

# RELATÓRIO ANUAL

CENTRO NACIONAL DE PESQUISA EM ENERGIA E MATERIAIS

PARTE 2

20  
24



MINISTÉRIO DA  
CIÊNCIA, TECNOLOGIA  
E INOVAÇÃO



Este relatório foi aprovado pelo Conselho de Administração  
em Reunião Ordinária realizada em 26/02/2025

## Sumário

---

<b>Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS).....</b>	<b>3</b>
1. Programa de Usuários Externos.....	3
2. Programas Estratégicos de Pesquisa e Desenvolvimento.....	21
3. Programa de Tecnologias Habilitadoras.....	32
4. Projetos Estruturantes .....	106
5. Apoio à geração de inovação .....	173
6. Treinamento, educação e extensão .....	176
7. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas.....	182
<b>Laboratório Nacional de Biociências (LNBio).....</b>	<b>198</b>
1. Programa de Usuários Externos.....	198
2. Programas Estratégicos de Pesquisa e Desenvolvimento.....	202
3. Programa de Tecnologias Habilitadoras.....	240
4. Projetos Estruturantes .....	247
5. Apoio à geração de inovação .....	257
6. Treinamento, Educação e Extensão .....	259
7. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas.....	267
<b>Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) .....</b>	<b>269</b>
1. Programa de Usuários Externos.....	269
2. Programas Estratégicos em Pesquisa e Desenvolvimento.....	282
3. Programa de Tecnologias Habilitadoras.....	335
4. Projetos Estruturantes .....	350
5. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas.....	354
6. Apoio à geração de inovação .....	364
7. Treinamento, Educação e Extensão .....	369
<b>Laboratório Nacional de Biorrenováveis (LNBR).....</b>	<b>387</b>
1. Programa de Usuários Externos.....	387
2. Programas Estratégicos de Pesquisa e Desenvolvimento.....	389
3. Projetos Estruturantes .....	427
4. Apoio à geração de inovação .....	429
5. Treinamento, Educação e Extensão .....	429
<b>Diretoria Adjunta de Tecnologia (DAT) .....</b>	<b>438</b>

1. Programa de Ações Transversais de Engenharia e Tecnologia .....	438
2. Projetos Estruturantes .....	495
3. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas.....	517
<b>Diretoria Adjunta de Infraestrutura (DAI) .....</b>	<b>522</b>
1. Projetos Estruturantes .....	522
2. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas.....	563

# Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS)

## 1. Programa de Usuários Externos

Em 2024, o Sirius consolidou seu papel como infraestrutura aberta e colaborativa, apoiando pesquisadores externos em projetos que abrangem uma ampla gama de áreas científicas. Por meio de chamadas regulares, as propostas submetidas por usuários passaram por avaliações rigorosas que garantiram a seleção de experimentos com alto mérito científico. A operação das linhas de luz e a integração com laboratórios de apoio permitiram a realização de estudos avançados em materiais, biologia, química, física e outras disciplinas, refletindo o impacto do Sirius no fortalecimento da ciência nacional e na promoção de colaborações internacionais. Este relatório apresenta os principais resultados obtidos e a relevância das pesquisas conduzidas pelos usuários externos, demonstrando a capacidade do Sirius de atender às demandas da ciência contemporânea.

### 1.1. Estatísticas de operação

Em 2024, até o dia 31 de outubro, o Sirius manteve um alto nível de atividade, com 45% das horas totais de operação do acelerador (3.936 horas) dedicadas ao feixe para usuários das linhas de luz, priorizando experimentos científicos de alta relevância. Além disso, 21% das horas disponíveis (1.872 horas) foram alocadas para atividades relacionadas às instalações, enquanto 10% (864 horas) foram utilizadas para estudos de máquina, essenciais para aprimorar o desempenho do acelerador. Outras demandas, como startup dos aceleradores, comissionamento das linhas e pesquisas relacionadas à RAD, representaram 7% do tempo, enquanto 17% das horas programadas não foram atendidas devido a ajustes e manutenções necessárias. A partir de novembro, o Sirius passou a operar em regime contínuo 24/7, incluindo domingos, ampliando ainda mais sua capacidade de atender à comunidade científica.

SIRIUS - HORAS ALOCADAS POR TURNO EM 2024

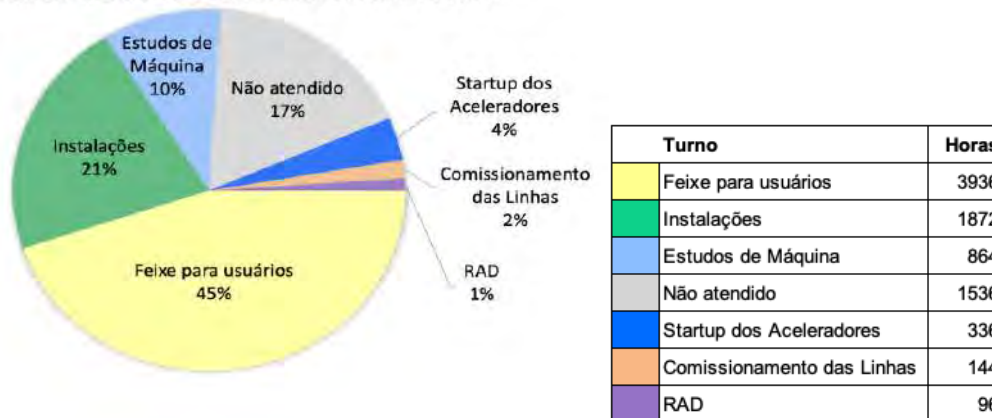


Figura 1: Distribuição de horas alocadas aos diferentes turnos de operação durante o ano de 2024

A confiabilidade operacional do Sirius destacou-se como um de seus pontos fortes em 2024. No período avaliado, a confiabilidade foi de 98,9%, com 3.144 horas programadas para entrega de feixe e 3.108,8 horas efetivamente entregues no horário previsto. Mesmo considerando as 14 quedas de feixe ocorridas durante o período, o sistema demonstrou alta resiliência, com tempo

médio entre falhas (MTBF) de 104,8 horas e tempo médio para recuperação (MTTR) de apenas 1,2 horas. Estes indicadores refletem o compromisso com a entrega de uma operação confiável e com mínima interrupção para os usuários.

Os gráficos mensais mostram a consistência do desempenho operacional ao longo do ano. A confiabilidade mensal manteve-se próxima ou acima de 98%, com destaque para os meses de maio e julho, que registraram índices de 99,9% e 99,4%, respectivamente. O MTBF apresentou maior variação, com um pico significativo em março, indicando menor frequência de falhas nesse mês, enquanto o MTTR permaneceu baixo e estável, garantindo uma rápida retomada das atividades após eventuais interrupções.

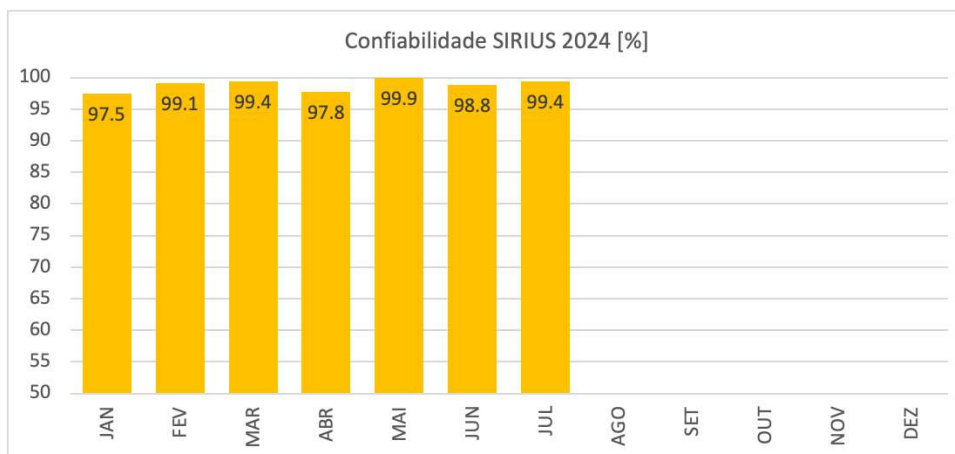


Figura 2: Detalhamento mensal da confiabilidade da fonte de luz SIRIUS, definida como tempo de feixe para linhas de luz entregue dentro do horário programado.

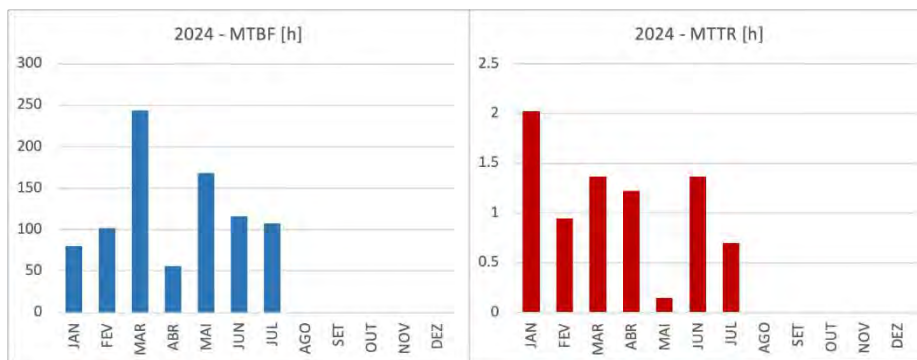


Figura 3: Tempo médio entre falhas (MTBF) e tempo médio de recuperação (MTTR)

Tabela 1 - Estatísticas de operação do SIRIUS em 2024, até 31/outubro

<b>Horas programadas de feixe para linhas</b>	<b>3144 h</b>
<b>Horas entregues dentro do horário programado</b>	3108.8 h
<b>Total de horas entregues</b>	3188.5 h
<b>Confiabilidade no período</b>	98.9 %
<b>Tempo médio entre falhas (MTBF)</b>	104.8 h
<b>Tempo médio para recuperação (MTTR)</b>	1.2 h
<b>Número de quedas de feixe durante usuários</b>	14

## 1.2. Destaques dentre as pesquisas realizadas nas instalações do Sirius

Em 2024, as instalações do Sirius e seus laboratórios de apoio permitiram avanços em diversas áreas, incluindo energia, biologia, ciência dos materiais e tecnologias quânticas. Linhas de luz como a EMA, MANACÁ e IMBUIA viabilizaram a caracterização de catalisadores, enzimas e nanomateriais, enquanto laboratórios como LCTE e LAB-NB2 ofereceram suporte à preparação de amostras para estudos em condições extremas e aplicações biológicas. Os resultados incluem novos insights sobre a estrutura de materiais, reações químicas e sistemas biológicos, consolidando o Sirius como uma infraestrutura essencial para a pesquisa científica.

### 1.2.1. Linha de Luz Ema

#### Composto de perovskita CsCuCl<sub>3</sub> sob condições extremas

Perovskitas de haleto têm atraído grande interesse na pesquisa devido às suas aplicações multifacetadas e versáteis em optoeletrônica. Este interesse é intensificado pela capacidade dessas perovskitas de sofrerem modificações estruturais complexas sob condições extremas, resultando em mudanças significativas em suas propriedades. Neste estudo<sup>1</sup>, utilizando as capacidades da linha EMA foi investigada a interação intrincada entre atributos estruturais e vibracionais do CsCuCl<sub>3</sub>, utilizando técnicas de espectroscopia Raman e difração de raios X de pó em síncrotron sob baixas temperaturas e altas pressões. O estudo sobre o composto CsCuCl<sub>3</sub> sob condições extremas revelou que o material apresenta uma transição de fase estrutural de primeira ordem de uma célula hexagonal para uma monoclinica quando submetido a altas pressões. Esta transição é reversível, mas influenciada pela pressão residual, causando alterações no valor da pressão crítica. Além disso, foi observada uma correlação significativa entre as dinâmicas de spin e fônons, especialmente em temperaturas baixas, indicando um mecanismo de acoplamento spin-fônon. Estes achados destacam a complexidade das propriedades estruturais e vibracionais do CsCuCl<sub>3</sub>.

<sup>1</sup> Rodríguez-Hernández, J. S., Gómez, M. A. P., Furtado, O. P., Vasconcelos, D. L. M., Ayala, A. P., Paschoal, C. W. A., Kutelak, L. O., Lombardi, G. A., & dos Reis, R. D. (2024). CsCuCl<sub>3</sub> perovskite compound under extreme conditions. *Phys. Rev. B*, 109(5), 054116. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.109.054116>

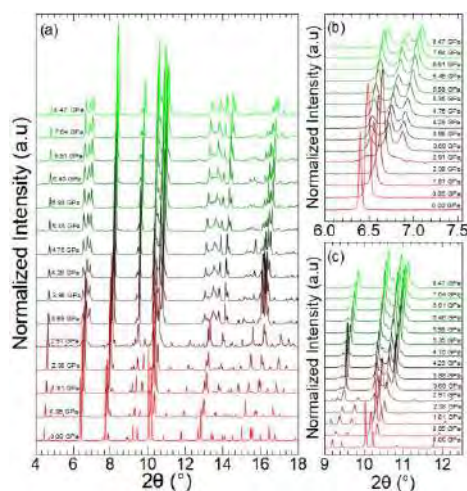


Figura 4: a) Difração de raios X no composto de  $\text{CsCuCl}_3$  como função da pressão aplicada. (b) e (c) mostram regiões específicas do padrão de difração.

### 1.2.2. Linha de Luz Ipê

#### Ligas bimetálicas Ir/Ni para redução de $\text{CO}_2$

A linha IPÊ destacou-se em 2024 por sua contribuição à pesquisa<sup>2</sup> em catalisadores de liga bimetálica Ir/Ni voltados à hidrogenação do dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) em ácido fórmico, um produto químico versátil e de grande interesse industrial. Nanopartículas de Ir/Ni ( $\sim 2,0$  nm), preparadas em líquidos iônicos, revelaram uma arquitetura única com um núcleo rico em Ir e uma camada externa rica em Ni, conforme caracterizado por espectroscopia de fotoelétrons de raios X (XPS) e espectroscopia de absorção de raios X (XAS). Essas técnicas evidenciaram variações na composição química e nos estados de oxidação entre o núcleo e a camada externa das partículas, modificações que desempenham papel crucial na atividade catalítica.

Os espectros de fotoemissão dos níveis de valência, combinados com cálculos de densidade de estados, mostraram um deslocamento do centro da banda d do Ni para menores energias. Essas mudanças estruturais e eletrônicas resultaram em uma superfície Ir-Ni-O que facilita a migração de adsorbatos entre os sítios ativos, aumentando a eficiência da reação de hidrogenação. Como resultado, observou-se uma taxa de atividade catalítica aproximadamente quatro vezes maior do que a do Ir puro.

<sup>2</sup> Webber, R., Qadir, M. I., Castegnaro, M. V., Pontes, R. B., da Silva, K. I., & Dupont, J. (2024). Unlocking dynamic intermetallic synergy: Ir/Ni alloy nanoparticles catalyze  $\text{CO}_2$  hydrogenation to formic acid in ionic liquid environments. *Journal of Catalysis*, 439, 115791.



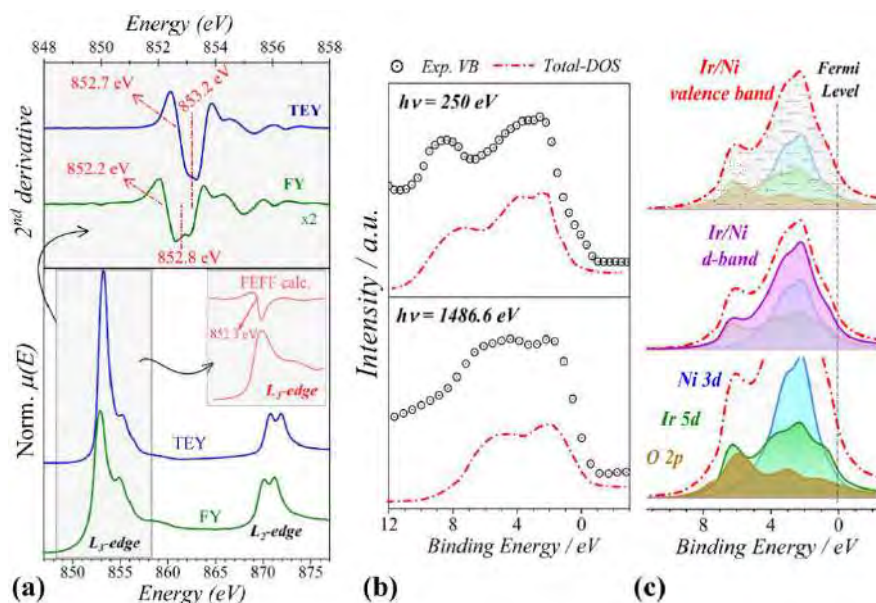


Figura 5: Caracterização da composição e estrutura eletrônica do catalisador (a) Espectros de absorção de raios-X nos modos rendimento de elétrons (TEY) mais sensível a camada externa das nanopartículas e fluorescência (FY) que é mais sensível ao interior. (b) Espectros de fotoemissão de raios-X dos estados de valência medidos com diferentes energias de excitação (preto) comparado com cálculo de densidade de estados calculada (vermelho). (c) Densidade de estados projetada mostrando as contribuições dos níveis Ni3d, Ir 5d e O 2p.

### 1.2.3. Linha de Luz Sabiá

#### Mudança de estado de spin por efeito de proximidade em ferrimagnético sintético de camadas Pt/Co/Gd

A linha SABIÁ se destacou com a investigação de fenômenos de spin em multicamadas ultrafinas de materiais magnéticos<sup>3</sup>. Este estudo abordou heteroestruturas formadas por camadas de Pt, Co e Gd, onde foi observada a formação espontânea de skyrmions magnéticos – estruturas nanoscópicas promissoras para dispositivos de memória magnética de próxima geração. As camadas de Co e Gd demonstraram alinhamento antiferromagnético, aumentando o interesse em suas aplicações tecnológicas.

Utilizando teoria de funcional densidade (DFT), foi identificado um comportamento inesperado: o alinhamento paralelo dos momentos magnéticos do Gd ao campo externo aplicado na interface com Pt. Para confirmar essas previsões teóricas, medidas de Dicroísmo Magnético Circular de Raios X (XMCD) foram realizadas nas bordas de absorção do Co e Gd. Esses experimentos demonstraram de forma inequívoca que, nas interfaces Gd-Pt, ocorre uma inversão do alinhamento magnético do Gd em relação ao campo aplicado, efeito este atribuído ao impacto da proximidade com o Pt.

3 BRANDÃO, J.; CARVALHO, P. C.; MIRANDA, I. P.; MORI, T. J. A.; BÉRON, F.; BERGMAN, A.; PETRILLI, H. M.; KLAUTAU, A. B.; CEZAR, J. C. Proximity-induced flipped spin state in synthetic ferrimagnetic Pt/Co/Gd heterolayers. Communications Physics. Aceito para publicação.

Ao longo de 2025, espera-se iniciar efetivamente o programa de usuários da linha SABIÁ a fim de receber a comunidade de magnetismo para experimentos nas estações experimentais de bobina supercondutora e microscópio de fotoemissão de elétrons.

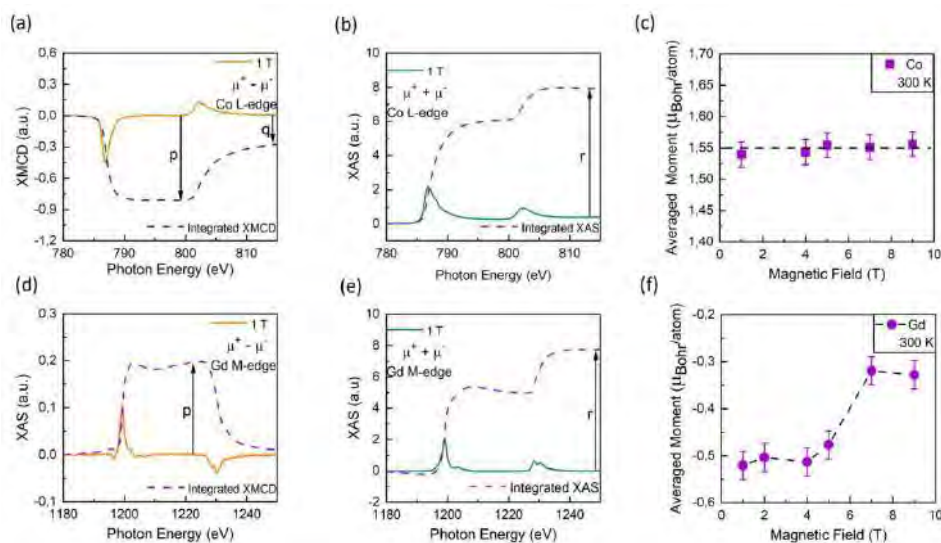


Figura 6: IXAS e XMCD integrados para ambos os elementos Co e Gd para aplicação das regras de soma. Em (a) e (d) são mostrados XMCD para ambos Co e Gd, e os parâmetros  $p$  e  $q$  calculados. O parâmetro  $q$  não é representado em (d) devido ao seu pequeno valor. XAS ( $\mu^+ + \mu^-$ ) para Co e Gd são demonstrados em (b) e (e), respectivamente. As integrais tomadas sobre os espectros são usadas para estimar a quantidade  $r$ . As quantidades  $p$ ,  $q$  e  $r$  são usadas para extrair momentos magnéticos orbitais e de spin na equação das regras de soma, mostrados em (c) e (f). Nota-se que enquanto o momento total do Co não se altera significativamente com o campo, no caso do Gd campos maiores resultam um menor valor médio de momento, indicando que alguns átomos de Gd estão se alinhando com o campo magnético externo aplicado.

#### 1.2.4. Linha se Luz Carnaúba

##### Estudo em operando de eletrocalisadores para conversão de nitrato em amônia

As reações redox, fundamentais em processos eletroquímicos, desempenham papéis cruciais na (photo)eletrocatalise, catalise e baterias. Durante essas reações, ocorre a transferência de elétrons entre espécies químicas, sendo facilitadas por catalisadores que aumentam a taxa de reação sem serem consumidos. Na produção de energia em células a combustível ou na conversão de produtos químicos, esses catalisadores são essenciais para garantir maior eficiência.

Na estação experimental TARUMÃ, da linha CARNAÚBA, usuários investigaram a conversão de nitrato em amônia ( $\text{NO}_3 \rightarrow \text{NH}_3$ ), utilizando catalisadores de óxido de cobre<sup>4</sup>. A Figura 7 mostra mudanças significativas na concentração de  $\text{Cu}^{+1}$  e  $\text{Cu}^0$  em diferentes potenciais (-0,4 V e -0,6 V), analisadas por mapeamento de XANES pontual. Este processo é de grande interesse industrial, já que a amônia, amplamente utilizada como fertilizante, é tradicionalmente produzida a partir

<sup>4</sup> COSTA, G. F.; WINKLER, M.; MARIANO, T.; PINTO, M. R.; MESSIAS, I.; SOUZA, J. B.; NECKEL, I. T.; SANTOS, M. F. C.; TORMENA, C. F.; SINGH, N.; NAGAO, R. Identifying the active site of Cu/Cu<sub>2</sub>O for electrocatalytic nitrate reduction reaction to ammonia. *Chem Catalysis*, v. 4, n. 1, p. 100850, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.checat.2023.100850>.

de combustíveis fósseis, enquanto o nitrato, um subproduto contaminante em ambientes aquáticos, apresenta-se como uma solução sustentável para a produção de "amônia verde".

A combinação das capacidades experimentais únicas da linha CARNAÚBA – como feixe nanométrico, mapeamento em *flyscan* e ótica acromática – foi determinante para identificar os sítios ativos do catalisador. A metodologia empregada demonstra a importância de estudar materiais em operação, algo possível apenas com técnicas baseadas em raios X. Esse avanço abre caminho para a aplicação desta abordagem a outros eletrocatalisadores e materiais, fortalecendo a relevância da estação Tarumã para pesquisas em catálise e sustentabilidade.

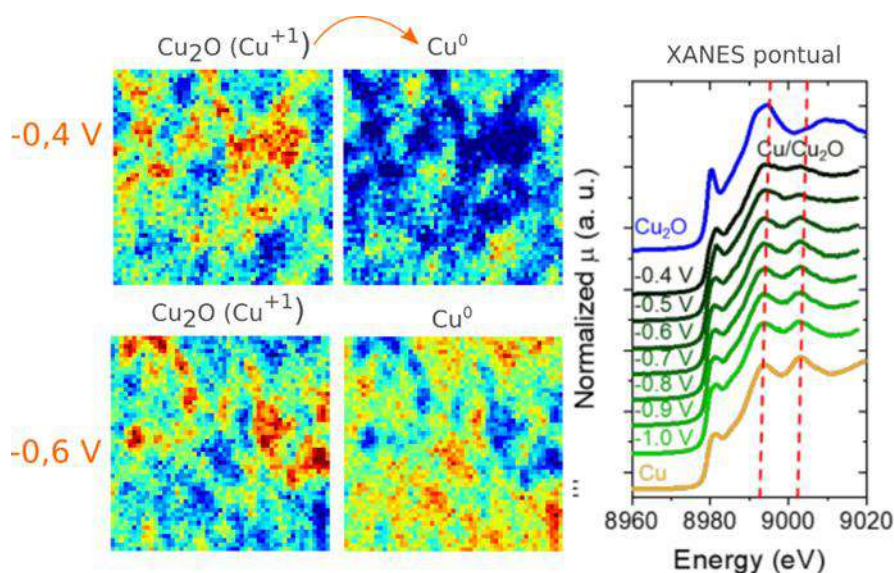


Figura 7: Redução do óxido de cobre I ( $\text{Cu}^{+1}$ ) durante o processo eletrocatalítico de conversão de nitrato em amônia. Distribuição dos estados de oxidação de Cu; mapas XANES para espécies  $\text{Cu}^{+}$  e  $\text{Cu}^0$  de área de  $50 \times 50 \text{ um}$  do catalisador obtido em  $-0,4$  e  $-0,6 \text{ V vs. SHE}$  sob as mesmas condições eletrolíticas de espectros XANES pontuais.

### 1.2.5. Linha de Luz Mogno

#### Análise de alto rendimento de imagens de tomografia de raios X de alta resolução em caules de oliveiras e citros resistentes e suscetíveis a *Xylella fastidiosa*

A linha MOGNO alcançou um marco em 2024 com a publicação do primeiro artigo por usuários externos utilizando dados coletados na estação. O estudo<sup>5</sup> investigou o patógeno *Xylella fastidiosa*, conhecido por causar doenças em importantes culturas agrícolas. Embora muitas variedades sejam afetadas, algumas exibem resistência, apresentando poucos sintomas mesmo quando infectadas.

Com o objetivo de entender a influência da estrutura do xilema na resistência ao patógeno, os pesquisadores utilizaram tomografia de raios X para analisar duas espécies de citros e duas variedades de oliveiras. Os resultados demonstraram que plantas suscetíveis apresentaram

<sup>5</sup> WALKER, Nancy C.; RUIZ, Siul A.; FERREIRA, Talita R.; COLETTA-FILHO, Helvécio D.; LE HOUX, James; MCKAY FLETCHER, Daniel; WHITE, Steven M.; ROOSE, Tiina. A high-throughput analysis of high-resolution X-ray CT images of stems of olive and citrus plants resistant and susceptible to *Xylella fastidiosa*. *Plant Pathology*, v. 73, n. 3, p. 630-643, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1111/ppa.13835>.

maior quantidade de vasos no xilema, o que facilita a disseminação da bactéria. No entanto, as características associadas à resistência variaram entre os dois grupos taxonômicos. Nos citros resistentes, os vasos apresentaram diâmetros semelhantes aos das plantas suscetíveis, enquanto. Nas oliveiras resistentes, os vasos eram mais estreitos, limitando potencialmente a propagação de biofilmes bacterianos.

O estudo concluiu que diferentes mecanismos fisiológicos explicam a resistência entre citros e oliveiras. Além disso, foi proposta a existência de um parâmetro intertaxonômico que pode acelerar a identificação de variedades resistentes, trazendo avanços significativos para a agricultura sustentável. A tomografia demonstrou sua relevância, abrindo perspectivas para novos estudos e resolução de problemas ligados não apenas à área de plantas, mas também em solos e rochas e outras diversas áreas.

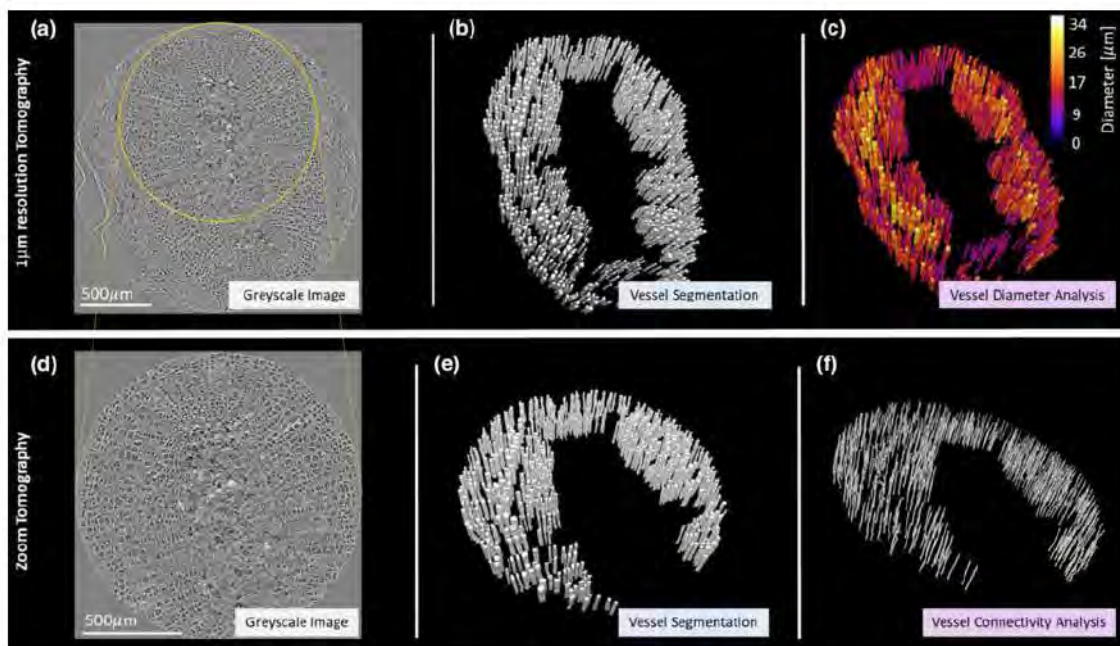


Figura 8: Amostras de caule foram medidas com pixel de 1  $\mu\text{m}$  (a) e 685 nm, no modo zoom tomography (d). As imagens em escala de cinza (a,d) foram segmentadas (b, e) e, em seguida, mapas de espessura (c) foram gerados a partir das imagens de 1  $\mu\text{m}$ , possibilitando a extração de medidas do diâmetro dos vasos. Esqueletos (f) foram gerados das imagens ampliadas para inferir a conectividade vascular

### 1.2.6. Linha de Luz Paineira

#### Estudo de exsolução de nanopartículas de Ni a partir do composto com estrutura perovskita $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.4}\text{Ti}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ para reforma de etanol utilizando difração de pó.

Em 2024, a linha PAINEIRA desempenhou um papel central no estudo de perovskitas de estrôncio, lantânio e titânio modificadas com níquel ( $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.4}\text{Ti}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ ), focado na correlação entre mudanças estruturais durante o processo de exsolução e o desempenho

catalítico. A pesquisa<sup>6</sup>, conduzida pelo grupo do Instituto de Pesquisas Energéticas Nucleares (IPEN), resultou em uma publicação na *Catalysis Today*.

Dados obtidos por difração de raios X de alta resolução na PAINEIRA demonstraram que amostras tratadas por 12 horas a 1000°C apresentaram maior produção de H<sub>2</sub> na reforma de etanol. Essa eficiência está associada à formação de uma alta densidade de nanopartículas de Ni, com um tamanho médio de cristalito de 43 nm, exsolvidas na superfície da perovskita. O estudo também indicou que o controle do tempo e temperatura de exsolução é crucial para otimizar as propriedades catalíticas do material.

A capacidade de realizar estudos *in situ* na PAINEIRA, utilizando difração de pó em alta resolução, foi determinante para entender e aprimorar o desempenho do material em condições reais. Esses resultados evidenciam o potencial da linha para beneficiar não apenas a área de catálise, mas também aplicações voltadas à energia e processos sustentáveis, reforçando sua relevância científica e tecnológica.

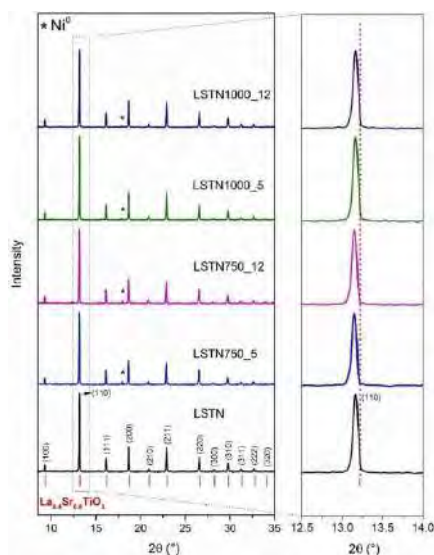


Figura 9: Padrões de raios-X de amostra de estruturas cristalinas perovskitas de composição  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.4}\text{Ti}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$  obtidos em alta resolução na linha Paineira. As amostras foram previamente as medidas reduzidas em atmosfera de hidrogênio e com variação de temperatura. Esse processo, chamado de exsolução, causa a segregação de Ni migração para a superfície da perovskita de forma ainda preza à sua estrutura cristalina.

### 1.2.7. Linha de Luz Cateretê

#### Produção de membranas poliméricas com nanocanais para aplicação em transporte seletivo de íons, biossensores ou geração de energia

Em 2024, a linha CATERETÊ foi utilizada para investigar membranas de polietileno tereftalato (PET) com nanocanais modificados por estruturas metal-orgânicas, projetadas para transporte seletivo de íons de cálcio. Inspiradas nos poros biológicos presentes em células, essas

<sup>6</sup> ZHANG, Wei; LI, Ming; WANG, Xiaoyu; CHEN, Li; ZHAO, Hui; LIU, Jian. Recent advances in CO<sub>2</sub> hydrogenation to methanol over Cu-based catalysts. *Catalysis Today*, v. 421, p. 11501, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2024.115011>

membranas têm potencial aplicação em transporte ativo, biossensores e geração de energia devido à sua seletividade iônica e alta eficiência.

A técnica de tomografia pticográfica de raios X foi empregada para caracterizar a estrutura tridimensional dos nanocanais. Essa abordagem permitiu determinar de forma quantitativa os parâmetros fundamentais, como forma, diâmetro e volume dos poros. Os resultados mostraram que a porosidade é um fator dominante na mobilidade iônica das membranas, destacando a importância de uma estrutura controlada para o desempenho funcional.

Os próximos passos incluem a segmentação dos dados coletados para a análise quantitativa detalhada e a publicação dos resultados, consolidando as contribuições dessa pesquisa ao desenvolvimento de materiais avançados para aplicações tecnológicas.

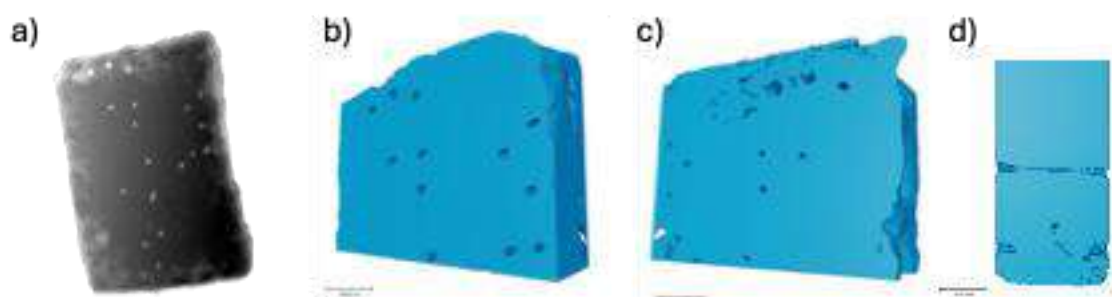


Figura 10: Resultados de tomografia pticográfica de raios X de membranas poliméricas com nanocanais onde é possível observar a densidade eletrônica 2D da superfície, o volume 3D de uma vista frontal da membrana e uma fatia interna mostrando um poro que atravessa a membrana polimérica

### 1.2.8. Linha de Luz Manacá

#### Elucidación estructural de enzimas do microbioma intestinal humano envolvidas no metabolismo de N-glicanos

Em 2024, a linha MANACÁ foi essencial para a determinação das estruturas de diferentes endoglicosidases (ENGases) do microbioma intestinal humano, conforme descrito no artigo publicado na *Nature Communications*<sup>7</sup>. O estudo revelou que microrganismos intestinais expressam ENGases funcionalmente distintas para metabolizar o mesmo substrato de N-glicano, sugerindo uma evolução adaptativa para otimizar o metabolismo de carboidratos no ambiente gastrointestinal.

A linha MANACÁ desempenhou um papel crucial neste avanço científico, permitindo a coleta de dados de cristalografia de alta resolução que detalharam as interações moleculares e as características estruturais das enzimas investigadas. A precisão dos dados obtidos e a qualidade dos cristais analisados foram determinantes para identificar variações nos sítios ativos das enzimas e compreender como essas diferenças estruturais influenciam suas funções

<sup>7</sup> SASTRE, Diego E.; SULTANA, Nazneen; NAVARRO, Marcos V. A. S.; HULICIAK, Maros; DU, Jonathan; CIFUENTE, Javier O.; FLOWERS, Maria; LIU, Xu; LOLLAR, Pete; TRASTOY, Beatriz; GUERIN, Marcelo E.; SUNDBERG, Eric J. Human gut microbes express functionally distinct endoglycosidases to metabolize the same N-glycan substrate. *Nature Communications*, v. 15, n. 5123, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41467-024-48802-3>.

metabólicas. Esse nível de detalhe foi alcançado graças à capacidade da MANACÁ de realizar experimentos rápidos e altamente sensíveis, demonstrando sua competitividade com instalações de luz síncrotron de classe mundial.

A linha MANACÁ planeja disponibilizar aos usuários uma plataforma para triagem de moléculas com potencial terapêutico e fragmentos, visando acelerar a descoberta de fármacos e a caracterização de enzimas, como as estudadas neste trabalho.

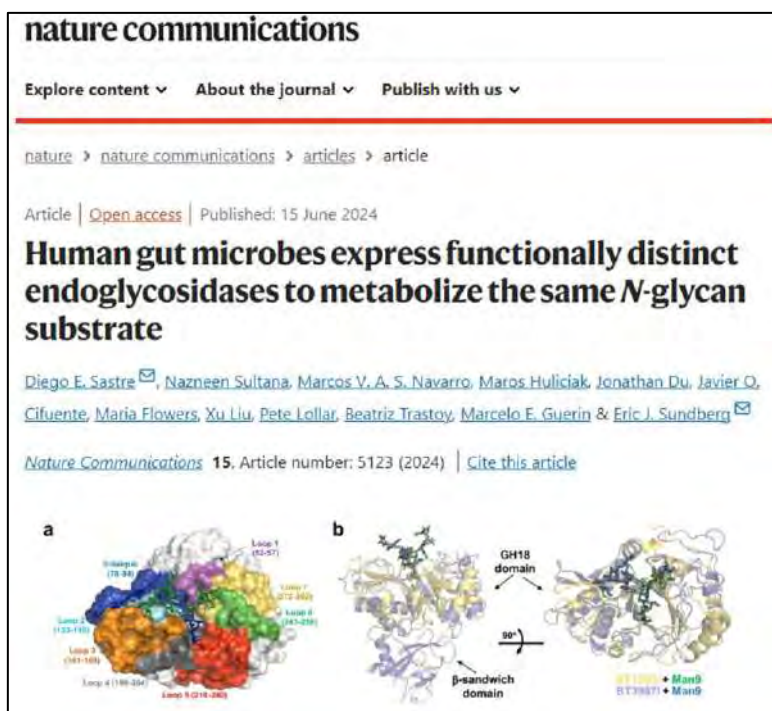


Figura 11: Artigo publicado na revista Nature communications mostrando a estrutura de uma enzima do microbioma intestinal humano. A linha de luz MANACÁ foi fundamental na obtenção dos modelos estruturais de alta resolução.

### 1.2.9. Linha de Luz Imbuia

#### Nanobiocompósitos reforçados com nanomateriais 2D para engenharia de tecidos ósseos

A linha IMBUIA destacou-se em 2024 com a caracterização de nanobiocompósitos inovadores desenvolvidos para aplicações em engenharia de tecidos ósseos. Neste estudo<sup>8</sup>, nanobiocompósitos foram criados a partir da combinação de colágeno bovino com nano-talc 2D exfoliado, derivado de pedra-sabão, em diferentes concentrações. Esses materiais exploram as propriedades únicas de nanomateriais 2D, como sua elevada rigidez e funcionalidade de superfície, para oferecer avanços significativos em *scaffolds* para regeneração óssea.

A caracterização avançada realizada na linha IMBUIA utilizou técnicas de ponta, incluindo AFM, XPS, nano-FTIR, nanoimagem s-SNOM, Espectroscopia de Força e PeakForce QNM<sup>®</sup>, para estudar

<sup>8</sup> BRITO, Ana; SOUSA, Samuel; MORAIS, Helane; COSTA, Pedro; MEDRADO, Nathanael; PRADO, Mariana; BARCELOS, Ingrid; ALVARENGA, Érika; NEVES, Bernardo; BARBOZA, Ana; MANHABOSCO, Taíse. Cutting-edge collagen biocomposite reinforced with 2D nano-talc for bone tissue engineering. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, v. 60, p. 102756, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.nano.2024.102756>.

detalhadamente as propriedades estruturais e mecânicas do material. Os resultados revelaram que a adição de nano-talc 2D aumentou significativamente a rigidez do compósito em comparação ao colágeno puro, além de promover o crescimento, proliferação e mineralização de osteoblastos em estudos *in vitro*. Esses achados destacam o potencial biológico promissor desses compósitos como *scaffolds* para regeneração óssea.

Os próximos passos incluem explorar novos sistemas de nanobiocompósitos com propriedades similares ou superiores, além de desenvolver técnicas de caracterização ainda mais sensíveis para ampliar a compreensão e o desempenho desses materiais inovadores.

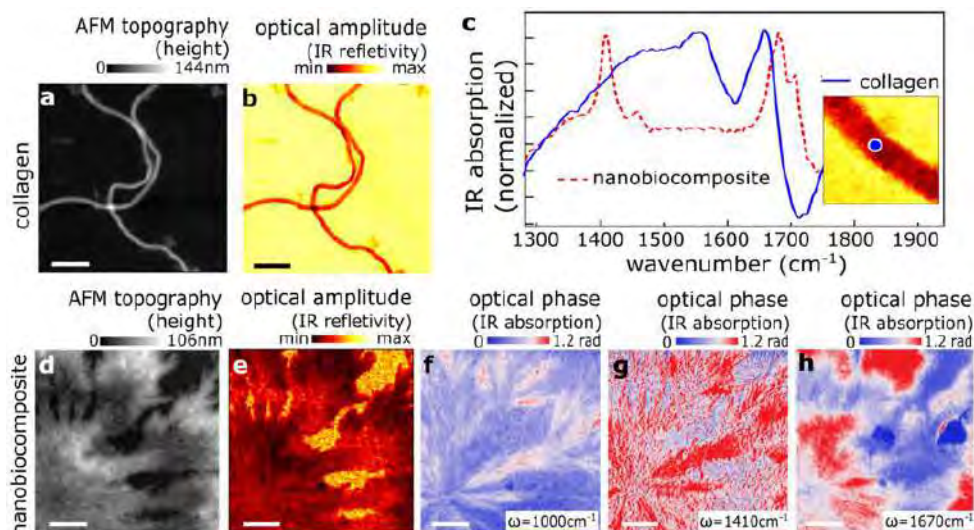


Figura 12: Microscopia óptica de campo próximo de varredura do tipo espalhamento (*s*-SNOM) para nanoimagem e nanospectroscopia. Imagem de topografia de AFM de (a) fibra individual de colágeno sobre um substrato de ouro e (b) correspondente imagem de refletividade no infravermelho de banda larga. (c) Absorção de mid-IR normalizada do colágeno (azul) e do nanobiocompósito (vermelho) adquirida na faixa espectral de 1250 a 1900  $\text{cm}^{-1}$ , com um zoom digital da área, destacando um ponto azul indicando a localização representativa para a aquisição do espectro. (d) Imagem de topografia de AFM seguida pelas correspondentes (e) imagem de refletividade no infravermelho de banda larga e imagens de fase óptica (absorção no IR) adquiridas em 1000  $\text{cm}^{-1}$ , 1410  $\text{cm}^{-1}$  e 1670  $\text{cm}^{-1}$ . As barras de escala representam 2  $\mu\text{m}$ .

### 1.2.10. Linha de Luz Cedro

#### Espectroscopia de dicroísmo circular para investigar a imobilização de enzimas em biossensores eletroquímicos

Em 2024, a linha CEDRO foi utilizada para avaliar os efeitos do aprisionamento da enzima álcool desidrogenase (ADH) em suporte de náfon na superfície de eletrodos, uma estratégia promissora para aplicações em biossensores eletroquímicos. A espectroscopia de dicroísmo circular foi empregada como passo inicial para verificar se a ADH imobilizada mantinha sua estrutura secundária, essencial para sua funcionalidade catalítica.

A preparação das amostras foi fundamental, envolvendo a aplicação de camadas de náfon sobre filmes de ADH em discos de quartzo e comparando os espectros de CD na presença e ausência do suporte. O porta-amostra desenvolvido na linha CEDRO foi crucial para essas medidas, permitindo a análise precisa da estrutura das enzimas. Além disso, a adaptação do ambiente de



amostras para conexão de cabos possibilitou medidas *in situ*, permitindo avaliar alterações estruturais da ADH durante a aplicação de potenciais elétricos, ampliando significativamente as capacidades experimentais da linha.

A linha CEDRO pretende avançar no comissionamento científico com o feixe síncrotron, atendendo às propostas que aguardam medidas nesta configuração. Além disso, o desenvolvimento de novos ambientes de amostra para dicroísmo circular expandirá as possibilidades experimentais, consolidando a linha como uma plataforma versátil para estudos em sistemas biológicos e materiais funcionais.

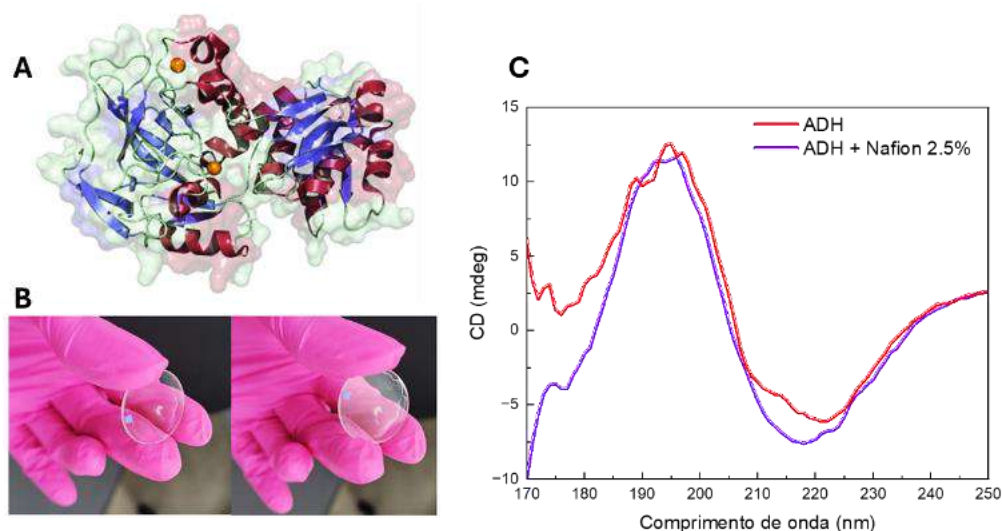


Figura 13: A- Representação da estrutura 3D da enzima álcool desidrogenase (ADH) – PDB 4W6Z. B- Fotografias dos filmes da enzima sobre os discos de quartzo. C – Espectros de dicroísmo circular da enzima em filme na presença e ausência de náfion.

### 1.2.11. Laboratório De Condições Termodinâmicas Extremas (LCTE)

#### Desenvolvimento de forno resistivo para experimentos em alta pressão e alta temperatura

O Laboratório de Condições Termodinâmicas Extremas (LCTE) realizou avanços significativos em 2024 com o desenvolvimento de um forno resistivo para experimentos que combinam alta pressão e alta temperatura. Essa combinação é essencial para explorar diagramas de fases de materiais, abrangendo desde estudos de transições de fase até a síntese de novos materiais.

O forno, projetado para operar em temperaturas de até 600 K, foi especialmente adaptado para uso com células de alta pressão (DAC) e membranas de gás. Em junho de 2024, foi montado na linha EMA, onde foi utilizado com sucesso em um experimento de usuário para medidas de difração de raios X em diferentes condições de temperatura e pressão. Essa instalação marcou um importante marco técnico e científico, ampliando as capacidades experimentais da linha e do LCTE.

O elemento aquecedor atual, composto por uma coleira de inonel com enrolamento de kanthal dentro de tubos de quartzo, limita o forno a 600 K. Planeja-se substituir esse elemento por uma coleira isolada importada, capaz de alcançar temperaturas próximas de 1000 K. Esse

aprimoramento permitirá explorar um intervalo mais amplo de condições experimentais, expandindo ainda mais as possibilidades de pesquisa em alta pressão e alta temperatura.

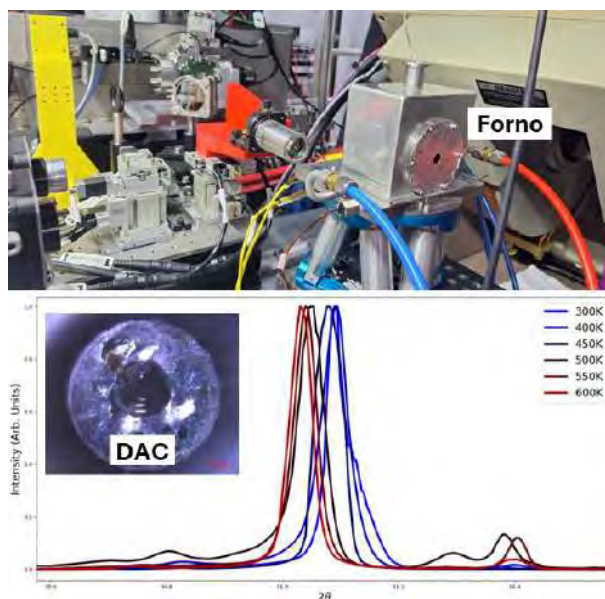


Figura 14: Desenvolvimento de um forno para experimentos de alta pressão em alta temperatura. No topo é mostrada uma foto do forno montado na linha de luz EMA. Na parte inferior os difratogramas da amostra ludwigita de cobalto ( $\text{Co}_3\text{O}_2\text{BO}_3$ ) na pressão de 0.3 GPa e temperaturas de 300 K à 600 K. A montagem da amostra dentro da célula de pressão (DAC) é mostrada na imagem inserida no gráfico.

### 1.2.12. Laboratório Químico (LQ)

#### Limpeza e tratamento térmico de superfície de monocristais de $\text{SrTiO}_3$ (001)

O Laboratório Químico (LQ) desempenhou um papel central em 2024 ao apoiar um estudo voltado à preparação de monocristais de  $\text{SrTiO}_3$  (001) como substratos para a deposição epitaxial de filmes finos por ablação a laser (PLD). O objetivo foi garantir superfícies altamente ordenadas, com terraços atômicos ideais para o crescimento epitaxial, caracterizadas por baixa rugosidade e ausência de impurezas.

Os cristais de  $\text{SrTiO}_3$ , frequentemente utilizados como substratos, necessitam de um preparo adicional, pois suas superfícies polidas não são suficientemente ordenadas para filmes epitaxiais. O processo incluiu uma limpeza inicial com acetona e isopropanol em ultrassom, seguida de secagem com nitrogênio ( $\text{N}_2$ ). Posteriormente, foi realizado tratamento térmico (*annealing*) em forno tubular, promovendo a reordenação da superfície cristalina e a formação de terraços atômicos.

A técnica de Microscopia de Força Atômica (AFM), realizada no Laboratório de Crescimento In Situ (LCIS), foi essencial para monitorar a eficácia do tratamento térmico, assegurando que a superfície dos substratos atendesse às exigências para a deposição epitaxial. A infraestrutura do LQB e seu conjunto de equipamentos adequados foram determinantes para o sucesso do processo, garantindo condições ideais para o crescimento de filmes epitaxiais de alta qualidade.

O estudo visa estabelecer protocolos robustos para a preparação de monocristais de  $\text{SrTiO}_3$  (001) como substratos para filmes epitaxiais de alta qualidade. O LQB seguirá oferecendo suporte

técnico e infraestrutura para assegurar o preparo eficiente de substratos e contribuir para avanços em deposição de filmes finos.

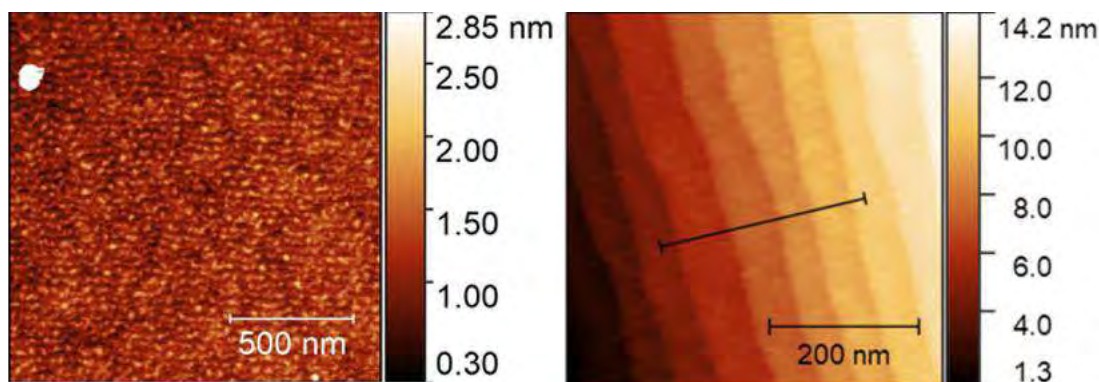


Figura 15: Imagens das superfícies dos monocristais de SrTiO<sub>3</sub> (001) sem e com a limpeza e tratamento térmico.

### 1.2.13. Laboratório Nanobio (LNB)

#### Síntese e caracterização de nanopartículas de sílica em meio biológico complexo

Em 2024, o Laboratório Nanobio (LNB) foi essencial para um estudo<sup>9</sup> voltado à investigação da adsorção de proteínas e da estabilidade coloidal de nanopartículas de sílica, tanto sem funcionalização quanto funcionalizadas com PEG em meios biológicos complexos. As nanopartículas foram sintetizadas e funcionalizadas no LNB, garantindo tamanhos controlados e características específicas para os experimentos.

A caracterização inicial foi realizada utilizando espalhamento de luz dinâmico (DLS) e ensaio de ácido bicinconínico (BCA) para quantificar proteínas adsorvidas nas partículas. Posteriormente, as amostras foram analisadas na linha CATERETÊ, onde a técnica de Dicroísmo Circular de Raios X (XPCS) demonstrou ser particularmente eficaz para monitorar a dinâmica das nanopartículas em ambientes biológicos complexos, superando as limitações de métodos convencionais.

A infraestrutura do LNB foi determinante para todo o processo, abrangendo desde a síntese e funcionalização das partículas até a caracterização detalhada. Esse suporte assegurou que as nanopartículas apresentassem propriedades coloidais e bioquímicas adequadas para estudos de interação em meios biológicos.

O estudo planeja ampliar a avaliação da estabilidade coloidal das nanopartículas em outros meios biológicos, enquanto o LNB continuará oferecendo suporte técnico e infraestrutura para o preparo e caracterização de amostras envolvendo nanomateriais e biomoléculas.

<sup>9</sup> SILVA, Caroline E. P.; PICCO, Agustin S.; GALDINO, Flavia Elisa; AZEVEDO, Mariangela de Burgos Martins de; CATHCARTH, Marilina; PASSOS, Aline R.; CARDOSO, Mateus Borba. Distinguishing protein corona from nanoparticle aggregate formation in complex biological media using X-ray photon correlation spectroscopy. *Nano Letters*, v. 24, n. 10, p. 1234-1245, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.4c03662>.

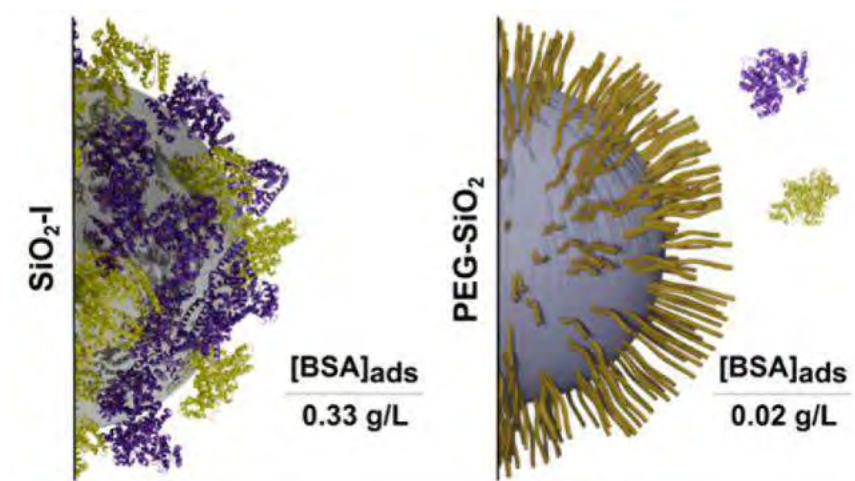


Figura 16: Ilustração das nanopartículas sintetizadas, sem e com funcionalização com PEG, e a quantidade de proteínas adsorvidas em cada uma delas quantificada por BCA.

#### 1.2.14. Laboratório de Amostras Microscópicas (LAM)

##### Formação de fase 2D em perovskitas híbridas 3D

As perovskitas híbridas orgânicas-inorgânicas têm se destacado como materiais promissores para aplicações em células solares devido à sua capacidade de absorção de luz. Estudos recentes indicam que a integração de estruturas bidimensionais (2D) com filmes de perovskitas tridimensionais (3D) melhora tanto a eficiência quanto a estabilidade desses dispositivos.

No Laboratório de Amostras Microscópicas (LAM-PFIB), a formação da fase 2D sobre a perovskita 3D foi investigada utilizando catodoluminescência (CL) combinada com microscopia eletrônica de varredura (MEV). As imagens adquiridas no microscópio Helios 5 PFIB DualBeam permitiram mapear os locais preferenciais de formação da fase 2D, revelando que essa ocorre predominantemente nos contornos de grão da perovskita 3D. Esses resultados ajudam a explicar os mecanismos de passivação que aumentam a estabilidade dos filmes de perovskita 3D.

O trabalho<sup>10</sup> demonstrou a viabilidade de estudos por catodoluminescência em perovskitas híbridas, materiais conhecidos por sua sensibilidade a danos de radiação, abrindo novas possibilidades para a investigação de dispositivos optoeletrônicos avançados.

<sup>10</sup> SCALON, Lucas; SZOSTAK, Rafał; ARAÚJO, Fernando L.; ADRIANI, Karina F.; SILVEIRA, João F. R. V.; OLIVEIRA, W. X. C.; NOGUEIRA, Ana F. V. Improving the stability and efficiency of perovskite solar cells by a bidentate anilinium salt. *ACS Applied Materials & Interfaces*, v. 16, n. 38, p. 51727–51735, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1021/acsami.4c11394>

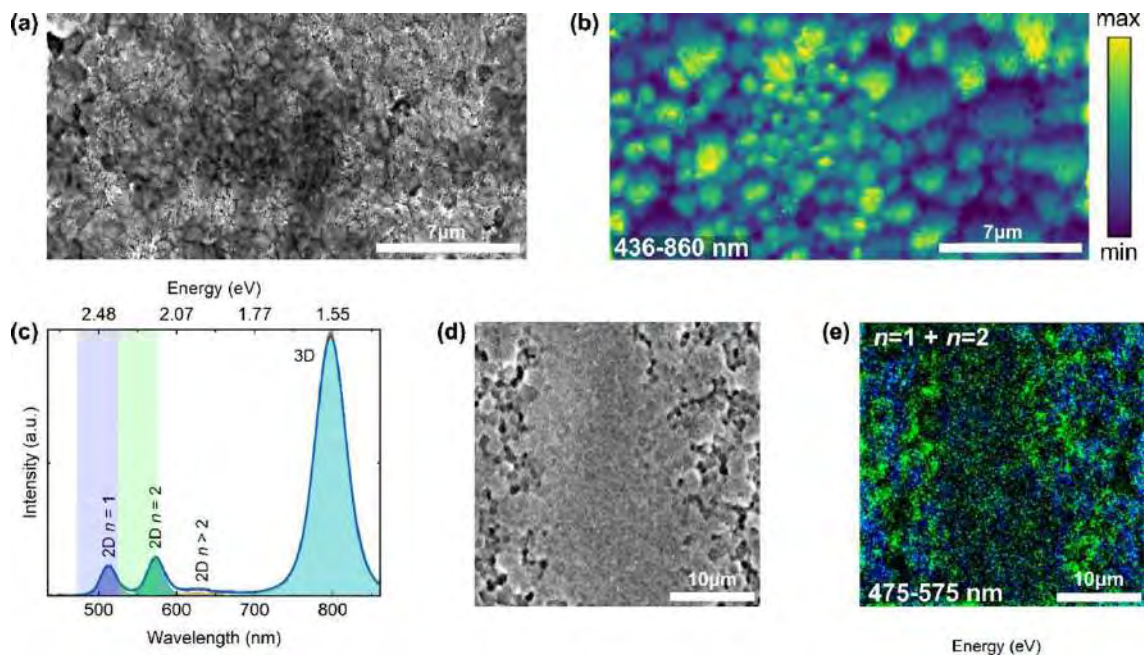


Figura 17: (a) Imagem de MEV da perovskita 2D/3D baseada em iodeto de ciclo-hexil-etil-amônio (CHEAI) adquirida simultaneamente com (b) a imagem pancromática de CL, utilizando 5 kV e 50 pA. (c) Espectros de CL de grande área coletados na região espectral de 435–860 nm, adquiridos com 2 kV e 50 pA. (d) Imagem de MEV de uma região diferente, adquirida com 10 kV e 100 pA. (e) Sobreposição das emissões 2D correspondentes a  $n = 1$  e  $n = 2$

### 1.2.15. Laboratório de Sistemas Bidimensionais (L2D)

#### Investigando a Natureza de Emissores de Fóton Único em um Monolayer de WSe<sub>2</sub>

As monocamadas de dicalcogenetos de metais de transição (TMDs) têm se destacado como materiais promissores para a geração de emissores de fóton único (SPEs), essenciais para tecnologias quânticas. No entanto, a natureza exata dos estados excitônicos responsáveis por esses emissores ainda é amplamente debatida.

Neste estudo<sup>11</sup>, monocamadas de WSe<sub>2</sub> foram transferidos para substratos de vidro utilizando o sistema de transferência disponível no Laboratório de Materiais 2D (LAM – L2D), permitindo o controle preciso do perfil de tensão aplicado. Durante a caracterização, foi observado um deslocamento anômalo para o vermelho na energia de fotoluminescência sob campo magnético, sem alterações significativas na intensidade. Esses resultados foram explicados por um modelo baseado em éxcitons de defeito intervalle, fornecendo novos insights sobre os mecanismos físicos que regem os SPEs em TMDs.

Os avanços alcançados neste trabalho abrem caminho para o controle mais eficiente dos SPEs, facilitando a integração prática de materiais 2D em sistemas de informação quântica, com aplicações potenciais em comunicação e computação avançadas.

<sup>11</sup> DE BRITO, C. S.; ROSA, B. L. T.; CHAVES, A.; CAVALINI, C.; RABAHI, C. R.; FRANCO, D. F.; NALIN, M.; BARCELOS, I. D.; REITZENSTEIN, S.; GOBATO, Y. G. Probing the nature of single-photon emitters in a WSe<sub>2</sub> monolayer by magnetophotoluminescence spectroscopy. *Nano Letters*, v. 24, n. 42, p. 13300–13306, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.4c03686>.

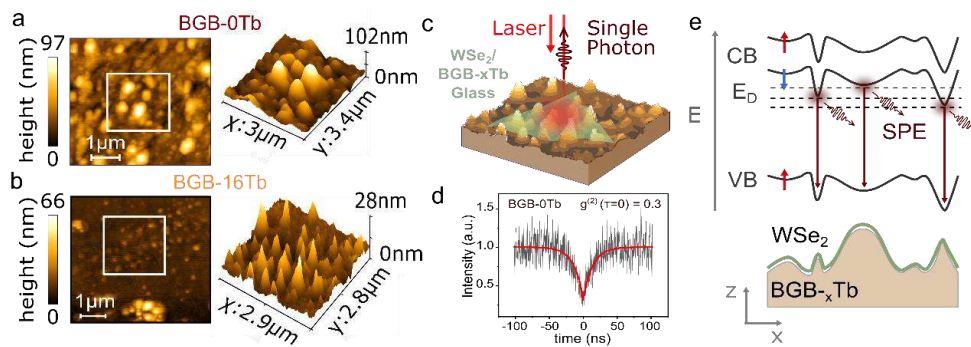


Figura 18: (a) e (b) Imagem de topografia por AFM dos substratos de vidro (0% e 16%  $Tb^{3+}$ ). A dopagem com  $Tb^{3+}$  afeta a topologia do vidro após o polimento. (c) Representação esquemática da amostra com uma monocamada de  $WSe_2$  sobre vidro polido, sob excitação por laser e mostrando a emissão de fótons únicos. (d) Função de correlação de segunda ordem  $g^{(2)}$  em função do tempo de atraso, medida para um pico de PL em 1,626 eV na amostra  $WSe_2/BGB-0Tb$ . (e) Diagrama esquemático das bandas de condução (CB) e valência (VB) dos vales  $K/K'$ . Sob deformações locais, as bandas são deformadas, confinando excitons que podem hibridizar com níveis de defeito (ED) gerando emissão de fótons únicos.

#### 1.2.16. Laboratório de Amostras Biológicas (LAB)

##### Cultivo de células e preparo de amostras no LAB para investigar a relação de agrotóxicos com câncer de mama

Em 2024, o Laboratório de Amostras Biológicas (LAB-NB2) apoiou um estudo inovador que investiga a relação entre a exposição a agrotóxicos e a incidência de câncer de mama em mulheres do sul do Brasil. O trabalho utilizou células da linhagem de câncer de mama, cultivadas e tratadas com agrotóxicos no LAB-NB2, para análises detalhadas realizadas na linha de luz IMBUIA.

O preparo das amostras incluiu a análise de células vivas após centrifugação, que eliminou o excesso de água, garantindo condições ideais para a obtenção de dados. Os resultados revelaram alterações significativas nos padrões de bandas nas células tratadas, indicando potenciais impactos bioquímicos da exposição aos agrotóxicos. A proximidade entre o LAB-NB2 e a linha IMBUIA foi crucial para otimizar o processo, permitindo análises rápidas e eficientes, essenciais devido ao tempo limitado para os experimentos.

Planeja-se publicar os resultados obtidos, contribuindo para o avanço do conhecimento na relação entre agrotóxicos e câncer de mama. O LAB-NB2 pretende expandir seu suporte para o preparo de amostras biológicas diversas, além de investir na aquisição de uma câmera para o microscópio, visando registrar e acompanhar os cultivos celulares de forma mais detalhada.

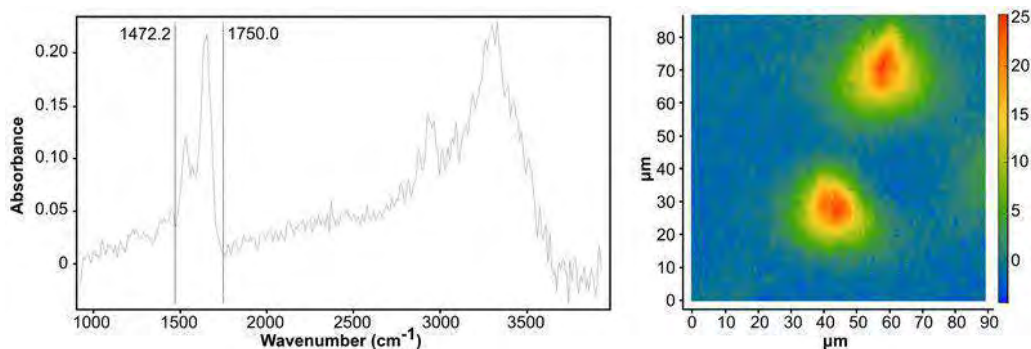


Figura 19: Resultado obtido na linha de luz IMBUIA com as células de câncer de mama cultivadas no LAB-NB2

## 2. Programas Estratégicos de Pesquisa e Desenvolvimento

O estudo de materiais com luz síncrotron tem um impacto significativo em diversas áreas cruciais para a sociedade, incluindo saúde, energia, tecnologia da informação, meio ambiente e agricultura. Experimentos que utilizam luz síncrotron são fundamentais para investigar uma ampla gama de teorias sobre os processos microscópicos em materiais, tanto naturais quanto sintéticos. Com efeito, a principal missão do LNLS é criar e disponibilizar o estado da arte em capacidades experimentais baseadas no uso da luz síncrotron. Para que cumprir esta missão, além de gerar a radiação síncrotron através de uma fonte de luz síncrotron de 4ª geração, uma das 3 disponíveis no mundo atualmente, o LNLS explora fenômenos fundamentais de interação da radiação síncrotron com a matéria, desenvolve os métodos experimentais que permitem enxergar os mecanismos microscópicos que dão as propriedades dos materiais, e desenvolve todas as cadeias de instrumentos científicos capazes de realizar estes experimentos.

### 2.1. Programa de P&D em Ciência com luz síncrotron

O programa de Pesquisa e Desenvolvimento (P&D) em ciência com luz síncrotron é essencial para expandir e aprimorar as capacidades científicas oferecidas pelo LNLS. Essas capacidades, comparáveis a uma linha de novos produtos de uma empresa, necessitam de contínuo desenvolvimento e validação de métodos experimentais baseados em fenômenos fundamentais. Para aumentar a diversidade e o número dessas capacidades (semelhante à expansão de um portfólio de produtos), é crucial tanto a introdução de novos experimentos em linhas de luz já existentes quanto o estabelecimento de novas linhas. Um exemplo disso é o estudo de cristais ultrafinos de biotita natural como camada dielétrica em heteroestruturas de van der Waals, que explorou as características químicas e estruturais do material com alta resolução espacial, utilizando técnicas avançadas de luz síncrotron.

Além da expansão quantitativa, a melhoria na performance das capacidades experimentais existentes é vital. Isso envolve aprimoramentos na resolução espaço-temporal e na sensibilidade às medidas físicas em diversas classes de materiais. As atividades de ciência com luz síncrotron que apresentaremos a seguir focam em explorar e estender os tipos e os limites de desempenho dos experimentos com luz síncrotron, abrangendo uma variedade de materiais e fenômenos, como o estudo da dinâmica de nanopartículas em meios biológicos complexos utilizando espectroscopia de correlação de fótons de raios X (XPCS), que permitiu monitorar o coeficiente de difusão e as variações de diâmetro das nanopartículas, sem a necessidade de diluição ou

fracionamento. Os resultados obtidos geram demandas por novas tecnologias avançadas, tanto em aceleradores quanto em linhas de luz. Estas tecnologias são fundamentais para transformar conceitos de novos ou melhores experimentos em recursos acessíveis à comunidade científica, como ilustrado pelo avanço na caracterização de nanomateriais para uso biomédico.

### 2.1.1. Organização química e estrutural

Materiais naturais e artificiais complexos, que são importantes e tecnologicamente relevantes, possuem uma estrutura organizada em várias escalas de tamanho, conferindo-lhes propriedades únicas. Essas propriedades são cruciais em diversas áreas da ciência, como agricultura, paleontologia e indústria petroquímica. Para entender como esses materiais funcionam, é essencial usar ferramentas analíticas que revelem detalhes químicos e estruturais em escalas meso e nano. A combinação de técnicas de imagem e espectroscopia de raios X ajuda a entender a interação entre os componentes desses materiais em diferentes escalas. Este subprograma foca em avançar o uso da luz síncrotron para obter informações quantitativas sobre esses materiais complexos, desenvolvendo métodos e conceitos que ajudam a correlacionar suas propriedades macroscópicas com sua organização em escalas menores.

#### Cristais ultrafinos de biotita natural como camada dielétrica para aplicações de heteroestrutura de van der Waals

A biotita, um mineral lamelar naturalmente abundante, destaca-se como um material promissor para aplicações em nanodispositivos devido às suas propriedades eletrônicas únicas. Este estudo<sup>12</sup> investiga o potencial dos cristais ultrafinos de biotita como camadas dielétricas em heteroestruturas de van der Waals, explorando suas características químicas e estruturais com alta resolução espacial.

Para superar os desafios de sondar diretamente impurezas em materiais com poucas camadas, foram utilizadas técnicas avançadas de luz síncrotron na linha de luz CARNAÚBA do Sirius. Essas técnicas permitiram a identificação química e o mapeamento elemental com resolução nanométrica, bem como a avaliação do estado de oxidação do ferro presente no material. Em particular, as técnicas de fluorescência de raios X (XRF) e espectroscopia de absorção de raios X (XANES) foram cruciais para determinar a concentração e o estado de oxidação do ferro em função da espessura das camadas, avançando nosso entendimento sobre a organização eletrônica e estrutural desse mineral.

Os flocos de biotita com poucas camadas foram preparados por exfoliação micromecânica e selecionados por microscopia óptica. Em seguida, foram transferidos para substratos marcados utilizando o sistema de transferência localizado na instalação LAM - L2D. Essa abordagem garantiu a precisão na localização dos flocos na linha CARNAÚBA, otimizando a eficiência das medições experimentais.

---

<sup>12</sup> DE OLIVEIRA, Raphaela, YOSHIDA, Ana B. Barbosa; RABAHI, Cesar R.; FREITAS, Raul O.; TEIXEIRA, Verônica C.; DE MATOS, Christiano J. S.; GOBATO, Yara Galvão; BARCELOS, Ingrid D.; CADORE, Alisson R. et al. Quantification of nanoparticle concentration in colloidal suspensions by a non-destructive optical method. *Nanotechnology*, v. 35, n. 19, p. 195701, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1088/1361-6528/ad7b3a>.



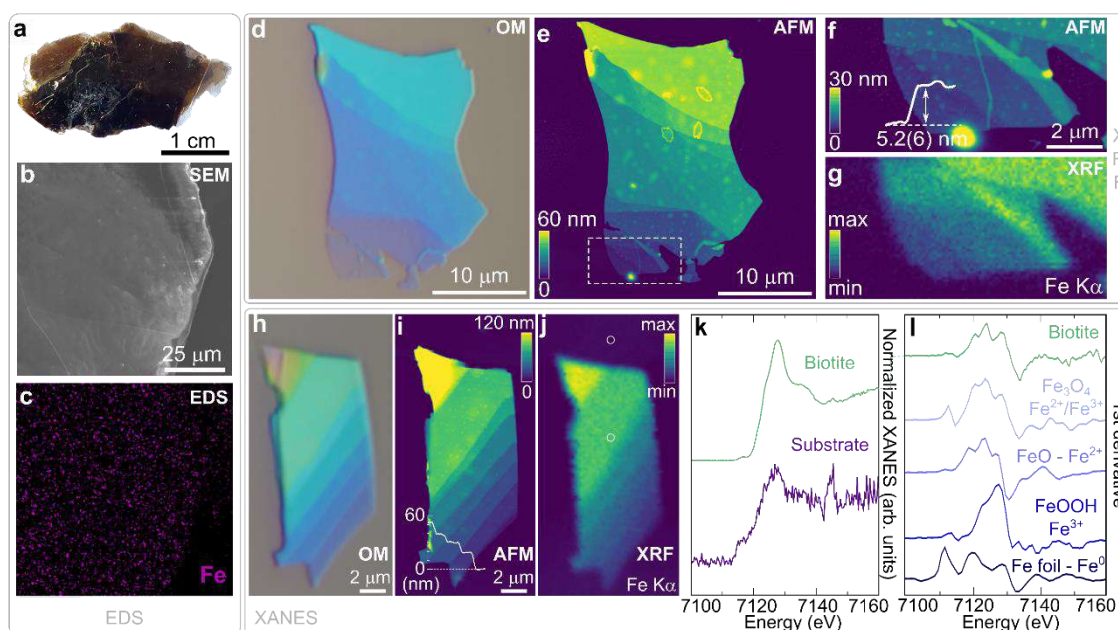


Figura 20: (a) Fotografia do cristal de biotita. (b) Imagem SEM e (c) mapa de EDS para ferro da biotita bulk. (d) Imagem óptica e de (e) topografia de uma biotita ultrafina. (f) Imagem de topografia e (g) mapeamento XRF para emissão Fe-K $\alpha$  da região mais fina do floco de biotita (~5 monocamadas). Imagens (h) óptica, (i) de topografia e (j) XRF de Fe-K $\alpha$  de um floco ultrafino de biotita. (k) Espectro XANES normalizado da biotita comparado com o sinal de fundo do substrato adquirido nos círculos em (j), respectivamente, e sua (l) primeira derivada comparada com amostras de óxidos de ferro de referência, apresentando Fe em diferentes estados de valência, revelando uma contribuição mista de Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>, com uma possível maioria de Fe<sup>2+</sup> em nossa amostra de biotita.

### Estudo e controle do dano de radiação em perovskitas híbridas

Com o advento das fontes de luz síncrotron de quarta geração, como o Sirius, os danos causados pelo feixe de raios X em materiais sensíveis tornaram-se uma preocupação significativa. Neste estudo<sup>13</sup>, foi investigado o efeito de altas doses de raios X em perovskitas de haleto metálicos, que são materiais promissores para aplicações em células solares de alta eficiência.

Os experimentos revelaram que os danos induzidos pelos raios X são dependentes da atmosfera em que a amostra está inserida, seja ar ou inerte (N<sub>2</sub>). Observamos que a parte orgânica das perovskitas é mais suscetível a danos e que essa degradação é quase independente da atmosfera. Além disso, os raios X promovem uma remoção seletiva de elementos químicos específicos do material. Ao otimizar as condições experimentais, foi possível realizar medições confiáveis com danos reduzidos.

Com essas condições aprimoradas, utilizamos a pticografia de raios X pela primeira vez em perovskitas de haleto metálicos, alcançando uma resolução de 15 nm usando um feixe de raios X de aproximadamente 200 x 400 nm<sup>2</sup>. Este avanço abre novas possibilidades para o estudo

<sup>13</sup> DA SILVA, F. M. C.; SZOSTAK, R.; GUAITA, M. G. D.; TEIXEIRA, V. C.; NOGUEIRA, A. F.; TOLentino, H. C. N. X-ray dose effects and strategies to mitigate beam damage in metal halide perovskites under high brilliance X-ray photon sources. *Energy Materials*, v. 4, p. 400058, 2024. DOI: <http://dx.doi.org/10.20517/energymater.2023.114>.

detalhado desses materiais em nanoscala, contribuindo para o desenvolvimento de dispositivos optoeletrônicos mais eficientes.

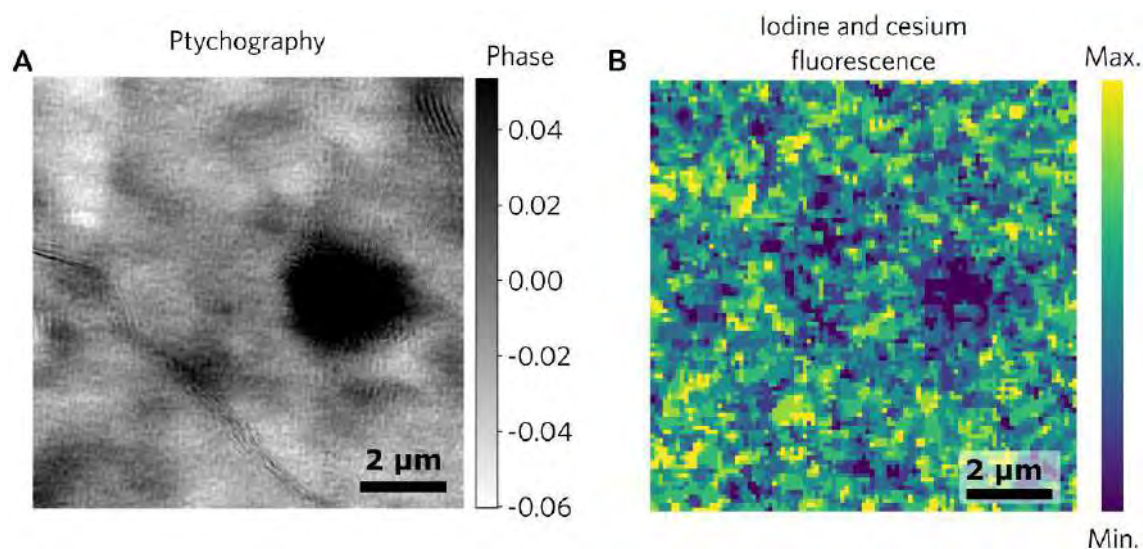


Figura 21: Imagens simultâneas de ptycografia de raios X e fluorescência de uma perovskita. (A) Ptycografia e (B) imagens nano-XRF de iodo e césio do composto de perovskita  $CS_{0,05}FA_{0,95}PbI_3$ .

### 2.1.2. Dinâmica de redox

Este projeto foca em estudar a transferência de elétrons em reações de oxidação-redução (redox), que são essenciais para entender processos como a catálise, a queima de combustíveis, a corrosão de metais, a fotossíntese e a respiração celular. Combinando experimentos *in situ* e modelagem física, o objetivo deste projeto é avançar as capacidades experimentais para identificar, quantificar e modelar a dinâmica dos estados de oxidação e a transferência de elétrons em reações químicas, através de técnicas como espectroscopia de absorção, fotoemissão e espalhamento inelástico de raios X. Exemplos de estudo incluem sistemas de geração e armazenamento de energia como células fotovoltaicas de perovskita e baterias de Li-ar, além de catalisadores e metaloenzimas usadas em biotransformação.

#### Catalisadores de cobre-alumínio obtidos a partir de precursores MOF para a conversão de NO e N<sub>2</sub>O

Neste estudo<sup>14</sup>, estruturas de Metal-Organic Frameworks (MOFs) foram sintetizadas a partir de precursores de cobre e cobre-alumínio utilizando o método de coprecipitação sob condições brandas. Esses materiais foram empregados nas reações de redução de NO por CO e de N<sub>2</sub>O por CO, processos cruciais para a mitigação de gases poluentes na atmosfera. Para elucidar o mecanismo redox ativo durante as reações, foram realizados experimentos *in situ* de espectroscopia de absorção de raios X (EXAFS e XANES) e difração de raios X com radiação síncrotron nas linhas de luz DXAS e XRD1. Os resultados revelaram que, durante a conversão de NO e N<sub>2</sub>O, o íon Cu<sup>+</sup> atua como o sítio ativo catalítico, seguindo um mecanismo de Mars-van

<sup>14</sup> LOPES, D.; LICEA, Y. E.; ROCHET, A.; ZOTIN, F.; PALACIO, L. A. Copper-aluminium bulk catalysts obtained from MOF precursors for the conversion of NO and N<sub>2</sub>O. *Applied Surface Science*, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.161720>.

Krevelen. Esse mecanismo envolve a transferência de oxigênio entre o catalisador e os reagentes, destacando a importância do estado de oxidação do cobre na eficiência catalítica.

Adicionalmente, as análises de EXAFS mostraram alterações nas distâncias interatômicas e no ambiente de coordenação do cobre durante as reações, indicando uma alta dispersão dos sítios ativos. A presença de alumínio na estrutura dos MOFs contribuiu para a estabilidade térmica e estrutural dos catalisadores, evitando a sinterização e aglomeração das partículas de cobre. Os padrões de difração de raios X in situ confirmaram a manutenção da estrutura cristalina sob condições reacionais, evidenciando a robustez dos materiais desenvolvidos. Esses achados fornecem insights valiosos para o design de catalisadores mais eficientes e duráveis na conversão de gases nocivos, promovendo avanços significativos em tecnologias de controle de emissões atmosféricas.

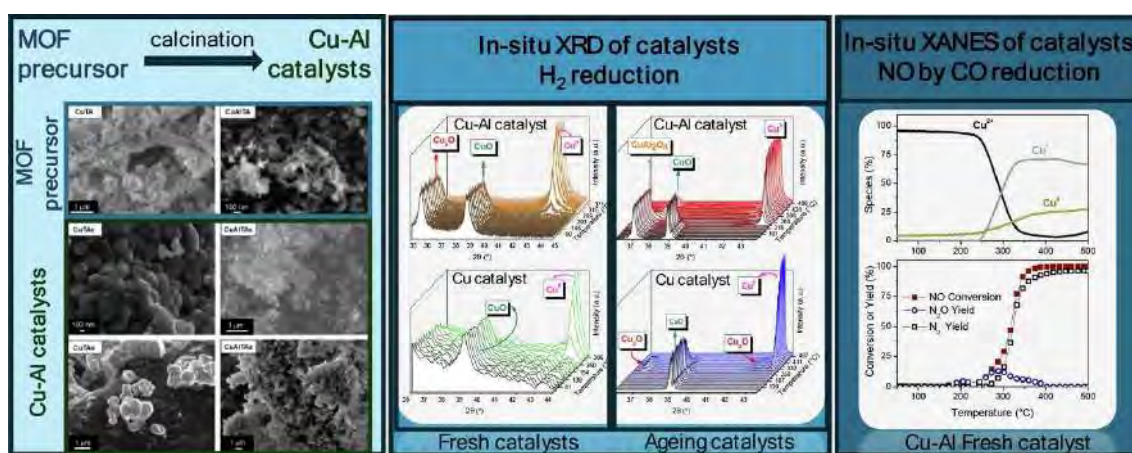


Figura 22: MOF sintetizados a partir de precursores de cobre e cobre-alumínio e caracterizados por in situ XRD e XAS durante a redução de H<sub>2</sub> e reação de NO + CO

### 2.1.3. Interações nano-bio

A interação entre nanomateriais (NMs) e sistemas biológicos é complexa e ocorre em vários níveis, tornando essencial a investigação dessas interações para a avaliação de nanossegurança e o desenvolvimento de nanofármacos. O objetivo deste projeto é avançar e ampliar as capacidades experimentais que permitam testar hipóteses sobre a natureza físico-química das interações nano-bio em diferentes escalas espaços-temporais e seus mecanismos, de forma complementar a métodos convencionais.

#### Investigação da dinâmica de nanopartículas em meios biológicos complexos para aplicação em nanomedicina

Compreender o comportamento das nanopartículas expostas a fluidos biológicos é crucial para o avanço da nanomedicina. Em sistemas biológicos, a formação de corona proteica ou a agregação de nanopartículas devido à interação com biomoléculas podem impactar significativamente a eficácia terapêutica desses nanomateriais. Neste estudo<sup>15</sup>, os pesquisadores

<sup>15</sup> SILVA, C. E. P.; PICCO, A. S.; GALDINO, F. E.; DE AZEVEDO, M. B. M.; CATHCARTH, M.; PASSOS, A. R.; CARDOSO, M. B. Distinguishing protein corona from nanoparticle aggregate formation in complex biological media using X-ray photon correlation spectroscopy. *Nano Letters*, v. 24, p. 13293, 2024. DOI: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.nanolett.4c03662>

utilizaram a técnica de espectroscopia de correlação de fótons de raios X (XPCS) para investigar a dinâmica de nanopartículas em meios biológicos de baixa a alta complexidade. A aplicação do XPCS permitiu monitorar o coeficiente de difusão e as variações de diâmetro das nanopartículas, com ou sem funcionalização, em meios biológicos concentrados e complexos, sem a necessidade de diluição, fracionamento ou qualquer outra alteração. Este feito destaca o potencial do XPCS para estudos detalhados na nanomedicina, oferecendo insights valiosos sobre a interação nanopartícula-biosistema em condições realistas.

Além disso, o estudo demonstrou que o XPCS é capaz de detectar alterações na dinâmica das nanopartículas em escalas de tempo extremamente curtas, revelando processos de interação que ocorrem em nível molecular. A técnica mostrou-se sensível à formação da corona proteica, evidenciada por mudanças no padrão de difusão e tempos de relaxação das nanopartículas. Observou-se que nanopartículas funcionalizadas apresentam comportamentos dinâmicos distintos em comparação com nanopartículas não funcionalizadas, indicando que a funcionalização de superfície influencia significativamente as interações com componentes biológicos. Esses resultados fornecem informações críticas para o design de nanopartículas com propriedades controladas, visando melhorar a estabilidade coloidal e a eficiência de entrega de fármacos em ambientes biológicos complexos. A aplicação do XPCS neste contexto representa um avanço significativo na caracterização de nanomateriais para uso biomédico, permitindo o desenvolvimento de terapias mais eficazes e seguras.

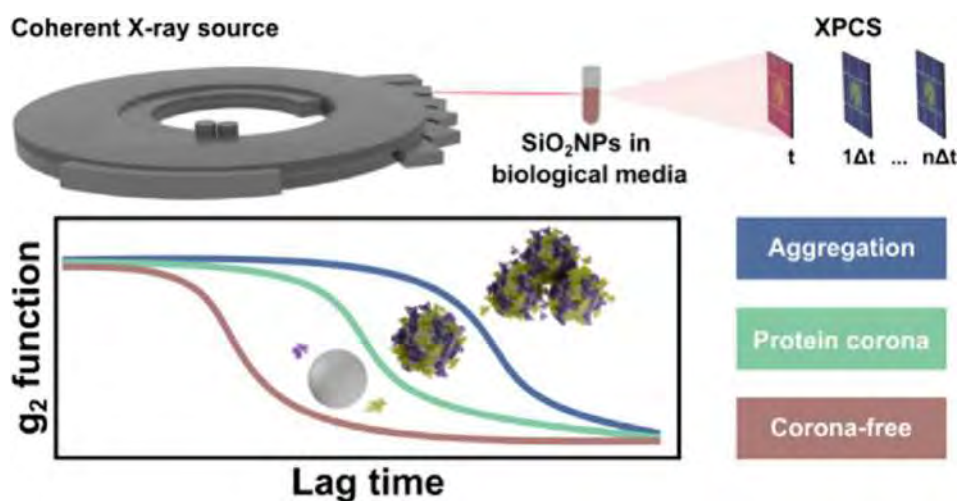


Figura 23: Representação do experimento de XPCS para a detecção da dinâmica de nanopartículas em meio biológico distinguindo entre a ausência de interação com proteínas, formação de corona protéica e agregação.

#### 2.1.4. Fenômenos em escala de poro

Este projeto tem o objetivo de desenvolver capacidades experimentais para investigar como a estrutura de poros afeta a movimentação de fluidos em materiais naturais e sintéticos, desde a nano até a mesoescala. Utilizando técnicas de imagem e espalhamento com luz síncrotron, o programa busca identificar, quantificar e modelar as redes de poros em diversos materiais, em várias escalas. Combinando experimentos *in situ* e métodos de aprendizado de máquina, o objetivo é avançar no uso da luz síncrotron para obter informações detalhadas sobre a topologia dos poros e as propriedades dos materiais. Exemplos de estudos incluem rochas porosas que

retêm óleo, catalisadores na indústria petroquímica, dinâmica de nutrientes em solos, permeabilidade de rochas aquíferas, eficiência de membranas de filtração, desconstrução de biomassa na química verde e estudos de tecidos e órgãos em pesquisa biomédica.

### Monitoramento da dinâmica da formação de nanozeólitas por técnicas combinadas de espalhamento de raios X coerentes

Compreender a dinâmica da formação de zeólitas é fundamental para sintetizar materiais zeolíticos de alta qualidade com propriedades controláveis, visando o desenvolvimento de catalisadores mais eficientes e de alto desempenho. Neste estudo<sup>16</sup>, foi elaborado um novo reator para o estudo *in situ* da síntese de zeólitas, permitindo o monitoramento em tempo real dos processos de nucleação e crescimento desses materiais em escala nanométrica. Utilizando técnicas combinadas de espalhamento de raios X coerentes, como espectroscopia de correlação de fótons de raios X (XPCS) e espalhamento coerente diferencial, foi possível observar a dinâmica de formação das nanozeólitas sob condições reacionais reais.

Essa abordagem inovadora abriu um novo caminho para estudar a dinâmica da formação de nanomateriais, transições de fase e processos de crescimento em condições *in situ*, proporcionando insights profundos sobre os mecanismos de síntese em nanoescala. Os resultados revelaram detalhes sobre a cinética de cristalização e a evolução estrutural das zeólitas durante a síntese, informações essenciais para o controle preciso das propriedades finais dos materiais. Este avanço contribui significativamente para o desenvolvimento de estratégias de síntese otimizadas, que podem levar à produção de catalisadores mais eficientes e sustentáveis para aplicações industriais diversas.

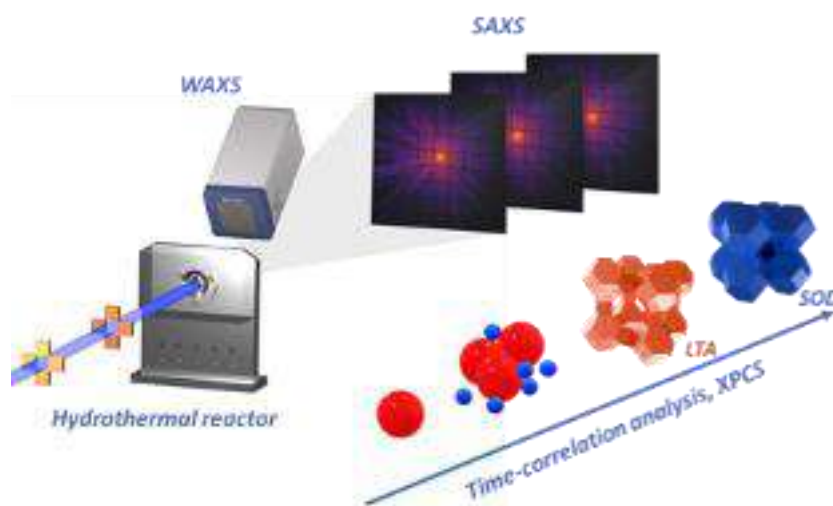


Figura 24: Esquema da montagem experimental da linha de luz Cateretê. A análise dos resultados permite identificar com precisão as etapas sucessivas de crescimento e cristalização da nanozeólita.

<sup>16</sup> GARCIA, P.; VINACHES, P.; CASTRO ZERBA, J. P.; KALILE, T.; ROCHET, A.; PERGHER, S.; MENEAU, F. Monitoring the dynamics of nanozeolite formation by combined *in situ* coherent small angle X-ray scattering techniques. *Catalysis Today*, v. 443, p. 114992, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2024.114992>.

### Monitoramento in situ da dissolução mineral em rochas da formação Rio Bonito com potencial para armazenamento de CO<sub>2</sub>

A formação Rio Bonito possui uma localização geográfica estratégica em relação às principais fontes de emissão de CO<sub>2</sub> no Brasil, estando próxima de indústrias de petróleo e de cana-de-açúcar. Além disso, suas características geológicas, como porosidade e permeabilidade adequadas, tornam-na uma candidata promissora para o armazenamento geológico de CO<sub>2</sub>. O objetivo deste estudo foi investigar a reação do CO<sub>2</sub> com os principais minerais presentes nas amostras de rochas dessa formação, visando compreender os processos de dissolução mineral que ocorrem durante a injeção de CO<sub>2</sub> em reservatórios subterrâneos.

Para simular diferentes condições de pressão encontradas em poços profundos, utilizou-se uma solução de ácido clorídrico (HCl) em diversas concentrações. O HCl foi injetado em amostras de rochas com aproximadamente 3 mm de diâmetro, por um período de cerca de 8 horas. O monitoramento *in situ* desses processos foi realizado utilizando o setup experimental desenvolvido pela equipe da linha de luz MOGNO, permitindo a observação em tempo real das alterações estruturais nas rochas.

Os resultados mostraram que, em condições de pressão ambiente, não houve uma dissolução significativa do meio poroso. Entretanto, em condições que simulam a pressão de um reservatório de petróleo, a corrosão das rochas foi bastante expressiva e variou de acordo com os diferentes tipos de rochas analisadas, como as rochas capeadoras e as do reservatório. As imagens obtidas revelaram que, após 6 horas de experimento, a maioria do cimento calcítico presente nas rochas carbonáticas foi dissolvido pela ação do HCl, alterando significativamente a estrutura porosa do material.

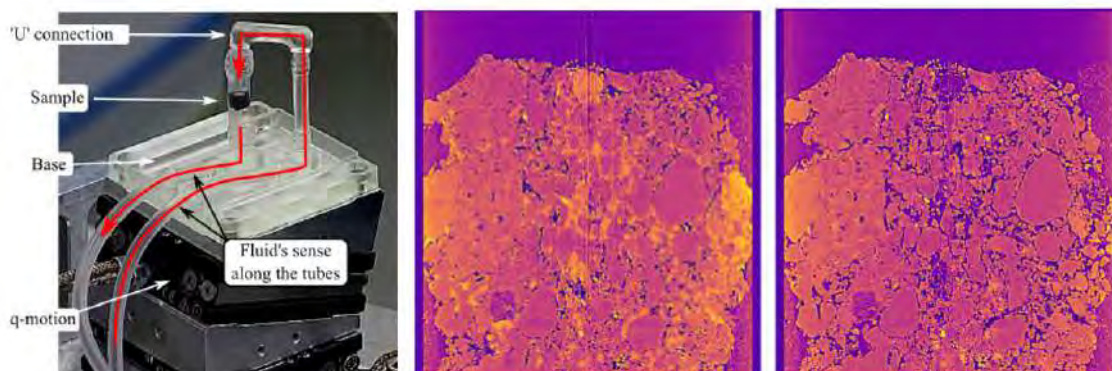


Figura 25: Setup experimental para experimentos de dissolução de rochas desenvolvido pelo time Mogno (esquerda). No centro, uma rocha carbonática no momento inicial do experimento de dissolução, onde a fase mais clara é o cimento calcítico. No lado direito, a mesma amostra numa condição final (após 6h de experimento), onde a maioria do cimento foi dissolvido pela injeção de HCl.

#### 2.1.5. Condições extremas

As condições ambientais têm um impacto significativo na alteração da estrutura dos materiais, incluindo aspectos cristalinos, eletrônicos e magnéticos, potencialmente aprimorando ou destacando suas propriedades. Por meio do uso de métodos de difração e espectroscopia com luz síncrotron, em conjunto com a aplicação de condições extremas, como pressões e temperaturas muito elevadas, é possível observar as respostas dos materiais, revelar propriedades inéditas ou até mesmo criar novos materiais que não ocorrem naturalmente.

Dentro deste contexto, o projeto de matéria em condições extremas se dedica a desenvolver capacidades experimentais com o uso de raios X sob essas condições extremas, que permitam investigar materiais com propriedades pouco conhecidas e exóticas. Este programa tem uma conexão direta com múltiplas disciplinas, incluindo matéria condensada e geociências.

### *Instabilidade de valência e Colapso do ferromagnetismo no composto de EuB<sub>6</sub> sob altas pressões*

O EuB<sub>6</sub> é um composto de terras raras que apresenta propriedades notáveis, como transições magnéticas complexas, comportamento de polarons magnéticos e potencial para exibir estados topológicos sob certas condições. Neste estudo<sup>17</sup>, investigou-se como altas pressões afetam o comportamento magnético, a evolução da valência e a estabilidade estrutural do EuB<sub>6</sub>. Utilizando técnicas avançadas de síncrotron, incluindo XANES, XMCD, difração de raios X e espectroscopia Mössbauer de domínio temporal, foram analisadas amostras submetidas a pressões de até 30 GPa. Os resultados mostraram um aumento gradual na valência média do európio de 2+ para aproximadamente 2,09+, associado ao colapso da ordem ferromagnética acima de 20 GPa e possível surgimento de ordem antiferromagnética.

A estrutura cristalina manteve-se estável até 30 GPa em temperatura ambiente, mas observou-se uma redução na simetria do sítio do Eu em baixas temperaturas, ligada às mudanças magnéticas. Essas descobertas indicam que pressões elevadas induzem modificações significativas nas interações eletrônicas, levando ao colapso do ferromagnetismo e potencialmente alterando os estados topológicos propostos para o EuB<sub>6</sub>. Este estudo abre caminho para manipular estados topológicos em materiais de terras raras por meio da aplicação de pressão, incentivando futuras investigações sobre as implicações da pressão nas propriedades magnéticas e eletrônicas dessa família de compostos.

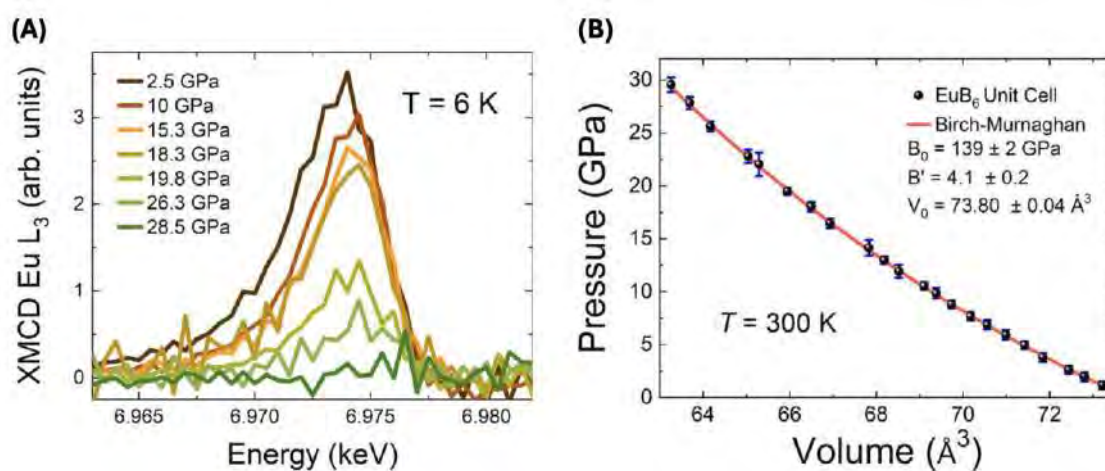


Figura 26: (A) Espectros de XMCD medidos em 4T e 6K do composto de EuB<sub>6</sub> evidenciando o colapso do ordenamento ferromagnético do material em 28.5GPa. (B) Equação de estado do material confirmando que a simetria da estrutura cristalina permanece inalterada para pressões de até 30 GPa.

<sup>17</sup> KUTELAK, L. O.; SEREIK, R.; FABBRIS, G.; FRANCISCO, L.; LOMBARDI, G.; POLDI, E. H. T.; ZHAO, J.; ALP, E. E.; SOUZA NETO, N. M.; ROSA, P. F. S.; HASKEL, D.; BI, W.; REIS, R. D. dos. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 603, p. 172203, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2024.172203>.

### 2.1.6. Estrutura eletrônica e magnética

A organização espaço-temporal dos elétrons nos materiais é determinada pelas suas interações com núcleos da rede cristalina e com outros elétrons, seguindo as leis da mecânica quântica. Conhecida como estrutura eletrônica e magnética dos materiais, essa organização pode ser determinada através de métodos científicos que incluem a luz síncrotron. Técnicas como fotoemissão por raios X e UV e dicroísmo circular magnético por raios X são utilizadas para visualizar a disposição dos elétrons nos materiais. O desenvolvimento destas capacidades experimentais, que combinam métodos experimentais e computacionais, ajuda a entender e prever porque alguns materiais são condutores, isolantes ou supercondutores, e como reagem a campos externos. Algumas classes de materiais estudados onde estas capacidades têm sido desenvolvidas no LNLS estão os isolantes topológicos e filmes magnéticos com texturas de spin.

#### Conversão de Correntes em Heteroestruturas

A orbitrônica é um campo emergente da física que explora o uso de correntes de momento angular orbital para a transmissão e manipulação de informações em dispositivos eletrônicos. Neste estudo<sup>18</sup>, foi investigada a conversão de correntes de spin e orbital em correntes de carga em heteroestruturas YIG/Pt/CuOx, utilizando técnicas de bombeamento de spin por ressonância ferromagnética. Os resultados mostraram que a magnitude do efeito de conversão depende criticamente da espessura dos filmes de Cu e do tipo de oxidação presente. Experimentos realizados na linha IPÊ, combinando espectroscopia de absorção de raios X (XAS) nos modos TEY e FY com perfis de profundidade por XPS, permitiram mapear a distribuição das fases oxidadas em CuOx, revelando um gradiente de concentração de oxigênio que diminui da superfície até a interface com a camada de Pt.

Além disso, análises detalhadas indicaram que a presença do gradiente de oxidação não apenas influencia a quebra de simetria necessária para a polarização do momento orbital, mas também afeta diretamente a eficiência de conversão de corrente orbital em carga. Observou-se que o ajuste fino das condições de oxidação pode amplificar o efeito de conversão, potencializando o desempenho de dispositivos baseados em heteroestruturas YIG/Pt/CuOx. Modelos teóricos apoiados pelos dados experimentais sugerem que o oxigênio no CuOx desempenha um papel ativo ao introduzir anisotropias eletrônicas e magnéticas na interface, essenciais para maximizar a interação spin-orbital.

Este estudo demonstra a importância das condições interfaciais e do controle de oxidação em heteroestruturas para o avanço da orbitrônica. Os resultados abrem novas perspectivas para o design de dispositivos que utilizam correntes orbitais, oferecendo estratégias para aumentar a eficiência de conversão e promover o desenvolvimento de tecnologias de transmissão de informações mais rápidas e energeticamente eficientes.

---

18 SANTOS, E. S.; ABRÃO, J. E.; COSTA, J. L.; SANTOS, J. G. S.; MELLO, K. R.; VIEIRA, A. S.; ROCHA, T. C. R.; MORI, T. J. A.; CUNHA, R. O. R.; MENDES, J. B. S.; AZEVEDO, A. Bulk and interface effects based on Rashba-like states in Ti and Ru nanoscale-thick films: Implications for orbital-charge conversion in spintronic devices. *ACS Applied Nano Materials*, 2024. DOI: <https://doi.org/10.48550/arXiv.2402.00297>



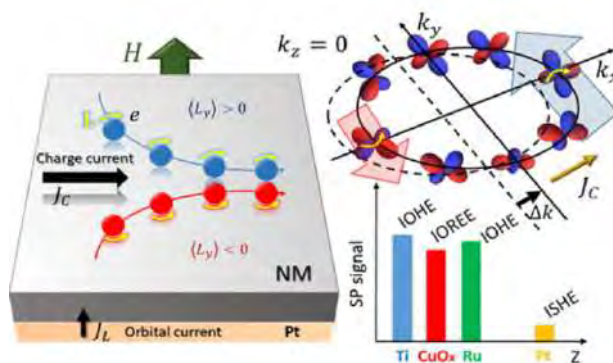


Figura 27: Representação esquemática da conversão de correntes orbitais em correntes de carga em uma heteroestrutura YIG/Pt/CuOx. A corrente de carga  $J_C$  é gerada a partir de correntes orbitais  $J_L$  através de efeitos como o Efeito Hall de Orbital Inverso (IOHE) e o Efeito Rashba Orbital Inverso (IORRE). O gráfico de barras mostra os sinais de polarização (Sp) para diferentes materiais (Ti, CuOx, Ru e Pt), indicando a magnitude da conversão. A presença de oxigênio em CuOx é essencial para a quebra de simetria que induz a polarização do momento orbital.

### 2.1.7. Excitações quânticas

O projeto de excitações quânticas é dedicado ao avanço das capacidades experimentais para investigar estados quânticos excitados em materiais. Estes estados são descritos por excitações quânticas ou "quasi-partículas", com propriedades características como energia, momento, carga e massa efetiva, que são fundamentais para compreender as propriedades térmicas, óticas e de transporte dos materiais. Este projeto tem o objetivo de desenvolver e melhorar as capacidades experimentais como espectroscopia por THz e infravermelho, efeito fotoelétrico em UV e espalhamento inelástico de raios X, buscando a validação e parametrização de modelos teóricos para as excitações quânticas da matéria. Estes modelos são essenciais para entender como os estados quânticos da matéria determinam fenômenos como supercondutividade, ferromagnetismo e magnetoresistência.

#### Polárítions e seu potencial para melhorar as interações luz-matéria

Os polárítions, quasipartículas híbridas que combinam luz e ressonâncias de matéria, têm recebido atenção significativa devido ao seu potencial para melhorar as interações luz-matéria. Esses sistemas têm demonstrado aplicações promissoras no infravermelho médio, mas sua exploração na faixa de terahertz (THz) ainda enfrenta desafios significativos. Neste estudo<sup>19</sup>, nanofios de paratellurita ( $\alpha$ -TeO<sub>2</sub>) foram utilizados como um material versátil para investigar diferentes tipos de polárítions fonônicos, ampliando o conhecimento sobre sua funcionalidade em escalas submicrométricas.

Por meio de nanospectroscopia infravermelha de síncrotron (10-24 THz), demonstrou-se que os nanofios de  $\alpha$ -TeO<sub>2</sub> apresentam uma funcionalidade dual, atuando simultaneamente como cavidades Fabry-Pérot e guias de onda para polárítions fonônicos de superfície. Essa característica única oferece novas oportunidades para manipular e controlar as interações luz-matéria em nanoescala. Além disso, experimentos realizados com laser de elétrons livres, operando como

<sup>19</sup> MAYER, A.; et al. Paratellurite nanowires as a versatile material for THz phonon polaritons. *ACS Photonics*, v. 11, p. 4323–4333, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1021/acsp Photonics.4c01249>.

fonte de THz, permitiram identificar propriedades localizadas adicionais dos polárítos nesses nanofios. Tais propriedades foram atribuídas à combinação das características geométricas dos nanofios e à natureza anisotrópica do  $\alpha$ -TeO<sub>2</sub>, revelando dinâmicas polaritônicas que não seriam observáveis em materiais isotrópicos convencionais.

Os resultados deste estudo reforçam o papel central dos nanofios de  $\alpha$ -TeO<sub>2</sub> na pesquisa de polárítos, particularmente no regime de THz, que até então era pouco explorado. A compreensão detalhada dessas interações abre caminhos para o desenvolvimento de tecnologias avançadas em fotônica e optoeletrônica, incluindo dispositivos que exploram as interações luz-matéria de forma mais eficiente e em condições específicas para frequências THz. Este trabalho destaca a relevância de explorar materiais anisotrópicos e ferramentas de ponta para avançar o campo das excitações quânticas e suas aplicações tecnológicas.

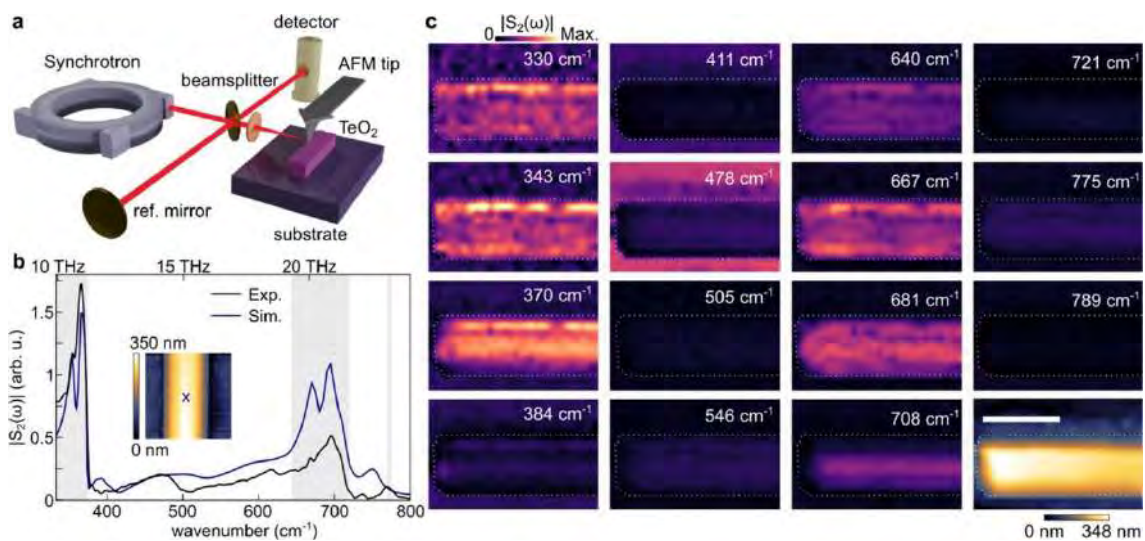


Figura 28: Nanoespectroscopia de infravermelho síncrotron de nanofios de paratellurito. (a) Esquema de um experimento SINS. (b) Espectros SINS simulados e experimentais no centro de um nanofio (NW) de  $\alpha$ -TeO<sub>2</sub> (indicado com uma cruz no encarte). As áreas sombreadas indicam os locais das bandas SPhP. O encarte mostra uma imagem AFM topográfica de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  do NW. (c) Imagens hiperespectrais de um  $\alpha$ -TeO<sub>2</sub> NW na mesma escala de cores. A imagem inferior direita no canto mostra a topografia AFM da amostra na mesma posição onde a imagem hiperespectral foi tirada. A barra de escala mede  $1 \mu\text{m}$ . As linhas pontilhadas brancas auxiliam na visualização dos limites do NW.

### 3. Programa de Tecnologias Habilitadoras

#### 3.1. Aceleradores

##### 3.1.1. Fontes de luz síncrotron

Em 2024, os esforços no Sirius concentraram-se em aprimorar a estabilidade, eficiência e confiabilidade do anel de armazenamento e seus subsistemas. Estudos abordaram desde a mitigação de instabilidades longitudinais e os efeitos dos onduladores na dinâmica transversal até a correção de bumps residuais no booster e a otimização da injeção de feixe. Melhorias foram implementadas em sistemas como a bobina de compensação horizontal do NLK e a blindagem das conexões de potência dos septa, reduzindo perturbações e aumentando a robustez dos sistemas. Além disso, investigações sobre o efeito de *eddy-currents* no septum e a especificação da cavidade de terceiro harmônico destacaram a integração entre simulações avançadas e intervenções práticas para otimizar a operação em alta corrente.

## Controle e estabilidade

- *Instabilidades Coletivas*

Durante a retomada do feixe no Sirius após a parada de manutenção para a instalação das novas cavidades supercondutoras, foi identificada uma instabilidade longitudinal que se manifesta em correntes armazenadas em torno de 90 mA. Essa instabilidade, antes mascarada pelos fortes modos de altas ordens (HOMs) da cavidade antiga, tornou-se evidente com o novo sistema instalado. A presença dessa instabilidade gerou preocupações devido ao impacto potencial na estabilidade operacional do anel de armazenamento e na qualidade do feixe fornecido às linhas de luz.

Medidas de *growth rate* foram realizadas para caracterizar a instabilidade e os resultados apontaram compatibilidade com ressonadores *narrow-band* ajustados para impedâncias próximas aos harmônicos 0 e 16 da frequência de RF (em torno de 8 GHz). Essas observações levaram à realização de simulações detalhadas de orçamento de impedância, que confirmaram a presença de um modo HOM aprisionado em válvulas gate do sistema de vácuo. Esse modo, localizado em torno de 8 GHz, foi identificado como o principal responsável pela instabilidade observada.

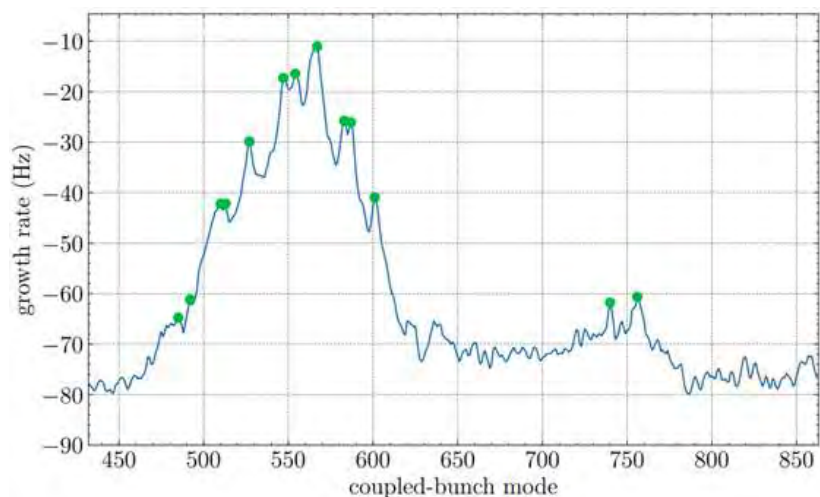


Figura 29: Medida de tempo de crescimento de instabilidades coletivas longitudinais. 13 ressonadores fitados são capazes de descrever os dados medidos, indicando que temos o efeito combinado de vários ressonadores *narrow-band*

Com base nesses resultados, estratégias para mitigar a instabilidade estão sendo implementadas, incluindo a modificação do design das válvulas gate para minimizar os efeitos dos HOMs aprisionados. Esse estudo demonstra a importância de uma caracterização detalhada das fontes de impedância em aceleradores de alta performance como o Sirius, garantindo a estabilidade do feixe e a continuidade da entrega de luz síncrotron de qualidade para as linhas de luz.

- *Sistema FOFB*

O sistema de correção de órbita rápida (FOFB) é uma tecnologia crítica para a manutenção da estabilidade do feixe em aceleradores de luz síncrotron como o Sirius. Neste trabalho, foi realizada a modelagem do loop de controle do FOFB, permitindo uma análise detalhada da

dinâmica do sistema e a avaliação do modelo proposto. Essa modelagem possibilita a realização de testes de performance e a otimização da malha de controle, garantindo maior eficiência na correção de desvios orbitais induzidos por perturbações externas.

Uma etapa fundamental desse estudo foi a identificação do sistema, realizada por meio da construção de modelos paramétricos para cada corretora rápida. Esses modelos permitem a caracterização precisa das respostas individuais das corretoras e a obtenção de uma função de transferência multivariável do sistema completo. Essa abordagem detalhada viabiliza uma análise mais robusta do desempenho do sistema FOFB, considerando sua natureza multivariável e a interação entre os diversos elementos do controle.

Os valores singulares da rejeição a perturbações foram avaliados em função da frequência, conforme demonstrado na Figura 30. Esses resultados forneceram informações valiosas sobre a capacidade do sistema em mitigar perturbações orbitais em diferentes regimes dinâmicos, orientando futuras otimizações.

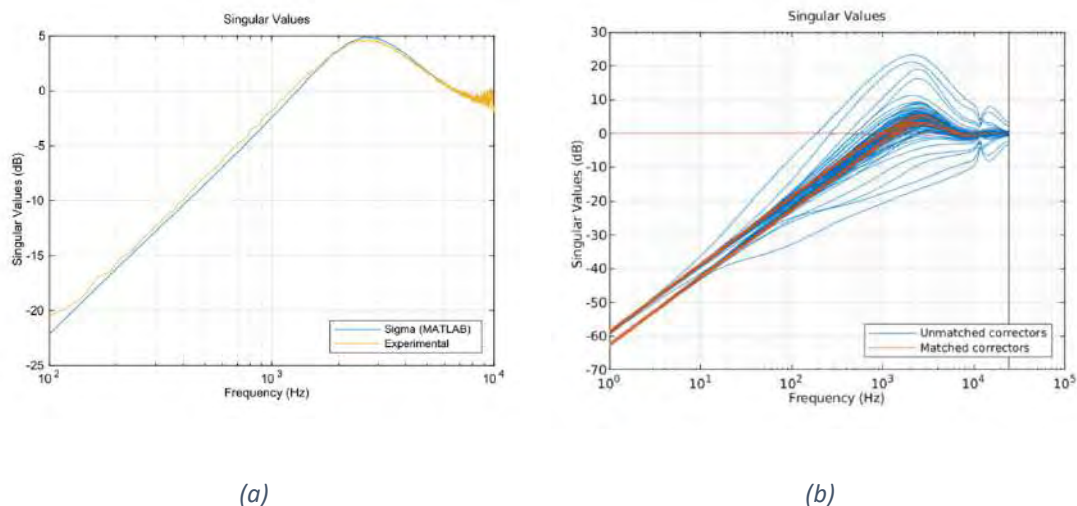


Figura 30: (a) valores singulares obtidos através de simulações (azul) e de experimentais (amarelo), quando o sistema é representado por um único par BPM-corretora. (b) Simulações considerando o sistema completo com corretoras consideradas idênticas (laranja) e com características distintas (azul).

- *Correção FeedForward de perturbações de órbita*

Para mitigar as perturbações orbitais induzidas pela rampa do *booster* a 2 Hz, foi implementado um sistema de *feedforward* (FF) no Sirius. Este sistema utiliza todas as corretoras lentas do anel de armazenamento em um modo sincronizado com a rampa do *booster*, permitindo que essas corretoras executem pulsos de corrente especificamente configurados para cancelar as oscilações introduzidas pelo *booster* no feixe armazenado. A compensação foi integrada ao sistema de feedback de correção lenta, que continua atuando sobre os desvios lentos da órbita ao ajustar os offsets dos pulsos de corrente. Essa abordagem garantiu que o sistema de feedback rápido (FOFB) pudesse operar com eficácia, filtrando as oscilações de energia sem comprometer a estabilidade da órbita do feixe.

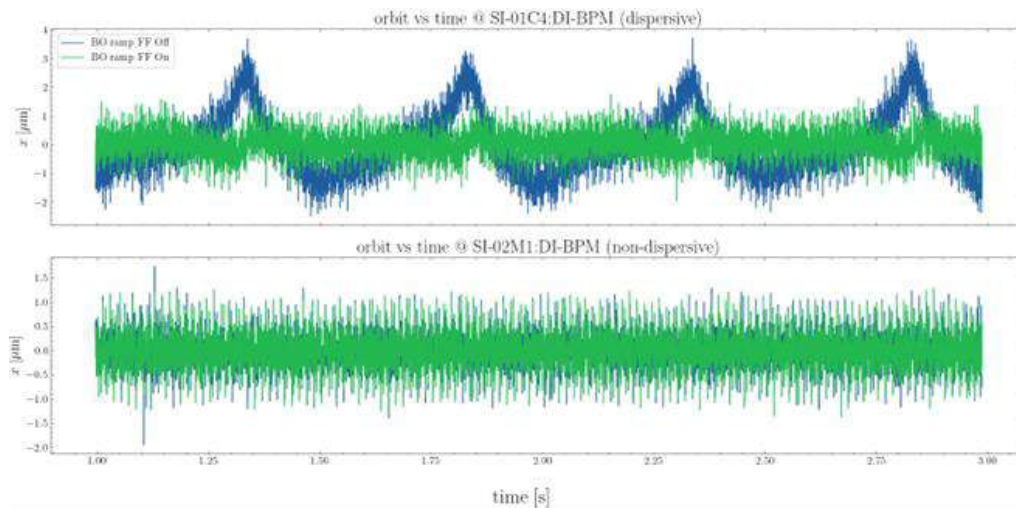


Figura 31: Aquisições de órbita na taxa  $F_{Acq}$  vista em um BPM dispersivo (topo) e em um não-dispersivo (abaixo). Nos dispersivos notam-se as perturbações de 2 Hz na curva azul e a supressão das mesmas quando o FF atua, na curva verde.

A implementação do sistema resultou em uma melhoria significativa na supressão das perturbações de 2 Hz, conforme evidenciado pelas aquisições de órbita em BPMs dispersivos e não-dispersivos, apresentadas na

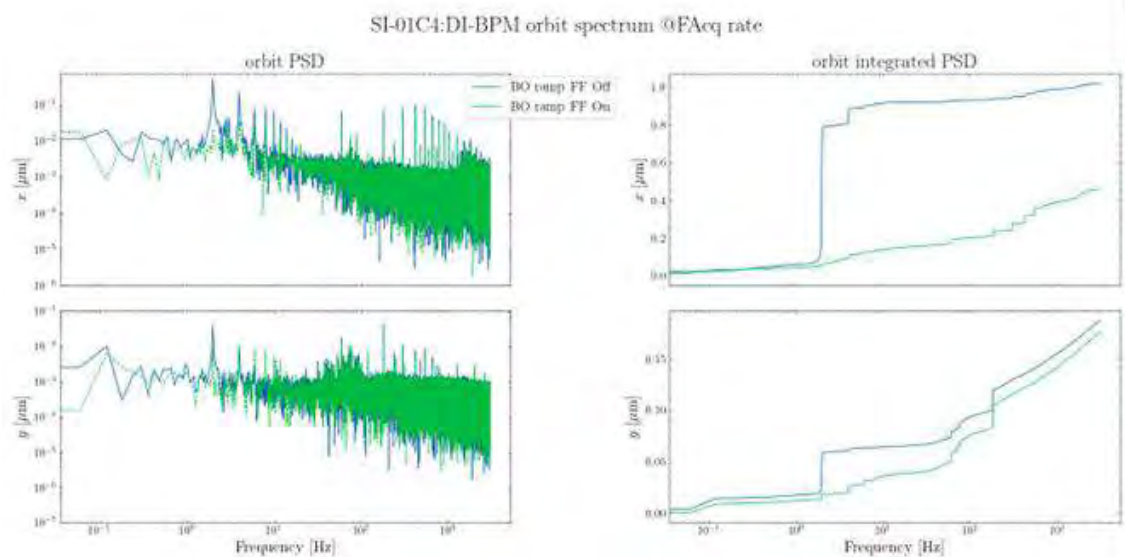


Figura 32. No caso dos BPMs dispersivos, as perturbações a 2 Hz, observadas na curva azul antes da implementação do *feedforward*, foram substancialmente atenuadas após sua ativação (curva verde). Além disso, a análise do PSD (densidade espectral de potência) integrado entre 0,1 Hz e 1 kHz mostrou que o sistema *feedforward* reduziu as oscilações no espectro orbital, garantindo maior estabilidade em todo o anel.

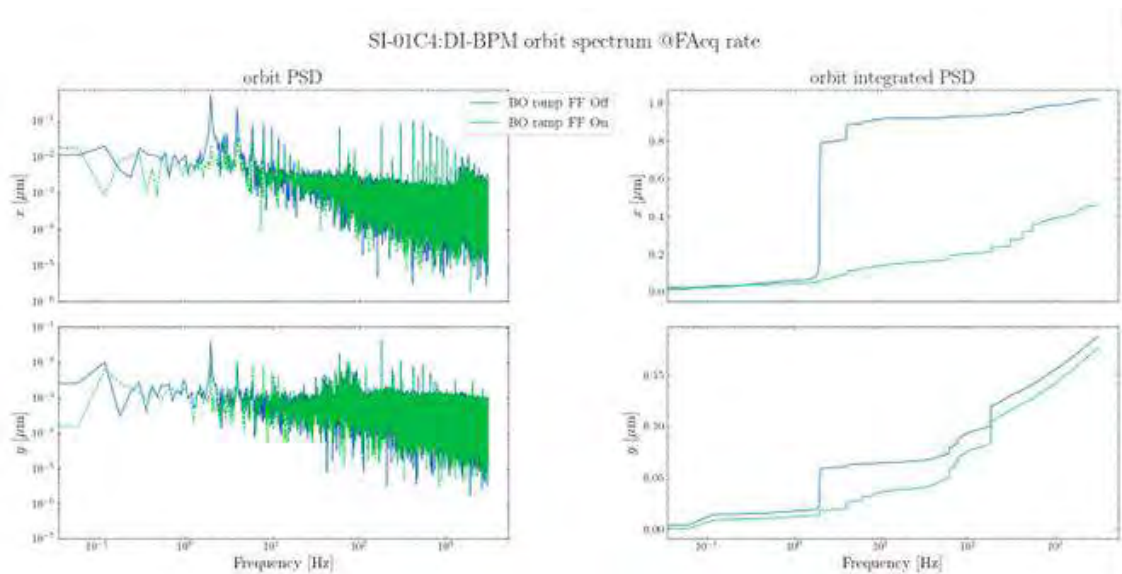


Figura 32: O PSD integrado (de 0.1 Hz a 1 kHz) de todos os BPMs mostra a melhoria em estabilidade ao longo do anel (curva azul: sem o FF; curva verde: com o FF).

### Ótica de elétrons

- *Estudos de colimação dos elétrons*

Com a instalação de dispositivos de inserção de gap reduzido, como os IVUs baseados em ímãs permanentes, foi iniciado um estudo para determinar o posicionamento adequado de colimadores que possam concentrar as perdas de feixe e, assim, proteger esses dispositivos. Os scrapers do trecho de injeção do Sirius foram utilizados para este fim. As quatro lâminas desses scrapers, duas em cada plano, foram posicionadas para interceptar perdas eletrônicas provenientes de erros no processo de injeção. Esse posicionamento foi ajustado para interceptar o feixe injetado com eventuais desvios de posição e ângulo, sem comprometer a eficiência do processo de injeção em condições normais.

O ajuste das lâminas resultou em um posicionamento próximo à posição nominal de passagem do feixe, permitindo a interceptação eficaz de partículas desviadas sem afetar a operação do anel de armazenamento. As posições encontradas estão mostradas na Figura 33, que ilustra a configuração final. Esse trabalho inicial fornece informações importantes para proteger dispositivos sensíveis no anel, sendo uma etapa fundamental no estudo de colimação de elétrons no Sirius.



Figura 33: Posição dos scrapers no trecho de injeção atualmente utilizadas para proteção dos IDs a erros de injeção.

- *Estudo e otimização do injetor*

Foram conduzidos estudos para corrigir um *bump* residual na órbita horizontal do *booster*, que se mostrou invariável com a energia. Esse *bump*, identificado como um desvio persistente na órbita, exigiu ajustes nos elementos magnéticos para minimizar seu impacto na operação do *booster* e no transporte do feixe ao anel de armazenamento. A correção é essencial para assegurar a qualidade do feixe injetado e a eficiência do processo de acumulação no Sirius.

Além disso, foram iniciados esforços para uma caracterização mais detalhada do feixe ao final do Linac. Além dos diagnósticos já existentes, como medições de distribuição de energia e emitância, foram realizados estudos e experimentos de reconstrução tomográfica do espaço de fase do feixe. Essas análises empregaram imagens obtidas nas telas TAG e OTR ao final do Linac, permitindo uma descrição mais precisa do comportamento do feixe. Esses avanços contribuem diretamente para o aprimoramento do desempenho do injetor, aumentando a confiabilidade e a qualidade do feixe transportado para as etapas subsequentes no Sirius.

- *Participação no desenvolvimento do Pyacal*

Participamos de um grupo de estudos internacional envolvendo diversos aceleradores ao redor do mundo para o desenvolvimento de uma biblioteca MiddleLayer baseada em Python, projetada para aplicações em aceleradores. As bibliotecas desenvolvidas para o Sirius, como a Siriuspy e a Apsuite, foram escolhidas como modelo inicial devido à sua robustez e funcionalidade. A partir dessas bibliotecas, foi criada a Pyacal, que generaliza suas funcionalidades para torná-las adequadas a diferentes instalações de luz síncrotron e outros aceleradores.

A Pyacal já está sendo testada por outros laboratórios participantes do grupo de estudos, que avaliam sua aplicabilidade em diferentes contextos operacionais. Essa iniciativa representa um esforço colaborativo para padronizar e otimizar ferramentas de software em aceleradores, promovendo maior integração e troca de conhecimentos entre os centros participantes. A

experiência adquirida com o desenvolvimento de software para o Sirius desempenhou um papel fundamental nessa colaboração, fortalecendo a posição do laboratório no cenário internacional de desenvolvimento tecnológico para aceleradores.

- *Aprimoramento de ferramentas de tracking*

A ferramenta básica de simulação da dinâmica de elétrons por tracking, **Trackcpp**, foi aprimorada para incluir suporte a múltiplas cavidades de rádio-frequência (RF) com frequências arbitrárias. Essa melhoria amplia significativamente a capacidade da ferramenta de simular cenários mais complexos e próximos às condições reais de operação do acelerador, permitindo o estudo de configurações de RF que envolvem cavidades operando em frequências diferentes.

Com essa atualização, tornou-se possível realizar simulações mais detalhadas e precisas, especialmente em cenários que exigem a coexistência de múltiplas cavidades RF, como no caso de estudos de estabilidade de feixe e otimização de sistemas de injeção e acumulação. O aprimoramento do Trackcpp reforça seu papel como uma ferramenta essencial para o desenvolvimento e operação do Sirius, possibilitando maior flexibilidade na análise e no planejamento de configurações avançadas do acelerador.

### Dinâmica não-linear

- *Estudo do efeito dos onduladores na dinâmica transversal do SIRIUS*

O estudo do efeito dos onduladores na dinâmica transversal do Sirius foi realizado com base em dados de campo magnético dos dispositivos IVU, UE44 e EPU50, todos operando com gap reduzido. Esses dispositivos foram integrados ao modelo do anel de armazenamento para avaliar seu impacto na dinâmica do feixe de elétrons. O objetivo principal foi verificar possíveis alterações na abertura dinâmica, que poderiam comprometer a estabilidade e a qualidade do feixe.

Os onduladores IVUs foram simulados utilizando dados de campo medidos experimentalmente e inseridos no modelo do Sirius nas regiões de baixo-beta onde estão instalados. Essas regiões foram estrategicamente escolhidas para maximizar a eficiência dos dispositivos de inserção e minimizar o impacto em outras propriedades do feixe. Para os dispositivos UE44 e EPU50, os campos magnéticos foram simulados utilizando o software RADIA, com base em modelos nominais. Esses dispositivos também foram integrados nas seções de baixo-beta do anel, garantindo uma abordagem consistente para a análise de todos os onduladores.

Os resultados das simulações indicaram que, para 20 casos de máquinas diferentes, considerando erros aleatórios no modelo, não houve redução significativa da abertura dinâmica em nenhum dos cenários analisados. Isso demonstra que os onduladores IVU, UE44 e EPU50, mesmo com gaps reduzidos, podem ser operados sem comprometer a estabilidade dinâmica do feixe, destacando a eficiência do projeto e a robustez do anel de armazenamento do Sirius.

Esses estudos são fundamentais para validar o desempenho dos onduladores no Sirius, assegurando que os dispositivos de inserção de alto desempenho não interfiram negativamente na operação do anel. A integração cuidadosa dos dados de campo e a simulação de cenários realistas fornecem uma base sólida para a operação segura e eficiente do Sirius.



### Manipulação do espaço de fase

- *Estudos para especificação da cavidade de terceiro harmônico (3HC)*

Foram realizados estudos detalhados de simulação da dinâmica do feixe para especificar a cavidade de terceiro harmônico (3HC) do Sirius, projetada para operar a uma frequência de 1,5 GHz. O principal objetivo da 3HC é o alongamento dos pacotes de elétrons, condição essencial para alcançar a corrente nominal de operação de 350 mA no Sirius. Este alongamento não apenas possibilita operar em altas correntes, mas também introduz uma série de benefícios operacionais que tornam o acelerador mais eficiente e estável.

O alongamento dos pacotes de elétrons promovido pela 3HC reduz significativamente a composição de frequências do feixe, minimizando o aquecimento de componentes da máquina induzido por efeitos de impedância. Em alguns casos, essa redução é de várias ordens de grandeza. Além disso, o alongamento contribui para o aumento do tempo de vida do feixe, um parâmetro crítico em correntes armazenadas altas, que seria severamente reduzido sem o uso da cavidade. Outro efeito positivo é o amortecimento de Landau, causado pela dispersão de frequências síncrotron induzida pela 3HC, que contribui para a estabilização dinâmica do feixe durante a operação.

Foram avaliadas diferentes opções para a implementação da cavidade 3HC no Sirius, incluindo cavidades normal condutoras, tanto ativas quanto passivas, e cavidades supercondutoras passivas com uma ou duas células. Após análises detalhadas, a cavidade escolhida foi uma supercondutora passiva de duas células, projetada para operar em conjunto com a planta criogênica já instalada no Sirius para as cavidades principais. Este sistema criogênico foi dimensionado previamente para acomodar a adição da 3HC, garantindo uma integração eficiente e economicamente viável.

*Tabela 2 - As características principais da 3HC que otimizam a operação do SIRIUS*

Tipo da cavidade	Supercondutora passiva de 2 células	
Temperatura de operação	4.2	K
Frequência de ressonância	1499.001	MHz
Voltagem	> 1.1	MV
Impedância shunt HOM longitudinal	$< 37.6 / fr[GHz]$	k $\Omega$
Impedância shunt HOM transversal	< 336.9	k $\Omega/m$
R/Q (modo $\pi$ )	< 90	$\Omega$
R/Q (modo 0)	< 0.2	$\Omega$
Q (modos $\pi$ e 0)	$> 3 \times 10^8$	
Range de sintonia	$\pm 500$	kHz
Estabilidade da voltagem	< 0.2	%
Estabilidade da frequência	< 100	Hz

A escolha da 3HC supercondutora passiva de duas células reflete a busca por um sistema que otimize a operação do Sirius em alta corrente, maximizando a estabilidade e minimizando os impactos térmicos e dinâmicos no acelerador. Este componente será fundamental para garantir que o Sirius continue entregando feixes de alta qualidade às linhas de luz, mesmo em condições operacionais exigentes.

### Subsistemas de aceleradores de elétrons

- *Novo modo de operação da bobina de compensação horizontal do NLK*

A fonte pulsada da bobina de compensação horizontal do NLK foi modificada para operar com pulsos do tipo *full-sine* e com tensão de trabalho de até 1,2 kV. Essa mudança representou uma melhoria significativa no controle do campo magnético, permitindo ajustes mais precisos e eficazes durante a operação. O novo formato de pulso foi projetado para otimizar a dinâmica do sistema, garantindo maior estabilidade no funcionamento da bobina e melhorando a compensação de desvios magnéticos indesejados.

Com essa implementação, foi possível minimizar o campo residual gerado pelas correntes de *eddy-current* induzidas no recobrimento de titânio da cerâmica do NLK. Essa redução no campo residual melhora o desempenho global do sistema e reduz potenciais perturbações na operação do acelerador. O aprimoramento reflete um avanço importante na funcionalidade do NLK, proporcionando maior confiabilidade ao controle magnético e contribuindo para a estabilidade do feixe no Sirius.



Figura 34: Bastidor modificado para operação Full-Sine em 1,2 kV

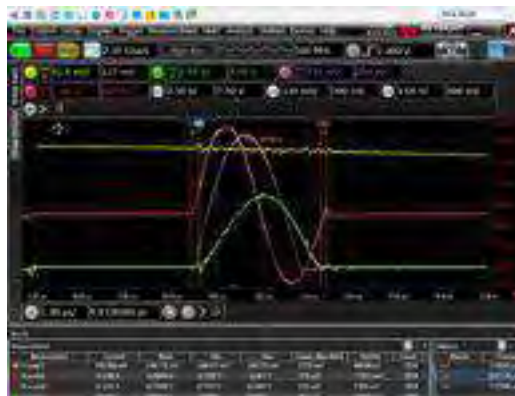


Figura 35: Formas de ondas do NLK e bobinas de compensação

- *Realinhamento relativo da câmara cerâmica do NLK*

Um realinhamento relativo da câmara cerâmica do NLK foi realizado em março deste ano, com o objetivo de compensar o efeito do campo residual gerado pelas bobinas do NLK na posição do feixe armazenado. A movimentação programada de  $x+=30\ \mu\text{m}$  foi implementada para ajustar a posição relativa da câmara cerâmica, minimizando os impactos do campo residual na estabilidade do feixe durante o processo de injeção. Esse ajuste foi fundamental para reduzir as distorções na posição do feixe, melhorando a qualidade da operação do acelerador.

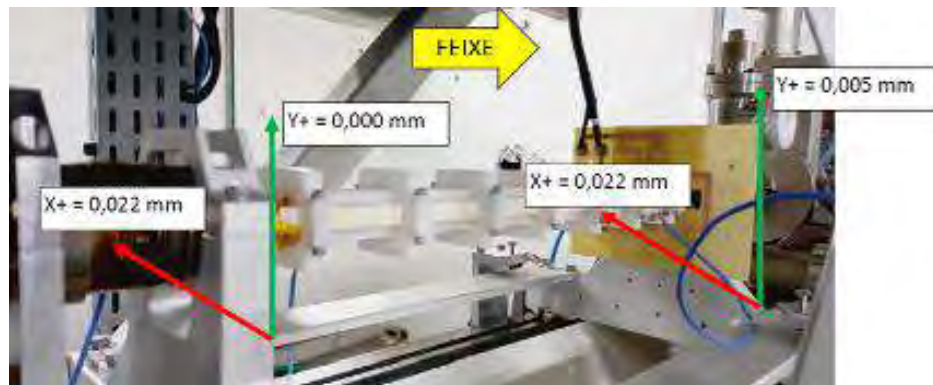


Figura 36: Realinhamento da câmara cerâmica para minimizar o campo residual na posição do feixe armazenado.

Os resultados desse realinhamento são evidenciados na Figura 37, que compara as distorções no feixe armazenado para diferentes modos de operação. Sem compensação das bobinas adicionais, a curva preta mostra uma distorção significativa. A curva azul, correspondente à compensação com pulsos *half-sine*, ainda apresenta um pico na primeira volta após a injeção. Já a curva verde, representando a compensação com pulsos *full-sine* após o realinhamento, demonstra uma redução expressiva das distorções, indicando a eficácia do realinhamento no controle do campo residual. Essa melhoria reforça a confiabilidade do NLK no processo de injeção e a estabilidade do feixe armazenado no Sirius.

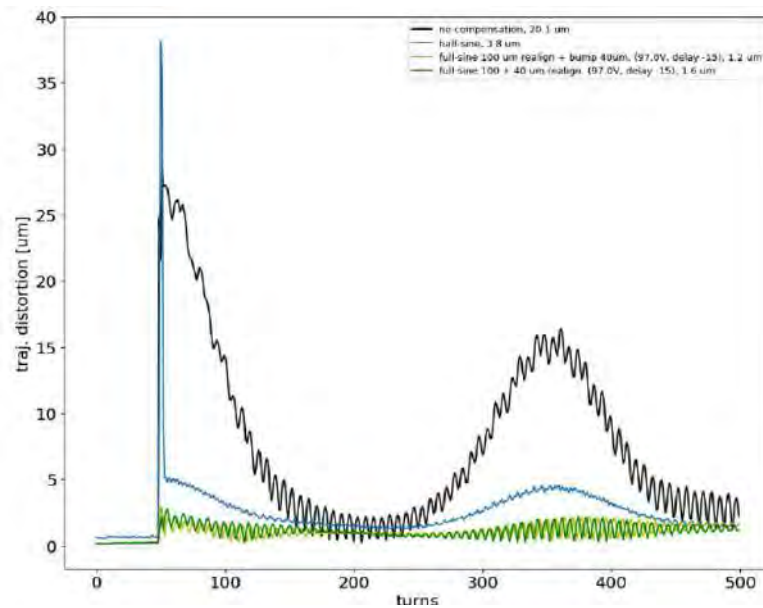


Figura 37: Distorção na posição do feixe armazenado após o pulso de injeção para diferentes modos de operação. A curva preta mostra a distorção sem a compensação das bobinas adicionais; a curva azul mostra o resultado da compensação com a curva half-sine, onde se nota um pico na primeira volta após a injeção; e a curva verde, mostra a compensação com a curva full-sine após realinhamento do NLK.

- *Blindagem na conexão de potência do Septum do Anel*

Para aumentar a confiabilidade e a segurança do sistema de injeção no anel de armazenamento, foram instaladas blindagens magnéticas nas conexões de potência entre as fontes pulsadas dos três septa de injeção. Essas blindagens foram projetadas para minimizar o campo de fuga magnético gerado nas conexões, que poderia interferir na estabilidade do feixe. Além disso, o material isolante entre os fios das bobinas dos ímãs foi substituído por outro com maior rigidez dielétrica, garantindo maior resistência às condições operacionais e reduzindo os riscos de falhas elétricas.

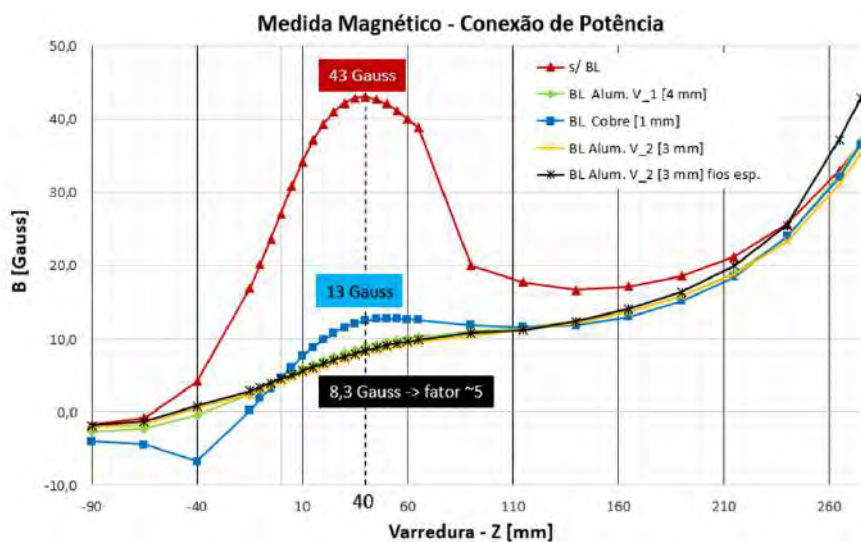


Figura 38: Medida do campo de fuga com diferentes tipos de blindagens.

As medições do campo de fuga realizadas com diferentes tipos de blindagens confirmaram a eficácia das novas proteções. As análises mostraram uma redução significativa nos níveis de campo magnético nas proximidades das conexões, refletindo diretamente na melhoria da estabilidade do sistema. Essa atualização foi essencial para garantir um desempenho mais confiável do sistema de injeção, além de contribuir para a operação segura e estável do Sirius em condições de alta precisão.



Figura 39: Blindagem magnética na conexão de potência.

- *Estudo do efeito “eddy current” do septum na eficiência de injeção*

Durante o pulso do septum, correntes de valores elevados são induzidas na câmara de vácuo do magneto devido ao efeito de *eddy-current*. Essas correntes, geradas pelos loops condutores nas extremidades da câmara, causam aquecimento significativo e variações indesejadas no campo magnético (BBB) no gap do ímã. Essas alterações no campo magnético comprometem diretamente a eficiência de injeção no anel de armazenamento, prejudicando a estabilidade e a qualidade do feixe armazenado.

Medidas realizadas em laboratório mostraram que as variações do campo BBB ocorrem somente quando os loops A e B, localizados nas extremidades da câmara de vácuo, estão fechados. Quando o loop foi interrompido em um dos lados da câmara, observou-se uma redução abrupta das correntes circulantes e a eliminação da variação no campo magnético no gap. Esses resultados destacam a relação direta entre a circulação de correntes na câmara e o comportamento dinâmico do campo magnético durante o pulso do septum.

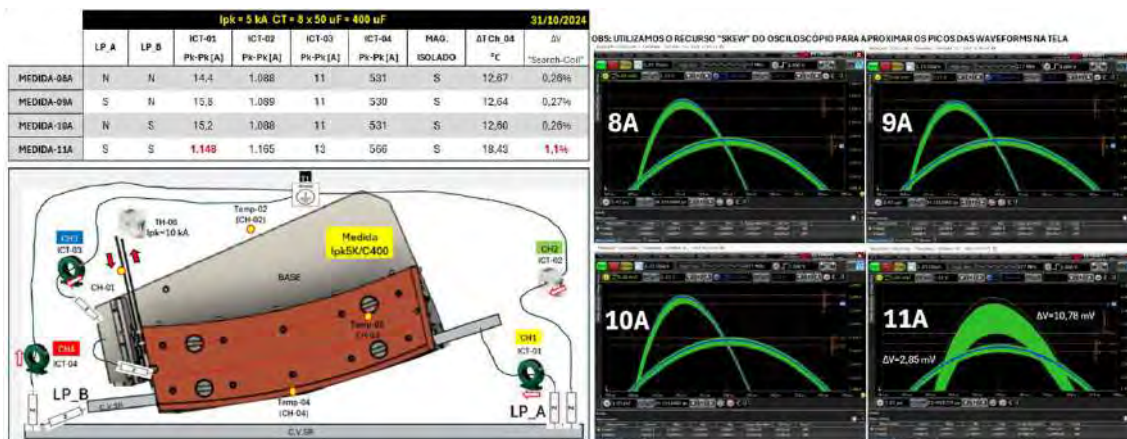


Figura 40: Testes feitos em laboratório mostrando que a interrupção dos loops de corrente nas extremidades da câmara de vácuo reduz abruptamente a corrente que circula pela câmara ao pulsar o septum.

Com base nessas evidências, está sendo avaliada a possibilidade de uma intervenção planejada no Sirius para instalar uma cerâmica nas extremidades da câmara de vácuo. Esse material interromperia os loops de corrente, mitigando o problema e reduzindo os efeitos indesejados das *eddy-currents* sobre o campo magnético. Essa solução busca melhorar a eficiência de injeção e aumentar a confiabilidade operacional do sistema, garantindo um desempenho mais estável e eficiente do Sirius.

### 3.2. Tecnologias para luz síncrotron

Em 2024, o desenvolvimento de tecnologias habilitadoras para o Sirius consolidou avanços importantes em infraestrutura, sistemas de controle, computação e processamento de dados. A planta de recuperação de hélio e os sistemas de gases especiais destacaram-se na infraestrutura, garantindo maior sustentabilidade e segurança nas operações. Paralelamente, melhorias em componentes ópticos e optomecânicos, como monocromadores e espelhos com interfaces térmicas avançadas, trouxeram maior estabilidade e precisão para experimentos de alta demanda tecnológica. Essas inovações foram acompanhadas de progressos em mecatrônica de precisão, com o uso de estratégias de controle avançadas para estabilização de sistemas experimentais.

Na área de processamento de dados, a atualização de detectores, algoritmos e ferramentas de aprendizado de máquina ampliou a capacidade de análise e automação dos experimentos. A integração de plataformas para orquestração de experimentos e gestão centralizada de dados facilitou o acesso e o gerenciamento de informações científicas, enquanto a expansão do *data center* TEPUI garantiu suporte computacional para análises intensivas. Essas iniciativas foram complementadas por interfaces gráficas e ferramentas para controle, que melhoraram a interação dos usuários com as linhas de luz, promovendo maior eficiência e confiabilidade na operação do Sirius.

#### 3.2.1. Infraestrutura

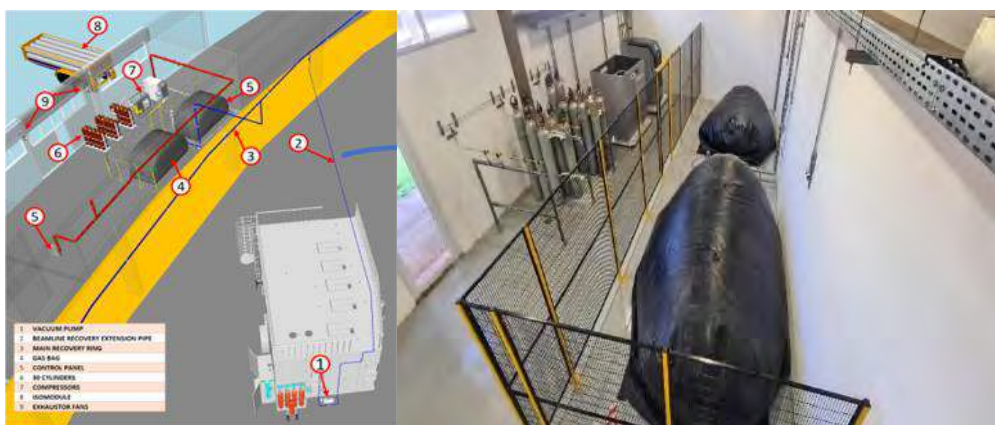
Os avanços em infraestrutura no Sirius em 2024 reforçam o compromisso com a sustentabilidade e a eficiência operacional. Projetos estratégicos, como a planta de recuperação de hélio e as instalações para gases especiais, foram desenvolvidos para garantir segurança, economia de recursos e suporte técnico aos experimentos de alta complexidade realizados nas linhas de luz.

Esses esforços refletem a importância em estabelecer sistemas integrados e padronizados que atendam às crescentes demandas científicas e operacionais do laboratório.

### Planta para recuperação de hélio

A implantação da planta de recuperação de hélio no Sirius é uma iniciativa estratégica para promover a sustentabilidade no uso desse recurso crítico, essencial para a operação das linhas de luz. Atualmente, o hélio líquido utilizado para resfriamento de componentes evapora durante os processos operacionais, sendo captado na forma de gás, pressurizado até 170 bar e enviado para purificação e liquefação em uma empresa terceirizada. O projeto em desenvolvimento visa internalizar todas as etapas desse processo, eliminando a dependência de serviços externos.

Com financiamento aprovado pela FAPESP no final de 2023, por meio de um projeto Equipamento Multiusuários, está prevista a implementação de uma infraestrutura integrada composta por manifolds, tubulações, gás bags, compressores, instrumentação, cilindros, isotubos e um sistema avançado de controle e automação. Este sistema será capaz de reciclar até 90% do hélio consumido anualmente, equivalente a aproximadamente 26.000 litros de hélio líquido. A previsão é de uma redução de custos operacionais de até 70% em comparação à aquisição direta de hélio e ao descarte na atmosfera.



*Figura 41: (Esquerda) esquema de ligação do Hélio em estado gasoso advindos do uso nas linhas de luz para a central de recuperação. (Direita) Sala de recuperação de hélio em balões, compressores e cilindros.*

As atividades realizadas até o momento incluem o desenvolvimento de um pré-projeto detalhado e a atualização de orçamentos para os equipamentos planejados. Para 2025, estão programadas as seguintes etapas: finalização do projeto executivo, aquisição do liquefator (com prazo de entrega estimado em 10 meses), compra de acessórios e contratação da empresa responsável pela instalação. A instalação e o comissionamento do sistema estão previstos para o primeiro semestre de 2026, permitindo uma operação mais eficiente e sustentável do Sirius.

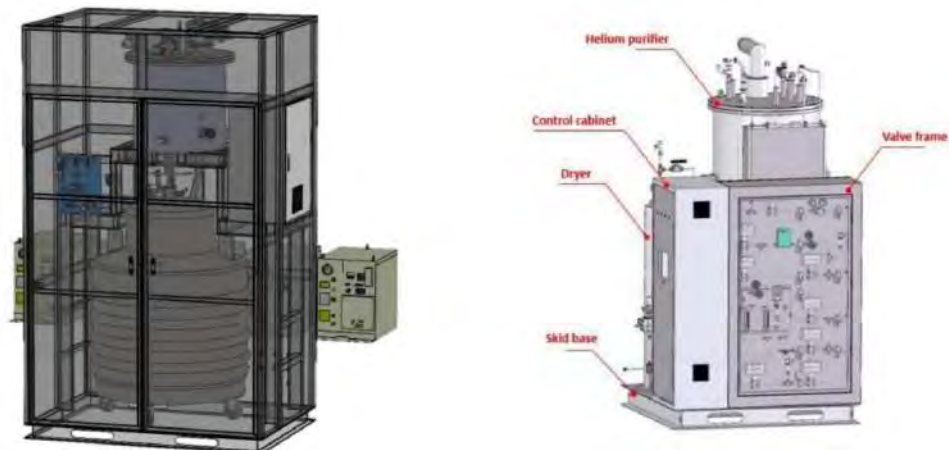
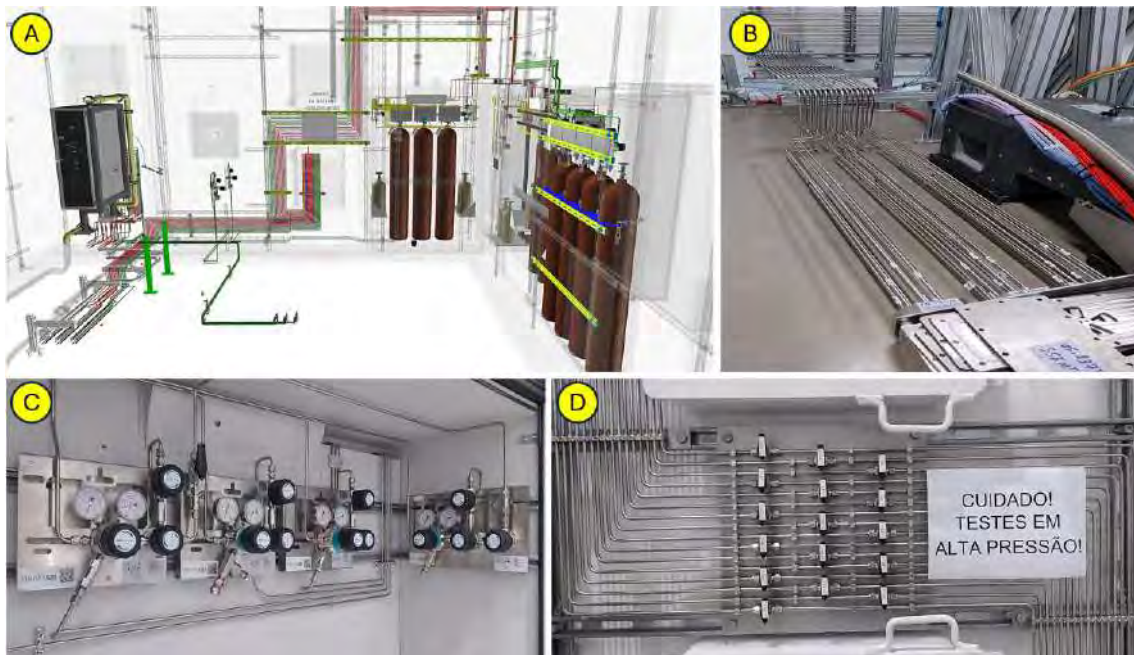


Figura 42: Fotos ilustrativas de liquefatores de hélio comerciais considerados.

### Instalações para gases especiais

O projeto de instalações para gases especiais é um elemento crítico da infraestrutura do Sirius, projetado para fornecer suprimentos gasosos diversos às estações experimentais, possibilitando a realização de experimentos *in situ*. Essa infraestrutura inclui tubulações, válvulas, instrumentos e conexões locais para armazenamento de cilindros, sendo projetada para atender aos mais altos padrões de segurança, qualidade e eficiência.

A padronização do projeto de gases especiais segue rigorosamente as normas aplicáveis, como NR 20, NR 32, NFPA 55, NBR IEC 60079 e NBR 7505-1, assegurando que os materiais utilizados e os processos empregados atendam às necessidades experimentais com absoluta segurança. A implementação inicial desse padrão foi realizada na linha PAINEIRA em 2023 e está sendo replicada na linha QUATI ao longo de 2024, com conclusão prevista para 2025. As operações estarão limitadas a gases diluídos ou de baixo risco para garantir a segurança dos envolvidos até que o sistema de exaustão de gases agressivos, que atenderá ambas as linhas, seja implantado.





*Figura 43: (A) Projeto 3D de gases especiais; (B) Tubulações de distribuição de gases dentro da estação experimental; (C) Centrais reguladoras de pressão dos armários de cilindros; (D) Painel de válvulas de bloqueio de gases.*

A completa funcionalidade das instalações exige a conexão ao sistema de exaustão, bem como a implementação de automação avançada para supervisão e proteção do sistema. Além disso, serão definidos procedimentos operacionais detalhados para garantir a segurança e eficiência, abrangendo desde a análise de propostas de pesquisa compatíveis com os níveis de segurança até processos de troca de cilindros e certificação dos ambientes experimentais.

Em 2025, o padrão de instalação será estendido à linha JATOBÁ, cuja conclusão está prevista para 2026, alinhada com a instalação da estação experimental. Este esforço reflete o compromisso do Sirius em oferecer infraestrutura confiável e segura para viabilizar experimentos inovadores e de alta complexidade.

### 3.2.2. Ótica

Em 2024, foram conduzidas diversas melhorias nos processos de controle de contaminação, limpeza de superfícies ópticas e metrologia. Técnicas para mitigação de contaminação por carbono foram implementadas em linhas como SABIÁ, IPÊ e SAPÊ, enquanto métodos de limpeza, como o uso de plasma e gelo seco, foram testados e ajustados para atender às demandas específicas das ópticas do Sirius. Paralelamente, foram desenvolvidos novos sistemas de medição, incluindo avanços no perfilômetro de traçado longo (LTP2020) e a criação do *Universal Metrology Apparatus for Interferometry* (UMARI), projetados para medir com maior precisão ópticas mais complexas e atender aos padrões necessários para a Fase II do Sirius. Essas iniciativas foram suportadas por análises experimentais e colaborações com laboratórios internacionais, como o ALS, para adaptar tecnologias existentes às especificações locais.

#### Controle de contaminação e limpeza superfícies ópticas

- *Descontaminação in situ*

O controle de contaminação por carbono em superfícies ópticas tem sido um foco importante no desenvolvimento das linhas de luz do Sirius. Durante o comissionamento da linha SABIÁ, foi instalada uma infraestrutura provisória para introdução de uma pressão parcial de oxigênio ( $O_2$ ) na câmara do espelho M1, monitorada por um analisador de gás residual (RGA). Esse sistema permitiu observar e validar que a dinâmica de contaminação por carbono pode ser controlada por meio do ajuste da pressão de  $O_2$ .

Com base nos resultados obtidos, essa infraestrutura foi replicada em outros elementos ópticos das linhas SABIÁ e IPÊ e incorporada nas novas instalações da linha SAPÊ, onde já está em operação. Entretanto, devido ao alto custo dos equipamentos RGA, nem todos os elementos ópticos contam com esse monitoramento. Nessas situações, a eficácia do controle de contaminação é avaliada visualmente ou por meio de medidas indiretas, como a absorção nas bordas do carbono.

Em 2025, o foco será reunir mais dados operacionais para comprovar a eficiência contínua do sistema no controle da contaminação, consolidando sua aplicação e avaliando possíveis melhorias no processo de mitigação.

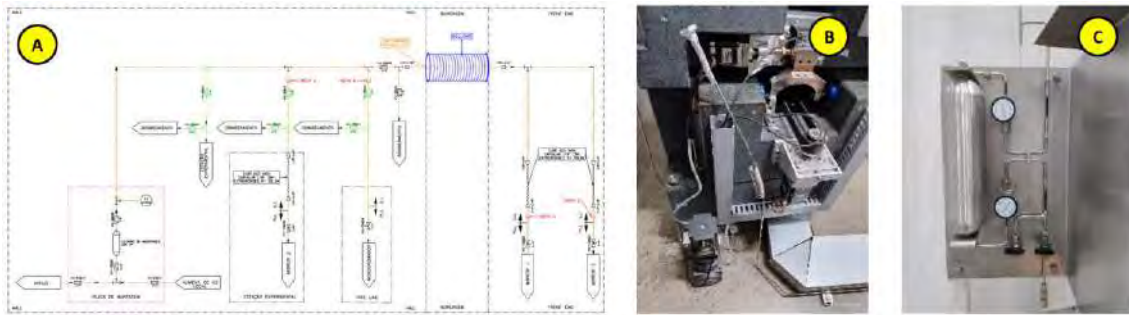


Figura 44: Linha SAPÊ. (A) Diagrama do sistema de distribuição de O<sub>2</sub>; (B) Ponto de chegada de O<sub>2</sub> ao espelho M3; (C) Placa de montagem com cilindro de baixa capacidade para suprimento de O<sub>2</sub>.

- *Protótipo de limpeza ex situ a plasma*

As linhas de luz de raios X moles e ultravioleta do Sirius, como IPÊ, SABIÁ e SAPÊ, enfrentam desafios significativos relacionados à contaminação por carbono em suas ópticas, incluindo espelhos e, potencialmente, grades de difração. Evidências visuais obtidas nas primeiras ópticas das linhas IPÊ e SABIÁ, bem como quedas de intensidade do feixe, confirmam a presença de carbono como contaminante predominante.

Com base em estudos prévios, foi proposto um protótipo de limpeza *ex situ* por plasma, inspirado no modelo descrito por Eggenstein, F. em *Advances in Metrology for X-Ray and EUV Optics VII* (2017), SPIE. A técnica emprega uma antena de alumínio conectada a uma fonte de radiofrequência em vácuo. Controlando as pressões parciais de oxigênio (O<sub>2</sub>) e nitrogênio (N<sub>2</sub>) na câmara, o plasma gerado remove o carbono depositado sem comprometer a rugosidade da superfície ou introduzir novas contaminações.

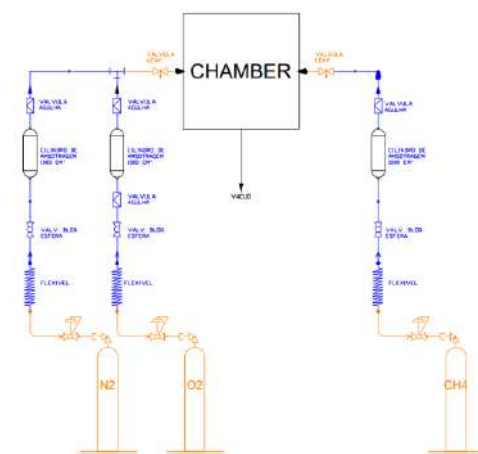
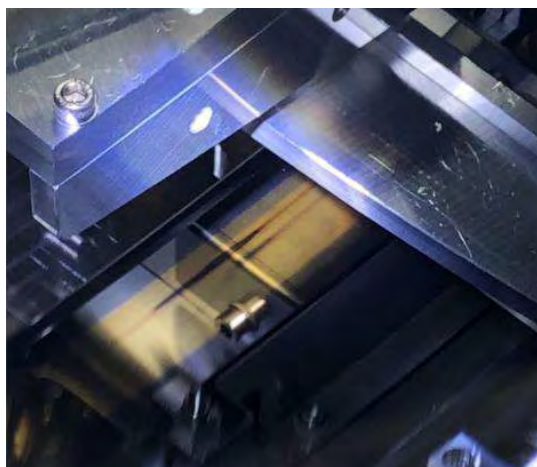


Figura 45: (Esquerda) Espelho da linha IPE exibindo mancha de contaminação de carbono. (Direita) Esquemático da infraestrutura de gases do protótipo de limpeza por plasma.

O protótipo funcionará em duas etapas principais. Na primeira, uma amostra de teste será contaminada artificialmente com carbono, utilizando metano (CH<sub>4</sub>) em condições controladas, para reproduzir o tipo de contaminação observado nas linhas de luz. A qualidade da superfície e a espessura da deposição serão caracterizadas. Na segunda etapa, a amostra será submetida ao processo de limpeza por plasma, gerado na câmara de vácuo, e posteriormente reavaliada para verificar a remoção do carbono e a integridade da superfície.

Atualmente, o projeto encontra-se na fase de cotação de equipamentos complementares, como infraestrutura de gases. A câmara de vácuo, a fonte de radiofrequência e os gases necessários estão disponíveis temporariamente no campus, provenientes de outros projetos. A execução do protótipo está prevista para início no segundo trimestre de 2025, marcando um passo importante na mitigação da contaminação por carbono nas ópticas do Sirius.

- *Limpeza com gelo seco*

Como parte dos esforços para aprimorar as técnicas de limpeza de superfícies óticas contaminadas, em 2024 foi implementado um sistema baseado no uso de gelo seco ( $\text{CO}_2$  sólido) como alternativa ao método relatado em 2023, que emprega fluxo de gás nitrogênio e solventes. Este novo sistema visa expandir a capacidade de limpeza, especialmente para superfícies com recobrimento, onde o método anterior possui limitações.

A infraestrutura necessária foi instalada em uma capela *walk-in*, incluindo tubos de aço inox de alta pressão para operação segura do sistema. Testes iniciais foram realizados utilizando um *wafer* de silício contaminado por contato manual, demonstrando boa eficiência na remoção de contaminações. Entretanto, foi observado que a formação de uma camada espessa de gelo sobre a superfície do *wafer* pode limitar a eficácia do processo, indicando a necessidade de ajustes.

Para 2025, melhorias identificadas nos testes serão implementadas, como o aprimoramento da suportaç o das amostras para lidar com a alta pressão do jato de  $\text{CO}_2$ , e a introduç o de um fluxo auxiliar de nitrogênio gasoso para otimizar a limpeza. Esses refinamentos prometem consolidar a técnica como uma soluç o eficaz para a manutenç o de superfícies óticas em condiç es ideais de operaç o.

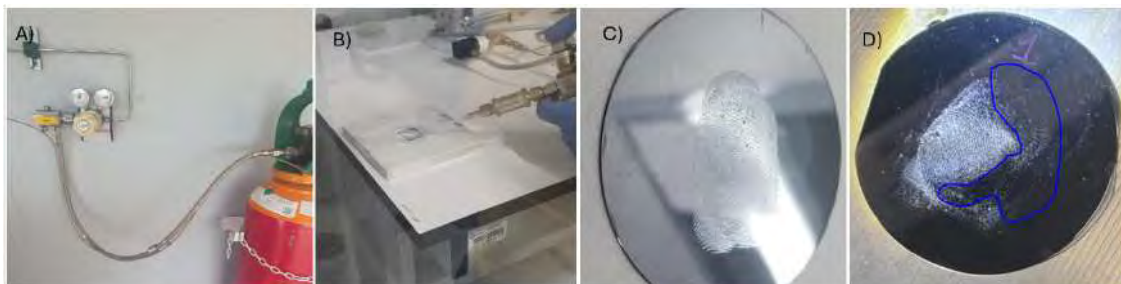


Figura 46: A) Infraestrutura montada para testes de He e limpeza com gelo seco. B) Execuç o do teste em *wafer* de Si contaminado manualmente. C) Amostra contaminada antes da limpeza. D) Ap s a limpeza, a regi o no c rculo azul mostra a remoç o da contaminaç o, mas a formaç o de gelo espesso impediu a limpeza completa, indicando a necessidade de fluxo de  $\text{N}_2$ .

### Metrologia  tica

- *Desenvolvimento do LTP para caracterizaç o de  ticas “Bounce-Down”*

O espelho QUATI M2, com sua forma toroidal e configuraç o de reflex o para baixo (*bounce-down*), apresenta desafios  nicos para a metrologia  tica, essenciais para garantir o desempenho ideal da linha de luz QUATI. Para atender  s especificaç es t cnicas, incluindo qualidade da superf cie, precis o do raio de curvatura e estabilidade sob condiç es operacionais, foi desenvolvido e implementado um sistema dedicado de mediç o com *Long Trace Profiler* (LTP). Este sistema permite a calibraç o do mecanismo *bender*, minimizando os impactos da gravidade e da montagem na forma do espelho.

O LTP foi adaptado para operar em uma configuração fixa, com a cabeça óptica montada lateralmente à plataforma. Um pentaprisma baseado em espelho (MBPP) foi utilizado para direcionar o feixe de laser até a superfície do espelho, enquanto uma lente cilíndrica foi incorporada ao sistema para corrigir o desfoque sagital decorrente da curvatura do espelho. Esses aprimoramentos garantiram a qualidade da imagem e a precisão das medições.

Procedimentos rigorosos de alinhamento foram realizados para evitar interferências na medição do raio de curvatura. Além disso, ajustes iterativos dos compensadores de gravidade e calibrações do mecanismo de flexão foram implementados, otimizando a forma do espelho e assegurando sua conformidade com os requisitos da linha de luz.

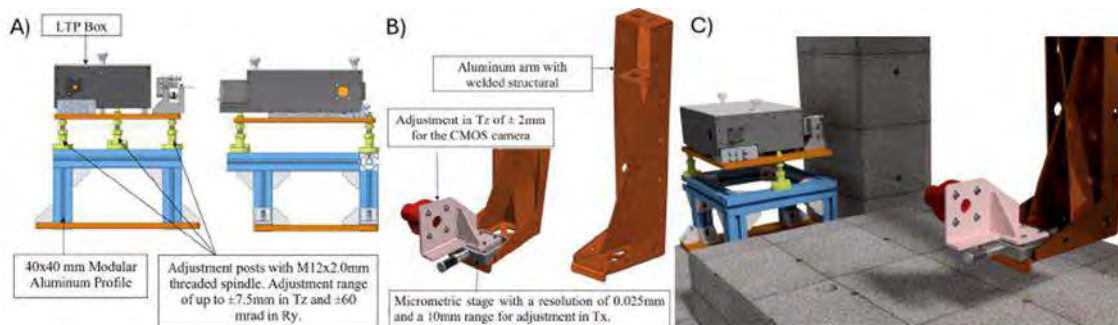


Figura 47: A) Estrutura para suportar e alinhar Z, Rx e Ry da Caixa LTP. B) Estrutura multifuncional "NOM Arm" suporta câmera CMOS, pentaprisma e lente cilíndrica. C) Esquema do alinhamento do laser LTP com movimento do NOM e registro por câmera CMOS.

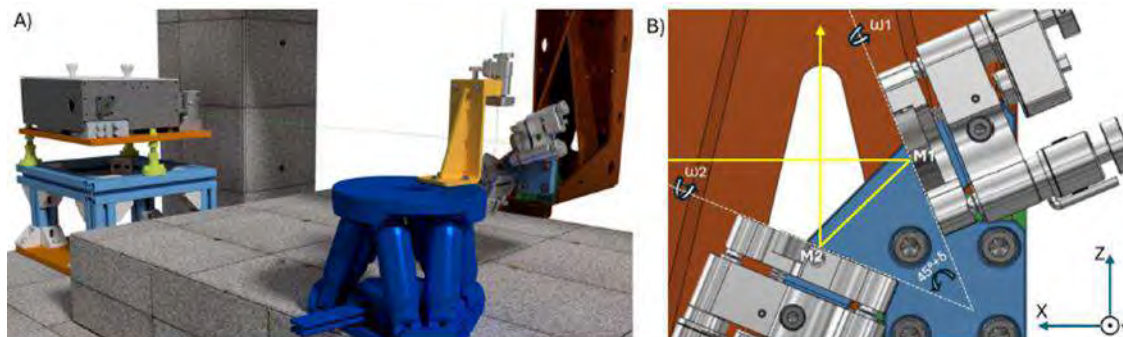


Figura 48: A) Esquema de alinhamento do MBPP com hexápode e estágio piezoelétrico. B) MBPP no braço NOM mostrando erros de cunha ( $\delta$ ) e paralelismo ( $\omega$ ).



Figura 49: Configuração de medição do espelho QUA-M2.

Para os próximos passos, serão investigadas soluções para aprimorar a estabilidade do LTP em projetos futuros. As instabilidades observadas durante a caracterização do espelho QUATI M2, causadas por drift térmico e oscilações mecânicas de baixa frequência espacial, indicam a necessidade de melhorias para atingir o erro de altura PV especificado de 10 nm, assegurando um desempenho ainda mais confiável e preciso.

- *Desenvolvimento de processo de medida para grades de difração*

Em 2024, foi realizada a primeira metrologia de grades de difração no LNLS, utilizando os equipamentos NOM (*Nanometer Optical Measuring System*) e LTP (*Long Trace Profiler*). Este processo teve como objetivo caracterizar a topografia da superfície da grade, avaliando parâmetros como erro de altura e de inclinação, para verificar a conformidade com as especificações. A grade analisada, SPE-0-PGM-GR, faz parte do monocromador da linha SAPÊ.

Inicialmente, foi realizada a metrologia na ordem 0 de difração, similar a uma medição de espelho, revelando um erro de altura com PV de 12 nm, abaixo do limite especificado de 40 nm, confirmando que a grade atende aos requisitos de qualidade. Posteriormente, a grade foi posicionada no ângulo de Littrow para medir a primeira ordem de difração. Como a grade é do tipo VLS (*Varied Line Spacing*), com espaçamento e densidade de ranhuras variando ao longo de seu comprimento, essa configuração permitiu calcular os coeficientes do polinômio que descreve essa variação. Os valores obtidos mostraram boa concordância com as especificações do fabricante.

A metrologia de grades de difração envolveu estudos detalhados da literatura, além de testes e adaptações específicas para o laboratório e os equipamentos do LNLS. Como parte do desenvolvimento, foi projetada uma nova montagem experimental para o NOM, adequada à medição de grades com maior ângulo de Littrow ou em ordens superiores de difração.

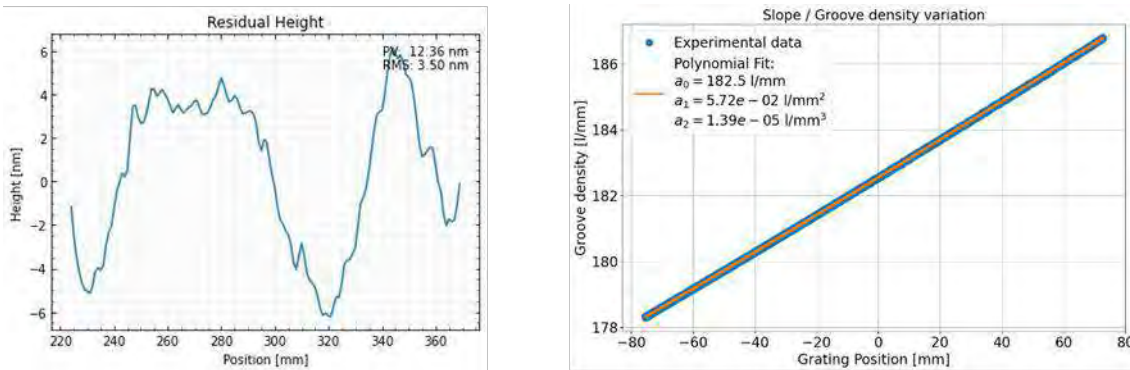


Figura 50: (a) Gráfico do erro de altura da superfície da grade, medido em ordem 0 de difração, apresentando PV de 12nm. (b) Variação da densidade de ranhuras da grade ao longo de seu comprimento. A partir de seu ajuste linear, encontram-se os coeficientes da taxa de variação.

Para o futuro, está prevista a realização de medições combinadas utilizando tanto o NOM quanto o Fizeau, ampliando a gama de informações obtidas e possibilitando a comparação interna de resultados. Grades de difração mais longas, que apresentam maior dificuldade para medição, serão aprimoradas no processo de medição, incluindo o uso de técnicas de *stitching* no LTP. Essa abordagem também poderá ser aplicada à metrologia de espelhos, expandindo as capacidades técnicas do LNLS.

- *Sistema Universal de Metrologia Aplicado à Interferometria*

O laboratório de metrologia óptica do LNLS dispõe atualmente de dois equipamentos dedicados à medição de erros de forma em espelhos na faixa de baixas frequências espaciais: o NOM (*Nanometer Optical Measuring System*), que avalia erros de inclinação (*slope errors*), e o setup de interferometria de Fizeau, responsável por medir desvios topográficos. Esses sistemas são fundamentais para caracterizar ópticas utilizadas nas linhas de luz do Sirius.

Apesar de suas capacidades, o setup atual de *stitching* via Fizeau apresenta limitações em termos de comprimento e peso máximo das ópticas que podem ser medidas, além de restrições na precisão dos resultados, especialmente considerando as exigências tecnológicas de síncrotrons de quarta geração e o estado da arte em laboratórios internacionais. Para superar essas barreiras, foi proposta a criação de um novo sistema de metrologia, o *Universal Metrology Apparatus for Interferometry* (UMARI). Este conceito baseou-se em uma caracterização detalhada dos instrumentos atuais, identificando limitações e especificações para o novo projeto.

Enquanto o UMARI está em desenvolvimento, melhorias de curto prazo foram implementadas no sistema atual. Adicionaram-se *encoders* aos estágios de tip/tilt e uma movimentação em malha fechada, reduzindo significativamente o tempo de medição ao diminuir o número de iterações necessárias para a correção de posicionamento durante o processo de *stitching*.

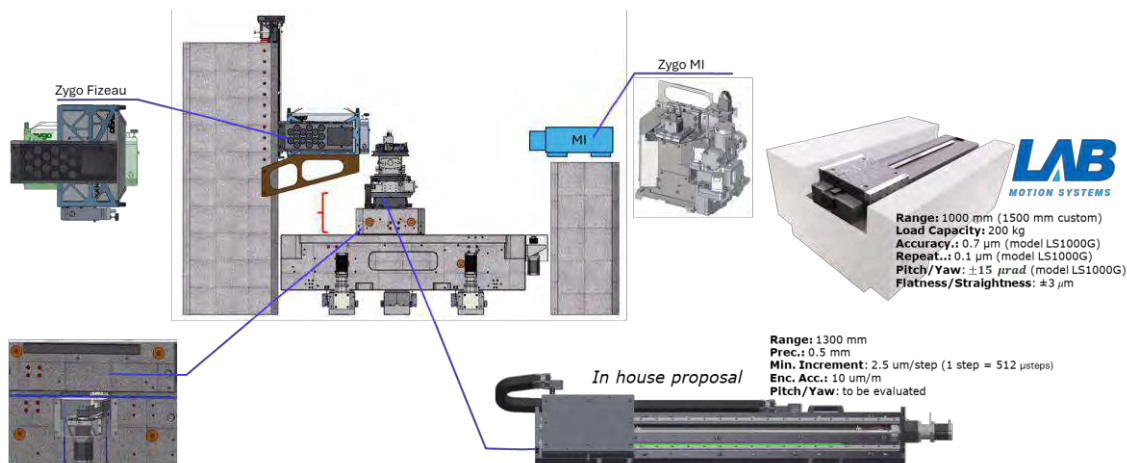


Figura 51: Um dos conceitos para o setup UMARI (a) e imagem da localização de UMARI no novo laboratório de metrologia óptica (b).

O projeto do UMARI está dividido em três fases principais. Na primeira fase, o foco será habilitar a medição de ópticas com configuração *stitching side-bounce* de até 1 metro. Na segunda fase, serão incorporadas capacidades para medir espelhos em configuração *bounce-up* e será introduzido um novo estágio para aumentar a precisão das correções de tip/tilt. Finalmente, na terceira fase, planeja-se a inclusão de um microinterferômetro, permitindo medições em médias frequências espaciais. Essa adição permitirá identificar desvios de forma associados a efeitos de espalhamento de baixo ângulo no feixe de luz síncrotron, ampliando a capacidade analítica do laboratório e alinhando-o às demandas futuras.

- *Novo Perfilômetro de Traçado Longo*

O desenvolvimento do LTP2020 representa um avanço necessário para atender às exigências das ópticas da Fase II do Sirius, que possuem tolerâncias mais rigorosas e erros de superfície menores. Até o momento, o sistema *Nanometer Optical Measuring System* (NOM), combinado com a cabeça óptica *Long Trace Profiler* (LTP), tem sido utilizado para caracterizar todas as ópticas da Fase I do Sirius. No entanto, as demandas da nova geração de linhas de luz requerem melhorias significativas para superar os limites do instrumento atual.

A iniciativa começou em colaboração com o grupo de metrologia óptica do *Advanced Light Source* (ALS) em Berkeley, liderado por Valeriy Yashchuk e Peter Takacs, inventor do conceito original do LTP. O novo design óptico aborda erros sistemáticos causados por inhomogeneidades nas ópticas internas, substituindo o *Polarized Beam Splitter* por um *Wedged Polarized Beam Splitter* (WPBS) e a lente *Fourier Transform Lens* (AFTL) por uma lente *singlet* esférica. Análises de *ray tracing* foram realizadas para minimizar interferências ópticas, e especificações rigorosas para *coatings* anti-reflexão e polarização foram definidas. A nova câmera proposta, Kinetix sCMOS, oferece alta resolução e sensibilidade, com o objetivo de alcançar um erro angular de superfície menor que 20 nrad RMS e uma estabilidade angular interna abaixo de 10 nrad RMS.

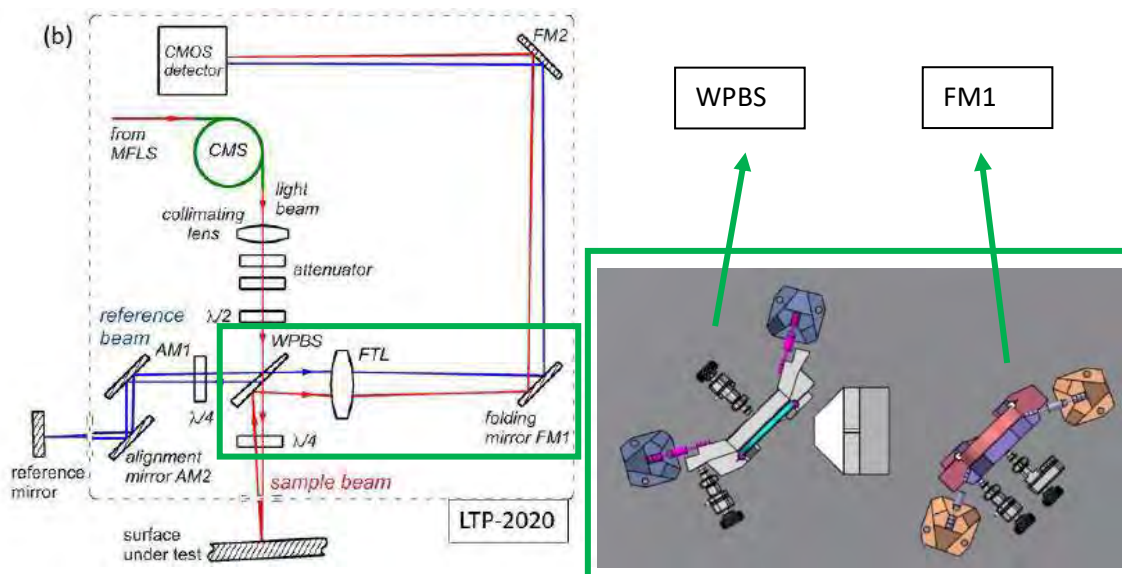


Figura 52: Esquema óptico do LTP2020 (esquerda), modelo mecânico do WPBS e do espelho FM1 (direita)

Como parte da colaboração, o grupo OPT contribuiu desenvolvendo a parte mecânica e de controle para garantir estabilidade mecânica e térmica, otimizar o alinhamento e reduzir o tempo de medição, especialmente para ópticas curvadas. Um modelo de suporte motorizado foi projetado com atuadores piezoelétricos para alinhamento automatizado e estabilidade térmica e mecânica. Análises modais e térmicas do sistema foram realizadas utilizando ANSYS, com previsão de conclusão do projeto mecânico no primeiro semestre de 2025.

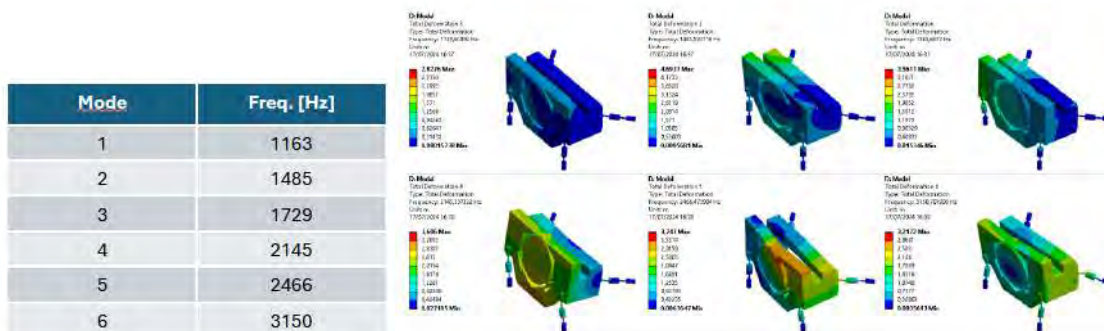


Figura 53: Modal analysis by FEA of the mechanical model of the folding mirror

O projeto será executado em duas fases. Na Fase 1, serão adquiridos o WPBS, a AFTL, os atuadores piezoelétricos, e fabricados a nova base, caixa e suportes das ópticas. Paralelamente, o desenvolvimento da automação e do software de controle será conduzido, permitindo o início dos testes do LTP2020 no segundo semestre de 2025. Na Fase 2, a nova câmera, espelhos e filtros serão incorporados, consolidando as melhorias planejadas e garantindo o cumprimento dos rigorosos requisitos das ópticas da Fase II do Sirius.

### 3.2.3. Optomecânica

A seção de optomecânica abrange os avanços e desenvolvimentos realizados em 2024 no que diz respeito a dispositivos ópticos essenciais para o desempenho das linhas de luz do Sirius.



Monocromadores e espelhos, elementos fundamentais para a manipulação e seleção do feixe de radiação síncrotron, são constantemente aprimorados para atender às rigorosas demandas científicas e operacionais. Esses dispositivos incluem soluções altamente especializadas, como monocromadores de duplo-cristal de alta dinâmica (HD-DCMs), monocromadores de grade planar (PGMs), e espelhos projetados para estabilidade térmica, precisão nanométrica e operação em ultra alto vácuo. Além disso, esforços significativos foram dedicados ao desenvolvimento de novas tecnologias, como a integração de interfaces térmicas inovadoras e a implementação de sistemas dinâmicos de alta frequência. A seguir, são apresentados os detalhes técnicos e as perspectivas para os avanços realizados em monocromadores, espelhos e outros componentes ópticos ao longo do ano.

### Monocromadores

Monocromadores são dispositivos ópticos utilizados em linhas de luz para selecionar um intervalo específico de comprimentos de onda de um feixe policromático. Ele opera com elementos dispersivos, como cristais ou grades, que ajustam sua posição para transmitir apenas os fótons com a energia desejada ao experimento, desviando os demais. No LNLS, o desenvolvimento contínuo desses dispositivos é essencial para atender às demandas científicas, e os avanços realizados em 2024 são descritos a seguir.

- *Duplo-cristal de alta dinâmica (HD-DCM)*

Um monocromador de duplo-cristal de alta dinâmica (HD-DCM) é um dispositivo óptico projetado para selecionar comprimentos de onda específicos de um feixe de luz síncrotron, utilizando dois cristais com precisão nanométrica em seus movimentos, garantindo alta estabilidade, flexibilidade de operação e suporte a modos avançados como *fly-scan* e *step-scan*. Os tópicos a seguir mostram os avanços no desenvolvimento, construção e instalação desses dispositivos.

#### *Instalação de Quati e Sapucaia*

Em 2024, os monocromadores de dois cristais modelo HD-DCM-Lite foram montados, instalados e comissionados para atender às exigências de seleção de energia das linhas de luz QUATI e SAPUCAIA. Equipados com pares de cristais de Si(111) e Si(311), esses dispositivos apresentam controle de paralelismo em níveis recordes de precisão: 6 nrad (pitch), 10 nrad (roll) e 1 nm (gap). Operam na faixa de energia de 3.1 a 43.4 keV, fornecendo feixes monocromáticos com offset de 18 mm em modos de operação de energia fixa, *step-scan* e *fly-scan*.

O primeiro semestre de 2024 foi dedicado ao alinhamento e validação desses sistemas. Em janeiro, o monocromador da linha SAPUCAIA estava em procedimento de *baking* após correções no circuito de refrigeração, enquanto a unidade da linha QUATI encontrava-se em montagem e testes de alinhamento de módulos. O primeiro feixe monocromático foi obtido na linha SAPUCAIA em abril e, em julho, na linha QUATI, após a conclusão dos procedimentos de montagem, alinhamento, *baking* e validações de controle.

Além disso, um novo sistema de distribuição de nitrogênio líquido (LNDS) foi implementado para os monocromadores, eliminando a necessidade de reabastecimentos manuais e aumentando a confiabilidade operacional. Na linha QUATI, foi concluída a implementação do modo de operação em *scans* sinusoidais para experimentos de quick-EXAFS e EXAFS, possibilitando varreduras de amplitude de 1.4 keV a taxas de 20 Hz (altas energias) e 3 Hz (baixas energias). O

desenvolvimento envolveu a geração de trajetórias senoidais e o uso de controle preditivo para minimizar erros de seguimento.

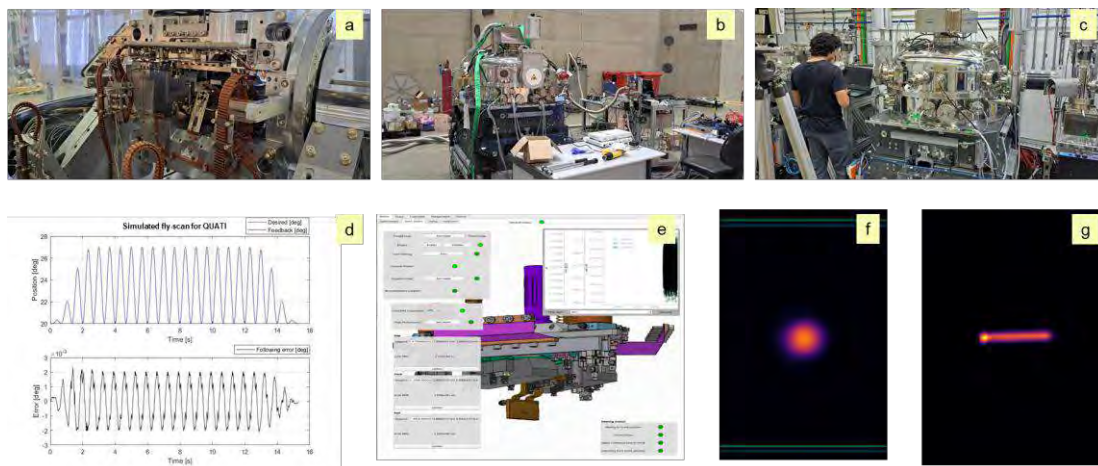


Figura 54: Conclusão da montagem (a), validação offline (b), instalação (c) e representação de trajetória de varredura senoidal (d) do HD-DCM-Lite da linha QUATI. Nova interface de operação (e) e imagens dos feixes monocromatizados nos DVFs pós HD-DCM-Lite das linhas SAPUCAIA (f) e QUATI (g)

Durante o *shutdown* de agosto e setembro, foram identificadas melhorias necessárias nos sistemas de abastecimento de gás hélio e ar comprimido dos *cryocoolers*. Está previsto para 2025 um projeto para monitoramento contínuo desses insumos e a implementação de um sistema de substituição automática de ar comprimido por nitrogênio em caso de falhas.

Os comissionamentos técnicos de ambos os monocromadores estão previstos para conclusão em dezembro de 2024. Na linha QUATI, espera-se realizar o primeiro experimento online com varredura senoidal e manutenção de saída fixa. À medida que o comissionamento técnico e científico avança, melhorias adicionais poderão ser identificadas, garantindo a otimização contínua desses sistemas.

#### *Novo manifold criogênico*

Os circuitos de refrigeração por nitrogênio líquido, essenciais para os monocromadores HD-DCM, têm historicamente representado um gargalo no processo de produção, devido a problemas recorrentes de vazamentos e entupimentos durante as etapas de montagem e validação offline. Esses problemas estão associados à complexidade das etapas de manufatura, que envolvem usinagens, brasagens, soldagens e transportes.

Em 2024, foram implementadas mudanças de design para mitigar essas dificuldades, aproveitando a evolução da manufatura aditiva de peças metálicas. Blocos fabricados com cobre de alta pureza pela Suzhou Tianhong Laser Co, testados com sucesso em termos de estanqueidade e molhabilidade, foram incorporados a novos circuitos de refrigeração. Esses blocos reduzem a quantidade de operações de brasagem e utilizam tubos de aço inoxidável soldados em insertos de maior espessura e com contato mais profundo, aumentando as áreas de transferência térmica nas regiões brasadas.

Adicionalmente, ferramentas auxiliares foram desenvolvidas para otimizar as operações de soldagem, brasagem, transporte e testes de estanqueidade. Para monocromadores de linhas de luz com menor potência incidente, onde os cristais recebem poucas dezenas de watts, foram projetados circuitos de refrigeração fabricados inteiramente em aço inoxidável. Esses projetos eliminam a necessidade de peças de cobre e procedimentos de brasagem, com o primeiro bloco de inox sendo encomendado ao Instituto SENAI de Inovação de São Paulo.

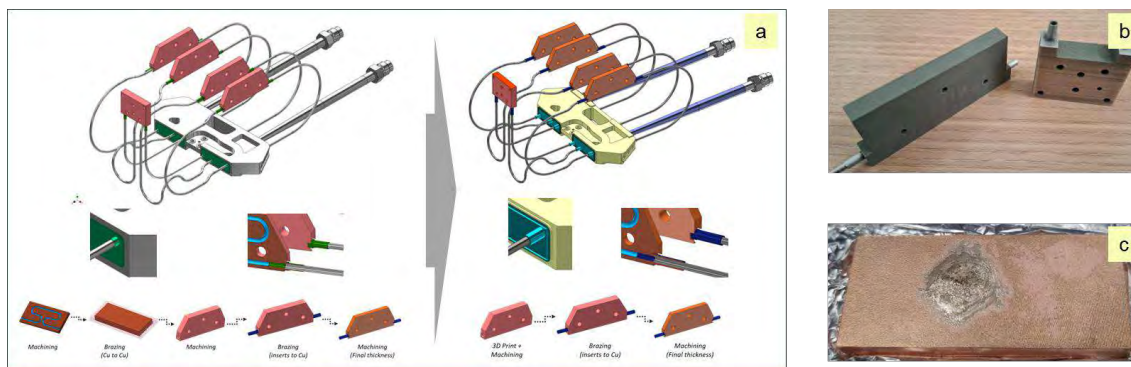


Figura 55: Alterações no circuito de refrigeração (a), novas peças feitas por manufatura aditiva em aço inox (b), teste de molhabilidade em peça feita por manufatura aditiva em cobre (c)

A produção dos novos manifolds está programada para 2025, com usinagem e solda realizadas pela USIMOR, enquanto as brasagens serão executadas internamente pelo grupo de união de materiais (UMA). Testes de entupimento, pressão e temperatura validarão as unidades antes de sua montagem nos novos monocromadores. Estão previstas oito unidades completas para atender os quatro novos monocromadores, e no primeiro semestre de 2025 espera-se concluir a produção de um circuito totalmente em inox, validando esta solução para linhas de luz com menor demanda térmica.

#### *Produção de novas unidades*

No segundo semestre de 2024, foi iniciada a fabricação de quatro novas unidades de monocromadores de duplo-cristal (DCMs) para atender às linhas de luz ARIRANHA, TEIÚ (Fase II do Sirius), HIBISCO e TIMBÓ (Orion). Esses novos dispositivos baseiam-se nos projetos anteriores dos modelos HD-DCM e HD-DCM-Lite, incorporando alterações pontuais para atender às especificidades de cada linha de luz, além de pequenas atualizações gerais.

As mudanças gerais incluem a adoção de novos elementos comerciais, como a atualização da eletrônica dos interferômetros, e ajustes no projeto para reduzir custos e facilitar montagens. Por exemplo, foi implementado um único estágio rotativo ativo para linhas que não demandam *flyscan* senoidal, e foram ampliados rasgos para melhorar a acessibilidade durante a montagem.

Entre as demandas específicas, a linha TIMBÓ não apresenta exigências adicionais, permitindo a produção de uma unidade padrão do modelo HD-DCM-Lite. Já as linhas ARIRANHA e HIBISCO requerem um offset reduzido de 18 mm para 12 mm, visando atender energias mais altas com os cristais de Si(111). A linha ARIRANHA também exige a possibilidade de passagem direta do feixe incidente para experimentos com feixe *pink*, demandando modificações na região dos cristais. No caso da linha TEIÚ, a utilização de um antigo monocromador Bruker do UVX foi

descartada, pois ele não atende às demandas de refrigeração criogênica e otimização mecânica necessárias para lidar com as características de um síncrotron de quarta geração.

Adicionalmente, uma quarta unidade idêntica ao modelo HD-DCM-Lite será fabricada para substituir o HD-DCM em operação na linha MANACÁ, que será adaptado para a linha TEIÚ. As adaptações para a TEIÚ incluem a modificação do offset para 8 mm e o uso de cristais de InSb(111), permitindo a seleção de energias entre 1.75 e 10 keV.

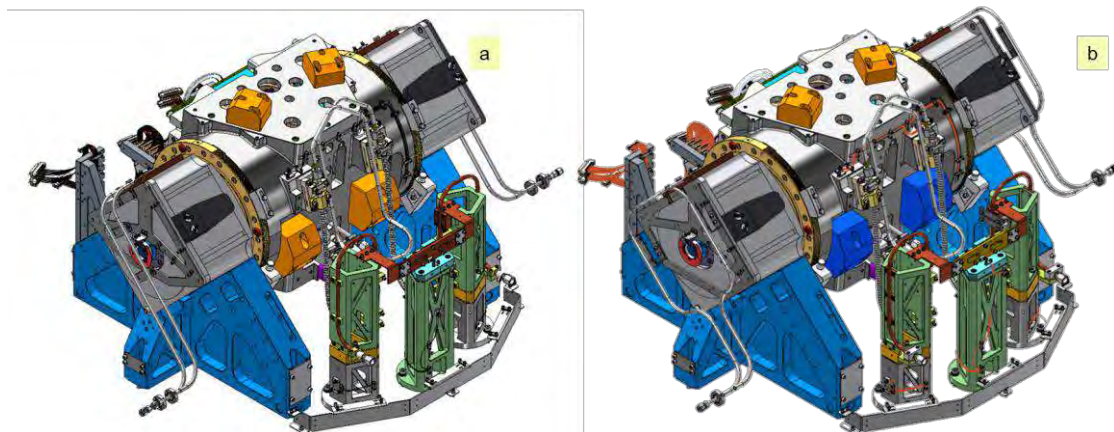


Figura 56: Representação CAD de monocromadores HD-DCM-Lite das linhas QUATI e SAPUCAIA (a) e novas versões para linhas ARIRANHA, TEIÚ, TIMBÓ e HIBISCO, com pequenas alterações no projeto.

Os próximos passos incluem a definição da geometria dos cristais com base em simulações de deformações mecânicas e seus efeitos sobre o feixe monocromático, seguida pela contratação do fornecimento dos cristais. A aquisição de todos os itens necessários, incluindo os lotes de peças usinadas, está prevista para o primeiro trimestre de 2025. A montagem e validação offline das novas unidades começará em julho de 2025, com conclusão prevista para julho de 2026, priorizando as unidades das linhas ARIRANHA e TEIÚ, que serão instaladas primeiro.

- *Grade plana (PGM)*

Um monocromador de grade planar (PGM) é um dispositivo óptico utilizado para selecionar comprimentos de onda em faixas de energia ultravioleta e raios X moles, combinando uma grade de difração e espelhos para controlar a dispersão e direcionar o feixe com alta precisão, ajustando-se a diferentes resoluções e requisitos experimentais.

#### *Desenvolvimento na Linha Sapê*

O *Planar Grating Monochromator* (PGM) será responsável pela seleção de energia do feixe no intervalo de 7 a 80 eV na linha de luz SAPÊ. Este equipamento, anteriormente utilizado na linha PGM do acelerador UVX, está passando por modificações finais para adequação ao intervalo de energia requerido, incluindo a troca de componentes de vácuo, instalação de novos hardwares para leitura de *encoders* e uma nova base de granito para suporte estrutural.

Entre as implementações realizadas, destacam-se o novo conjunto de *bellows* que permite o movimento rotacional da grade e do espelho, além de testes de acionamento e alinhamento para validação funcional. Foram adicionados sistemas de segurança, como chaves anticolisão, para evitar posições de operação que poderiam causar colisão entre a grade e o espelho, e novos *fins de curso* externos foram instalados para garantir a precisão e segurança nos movimentos.



Figura 57: Testes de alinhamento com autocolimador a), principal técnica para colocar o espelho do monocromador alinhado com a gravidade; testes de movimentação b) com laser de alinhamento passando pela grade e espelhos dummy; c) novos foles em compressão quase que máxima para atender o range angular; e d) mecanismo aguardando início do condicionamento de vácuo.

Os intervalos angulares de movimentação foram medidos e validados, confirmando a capacidade do monocromador de atender ao intervalo energético especificado. O início do condicionamento de vácuo, ainda sem as óticas e os *encoders*, está previsto para dezembro de 2024. Em janeiro de 2025, o equipamento será movido para a região de instalação na linha SAPÊ, onde passará por alinhamentos e testes com as grades e espelhos definitivos. A montagem final no local está programada para fevereiro de 2025, incluindo o alinhamento dos espelhos M1 e M2, seguido pelo alinhamento e condicionamento final de vácuo em março de 2025.

#### *Desenvolvimento para a Linha Sibipiruna*

Na linha SIBIPIRUNA, integrante do projeto Orion, a seleção de energia será realizada por meio de um monocromador PGM, cobrindo o intervalo de 200 a 600 eV. A solução adotada é semelhante à implementada nas linhas SABIÁ e IPÊ, onde mecânicas de PGMs fornecidas pela empresa alemã Bestec são combinadas com sistemas de controle desenvolvidos internamente, seguindo os padrões dos controladores do Sirius.

As adaptações específicas para a SIBIPIRUNA incluem a escolha de espelhos e grades ajustados às demandas da linha, refrigeração da óptica por meio de peças de suporte em vez de sistemas

laterais ou internos, e a utilização de *encoders* absolutos nos estágios rotativos, proporcionando maior precisão e confiabilidade.

O fornecimento de itens de vácuo, como bombas, sensores e *bellows*, e os componentes de hardware para controle está programado para o primeiro semestre de 2025. O contrato com a Bestec foi assinado, com prazo de entrega estimado em 15 meses, estabelecendo março de 2026 como data prevista para a chegada do monocromador. Paralelamente, estão sendo realizadas as encomendas dos espelhos e da grade, com prazos de fornecimento variando entre 15 e 24 meses.

Com a previsão de receber todos os componentes necessários até o início de 2026, a linha SIBIPIRUNA tem estimativa de ser a primeira do Orion a iniciar o comissionamento técnico por meio de sua estação experimental Sirius, marcando um avanço significativo no cronograma do projeto.

- *Duplo-Laue (DLM)*

Um monocromador de duplo-cristal na configuração Laue (DLM) é um dispositivo óptico projetado para monocromatizar feixes de raios X em altas energias, utilizando cristais posicionados para difração em transmissão, oferecendo alto fluxo de fótons e permitindo ajuste da distância focal por meio da curvatura dos cristais.

#### *Desenvolvimento para a Linha Sussuaruna*

A linha de luz SUSSUARANA, parte da Fase II do Sirius, foi projetada para operar em energias de até 200 keV. Para atender a essas altas energias, será utilizado um monocromador de dois cristais na configuração Laue (DLM) como único elemento óptico da linha. Essa configuração oferece maior fluxo de fótons para monocromatização em altas energias, superando a eficiência de cristais na configuração de Bragg, que exigem ângulos de incidência muito rasantes nessas condições.

Além do desempenho superior, o DLM permite a curvatura dos cristais com diferentes raios, ajustando a distância focal e possibilitando a variação do tamanho do feixe na posição da amostra. Essa flexibilidade é essencial para a linha SUSSUARANA, que será utilizada em uma ampla gama de técnicas experimentais, exigindo tamanhos de feixe variados para diferentes aplicações.

Atualmente, as equipes técnicas e científicas estão conduzindo estudos para definir as especificações do monocromador. A conclusão dessas especificações está prevista para o primeiro semestre de 2025, momento em que será iniciado o processo de aquisição do DLM de fornecedores externos. Essa etapa é fundamental para garantir o desempenho óptico necessário à linha SUSSUARANA, alinhando-se às exigências científicas de alta energia do Sirius.

#### Espelhos

Os espelhos em uma linha de luz desempenham um papel crucial na manipulação do feixe de radiação síncrotron, permitindo sua colimação, focalização e redirecionamento com alta precisão. Esses dispositivos utilizam superfícies ópticas altamente polidas e revestidas, projetadas para operar em condições extremas de ultra alto vácuo e com tolerâncias nanométricas. No LNLS, o desenvolvimento e a melhoria contínua de espelhos garantem o

desempenho necessário para atender às exigências experimentais. Os avanços obtidos em 2024 nesse campo são apresentados a seguir.

- *Interfaces térmicas com Galn*

Em 2024, foi desenvolvido o uso de ligas de gálio-índio (Galn) como interfaces térmicas em sistemas de refrigeração sob condições de ultra alto vácuo, visando melhorar a condutividade térmica e o desacoplamento mecânico de espelhos em linhas de luz do Sirius. Essa abordagem apresenta um potencial significativo para novos mecanismos com bender que necessitam de refrigeração e para otimização de sistemas criogênicos existentes.

O desenvolvimento incluiu a avaliação de diferentes concentrações e formas de aplicação da liga, como viscosidades líquida e em pasta, e geometrias em filme e gotas, buscando a otimização do desempenho térmico e da montagem. A pasta de Galn foi identificada como a solução mais vantajosa, devido à sua facilidade de manipulação e aplicação, sendo a primeira vez que esse material é empregado em equipamentos da comunidade de síncrotrons.

Procedimentos seguros foram estabelecidos para aplicação de Galn em vácuo, incluindo técnicas de purga de gases controlada para evitar problemas como derramamento e formação de bolhas. Para aplicações precisas de filmes finos, foi recomendada a utilização de moldes, reduzindo o risco de contaminação. Adicionalmente, foi desenvolvido um *coating* de proteção para peças de alumínio, devido ao alto potencial corrosivo do Galn em contato com esse material.

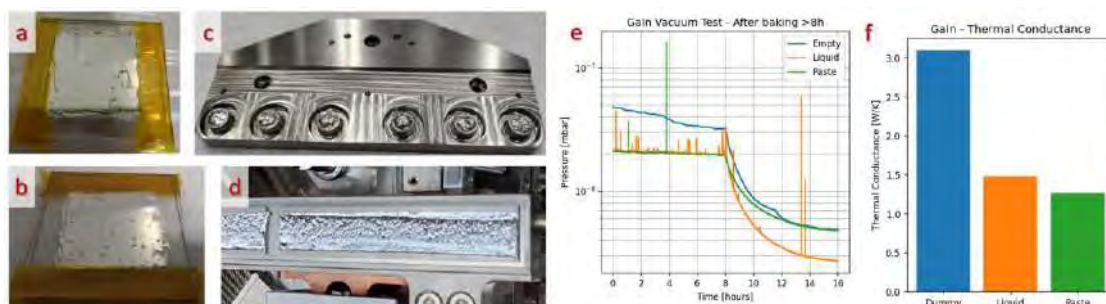


Figura 58: (a) Amostra de Galn líquido para teste; (b) Amostra de Galn pasta para teste; (c) Aplicação de Galn pasta no barramento do M1 da Carnáuba; (d) Aplicação de Galn pasta no barramento do M1 da SAPÊ; (e) Resultados de pressão do teste de compatibilidade do Galn em ultra alta vácuo; (f) Resultados do teste de condutância térmica do Galn em comparação com uma peça dummy contínua.

Testes realizados demonstraram a compatibilidade das ligas de Galn com condições de ultra alto vácuo, e sua alta condutividade térmica foi confirmada tanto para a versão líquida quanto para a pasta. A pasta de Galn foi aplicada com sucesso nos espelhos das linhas SAPÊ e CARNAÚBA, destacando sua eficácia e segurança.

Para o futuro, planeja-se a aplicação das ligas de Galn em mecanismos de espelhos refrigerados e com bender para as linhas JATOBÁ e TEIÚ. Esses serão os primeiros sistemas desse tipo desenvolvidos no Sirius, consolidando o uso de Galn como uma solução avançada em interfaces térmicas.

- *Desenvolvimento de elementos óticos*

### *Linha Jatobá*

O desenvolvimento dos espelhos M1 e M2 para a linha JATOBÁ atingiu importantes marcos em 2024. Com o projeto concluído, incluindo definições de desempenho térmico e mecânico, o espelho M1 já está em fase de contratação com fornecedores. Este espelho é responsável pela focalização do feixe e, em conjunto com o M2, seleciona a faixa de energia da linha ao ajustar o ângulo relativo entre os espelhos. Ambos utilizam recobrimentos multicamada de Si/W para otimizar a reflexão.

O M1 incorpora um sistema *bender* desenvolvido internamente, projetado para oferecer rigidez e estabilidade mecânica. Este mecanismo fornece dois graus de liberdade com resolução nanométrica: um para rotação fina no alinhamento e outro para ajuste do raio de curvatura. É o primeiro mecanismo *bender* do LNLS, com design focado em minimizar deformações e assegurar estabilidade térmica e mecânica. O sistema inclui refrigeração ativa por Peltier, interfaces térmicas com ligas de gálio-índio, e uma configuração que garante estabilidade térmica na ordem de milikelvin.

Os níveis de deformação residual do espelho M1, tanto as induzidas pelo processo de flexão quanto as causadas pelo manejo térmico, foram calculados em aproximadamente 60 nm e 1400 nrad *peak-to-valley*, sem necessidade de sistemas adicionais de correção. Para garantir precisão no processo de fabricação, foi desenvolvido um gabarito de metrologia que simula condições reais de deformação do cristal, permitindo que o fornecedor mapeie e compense essas variações.

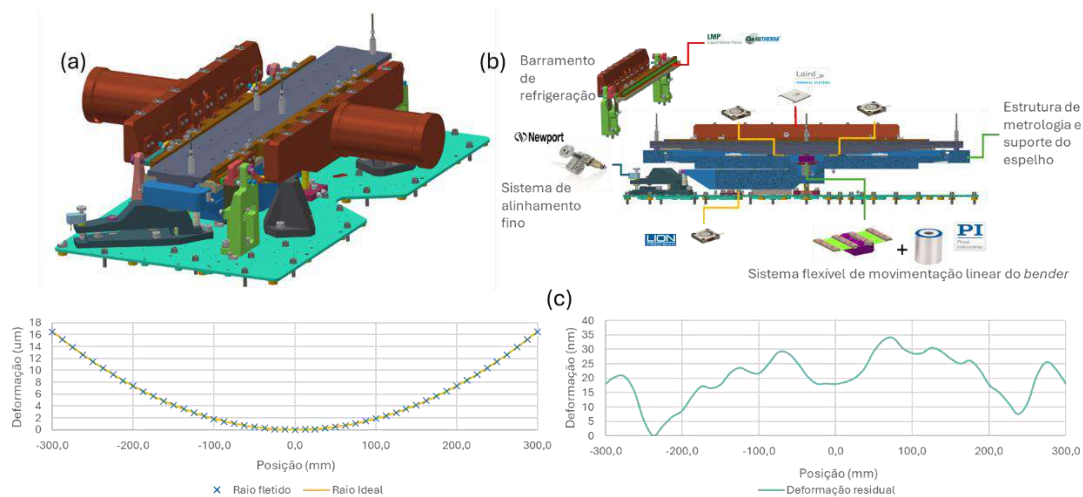


Figura 59: (a) Mecanismo completo do sistema Jatobá M1, mostrando o layout geral do mecanismo com sistema de refrigeração, movimentação fina para alinhamento e ajuste do raio de curvatura meridional do espelho; (b) Detalhamento dos subconjuntos mostrando detalhes internos do sistema de flexão do cristal, alinhamento fino do mecanismo, refrigeração e feedback de posição relativa do cristal para o suporte; (c) Resultados de flexão do raio de curvatura meridional do cristal e a previsão de deformações introduzidas no espelho.

No próximo ano, está programado o comissionamento offline do sistema utilizando um espelho *dummy* de alumínio. Os componentes do sistema M1 estão previstos para chegar em maio de



2025, quando serão realizadas atividades como montagem preliminar, medições ópticas, validação de estabilidade mecânica e ajustes finais no processo de instalação.

Em novembro de 2025, os espelhos de silício serão entregues pelo fornecedor. Nessa etapa, será conduzida a metrologia óptica para verificar a qualidade do polimento e validar o desempenho mecânico dos sistemas. A instalação dos espelhos na linha JATOBÁ está planejada para o início de 2026, completando um ciclo de desenvolvimento voltado à excelência na manipulação óptica do feixe.

### *Linha Sapê*

Os mecanismos ópticos M1, M2 e M3 da linha SAPE foram montados e passaram por comissionamento offline em 2024 para verificar suas performances térmicas e mecânicas. O sistema M1 foi projetado com refrigeração por água, utilizando uma interface térmica de metal líquido à base de gálio-índio (GaIn), com o objetivo de minimizar a transmissão de vibrações induzidas pelo fluxo de água diretamente para o espelho. Durante os testes, as vibrações foram mapeadas e limites operacionais foram definidos para garantir a estabilidade térmica e mecânica.

Durante a montagem do M1, foram validados procedimentos para aplicação de camadas finas de ligas eutéticas de GaIn como interface térmica, e os resultados obtidos confirmaram o desempenho esperado. As instalações dos mecanismos M1 e M2 foram concluídas em setembro, durante o período de grande parada. Em outubro, os espelhos passaram por comissionamento com feixe e alinhamento inicial.

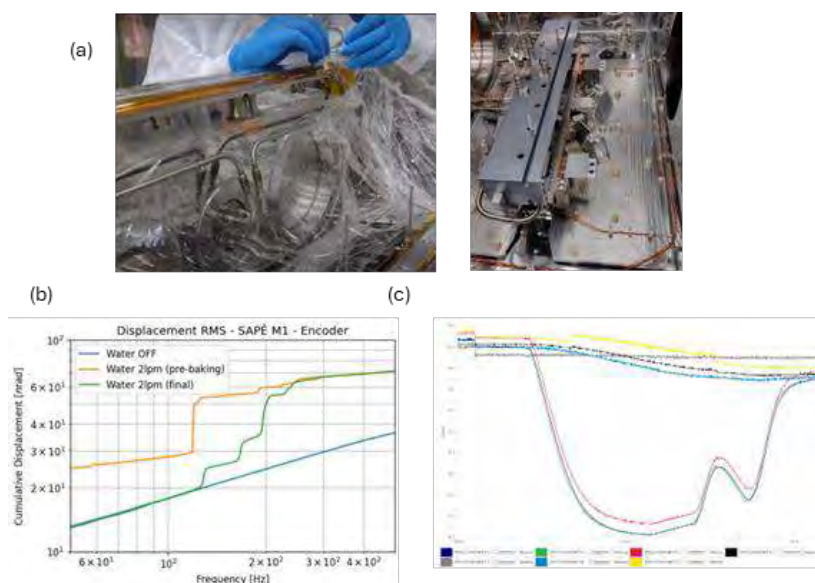


Figura 60: (a) Processo de aplicação do material de interface térmica GaIn no mecanismo SPE-M1 e resultado da montagem; (b) Comparação dos níveis de vibração em pitch do mecanismo SPE-M1 com a refrigeração ligada e desligada e (c) Teste do acoplamento térmico entre o barramento de refrigeração, o espelho e os componentes do mecanismo.

No início de 2025, estão previstas medições de cáusticas fora do foco utilizando reflexões dos espelhos M1 e M2. O comissionamento com feixe do espelho M3 ocorrerá em fevereiro/março, incluindo processos como degasagem do sistema, alinhamento inicial e medições de cáusticas

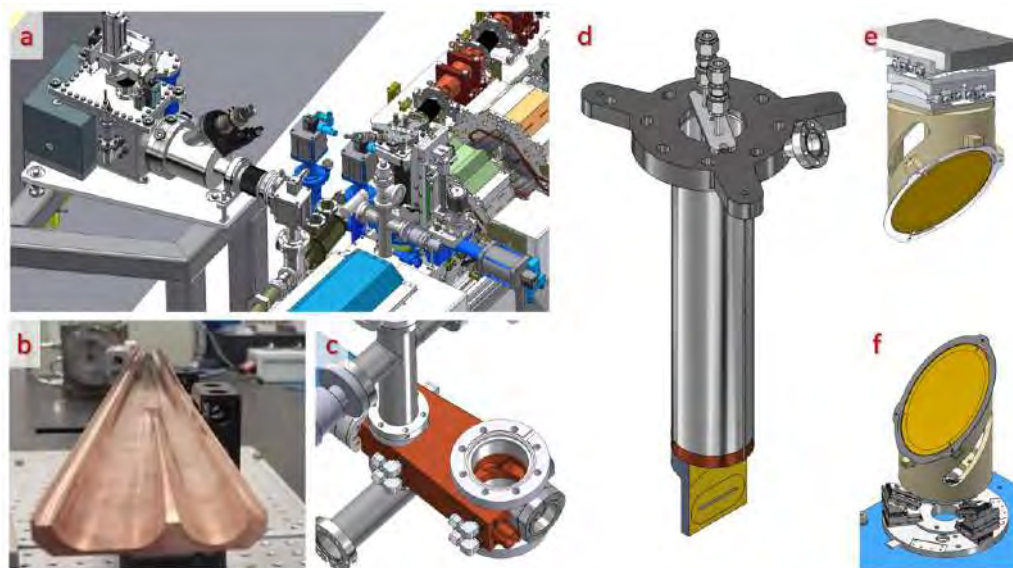
no foco da estação experimental. Esses passos marcarão a finalização do ajuste óptico da linha SAPÊ e sua preparação para operação plena.

### *Linha Tatu*

A linha TATU, projetada para operar no infravermelho de energia extremamente baixa, representa uma evolução significativa em relação à linha IMBUÍIA, com um aumento expressivo no fluxo de fótons. Estudos realizados definiram uma abertura de 30x20 mrad para a extração do feixe, a maior possível dentro das condições técnicas. Para viabilizar essa abertura, uma nova câmara de dipolo foi projetada pela DAT, com o protótipo já concluído com sucesso e a versão definitiva em fabricação.

A configuração óptica da linha foi finalizada, incorporando quatro espelhos. O M1 será um espelho do tipo mágico, ideal para focalizar uma fonte extensa e próxima. O contrato de aquisição do M1 foi firmado, com entrega prevista para julho de 2025. O M2 será plano, enquanto o M3 será elipsoidal; o processo de compra desses espelhos está em fase de cotação e o projeto da câmara está em andamento. O M4, um espelho parabólico, será instalado diretamente na mesa experimental utilizando itens comerciais.

Adicionalmente, uma nova estação de bombeamento foi projetada para a extração do feixe, integrada à câmara do M1. Este projeto foi desenvolvido em conjunto com a DAT e encontra-se na etapa de produção do protótipo. O projeto do *front-end* está em sua fase final, com diagnósticos e o dedo frio do M1 como as únicas pendências, enquanto os demais componentes já estão em processo avançado de aquisição.



*Figura 61: (a) Front End conectado ao anel; (b) Foto do protótipo da câmara de vácuo da DAT; (c) Câmara do M1 integrada a estação de bombeamento; (d) Espelho M1 montado no dedo frio; (e) Espelho M2 montado em dois goniômetros para alinhamento; Espelho M3 montado em um sistema semelhante a um hexápode para alinhamento.*

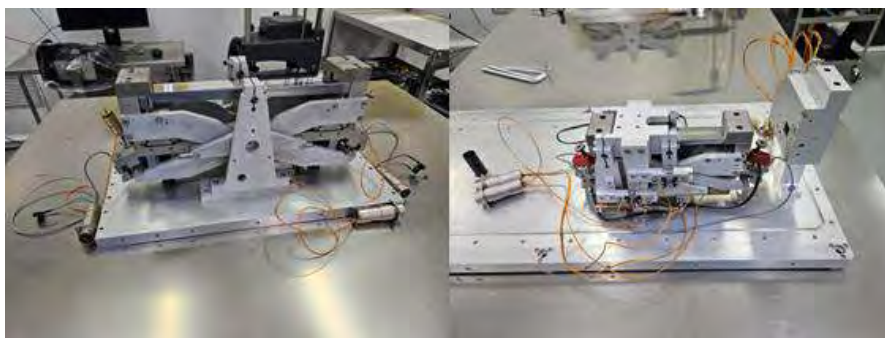
Os próximos passos incluem a finalização dos projetos de diagnósticos e do dedo frio do M1 até o final de janeiro de 2025. Estão em andamento estudos sobre a viabilidade de uso de

bombeamento diferencial na saída da câmara do M2/M3. A instalação dos componentes do anel, do *front-end* e da câmara do M2/M3 está programada para ocorrer durante o *shutdown* entre abril e julho de 2025, marcando um avanço significativo na preparação da linha TATU para operação.

#### *Linha ARIRANHA*

A linha ARIRANHA utilizará um sistema de espelhos KB (Kirkpatrick-Baez) proveniente da linha XRF do antigo anel UVX, cuja análise revelou desempenho compatível com os requisitos ópticos e de alinhamento mecânico demandados pelo projeto. Em setembro de 2024, foi iniciado o levantamento das adaptações técnicas e *retrofits* necessários para garantir a operação do sistema em conformidade com a infraestrutura do Sirius, incluindo um planejamento inicial para as modificações.

Atualmente, o sistema está em fase de metrologia óptica, com adaptações preliminares nos controles e infraestrutura para viabilizar a avaliação completa da superfície óptica. O mecanismo KB passará por calibração nas próximas semanas, considerando a inclusão de um sistema bender. Esse cronograma foi antecipado devido à interrupção das instalações de metrologia óptica ao longo de 2025, em razão da implantação das novas áreas de instrumentação e engenharia no Sirius.



*Figura 62: Mecanismo do KB da linha ariranha em avaliação na sala da metrologia óptica.*

Entre as atividades previstas para 2025, destacam-se a execução de procedimentos de limpeza da face óptica para remoção de contaminantes que possam comprometer o desempenho da linha. Também será realizada a substituição de componentes internos, como piezoelétricos e fins de curso, por versões compatíveis com as condições de vácuo do Sirius, já que o sistema original operava em atmosfera de hélio no UVX.

Adicionalmente, serão fabricadas uma nova base de granito e uma câmara de vácuo para integrar o sistema de espelhos à linha ARIRANHA, assegurando a estabilidade e desempenho exigidos para os experimentos previstos.

#### *Linha Teiú*

O projeto óptico da linha TEIU inclui dois espelhos principais e uma fenda próxima ao foco, que define uma fonte secundária para o feixe. O espelho M1, de forma toroidal, será responsável pela focalização vertical e horizontal, conduzindo o feixe até a fenda da fonte secundária, cuja função é mitigar os efeitos de distorções de curvatura do M1 no foco final da estação experimental. O espelho M2 será plano e terá como objetivos rejeitar altos harmônicos,

protegendo o experimento, e reduzir a potência transmitida ao HD-DCM (monocromador de duplo-cristal).

Os requisitos técnicos dos mecanismos foram definidos, destacando que o M1 incorporará um mecanismo *bender* semelhante ao utilizado no Jatobá M1. Este mecanismo permitirá o ajuste controlado do raio meridional do espelho por flexão, garantindo precisão na focalização. Para ajustes finos do raio de curvatura, foi selecionado um atuador piezoelétrico de alta estabilidade.

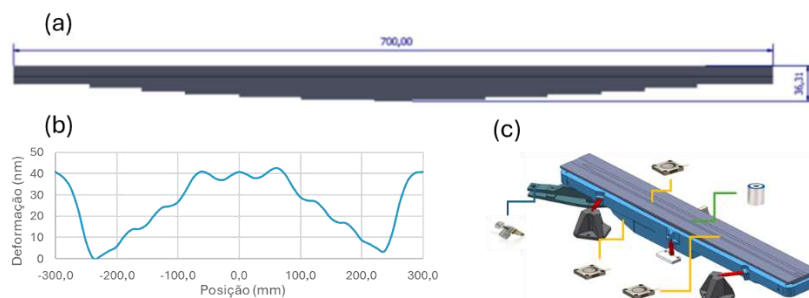


Figura 63: (a) Geometria geral do espelho, sua forma diferenciada garante que uma flexão gere um perfil circular na meridional; (b) Deformação residual gerado com o mecanismo, até o momento; (c) Layout geral do mecanismo, mostrando as principais eletrônicas e suas relações.

No início de 2025, está prevista a aquisição do espelho M1, enquanto a especificação completa do M2 será finalizada para permitir sua aquisição posteriormente. Estudos detalhados sobre o desempenho óptico, o layout e o conceito dos mecanismos para o M1 serão realizados, com foco na otimização da forma do espelho para reduzir deformações em frequências espaciais mais altas, que podem impactar negativamente o fluxo da linha.

Adicionalmente, será projetado um mecanismo dedicado para o espelho M2, responsável pela rejeição de harmônicos. A instalação desses novos espelhos na linha TEIÚ está estimada para o segundo semestre de 2026, marcando um avanço significativo na preparação dessa linha para operação.

- *Lâmina quarto de onda para EMA*

Em 2024, foi iniciada a reformulação do sistema de lâminas de quarto de onda (QWP) da linha EMA com o objetivo de aprimorar a qualidade dos sinais em experimentos de Dicroísmo Circular Magnético de Raios X (XMCD). O sistema atual, que opera com baixa frequência de troca de polarização, limita a eficiência na coleta de dados de alta qualidade. O novo design proposto busca aumentar essa frequência utilizando atuadores avançados, elementos flexíveis e um sistema de feedback baseado em interferometria, com tecnologia semelhante à empregada nos projetos dos HD-DCMs. O projeto conceitual prevê um módulo de *LongStroke* para seleção de cristais e energia, e um módulo de *ShortStroke* para variação dinâmica da polarização. A solução proposta inclui cinco cristais para cobrir a faixa de 2.8 a 22 keV, permitindo modos de operação em posição fixa, *fly-scan* (polarização fixa e energia variável conforme o HD-DCM) e *lock-in* (energia fixa com trocas rápidas de polarização).

Dois *setups* de teste estão em fase de manufatura. O primeiro, de configuração linear, avaliará estratégias de controle e capacidades de escaneamento de atuadores *voice coil*. O segundo, de configuração rotativa, servirá como protótipo do módulo *ShortStroke*, com foco no desempenho

dinâmico do sistema. A dinâmica do sistema está sendo modelada em MATLAB, permitindo prever seu comportamento e ajustar o design conforme necessário.

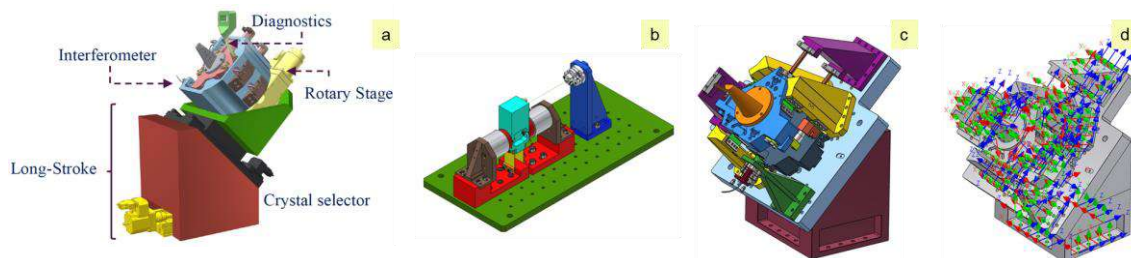


Figura 64: Projeto conceitual do QWP (a), setup de teste de controle (b), protótipo (c) e geração de modelo dinâmico (d).

As próximas etapas incluem a avaliação de fontes de ruído no sistema, o desenvolvimento de soluções de refrigeração para lidar com cargas térmicas geradas pelos atuadores, e a definição dos atuadores rotativos, estágios e motores necessários. Além disso, serão realizados projetos mecânicos para a base, câmara e módulo de diagnóstico, bem como a prototipagem de controladores para validação de alta dinâmica. O controle será implementado utilizando identificação de sistema por meio de sinais de estímulo específicos, permitindo projetar a função de transferência do controlador com a técnica *loop shaping*. O controlador final será embarcado em uma FPGA no sistema cRIO, processando sinais em centenas de kHz para garantir a resposta dinâmica necessária.

O comissionamento do sistema na linha EMA está previsto para 2026. Essa atualização promete aumentar significativamente o desempenho dos experimentos de polarização, aprimorando a qualidade dos dados obtidos na linha de luz.

### 3.2.4. MECATRÔNICA DE PRECISÃO

O projeto de Mecatrônica de Precisão abrange o desenvolvimento e implementação de sistemas de controle, hardware, software e metrologia, projetados para atender às exigências técnicas de alta estabilidade e precisão das linhas de luz. Em 2024, houve avanços em técnicas de modelagem e controle, como o aperfeiçoamento de algoritmos de *loop-shaping* e soluções de *feedforward*, além de uma integração mais eficiente entre plataformas de hardware, como controladores CompactRIO e Power Brick LV. Adicionalmente, novos sistemas de metrologia foram introduzidos, incluindo tecnologia *multi-probe* para monitoramento em cinco graus de liberdade, e soluções inovadoras como amortecimento magnético compatível com vácuo e criogenia. Essas iniciativas visam otimizar o desempenho dos sistemas em ambientes de operação extremos, assegurar a robustez de malhas de controle e melhorar a qualidade dos dados experimentais gerados nas linhas de luz.

#### Desenvolvimento de técnicas e ferramentas de modelagem e controle

O assunto aborda avanços na criação e implementação de métodos e ferramentas para aprimorar o desempenho de sistemas mecatrônicos de alta precisão, essenciais para o controle eficiente e robusto dos equipamentos utilizados nas linhas de luz do Sirius.

- *Feedforward para controle de temperatura na SAPOTI*

A linha SAPOTI, uma nanoprobe com requisitos extremos de estabilidade de posição e temperatura, avança continuamente na implementação de soluções de controle de alta precisão. Além dos métodos tradicionais de controle por feedback, a integração de técnicas de *feedforward* tem se mostrado essencial para atender às especificações rigorosas da linha, especialmente no que diz respeito ao *drift* térmico.

No relatório anual de 2023, foram apresentados resultados significativos de controle *feedforward* para referência de posição, reduzindo erros em trajetórias de varredura *flyscan* para cerca de 1 nm. Em 2024, o foco voltou-se para o controle de temperatura, com a implementação e teste de estratégias de *feedforward* capazes de reduzir a amplitude de distúrbios térmicos em mais de três vezes quando comparadas ao controle puro por feedback (PID). Esses aprimoramentos permitiram alcançar variações de temperatura com pico abaixo de 0,01 K, demonstrando a eficácia da abordagem em estabilizar o sistema térmico da SAPOTI (figura abaixo).

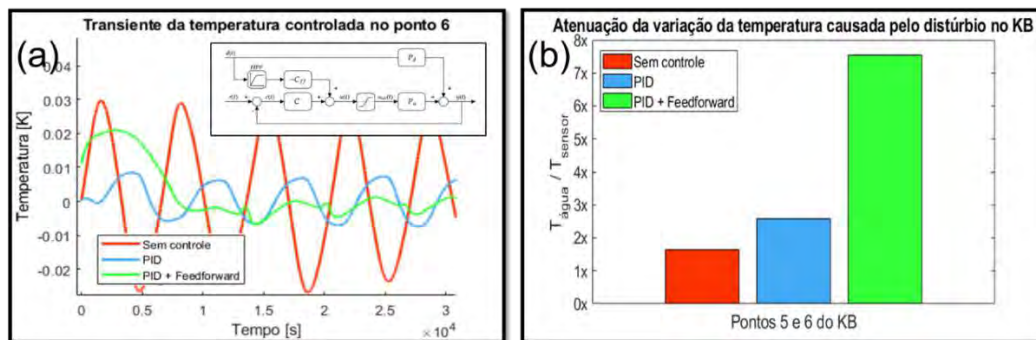


Figura 65: Exemplo de implementação de controle de temperatura com *feedforward* em sistema de espelhos KB para a estação experimental SAPOTI. As comparações apontam as diferenças da amplitude do erro de controle para três condições, a saber: sem controle ativo, com feedback puro (PID), e com feedback mais *feedforward*. Em (a), dados em função do tempo, e em (b), os ganhos das variações no ponto de interesse em comparação com a amplitude do distúrbio. No inserto, é indicado o diagrama do loop de controle.

As próximas etapas incluem a validação do sistema em condições operacionais com feixe na linha SAPOTI durante o primeiro semestre de 2025. Uma abordagem similar será explorada para controle térmico em varreduras de energia no comissionamento técnico da linha QUATI. Além disso, está prevista a expansão da solução para o controle de temperatura da massa de balanço do manipulador de amostras, utilizando medições de potência em *voice coils*. Essas técnicas têm potencial para serem aplicadas a outros sistemas de precisão em diferentes linhas do Sirius, consolidando o uso de *feedforward* como uma ferramenta-chave para controle avançado e estabilidade térmica.

- *Aperfeiçoamento ferramenta loop shaping*

Ao longo de 2024, a técnica de *loop shaping* foi aperfeiçoada como uma metodologia essencial para o projeto de controladores de alta dinâmica. Esse método, amplamente utilizado no LNLS, ajusta componentes no domínio da frequência para otimizar o comportamento de sistemas

mecatrônicos em malha aberta e fechada. Entre os componentes ajustados estão integradores, compensadores avanço-atraso de fase, filtros passa-baixa e filtros rejeitadores de banda, sendo especialmente relevante para sistemas com os mais altos requisitos de estabilidade, como os monocromadores.

Os avanços em 2024 incluem a aplicação de critérios diferenciados de margens de ganho, fase e módulo, que permitiram alcançar níveis de estabilidade essenciais para experimentos em linhas como QUATI e SAPUCAIA. Essas melhorias foram críticas para o desempenho do mecanismo *Short-Stroke* dos monocromadores, garantindo a manutenção do paralelismo entre cristais durante operações de alta dinâmica. Os níveis de estabilidade observados foram notáveis: 1 nm (RMS) para o *GAP*, 5 nrad (RMS) para o *PTC* e 8 nrad (RMS) para o *RLI* em condições de energia fixa.

Um dos avanços mais significativos foi o aumento da frequência dos zeros dos integradores e o relaxamento de margens de ganho e fase, permitindo um tratamento mais eficaz de distúrbios externos, como vibrações geradas pelo *cryocooler* e válvulas próximas aos monocromadores. Essas alterações aumentaram a robustez do sistema e garantiram estabilidade em condições críticas, como durante varreduras de energia, onde o mecanismo *Short-Stroke* deve acompanhar o goniômetro, alterando sua angulação e resposta em frequência.

O aperfeiçoamento do *loop shaping* consolida essa técnica como uma ferramenta indispensável para sistemas de alta precisão no Sirius, garantindo que mesmo os experimentos mais exigentes sejam realizados com confiabilidade e estabilidade.

- *Convergência de plataformas para controle e identificação*

A identificação de sistemas, etapa crucial para o projeto de controladores de alta dinâmica, passou a ser realizada diretamente nas mesmas plataformas que executam o controle em malha fechada, como os sistemas de monocromadores e manipuladores. Essa mudança eliminou a necessidade de dispositivos externos dedicados à prototipagem, como a plataforma *Speedgoat*, previamente utilizada, e consolidou o uso da plataforma cRIO para todas as fases do processo.

Essa convergência proporcionou um aumento significativo na confiabilidade dos resultados, uma vez que a identificação de sistemas passou a utilizar a mesma eletrônica empregada no controle em malha fechada da implementação final. Como resultado, as respostas do conjunto mecatrônico são diretamente correlacionadas ao ambiente de operação, evitando discrepâncias entre as etapas de identificação e controle.

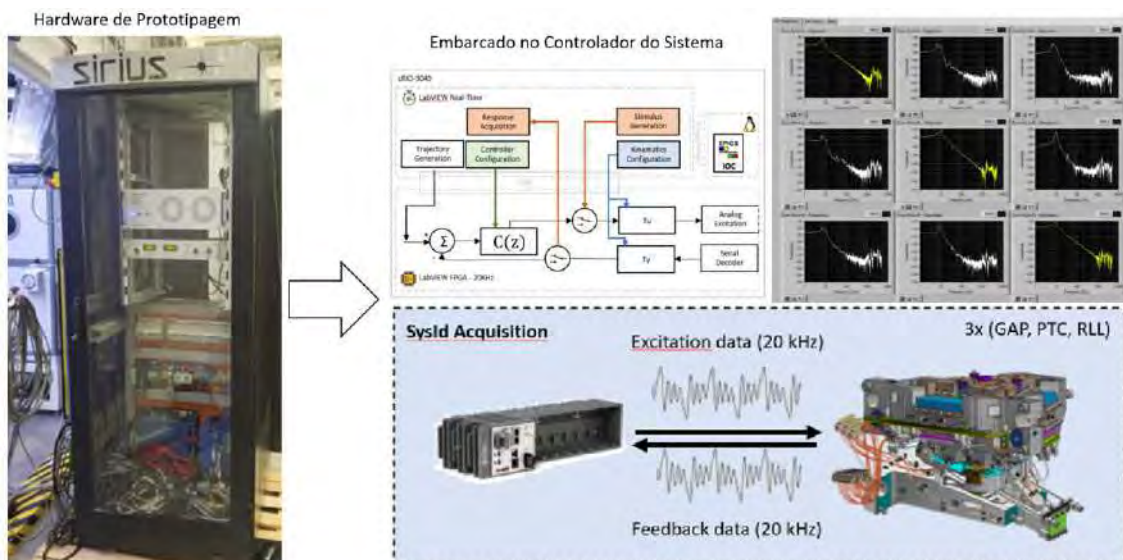


Figura 66: técnica de identificação de sistemas mecatrônicos embarcados no mesmo controlador do sistema

A adoção dessa abordagem também trouxe ganhos expressivos em eficiência, particularmente no comissionamento de sistemas críticos, como monocromadores de alta dinâmica. A identificação de sistemas passou a ser realizada em cada etapa da montagem, servindo como ferramenta de diagnóstico para os mecanismos, sem a necessidade de acoplar hardware adicional. Isso não apenas reduziu o tempo de comissionamento, mas também facilitou a criação de históricos mais detalhados e precisos sobre o desempenho das plantas do sistema ao longo do tempo.

Com essa transição, as equipes de controle concluíram a migração completa das ferramentas da plataforma Speedgoat para a cRIO, simplificando o ecossistema de hardware necessário para os desenvolvimentos no Sirius. Essa convergência consolida uma abordagem mais integrada e eficiente, permitindo diagnósticos contínuos e maior agilidade na implementação e operação de sistemas mecatrônicos de alta precisão.

### Desenvolvimentos em sistemas de controle- hardware e software

O tópico apresenta aprimoramentos nas plataformas tecnológicas utilizadas para o controle de movimento e integração de equipamentos nas linhas de luz do Sirius, com foco em soluções que aumentem a eficiência, escalabilidade e desempenho dos sistemas.

- *Arquitetura múltiplos eixos na MOGNO*

O comissionamento técnico da estação experimental de microtomografia (Microestação) da linha MOGNO foi concluído, consolidando uma arquitetura avançada para integração e controle de múltiplos eixos motorizados e sinais de entrada e saída (I/O) distribuídos entre diversos controladores. A integração foi estendida também à Nano Estação, implementando lógica de anticolisão para garantir segurança durante a operação simultânea.

O sistema da microestação emprega motores nos eixos Y e Z, organizados de maneira a otimizar controle e sincronização. No eixo Y, o sistema é composto por oito motores divididos em dois conjuntos de quatro, alocados em controladores separados. Esses conjuntos controlam,



respectivamente, o barco que abriga o robô e o carrossel de amostras, e o barco onde a amostra é posicionada para os experimentos. Ambos os controladores são gerenciados por um terceiro, via protocolo MACRO, que utiliza uma topologia em anel por fibra óptica para permitir o controle integrado. A sincronização do sistema é realizada através de uma única cinemática, que comanda rotações, altura e a distância entre os dois barcos.

No eixo Z, o sistema utiliza quatro motores operando no modo *gantry*, onde o comando de um motor é replicado para os demais, garantindo deslocamentos iguais. A integração com a Nano Estação foi feita por meio de uma lógica anticolição que transmite informações de posicionamento em tempo real via protocolo TCP/IP customizado, proporcionando segurança durante a operação simultânea das estações.

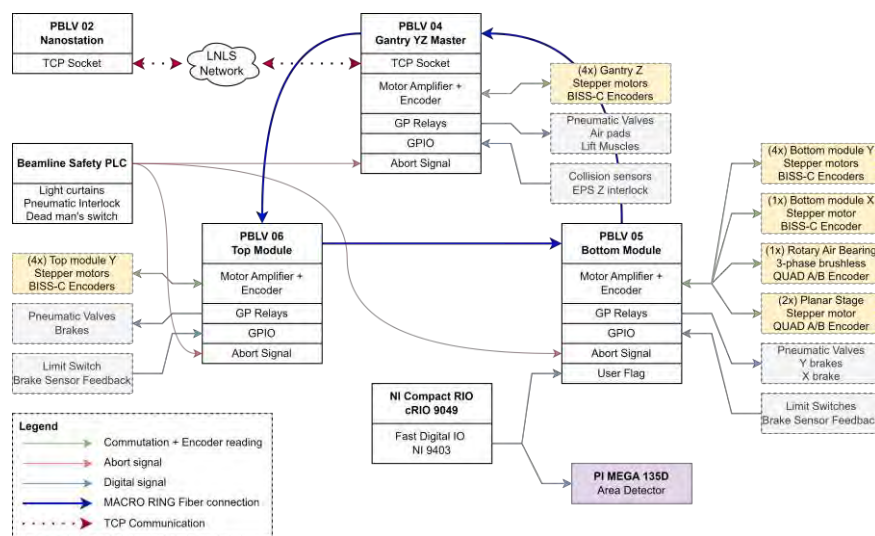


Figura 67: Arquitetura do sistema da Microestação

Embora a proposta original incluísse rotinas para que a Nano Estação realizasse "saltos" passando por baixo da microestação, essa funcionalidade não foi implementada devido a limitações físicas da Nano Estação. A previsão é de que os impedimentos sejam resolvidos em 2025, permitindo a implementação dessa rotina.

Os demais sistemas foram comissionados durante a superparada do Sirius entre agosto e outubro de 2024 e, atualmente, encontram-se operacionais. O controle de múltiplos eixos da microestação já foi entregue à equipe da linha, que segue com o comissionamento científico, marcando um avanço significativo na infraestrutura da linha MOGNO para experimentos de microtomografia de alta precisão.

- *Sincronização entre PGM e DU525 para medidas de XAS na SABIA*

Neste ano, foi comissionado o experimento de Espectroscopia de Absorção de Raios X (XAS) na linha de luz SABIA, integrando o monocromador de grade planar (PGM) e o ondulador DU525. Para viabilizar essa operação, uma arquitetura avançada e software específico foram desenvolvidos para sincronizar os movimentos dos equipamentos e a aquisição de dados na estação experimental.

A validação do sistema foi conduzida em duas etapas. Inicialmente, sem feixe, os dados da metrologia dos equipamentos foram comparados para confirmar o alinhamento e a precisão. Em seguida, com feixe, os resultados foram avaliados por meio de uma comparação entre uma medida convencional realizada em passos e a nova abordagem em movimento constante. O sistema alcançou o requisito de manter o fluxo de fótons dentro de 95% do valor ideal ao longo de todo o *scan* de XAS, demonstrando a eficácia do sincronismo.

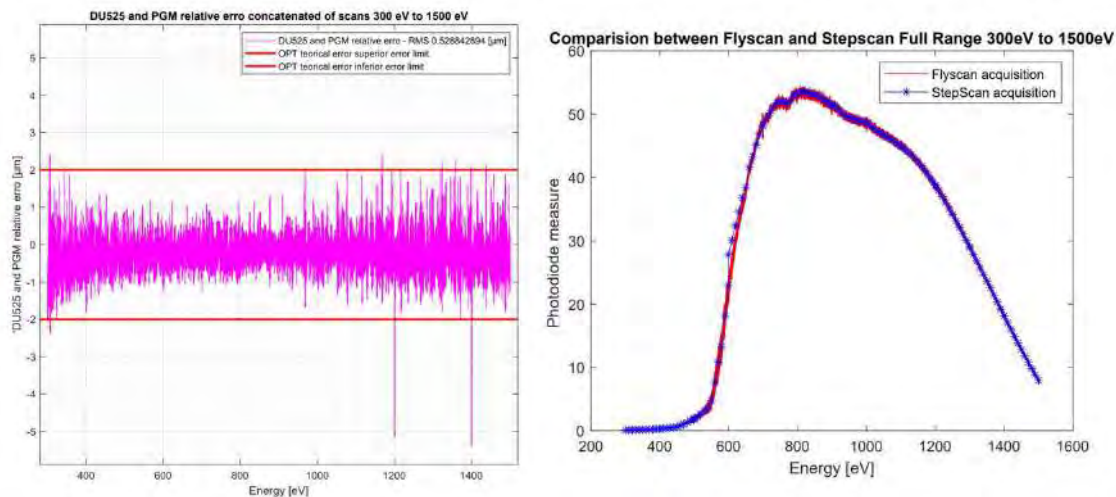


Figura 68: Resultados do sincronismo entre PGM e DU525. A esquerda resultados da metrologia dos equipamentos, a direita resultados obtidos através do feixe.

A arquitetura desenvolvida mostrou-se altamente flexível, permitindo sua aplicação em outros contextos, como o *flyscan* da microestação da linha MOGNO, utilizado para tomografias. O desenvolvimento foi concluído com sucesso e encontra-se atualmente em fase de comissionamento científico, marcando um avanço significativo na capacidade de realizar medidas dinâmicas e de alta precisão na linha SABIÁ.

- *IVUs, VPU, U44 e DU52*

Os onduladores são dispositivos de inserção fundamentais para a geração de radiação síncrotron, produzindo emissões altamente ajustáveis e coerentes a partir de oscilações de elétrons em um campo magnético periódico. Como elementos críticos para o funcionamento das linhas de luz, sua integração precisa com componentes ópticos, como monocromadores, é essencial para maximizar o aproveitamento e a qualidade do feixe.

Ao longo de 2024, modos de operação foram definidos para garantir a compatibilidade com todos os tipos de experimentos realizados no Sirius, além de padronizar a integração entre onduladores e demais componentes da linha. Esses modos foram validados com sucesso no ondulador DU52 da linha SABIÁ, que obteve desempenho excepcional no principal modo de operação da linha, o *Fly Scan*.

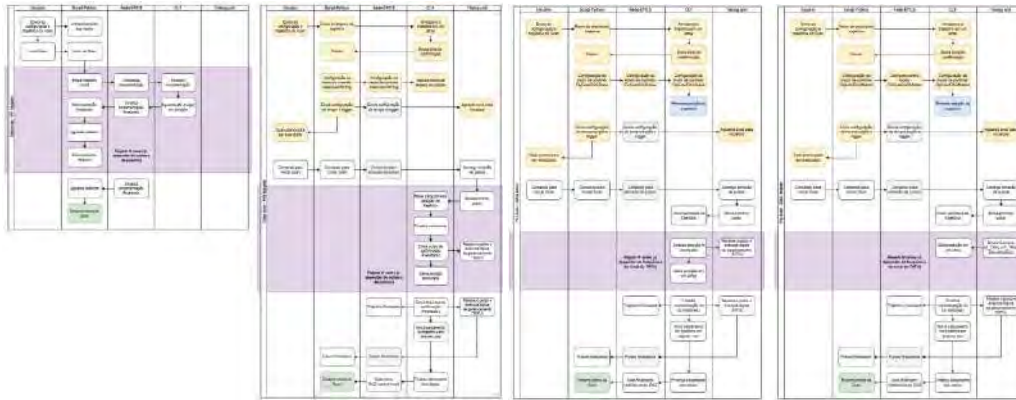


Figura 69: Modos de operação : Step Scan software triggers, Step Scan hardware triggers, Fly Scan DAQ Slave e Fly Scan DAQ Master

Durante a parada programada, novos onduladores IVU18 foram instalados e estão sendo comissionados nas linhas EMA e PAINEIRA. Paralelamente, os VPUs adquiridos já vieram configurados com os modos de operação necessários, conforme especificado no contrato com a Kyma. Além disso, o ondulador U44, um equipamento usado adquirido do PSI, passará por retrofit e terá seus modos de operação implementados e validados no hall experimental do Sirius, antes de sua integração a uma linha de luz.

Esses avanços consolidam a infraestrutura de dispositivos de inserção no Sirius, garantindo flexibilidade e alto desempenho para experimentos que exigem radiação síncrotron de qualidade superior.

- *Atualização do TATU (Time And Trigger Unit)*

O TATU (*Time And Trigger Unit*) é o software implementado em dispositivos *compactRIO*, responsável por coordenar eventos em linhas de luz do Sirius, integrando funcionalidades de detecção de *triggers*, geração de pulsos e sincronização de equipamentos em operações como *step-scans* e *fly-scans*. Atualmente, o TATU é amplamente utilizado, mas com versões customizadas para cada linha de luz, o que dificulta a manutenção e replicação por equipes diversificadas.

Em 2024, foi iniciada uma iniciativa para padronizar as funcionalidades e o código do TATU, permitindo sua replicação com ajustes simples para cada aplicação específica. A proposta busca atender às necessidades identificadas por meio de feedback de uso ao longo dos últimos anos, incluindo limitações e incertezas observadas nas versões atuais:

- Feedbacks e limitações identificadas:
  - Impossibilidade de gerar pulsos com diferentes frequências.
  - Respostas inadequadas para situações em que múltiplos casos são verdadeiros para uma mesma saída.
  - Incertezas de aproximadamente  $28 \mu\text{s}$  na geração de pulsos.
  - Limitações nos valores máximos de *delay* e período ( $\sim 1$  segundo).
  - Ausência de funcionalidade para gravação dos pulsos gerados.

- Restrições ao uso de valores inteiros para *AnalogThreshold*.

Para a nova versão, várias melhorias foram propostas:

- Geração de pulsos com diferentes frequências, incluindo *delay* personalizado e contador de pulsos separados para *Rising* e *Falling Pulses*.
- Opção para configurar a lógica de combinação dos casos de uma saída.
- Fixação da taxa de leitura e escrita do TATU em 10  $\mu$ s (para o módulo 9403) e 5  $\mu$ s (para o módulo 9401).
- Suporte a valores decimais no *AnalogThreshold*.
- Funcionalidade de gravação dos pulsos gerados.
- Aumento dos valores máximos para *delay*, período e outras variáveis para  $2^{32}-1$ .
- Inversão de sinal para gerar pulsos de descida caso a saída esteja ativa (*TRUE*) no momento de ativação do TATU.

O projeto será priorizado em 2025, quando a demanda por comissionamento de novos monocromadores, onduladores e da linha SAPOTI diminuir. Essa padronização e atualização representam um avanço significativo para a operação das linhas de luz, garantindo maior flexibilidade, precisão e eficiência no controle de sistemas.

- *Módulos de controle de piezos via TCP/IP para CompactRIO*

A operação de atuadores piezoelétricos no Sirius frequentemente exige controle preciso de posição, mas muitos controladores disponíveis carecem de funcionalidades robustas em malha fechada ou oferecem suporte limitado por meio de interfaces digitais como sinais de *clock* e direção. Quando a precisão de posição é necessária, as soluções tradicionais demandam infraestruturas complexas e de alto custo. Alternativamente, o uso de interfaces RS-232 e TCP/IP com *Soft IOC's* em máquinas virtuais, integradas ao sistema EPICS, tem sido uma opção viável, mas apresenta desvantagens significativas em termos de determinismo, latência e robustez.

Em resposta aos requisitos específicos da estação experimental SAPOTI, foram desenvolvidos *drivers* de comunicação TCP/IP em LabVIEW para os controladores PI E-135, PI E-872.401 e SmarACT SDC2, permitindo o acionamento de atuadores piezoelétricos a partir de controladores CompactRIO. Essa abordagem simplifica a infraestrutura, ao mesmo tempo em que melhora a robustez, devido à natureza de tempo real dos controladores CompactRIO, que garantem menor latência e maior determinismo. O núcleo FPGA desses dispositivos também possibilita a implementação de proteções mais rápidas e confiáveis.

Os *drivers* foram utilizados para implementar controladores de posição em malhas aberta e fechada para espelhos KB, fotodiodos e sensores capacitivos da SAPOTI, integrados ao CompactRIO, junto a outras funcionalidades embarcadas. Embora o desempenho em malha fechada com TCP/IP tenha se mostrado inferior às interfaces digitais, os requisitos esperados para as aplicações específicas foram atendidos, indicando que essa solução é adequada para casos em que a simplicidade de infraestrutura e a integração prevalecem sobre a necessidade de alta precisão de posicionamento e velocidade.

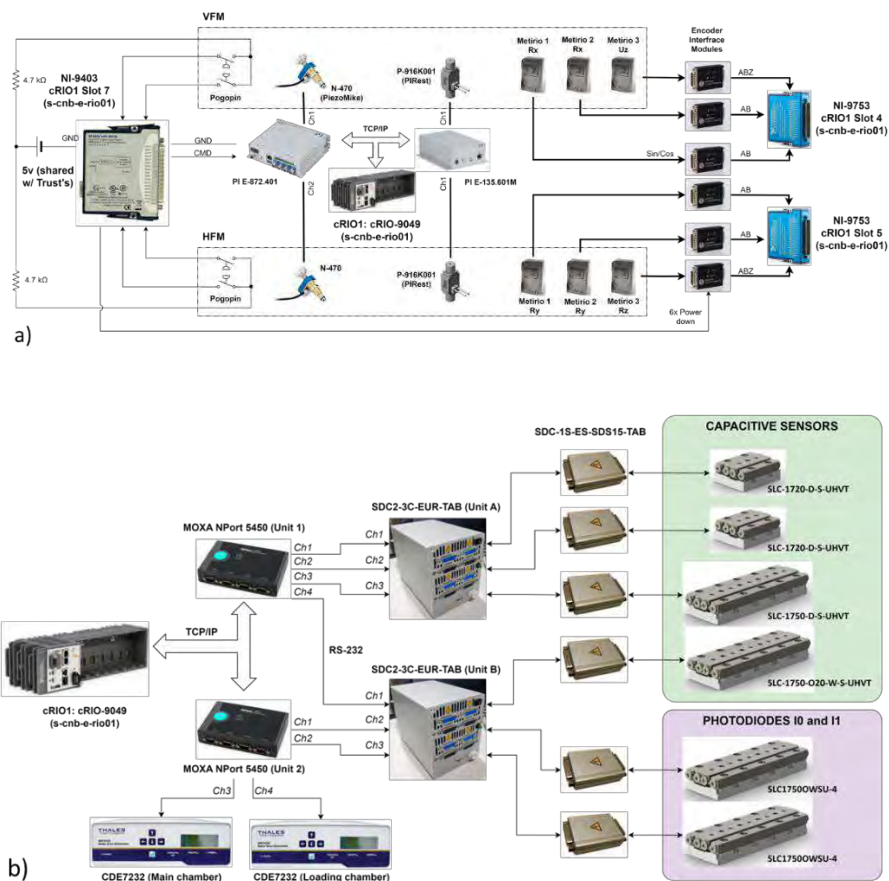


Figura 70: Arquiteturas de controle dos atuadores piezoelétricos da estação experimental SAPOTI utilizando drivers TCP/IP desenvolvidos para CompactRIO. A figura a) apresenta o diagrama de controle de posição dos espelhos KB, que utiliza um driver PI E-872.401 e um driver PI E-135 para acionar 4 piezos a partir da leitura de 6 encoders SmarACT Metirio. A figura b) mostra dois drivers SmarACT SDC2 que acionam os estágios piezoelétrico tipo SLC (SmarACT) dos sensores capacitivos e fotodiodos, cujas posições e acionamento são operados pelo CompactRIO cRIO1 via RS-232 através de conversores MOXA NPort.

Esse desenvolvimento motivou a criação de um *driver* adicional para o controlador PI E-727, também implementado em LabVIEW. Como próximo passo, está prevista a padronização e unificação dos *drivers* em uma biblioteca dedicada durante 2025, além da aplicação dessa solução em outros cenários que demandem integração simplificada com funcionalidades embarcadas, atendendo a requisitos moderados de precisão e velocidade. A flexibilidade e o custo-benefício dessa abordagem prometem beneficiar uma ampla gama de aplicações no Sirius.

- *Estudo comparativo de filtros digitais*

Os filtros digitais são componentes críticos na aquisição e processamento de sinais de instrumentação em linhas de luz do Sirius, desempenhando um papel direto na qualidade dos resultados experimentais, especialmente em algoritmos de reconstrução de imagens. Historicamente, filtros do tipo Média Móvel (MM) têm sido amplamente utilizados devido à sua simplicidade de implementação e configuração. No entanto, sua resposta limitada na atenuação de altas frequências deixa margem para *aliasing* durante o processo de decimação, comprometendo a resolução efetiva dos sinais.

Em 2024, um estudo comparativo foi realizado para explorar alternativas mais eficazes, avaliando diferentes tipos de filtros digitais, incluindo IIR (*Infinite Impulse Response*) e FIR (*Finite Impulse Response*). A análise incluiu simulações no domínio do tempo e da frequência utilizando MATLAB, bem como testes práticos no controlador CompactRIO cRIO-9045, que consideraram o uso de recursos de FPGA, frequência e latência de execução, e complexidade de implementação. Soluções nativas do LabVIEW, como o módulo Rational Resampler.vi, foram incluídas para comparação com métodos tradicionais.

Os resultados indicaram que filtros mais avançados oferecem uma melhora significativa na resolução efetiva dos sinais e na atenuação de componentes fora da faixa de frequência de interesse, sem aumentar a complexidade ou o uso de recursos computacionais. Para a estação experimental SAPOTI, foi selecionada a solução Rational Resampler.vi, que apresentou um equilíbrio ideal entre desempenho e simplicidade de implementação no FPGA do CompactRIO.

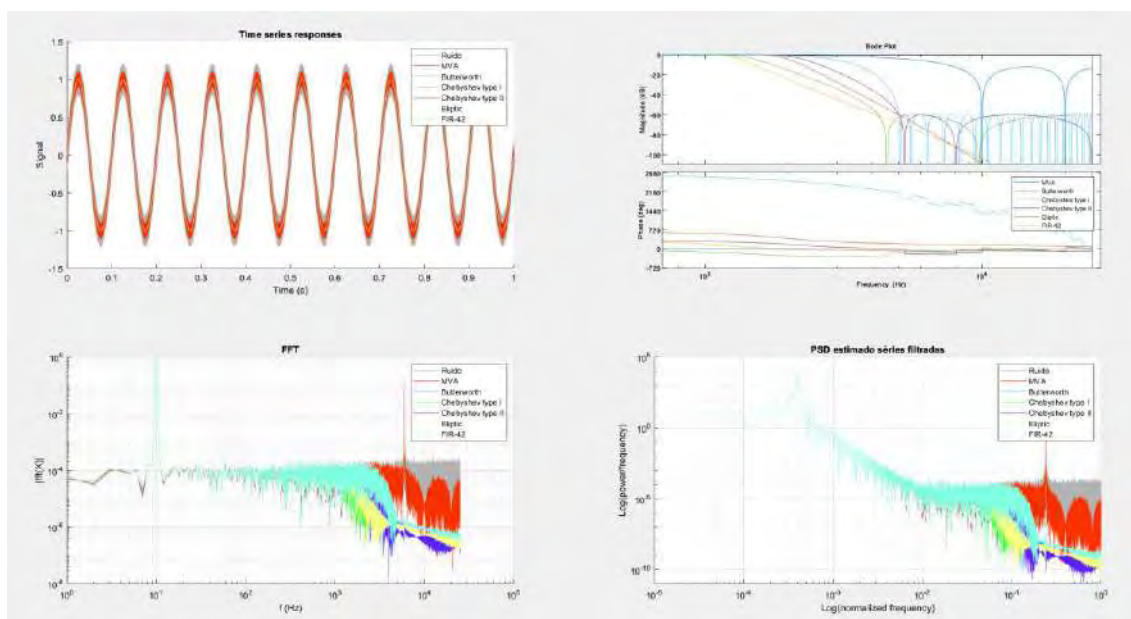


Figura 71: Estudo comparativo de filtros digitais para aquisição e decimação de sinais de instrumentação para uso em métodos de reconstrução de imagens nas linhas de luz

No primeiro trimestre de 2025, a solução proposta será implementada na aquisição de sinais de instrumentação da SAPOTI, utilizando o controlador CompactRIO cRIO1. Durante o primeiro semestre, os resultados obtidos com o novo filtro serão comparados aos da Média Móvel para validar as melhorias na reconstrução de imagens. Após a validação, a solução será expandida para outras linhas de luz, como QUATI e EMA, que utilizam sinais de detectores de saída analógica. Esse desenvolvimento representa um passo significativo na otimização dos sistemas de aquisição, melhorando a precisão e a qualidade dos resultados experimentais em todo o Sirius.

- *Geração de projeto e código automática para base de espelhos*

Com o aumento do número de linhas de luz no Sirius, a criação de ferramentas que automatizem etapas no desenvolvimento de sistemas mecatrônicos tornou-se essencial para otimizar o tempo de implantação e facilitar a manutenção. Nesse contexto, foi desenvolvida uma solução que

permite a geração automática de código para sistemas que utilizam o hardware Omron Power Brick LV, amplamente empregado nas bases de espelhos das linhas de luz.

A ferramenta, escrita em Python, utiliza a biblioteca Jinja para renderizar automaticamente configurações e documentos baseados em um arquivo JSON de especificações criado pelo integrador do sistema. A partir desse arquivo, todas as configurações necessárias para o Power Brick LV são geradas de forma automática, eliminando a necessidade de programação manual extensiva e reduzindo significativamente o tempo de desenvolvimento.

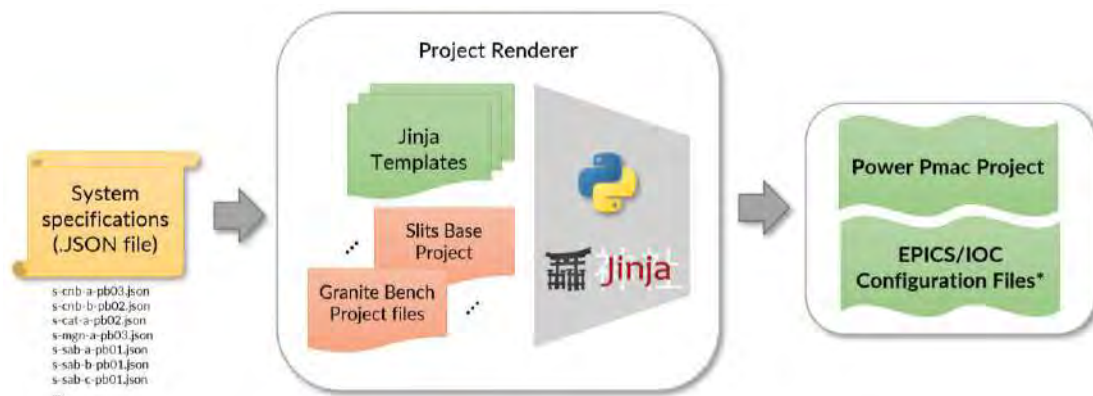


Figura 72: Fluxograma da geração de códigos a partir de arquivos JSON e tecnologias empregadas.

Atualmente, essa solução já está em uso em 12 bases de espelhos no Sirius, demonstrando sua eficácia na redução de esforços e no aumento da padronização nos sistemas. Como próximo passo, planeja-se a criação de uma interface gráfica para facilitar o uso da ferramenta pelos times de engenharia, bem como a adição de funcionalidades para gerar arquivos de configuração compatíveis com o sistema EPICS, ampliando ainda mais sua utilidade e integração com os sistemas de controle do Sirius.

Essa automação não apenas acelera os processos de desenvolvimento, mas também melhora a consistência e facilita futuras manutenções, sendo uma abordagem eficiente e escalável.

- *Revisão plataforma de hardware para controle de movimento*

Controladores de Movimento para Motores DC e AC

Com base na experiência operacional das linhas de luz e laboratórios de apoio da Fase 1 do Sirius, foi identificada uma oportunidade para otimizar a arquitetura de controle de movimento empregada atualmente. A solução padrão utiliza controladores integrados de oito eixos em caixas de 19 polegadas, como os modelos Power Brick LV (PBLV) da Omron Delta Tau e os controladores DMC 4080 e DMC 4183 da Galil Motion Control. Embora eficazes, esses sistemas demandam uma infraestrutura elétrica significativa, especialmente em termos de cabeamento para motores e *encoders*.

Em 2024, um estudo foi iniciado para avaliar a viabilidade técnica e econômica de implementar uma arquitetura de controle mista, combinando controle integrado com controle distribuído baseado no protocolo EtherCAT. Essa abordagem visa reduzir custos de infraestrutura, simplificar o cabeamento, aumentar a flexibilidade no uso de drivers e ampliar a escalabilidade dos sistemas. A comunicação EtherCAT, por ser determinística, permite a integração de novos

dispositivos escravos a um controlador mestre, otimizando recursos e assegurando a escalabilidade.

Diversos fabricantes, como Omron, Beckhoff, Galil, Copley Controls, e Kollmorgen, já oferecem produtos compatíveis com EtherCAT. Entre os candidatos testados para a arquitetura proposta, destaca-se o controlador CK5M da Omron Delta Tau, projetado para controle modular e de alta performance. Este modelo suporta o controle distribuído de até 32 drivers por EtherCAT e o controle de outros 32 drivers integrados diretamente ao barramento da CPU, oferecendo uma solução robusta para aplicações exigentes.

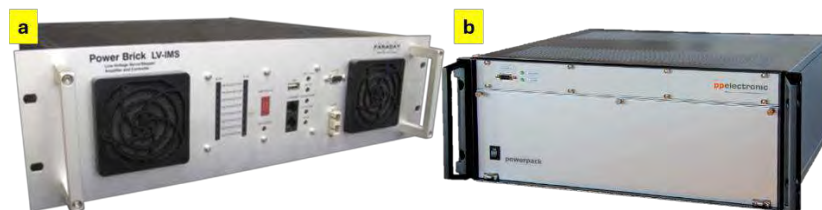


Figura 73: a) Power Brick LV da Faraday Motion Controls. b) Power Pack (Galil DMC 4080/4183 + driver amplificador da Phytron ZMX+) da PP Electronics.

Além disso, drivers como o Stepnet Plus Dual Axis Panel EtherCAT (TE2) foram identificados como alternativas viáveis para controle remoto de motores de passo, com recursos alinhados aos padrões do PBLV. O controlador CK5M, combinado com o driver TE2 via EtherCAT, está atualmente em testes finais, com previsão de conclusão em fevereiro de 2025. Os resultados determinarão a viabilidade da implementação dessa nova arquitetura para as linhas de luz existentes e para as novas linhas planejadas na Fase 2 do Sirius.

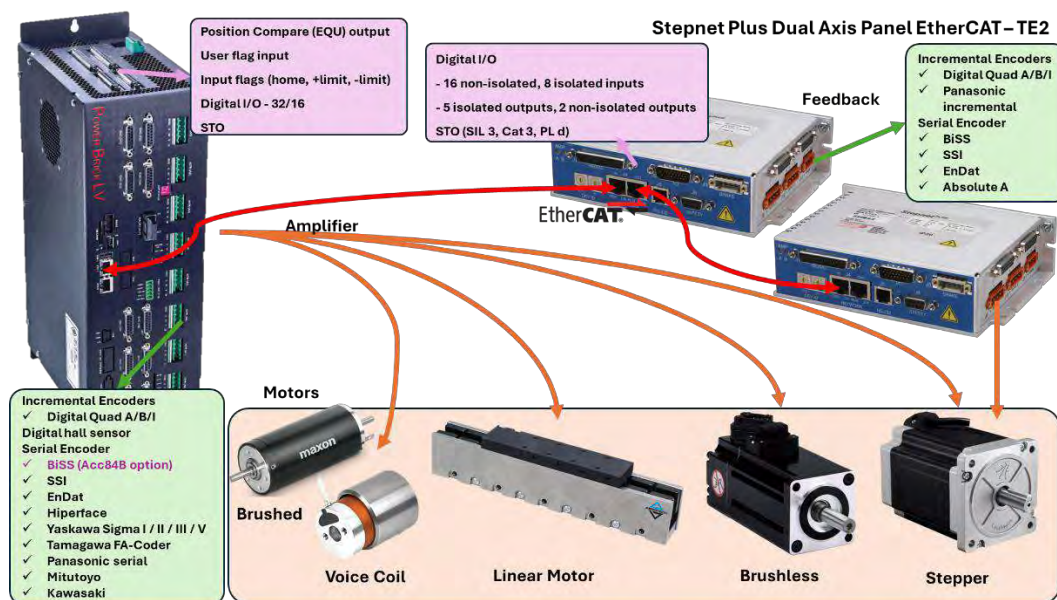


Figura 74: O PLBV da marca Onrom é capaz de operar qualquer combinação de motores de passo, servomotores AC ou DC, incluindo drivers ethercat. Está sendo analisado como opção de controle de movimento



Ao final do primeiro semestre de 2025, espera-se que o estudo completo de viabilidade técnica seja concluído, permitindo a validação da nova plataforma de controle de movimento. Isso possibilitará sua aplicação em ampliações e em novos projetos, assegurando maior flexibilidade, eficiência e escalabilidade para os sistemas de controle do Sirius.

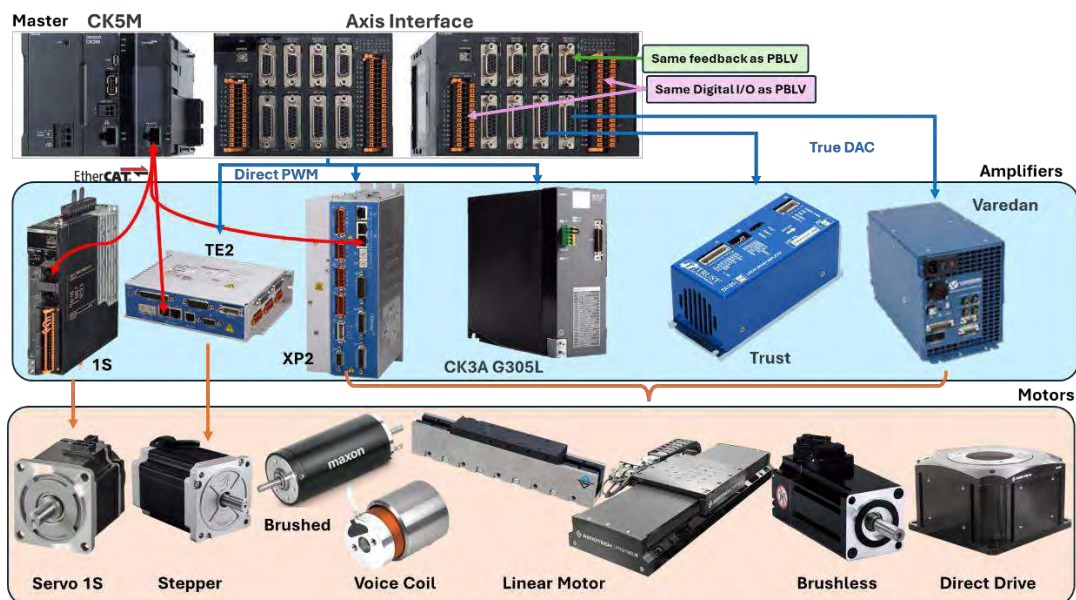


Figura 75: Controlador CK5M, destacando a flexibilidade do controle distribuído por meio de comunicação EtherCAT e sua integração com drivers de terceiros, utilizando sinais Direct PWM e True DAC.

### *Controlador de Movimento para Piezoelétrico para Espelhos*

Um estudo de viabilidade para a reformulação da arquitetura de controle de motores piezoelétricos utilizados em mecanismos de espelhos das linhas de luz do Sirius foi iniciado em 2024. A arquitetura atual depende de hardwares adicionais de controle, como o Power Brick LV (PBLV) da Omron ou o cRIO da National Instruments (Emerson), resultando em soluções de controle robustas, porém caras e complexas. O objetivo do estudo é simplificar significativamente essa arquitetura, conforme esquematizado na Figura 76, para reduzir a complexidade da infraestrutura elétrica e melhorar a eficiência operacional.

A proposta de simplificação visa consolidar o controle de movimento em um único controlador dedicado ao atuador piezoelétrico, com integração direta da leitura de encoders absolutos para fechamento da malha de controle. Essa abordagem busca liberar recursos, eliminar componentes desnecessários e oferecer uma solução mais robusta e integrada. Entre os benefícios esperados estão:

- **Centralização do controle:** Eliminação da necessidade de múltiplos dispositivos, concentrando o controle em um único controlador.
- **Liberação de canais de encoder BiSS no PBLV:** Atualmente, esses canais são alocados para a leitura de sinais dos encoders piezoelétricos. A simplificação permitirá reutilizá-los em outras funções, otimizando os recursos disponíveis.

- **Liberação de GPIOs do PBLV:** A redução no uso de sinais digitais adicionais simplificará ainda mais a arquitetura.
- **Eliminação de circuitos de compatibilização eletrônica:** A integração direta do encoder ao controlador dedicado elimina a necessidade de conversores e adaptadores, reduzindo a complexidade e o custo.
- **Redução da infraestrutura elétrica:** Menor número de cabos e conexões simplifica o sistema, diminuindo o tempo e custo de instalação e manutenção.



Figura 76: Comparação entre a arquitetura de controle atual, controlador E-872.4, e a proposta, controlador E-873, para o controle dos piezoelétricos em mecanismos de espelho nas linhas de luz.

Como parte desse esforço, uma unidade do controlador E-873.1AT está sendo adquirida para testes com um mecanismo interno de espelho padronizado. Espera-se que os testes de validação ocorram até o primeiro semestre de 2025. Caso a proposta seja validada, a nova arquitetura poderá ser adotada nas linhas de luz do Sirius, com foco especial nas novas linhas da Fase 2 do projeto. A simplificação da arquitetura promete não apenas reduzir custos, mas também melhorar o desempenho geral dos sistemas de controle para espelhos piezoelétricos, aumentando a eficiência e a confiabilidade do Sirius.

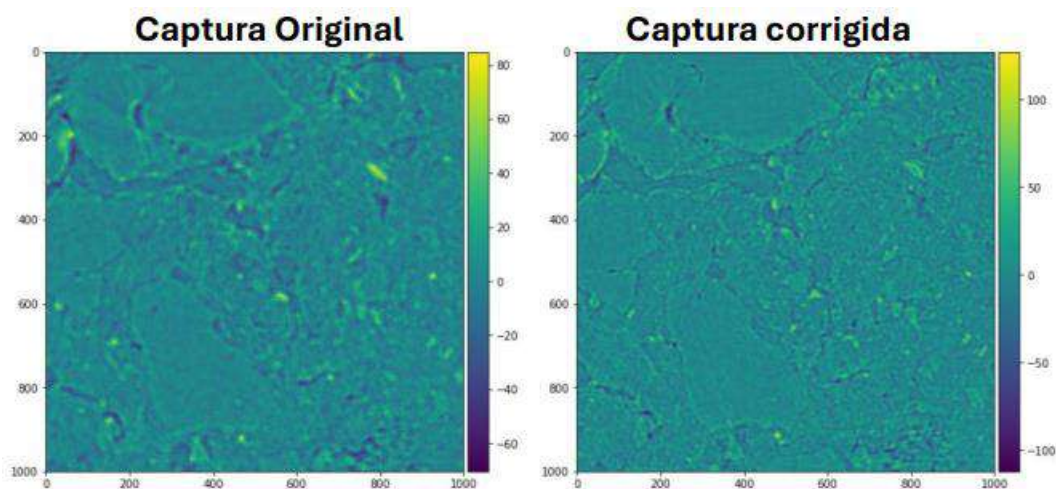
### Desenvolvimento de novos sistemas e técnicas de metrologia

A disciplina aborda avanços em métodos e equipamentos voltados para a medição precisa de parâmetros críticos, os quais são essenciais para garantir a estabilidade e a qualidade nos experimentos realizados nas linhas de luz do Sirius.

- *Sistema multiprobe para metrologia de alta resolução*

A Nanoestação da linha MOGNO, projetada para atender à especificação de resolução nominal de 120 nm, requer sistemas avançados de metrologia para monitoramento em tempo real da posição da amostra durante rotações. Para atender a essa demanda, foi desenvolvido e instalado um sistema de metrologia de alta resolução capaz de medir cinco graus de liberdade da amostra (X, Y, Z, Rx, Rz), utilizando sensores capacitivos como elementos de leitura de posição.

Esse sistema multiprobe foi implementado na Nanoestação no último semestre e alinhado e calibrado com base na técnica de *Multiprobe Error Separation*, garantindo a precisão necessária para as medições. Após a instalação, amostras reais foram medidas para avaliar a qualidade dos dados reconstruídos com e sem o uso das informações fornecidas pelo sistema de metrologia. Os resultados indicaram uma melhoria significativa na qualidade dos dados quando os ajustes baseados na metrologia foram aplicados, como demonstrado na figura a seguir.



*Figura 77: Comparação entre a captura original e a captura corrigida utilizando os dados de metrologia do sistema multiprobe na Nanoestação da linha MOGNO. A correção melhora significativamente a qualidade do dado reconstruído, evidenciada pela redução de distorções e alinhamento mais preciso das imagens.*

Nos próximos meses, a Nanoestação será submetida a mais testes e medições, permitindo a coleta de um volume maior de dados para avaliar e validar a eficácia do sistema. Adicionalmente, estão previstas melhorias no software utilizado para o cálculo das movimentações da amostra, com o objetivo de otimizar ainda mais a precisão e o desempenho do sistema. Essas evoluções consolidarão o papel do sistema multiprobe como um componente essencial para alcançar os níveis exigidos de precisão e qualidade nos experimentos realizados na Nanoestação da linha MOGNO.

- *Amortecimento magnético de vibrações*

No contexto de sistemas de posicionamento de precisão, soluções inovadoras de amortecimento mecânico são fundamentais para melhorar a performance passiva e aumentar a robustez de malhas de controle ativas. No entanto, aplicações em ambientes de vácuo e criogênicos apresentam desafios adicionais, já que as soluções comerciais típicas não são compatíveis com essas condições. Em resposta a essas demandas, foi implementado, pela primeira vez, no upgrade do espelho M1 da linha CARNAÚBA, um sistema de amortecimento magnético compatível com vácuo e criogenia. O experimento demonstrou uma redução significativa de vibrações, com atenuação de até cinco vezes no pico de 130 Hz.

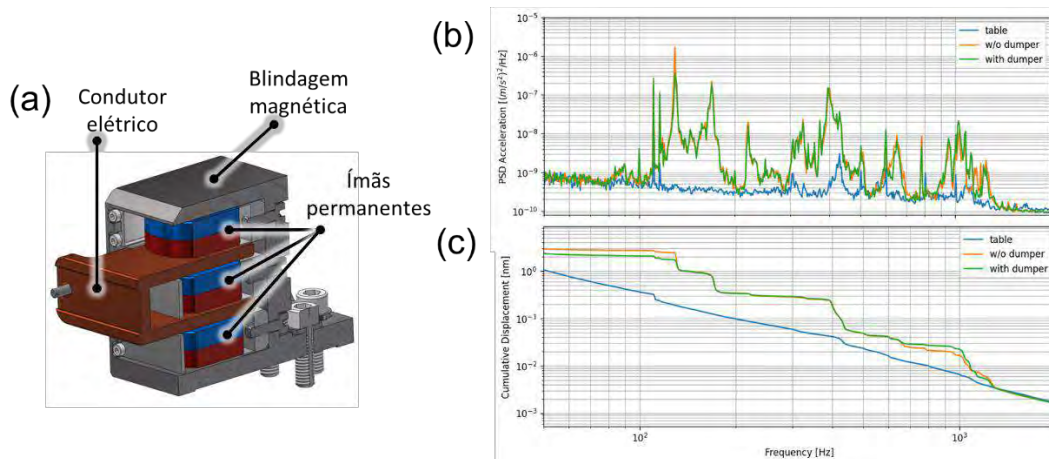


Figura 78: Solução de amortecimento magnético validada no projeto de upgrade do espelho M1 da linha CARNAÚBA: (a) design mecânico compacto com condutor elétrico e ímãs permanentes; (b) e (c) medidas de power spectral density (PSD) e PSD cumulativa (CPS), destacando a atenuação do pico de ressonância mecânica em 130 Hz por um fator cinco.

Para o futuro, o amortecimento magnético será explorado para aplicações em outros sistemas de precisão do Sirius, com adaptações conforme a criticidade de cada caso. Além disso, outras tecnologias, como amortecedores de camada constrangida e de massa sintonizada, estão sendo investigadas para ampliar as possibilidades de controle de vibrações em ambientes de alta precisão.

### 3.2.5. Sistemas Experimentais

As estações experimentais do Sirius foram projetadas para atender a requisitos técnicos e científicos específicos, fornecendo infraestrutura avançada para a realização de experimentos sob condições controladas e, em alguns casos, extremas. Cada estação integra tecnologias de precisão, como sistemas de posicionamento, controle térmico e modularidade para atender a uma ampla gama de aplicações, incluindo imageamento de alta resolução, espectroscopia e estudos de materiais. Essas estações estão em constante desenvolvimento, com componentes como manipuladores de alta estabilidade e módulos especializados sendo testados e validados em ambiente laboratorial e operacional.

O avanço nas capacidades das estações experimentais reflete a evolução das necessidades científicas e a incorporação de melhorias baseadas em estudos de viabilidade e desempenho. As linhas de luz, como a MOGNO e a EMA, exemplificam a complexidade dos sistemas implementados, com módulos específicos para experimentos em condições de alta pressão e temperatura, além de integração de técnicas complementares de análise. Cada estação representa uma plataforma técnica robusta que suporta pesquisas em áreas críticas, desde ciência dos materiais até estudos geológicos e biológicos.

#### Mogno

- *Microestação high-throughput*

A microestação high-throughput da linha MOGNO foi desenvolvida para atender à demanda por experimentos de tomografia de alta precisão e produtividade. Em 2024, todos os sistemas foram instalados, incluindo módulos de movimentação, robô de carregamento e carrossel de amostras

com 88 posições. Os sistemas mecânicos, como o eixo Z, foram projetados para movimentação rápida e rígida ao longo da base inercial longa, enquanto o módulo de amostras oferece ajustes finos em XZ e rotação Ry. A sincronização de todos os oito estágios foi realizada com a tecnologia Delta-Tau, garantindo precisão e coordenação nas operações.



Figura 79: Microestação Mogno

Testes de validação foram conduzidos entre junho e novembro de 2024, com ajustes identificados no estágio rotacional, já em fase de correção. A sincronização final e o comissionamento geral estão previstos para dezembro, junto com a validação das normas NR12 e testes em parceria com o CENPES/Petrobrás, que incluirão a medição de 50 amostras de rochas do pré-sal brasileiro. Esses avanços consolidam a microestação como uma solução de ponta para tomografia de alta resolução e *throughput* no Sirius.

- *Sistema de carregamento de amostras*

O sistema de carregamento de amostras da microestação foi desenvolvido para automatizar o processo de manipulação, garantindo alta precisão e eficiência. Com um robô de 6 graus de liberdade equipado com garra e leitor automático para identificação das amostras, o sistema é integrado a um carrossel de 88 posições organizadas em quatro andares. Essa configuração permite que o robô realize o carregamento de forma sincronizada e ágil, atendendo aos requisitos técnicos e operacionais da linha.



Figura 80: Sistema Carregamento de Amostras

Concluído em setembro de 2024, o sistema encontra-se em fase de validação como parte do comissionamento geral, previsto para ser finalizado até dezembro de 2024. A abertura para a comunidade científica está programada para o primeiro semestre de 2025, consolidando o sistema como uma solução automatizada para experimentos de tomografia de alta demanda.

- *Manipulador de amostras de alta estabilidade, módulo de injeção auxiliar e módulo de controle térmico*

A linha MOGNO está avançando em uma nova fase de desenvolvimento para atender à demanda por estudos de rochas do pré-sal em condições de reservatório, envolvendo pressões entre 400 e 900 bar e temperaturas de até 90°C. O projeto visa realizar experimentos de tomografia 4D em zoom, com alta resolução espacial (até 500 nm) e temporal (até 2 CTs/s), permitindo investigações inéditas sobre fluxo multifásico em rochas-reservatório. Esta infraestrutura, composta por um manipulador de amostras de alta estabilidade e módulos especializados de injeção e controle térmico, possibilitará o imageamento por raios X em condições experimentais controladas, incorporando células de fluxo customizadas para ensaios *in situ*.



Figura 81: Representação CAD do manipulador de amostras de alta estabilidade e módulos associados da microestação da linha MOGNO. A parte superior ilustra os módulos de controle térmico e acumuladores, enquanto a parte inferior detalha o manipulador com sua estrutura de posicionamento e

suporte, incluindo componentes para ajuste de alta precisão e integração com o sistema de injeção e core-holders, atualmente em desenvolvimento.

Atualmente, o manipulador de amostras está em fase final de desenvolvimento pela MI-Partners, enquanto módulos auxiliares, como o sistema de injeção e os *core-holders*, estão sendo projetados em colaboração com a RS-Systems. Outros elementos do sistema, incluindo acumuladores e núcleos térmicos, permanecem na etapa conceitual. A validação final de todos os componentes e o comissionamento completo estão previstos para o primeiro trimestre de 2026, expandindo as capacidades da linha para experimentos avançados em geociências.

- *Módulo do core-holder*

O desenvolvimento do módulo do *core-holder* para a linha MOGNO atende às exigências de replicar condições extremas de pressão e temperatura semelhantes às do pré-sal para tomografia 4D em rochas porosas. Este módulo é composto por três componentes principais: o *core-holder*, que contém a amostra rochosa em um reservatório metálico pressurizado; os *manifolds*, que distribuem e coletam fluidos de injeção e *bleeding*; e o conjunto de desacoplamento (*pigtails*), formado por tubos helicoidais que evitam interferências nos movimentos de rotação da amostra. Essa configuração modular garante acessibilidade, transporte eficiente e alta estabilidade durante os experimentos.

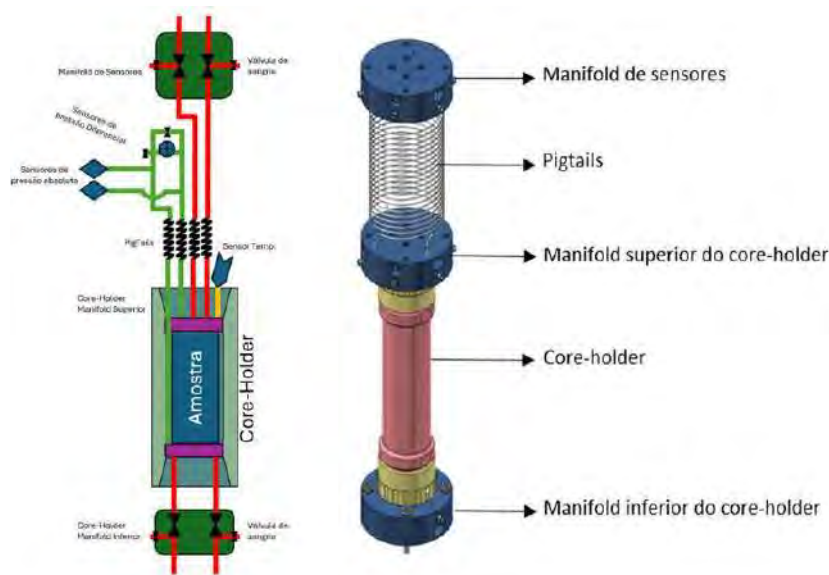


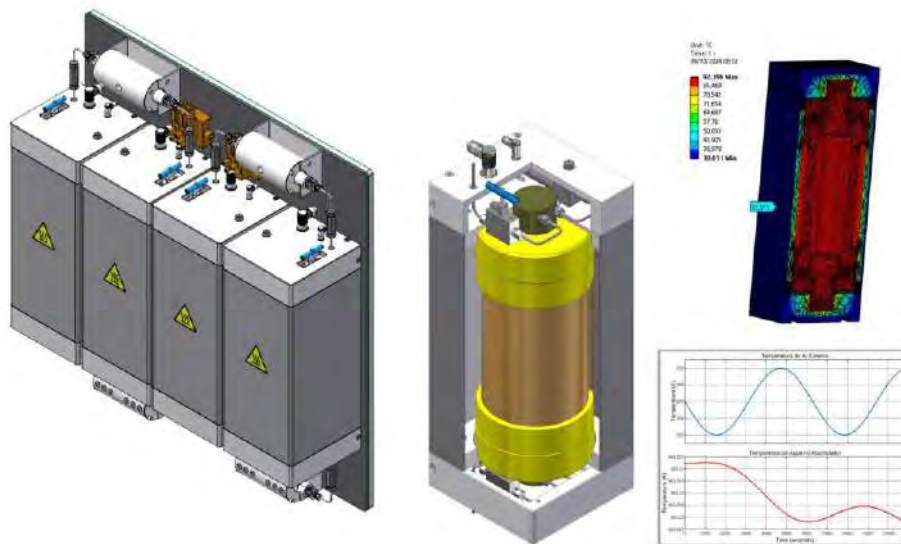
Figura 82: Esquema ilustrativo do módulo do *core-holder* utilizado na linha MOGNO para experimentos de tomografia 4D. À esquerda, o diagrama funcional destaca os principais componentes, incluindo o *core-holder*, manifolds de sensores e *pigtails*, responsáveis pelo desacoplamento de movimentos de rotação. À direita, a vista tridimensional detalha a estrutura modular do sistema, que permite a pressurização e controle de fluidos em condições experimentais controladas, simulando reservatórios de petróleo.

Os próximos passos incluem a manufatura do conjunto de desacoplamento e testes experimentais com o sistema pressurizado. Com a chegada do *core-holder* e do *manifold* inferior, fabricados pela RS Systems, serão realizados testes de imagem para validação da funcionalidade e integração do sistema. Adicionalmente, novos componentes serão projetados para otimizar o transporte e a operação do módulo, com conclusão prevista para o terceiro trimestre de 2025.

Este avanço permitirá estudos inéditos de fluxo multifásico em condições experimentais controladas.

- *Módulo de acumuladores*

O módulo de acumuladores da Microestação Pré-Sal foi projetado para manter condições térmicas uniformes, essenciais para experimentos que simulam condições de reservatórios de petróleo. Composto por oito fornos (quatro por módulo), o sistema garante estabilidade térmica a 90°C durante os experimentos. O projeto inicial, concluído em setembro de 2024, incluiu o modelamento conceitual dos fornos e simulações térmicas detalhadas para avaliar gradientes internos e eficiência térmica, assegurando que os requisitos operacionais fossem atendidos. Após a seleção de fornecedores e a definição final das especificações dos acumuladores, o pedido de compra foi emitido.



*Figura 83: Componentes do módulo de acumuladores da Microestação Pré-Sal, incluindo fornos para controle térmico e simulações térmicas detalhadas, garantindo estabilidade a 90°C.*

Atualmente, o projeto está na fase de modelamento final, com foco na escolha de materiais e estruturas que otimizem a eficiência térmica e a manutenção. A conclusão dessa etapa está prevista para janeiro de 2025, quando o projeto avançará para a fabricação e integração com os módulos existentes da Microestação. Esse desenvolvimento é fundamental para o estudo de fluxos multifásicos em condições controladas, permitindo experimentos de alta precisão na linha MOGNO.

- *Sistemas de testes*

O desenvolvimento de sistemas de testes auxiliares é essencial para garantir a viabilidade dos componentes críticos da microestação da linha MOGNO. Entre os destaques estão a bancada de testes de engenharia, destinada a validar componentes comerciais, como transdutores de pressão e uniões rotativas em alta pressão, e o upgrade da montagem do *spindle error analyzer*, projetado para aprimorar interfaces dinâmicas e realizar medições de alta resolução, com precisão de até 10 nm.



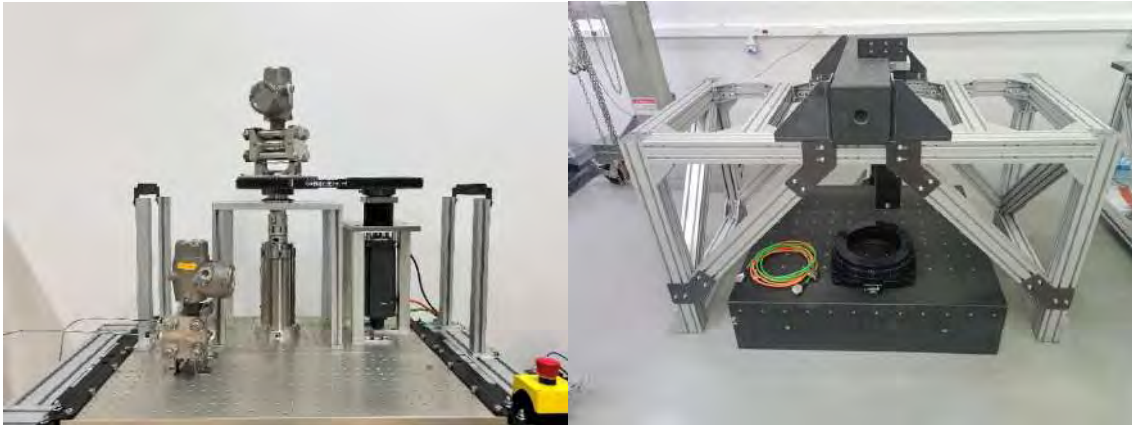
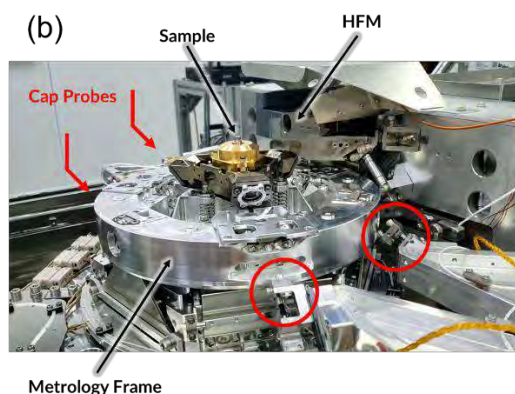
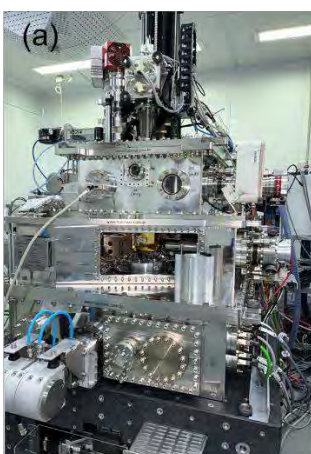


Figura 84: Bancada de testes de engenharia para validação de componentes comerciais em alta pressão (esquerda) e montagem atualizada do spindle error analyzer para medições de alta resolução (direita), ambas desenvolvidas para a Microestação da linha MOGNO.

No último semestre, a bancada de testes foi projetada, montada e segue em fase de validações, enquanto o upgrade do spindle foi concluído e já está sendo utilizado para medir erros no estágio rotativo da Microestação e em outros projetos. A expectativa é que a bancada de testes esteja totalmente operacional no início do próximo ano, pronta para realizar testes de sensores de pressão e desempenho térmico em condições extremas.

### Carnaúba – Sapoti

A SAPOTI, segunda estação de nanofoco da linha de luz CARNAÚBA, foi projetada para alcançar os limites de resolução em experimentos de imagem em 2D e 3D, utilizando capacidades multimodais avançadas. Durante o último período, a montagem e integração dos subsistemas foram realizadas na sala limpa do Prédio de Metrologia do CNPEM, abrangendo etapas críticas como a validação dos mecanismos de ultra-alta estabilidade dos espelhos Kirkpatrick-Baez (KB), responsáveis pela focalização vertical (VFM) e horizontal (HFM). Além disso, foi concluída a integração entre o estágio de posicionamento de amostras e os módulos ópticos dos espelhos KB, permitindo alinhamentos de alta precisão. O sistema de refrigeração e automação da câmara de carregamento de amostras também avançou significativamente, com validações preliminares realizadas por futuros usuários, incluindo testes de carregamento de amostras criogênicas.



*Figura 85: Estação experimental SAPOTI em fase final de montagem: (a) estação completamente montada na sala limpa do Prédio de Metrologia do CNPEM; (b) destaque para o estágio de posicionamento de amostras durante rotina de caracterização do estágio de tomografia; e (c) estação parcialmente montada na cabana da linha de luz, em novembro de 2024, após a etapa de alinhamento em relação à rede de metrologia.*

No estágio atual, os componentes principais da SAPOTI foram testados em condições de laboratório e na linha de luz. O estágio de posicionamento de amostras foi integrado ao sistema HFM, acompanhado por um conjunto de metrologia para monitoramento de precisão sub-nanométrica, garantindo a estabilidade necessária para experimentos em nanofoco. Além disso, os fluxos de trabalho da estação foram avaliados, destacando-se a eficiência no alinhamento óptico e operacionalidade do sistema de carregamento de amostras. Os ajustes finais, incluindo o alinhamento do sistema completo na linha de luz, foram realizados, consolidando a base técnica para as operações experimentais.

Nas próximas etapas, está prevista a conclusão do pacote de software e controle até o primeiro bimestre de 2025, abrangendo automação, aquisição de dados e interfaces de usuário. Em fevereiro e março, a estação será submetida a experimentos de comissionamento com feixe, incluindo testes de desempenho em condições reais. Após essa fase, a SAPOTI estará disponível para chamada à comunidade científica ao longo de 2025, oferecendo uma infraestrutura avançada para experimentos de nanofoco, com precisão sem precedentes e capacidades únicas de análise multimodal.

### Quati

A linha de luz QUATI, focada em experimentos de absorção de raios X com varreduras rápidas e alta resolução temporal, avançou na preparação da infraestrutura experimental. A mesa experimental foi totalmente montada e está pronta para realizar o primeiro experimento, conforme planejado. Contudo, melhorias foram necessárias nos rolamentos a ar devido às variações no tamanho da mesa e no posicionamento dos módulos acessórios em relação ao projeto original, destacando a importância de ajustes para garantir a estabilidade operacional. Os módulos acessórios, essenciais para a mesa experimental, estão aguardando o primeiro feixe para serem montados e testados. Além disso, o robô da estação já está posicionado, aguardando manutenção e a instalação de setups experimentais futuros, consolidando os avanços na preparação da linha.

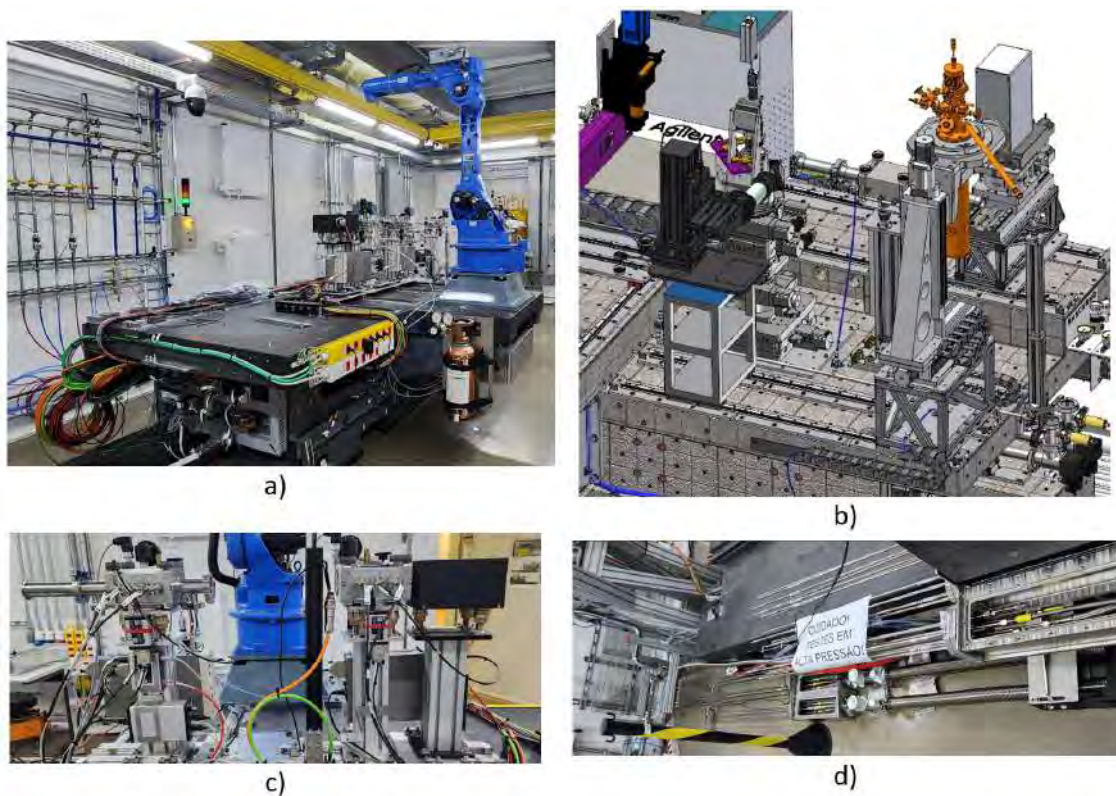
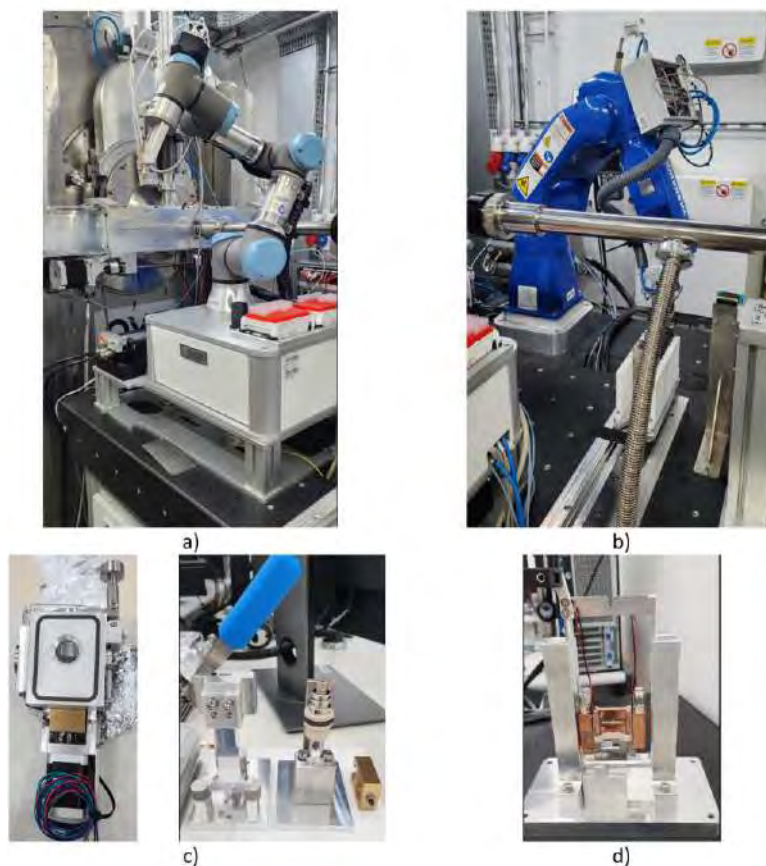


Figura 86: Mesa experimental da Quati a) pronta para o arranjo experimental 1; b) detalhes em projetos do Raman e Criostato; c) detalhes das câmaras de ionização; e d) finalizado a instalação dos tubos e mangueira na esteira de cabo.

Nas próximas etapas, estão programados melhorias e complementos no sistema experimental da QUATI. Projetos críticos como os módulos Raman e Criostato têm previsão de finalização em janeiro de 2025, aguardando a chegada dos componentes para a montagem final. A infraestrutura de gases e a lagarta de suporte de gás foram concluídas, mas o quadro de controle de gases, fundamental para a operação da linha, tem entrega prevista para abril de 2025. Esses avanços colocam a linha QUATI em uma trajetória sólida para iniciar operações experimentais completas no próximo ano, com infraestrutura otimizada para atender às demandas científicas.

### Sapucaia

A linha de luz SAPUCAIA avançou significativamente na montagem e validação de seus sistemas experimentais, destacando-se como uma infraestrutura versátil para experimentos com materiais biológicos e sólidos. A mesa experimental foi completamente montada para os arranjos experimentais "biocube" e "sólidos", garantindo a base para operações futuras. Testes e validações do braço robótico 2 foram concluídos com sucesso, assim como as placas para medidas de sólidos, que demonstraram funcionalidade e precisão. Adicionalmente, o *beamstopper* do túnel de detectores foi instalado e testado, assegurando a proteção necessária durante as medições. O conjunto de troca de capilares para o arranjo "capivaras" foi definido e testado, destacando a preparação da linha para aplicações especializadas.



*Figura 87 – Arranjos experimentais da linha Sapucaia: a) sistema biocube; b) sistema sólidos; c) parte central do arranjo experimental CAPIVARAS e respectivo aplicados do sistema capilar; e em d) arranjo de géis. Tanto sistema CAPIVARAS e GEIS estão em fase final de testes e devem ser instalados até o final do ano.*

Nos próximos meses, o foco estará na finalização e integração de arranjos experimentais adicionais. A montagem do arranjo "capivaras" no conjunto *slider* será concluída até o final de dezembro de 2024, com disponibilização para a linha logo em seguida. Paralelamente, o arranjo *coflow*, ainda em fase de projeto, será finalizado até fevereiro de 2025, expandindo as capacidades da linha para experimentos que exigem técnicas avançadas de fluxo controlado. Esses desenvolvimentos consolidam a SAPUCAIA como uma linha de luz preparada para atender a uma ampla gama de experimentos científicos, com infraestrutura robusta e modular.

### Jatobá

A linha de luz JATOBÁ, dedicada ao espalhamento de raios X de alta energia com feixe micrométrico, está projetada para oferecer capacidades experimentais avançadas, incluindo técnicas como PDF 3D (função de distribuição de pares tridimensional) e espalhamento por incidência rasante. Durante o último período, esforços concentraram-se na definição conceitual da estação experimental, resultando na especificação de três principais grupos de experimentos e nove setups experimentais. Esses setups abrangem aplicações como estudos de catálise *in situ*, investigações de baterias, filmes finos e técnicas de incidência rasante, alinhando-se aos requisitos científicos da linha. Um destaque foi a realização de estudos detalhados sobre os sistemas de posicionamento e movimentação de amostras e detectores de raios X, que

permitiram especificar com precisão as soluções ideais em termos de acurácia, repetibilidade e estabilidade.

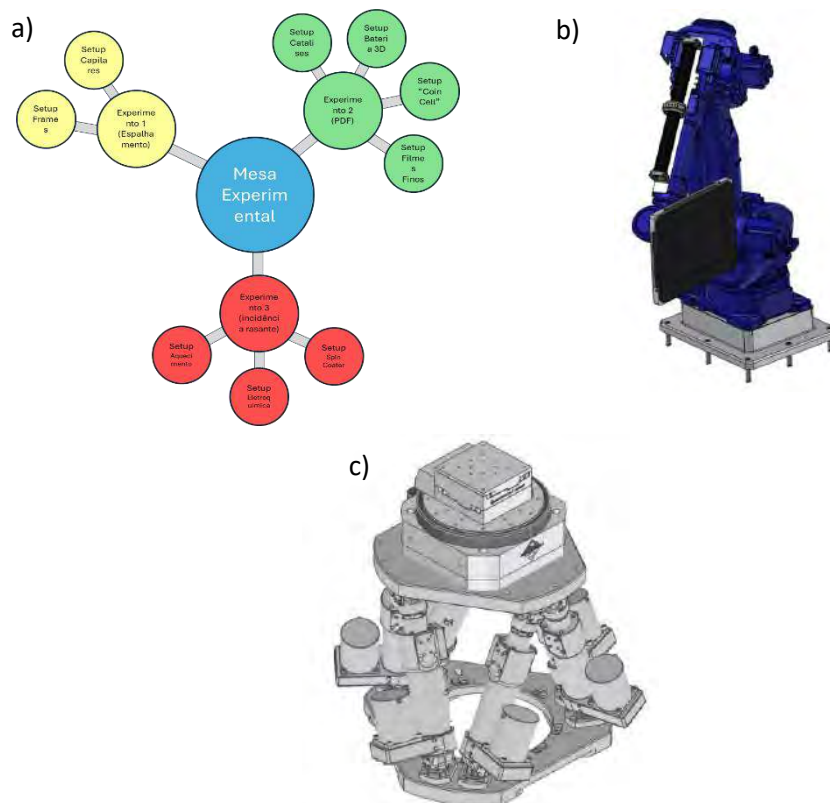


Figura 88: Arranjos experimentais da linha Sapucaia: a) sistema biocube; b) sistema sólidos; c) parte central do arranjo experimental CAPIVARAS e respectivo aplicados do sistema capilar; e em d) arranjo de géis. Tanto sistema CAPIVARAS e GEIS estão em fase final d de testes e devem ser instalados até o final do ano

O planejamento para 2025 prevê etapas cruciais para a implementação da estação experimental. No primeiro trimestre, está prevista a aquisição dos sistemas de movimentação e detectores. No segundo trimestre, será finalizado o projeto da mesa experimental, seguido pela instalação e comissionamento inicial das capacidades relacionadas ao experimento 1 no terceiro trimestre. Os desenvolvimentos dos demais setups experimentais serão entregues progressivamente até o final de 2027, consolidando a JATOBÁ como uma linha de luz de ponta para estudos avançados em espalhamento de raios X.

### EMA- Difração e Espectroscopia em Vidros na Estação Experimental

Vidros e vitrocerâmicas são materiais multifuncionais amplamente utilizados, desde utensílios domésticos até aplicações tecnológicas de alto desempenho. Apesar de sua presença cotidiana, muitos aspectos fundamentais de suas propriedades físicas permanecem desconhecidos, especialmente sob condições extremas de pressão, temperatura e campo magnético. A linha de luz EMA, dedicada ao estudo de materiais nessas condições, combina técnicas como difração, espectroscopia de absorção e espalhamento inelástico de raios X, permitindo uma caracterização detalhada desses materiais em situações que replicam ambientes operacionais severos.

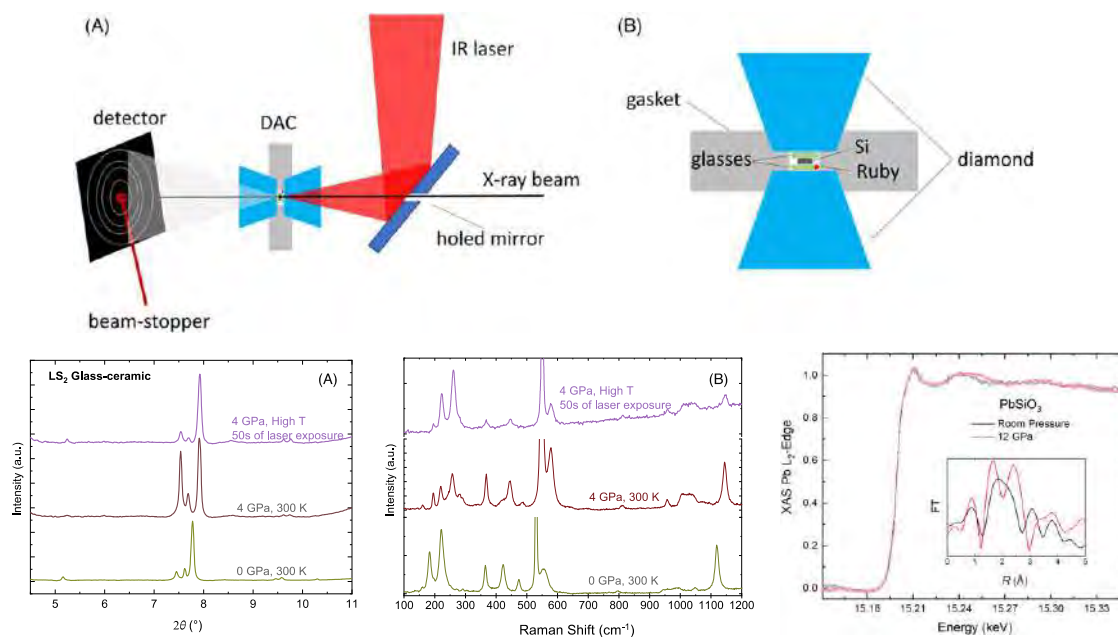


Figura 89: Acima: Esquemático de como foram feitos os experimentos de difração e espectroscopia de raios X com pressão aplicada e aquecimento a Laser em materiais vítreos. Abaixo: Medidas de difração de raios X, Espectroscopia Raman e Espectroscopia de raios X em materiais vítreos sujeitos a altas pressões e com aquecimento a Laser.

Essas investigações são cruciais para o desenvolvimento de materiais aprimorados, pois fornecem insights sobre o comportamento estrutural e funcional de vidros e vitrocerâmicas quando submetidos a condições extremas. Compreender como esses materiais respondem a variáveis como altas pressões e temperaturas elevadas é essencial para otimizar sua eficiência e ampliar suas aplicações em setores que demandam alta resistência e desempenho, como na indústria aeroespacial, em dispositivos eletrônicos avançados e em tecnologias de energia. A capacidade da linha EMA de realizar experimentos nessas condições extremas posiciona-a como uma ferramenta vital para avanços significativos na ciência dos materiais<sup>20</sup>.

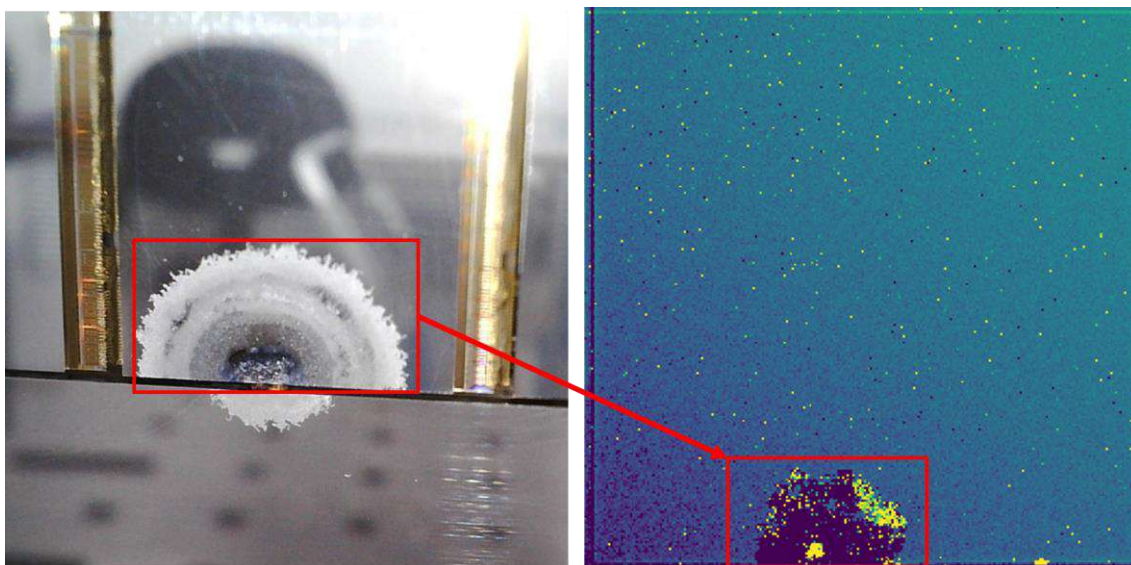
### 3.2.6. Detectores de Pixel Híbrido

Detectores híbridos de pixel combinam sensores de estado sólido com circuitos de leitura eletrônica, sendo essenciais para experimentos científicos em instalações de luz síncrotron, como difração de raios X e espectroscopia. O PIMEGA, em operação no Sirius, passou por um recall em 2024 para substituir dissipadores com corrosão, garantindo maior confiabilidade. O comissionamento do PIMEGA 540D#4 na linha SAPUCAIA exemplifica a calibração de equipamentos para otimizar os experimentos. Além disso, pesquisas sobre cristais de perovskita como material para sensores high-Z estão abrindo novas possibilidades para a detecção de raios X de alta energia.

<sup>20</sup> PENA, R. B.; DA SILVEIRA, R. A.; HIPPLER, G.; EVARISTO, L. L.; CORRÊA, L. E.; DO CARMO, D.; SOUZA-NETO, N. M. EMA beamline at Sirius: A versatile platform to probe glass and glass ceramics under extreme thermodynamic conditions. International Journal of Applied Glass Science, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1111/ijag.16676>.

### Recall de detectores PIMEGA

Durante o ano de 2024, foi concluído o processo de recall dos dissipadores metálicos de detectores PIMEGA em operação no Sirius, iniciado em 2023. A troca dos dissipadores de liga metálica AMPCO por modelos em aço inox foi motivada pela necessidade de evitar vazamentos decorrentes da corrosão do material original. Esses vazamentos comprometiam a qualidade das imagens de raios X e causavam degradação progressiva nos sensores adjacentes devido à umidade. A substituição dos dissipadores envolveu um procedimento complexo que incluiu a desmontagem dos equipamentos, retirada e recuperação dos Hexasensores, alinhamento e soldagem dos novos dissipadores, seguidos de validação completa dos sensores.



*Figura 90: Foto de vazamento devido uso dissipador em AMPCO ao lado de imagem de Raios-X indicando a mancha.*

O recall foi realizado em detectores PIMEGA distribuídos em quatro linhas de luz: EMA, SAPUCAIA, CARNAUBA e CATERETE. No total, 52 Hexasensores foram retrabalhados e receberam dissipadores em aço inox. Testes de estanqueidade, curvas corrente/tensão e imagens de raios X garantiram o desempenho adequado após o procedimento. Com a conclusão do processo, todos os detectores PIMEGA atualizados estão plenamente operacionais em suas respectivas linhas de luz.

*Tabela 3 - Número de Hexasensores em dissipadores AMPCO trocados por novos com dissipador em INOX*

Equipamento	Hexasensores trocados	Total Hexasensores do equipamento
540D#3	13	24
540D#4	17	24
135D#3	6	6
540D#2	16	24

### PIMEGA 540D#4 Comissionamento técnico na linha de luz SAPUCAIA

O detector híbrido PIMEGA 540D#4, com uma área de 17 x 17 cm<sup>2</sup> e resolução de 9 Megapixels, foi instalado no túnel de vácuo da linha de luz SAPUCAIA, como ilustrado na Figura 91. Este equipamento de grande área é capaz de adquirir imagens a taxas de até 2000 frames por segundo, sendo fundamental para experimentos de alta resolução e dinâmica. Após a instalação, foram realizados testes de performance e calibração para ajustá-lo às condições específicas da linha. Durante os testes iniciais, em junho de 2024, foi identificada a necessidade de manutenção corretiva em um dos módulos devido a um mau contato em uma das placas.



*Figura 91: Detector PIMEGA 540D#4 instalado no túnel de vácuo da linha SAPUCAIA.*

Os reparos foram concluídos em setembro de 2024, permitindo o reinício dos testes e calibrações. As etapas incluíram ajustes nos circuitos microeletrônicos, tensão de polarização do sensor e equalização das repostas dos pixels. Esses procedimentos asseguraram o pleno funcionamento do detector, demonstrado pela captura de imagens de difração de raios X em amostras de AgBe, atestando sua capacidade operacional (Figura 92). Os resultados validaram a eficiência do equipamento e sua adequação para atender aos requisitos científicos da linha SAPUCAIA.



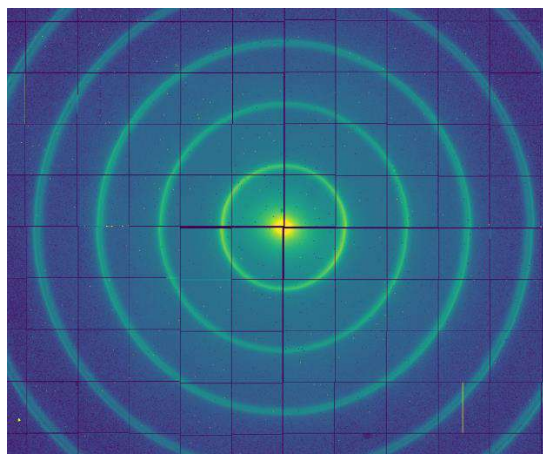


Figura 92: Imagem de difração de raios X, para uma amostra de Behenato de Prata, detectada pelo PIMEGA 540D#4 na linha SAPUCAIA.

Com o detector calibrado e em operação, ele está preparado para experimentos de difração e espalhamento de baixos ângulos, contribuindo para os estudos realizados na linha de luz. Adicionalmente, o PIMEGA 540D#4 está sendo utilizado no desenvolvimento de metodologias refinadas de restauração geométrica.

#### Síntese de cristais de perovskitas como material high-Z para detectores

A pesquisa sobre o uso de cristais de perovskitas, especificamente  $\text{CsPbBr}_3$ , como material base para sensores em detectores híbridos, abriu novas possibilidades no campo da detecção de raios X duros, altamente relevante para instalações síncrotron de quarta geração. Combinando experimentos e simulações computacionais, foram avaliadas as propriedades de foto-detecção do material, com foco no transporte de carga e na formação de pulsos de corrente induzida, que são fundamentais para a geração de sinal em detectores<sup>21</sup>. Estruturas cristalinas do material foram sintetizadas e submetidas a testes para analisar seu desempenho em condições simuladas, como ilustrado na Figura 93, que apresenta pulsos de corrente registrados pelos sensores.

---

21 CAMPANELLI, R. B.; GOMES, G. S.; DONATTI, M. M.; et al. Evaluation and synthesis of perovskite crystals as high-Z sensors for hybrid pixel detectors. *Scientific Reports*, v. 14, p. 27430, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-024-74384-7>.

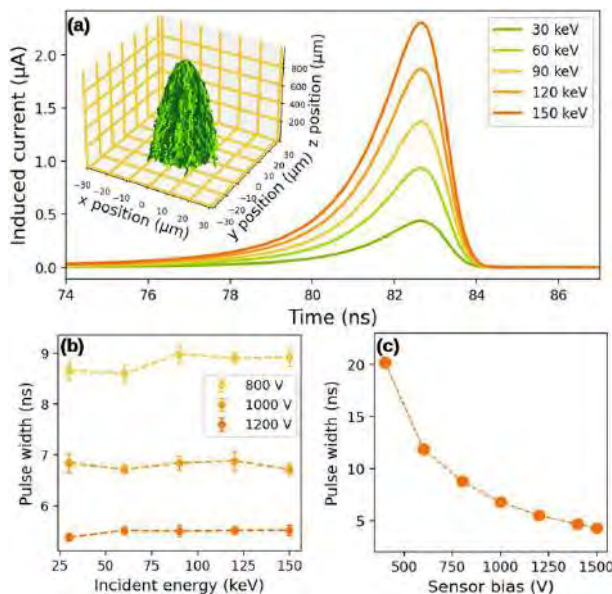


Figura 93: Simulação da formação de sinal em sensores de CsPbBr<sub>3</sub>. (a) Trajetórias de portadores de carga e pulsos induzidos para diferentes energias incidentes. (b) Largura dos pulsos em função das energias incidentes. (c) Dependência da largura do pulso em relação às tensões elétricas aplicadas ao sensor.

Os resultados destacaram a necessidade de altas tensões elétricas para o funcionamento eficiente do processo de detecção, especialmente em energias acima de 90 keV. A capacidade do CsPbBr<sub>3</sub> de operar sob essas condições demonstra o seu potencial como um material de alta eficiência em aplicações que requerem sensores sensíveis a raios X de alta energia. Essa investigação estabelece as bases para o desenvolvimento de detectores avançados e contribui para expandir as capacidades de experimentação em instalações síncrotron de última geração, como discutido no estudo publicado recentemente

### 3.2.7. Algoritmos para Processamento de Dados Experimentais

Algoritmos para processamento científico são ferramentas computacionais essenciais para analisar, reconstruir e interpretar grandes volumes de dados experimentais, frequentemente gerados por técnicas avançadas, como pticografia e ARPES. Esses algoritmos são projetados para lidar com os desafios específicos de cada técnica, permitindo a extração de informações precisas e a modelagem de fenômenos complexos, muitas vezes além das capacidades das técnicas tradicionais. A seguir são apresentados alguns destaques nesse campo ao longo do ano.

#### Pticografia

Pticografia é uma técnica avançada de imagem que utiliza radiação coerente (como raios X ou elétrons) para criar imagens de alta resolução de amostras, sem a necessidade de lentes tradicionais. Ela se baseia na captura de várias imagens de uma amostra sob diferentes ângulos e, posteriormente, na reconstrução dessas imagens usando algoritmos computacionais, o que permite uma resolução muito além dos limites da óptica convencional.

Na linha de luz EMA, foi possível realizar medições utilizando pticografia, com o Mobipix como detector e algoritmo desenvolvido internamente. A Figura 94 mostra as reconstruções da Siemens star em uma região de interesse (ROI), validada tanto com software externo quanto

interno, comprovando a robustez dos resultados. Com essa capacidade, a linha pode realizar experimentos de pticografia de forma independente.

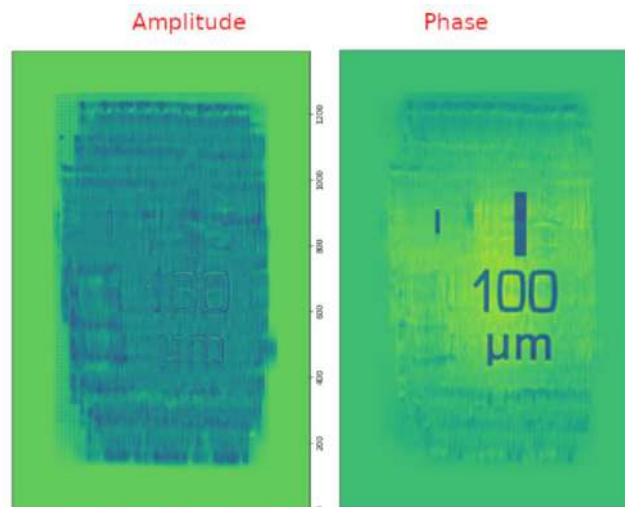


Figura 94: Reconstruções de pticografia na EMA para uma ROI da Siemens star.

O uso de pticografia tem sido fundamental para o estudo de materiais e estruturas em nanoescala, proporcionando imagens com resolução subnanométrica, importante para a compreensão de propriedades materiais e fenômenos microscópicos.

#### Pticografia de Campo Próximo

A técnica de Pticografia de Campo Próximo é uma variação da pticografia tradicional, que permite obter imagens em regimes de campo próximo, ou seja, quando a amostra está muito perto da fonte de radiação ou do detector. Isso é útil em situações em que a luz ou a radiação ainda não sofreu difração significativa e permite a observação de detalhes mais finos da amostra.

Através de medidas de pticografia realizadas na linha de luz MOGNO, foi possível quantificar um modelo para a frente de onda incidente no detector, o que é crucial para experimentos tomográficos. Essa abordagem é particularmente importante em situações em que o método de *flat-field* não consegue corrigir de forma satisfatória as distorções nas imagens. A figura 55 mostra as reconstruções feitas no regime de campo próximo utilizando pticografia para uma *Siemens star*. A validação da reconstrução foi feita tanto com software externo quanto interno, demonstrando a eficácia da técnica.

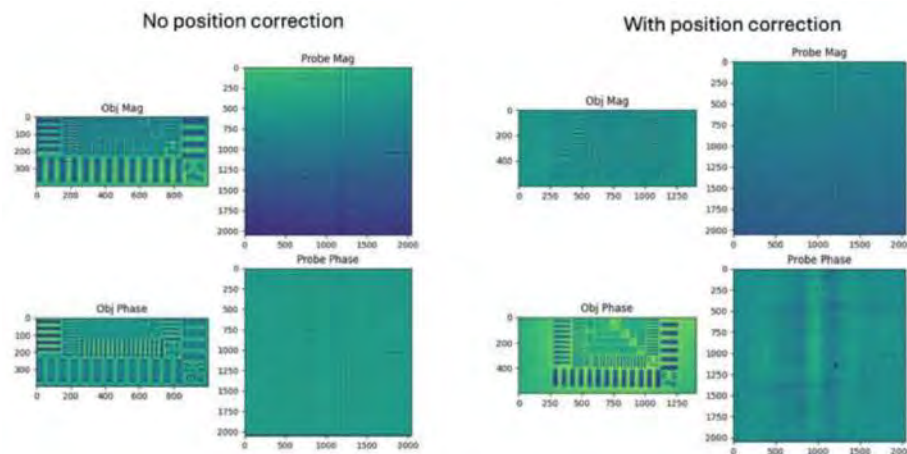


Figura 95: Reconstruções com Pt-citografia de campo próximo na MOGNO. À esquerda, as reconstruções sem correção de posição e à direita, as reconstruções com correção de posição. A correção das posições do scan foi fundamental para melhorar a qualidade da reconstrução. Quando as posições de motor durante o scan divergiam da posição real, o algoritmo foi ajustado para deixar a busca pela posição ideal livre, resultando em uma reconstrução mais precisa e satisfatória.

Essa técnica, quando combinada com a correção de posições no algoritmo, permite alcançar resultados mais confiáveis, especialmente em experimentos de alta precisão, como aqueles realizados com raios X de alta resolução.

### ARPES

A técnica de ARPES (*Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy*) é uma ferramenta poderosa utilizada para investigar as propriedades eletrônicas de materiais, permitindo a visualização da estrutura de bandas e da dinâmica dos elétrons na superfície de materiais. No contexto da linha SAPE, grande parte do instrumental técnico e de computação científica foi desenvolvido para otimizar a operação dessa técnica. Com as ferramentas criadas, a linha agora pode manipular os experimentos de forma mais independente, obtendo feedback sobre os dados gerados. Isso inclui meta-informações derivadas de ajustes de funções Voigt e Fermi-Dirac nos dados experimentais, que ajudam a modelar a resposta espectral.

A Figura 96 ilustra alguns recortes do Jupyter-notebook desenvolvido para a técnica ARPES, ferramenta agora entregue à linha para que possam realizar seus experimentos de forma mais autônoma. O Jupyter-notebook permite que os usuários manipulem e analisem os dados de forma interativa, facilitando a implementação de ajustes e modelagens diretamente nos experimentos.

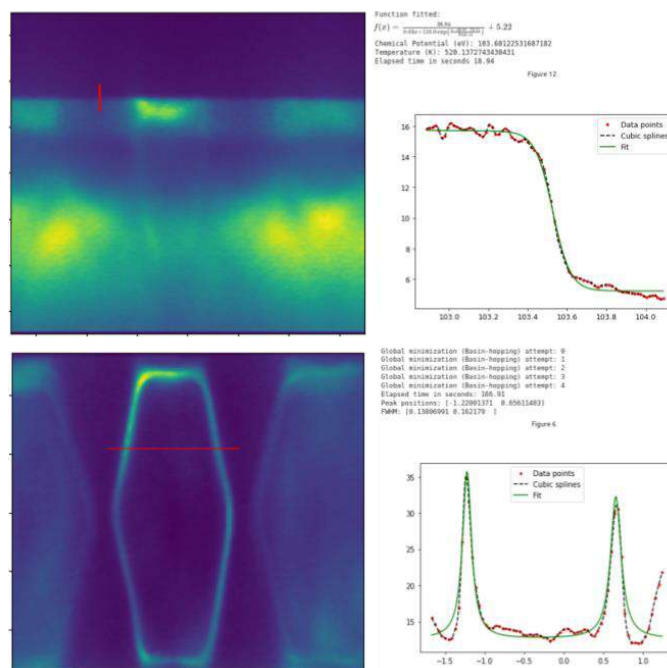


Figura 96: Interface em Jupyter-notebook para processamento de dados em ARPES na linha SAPE.

### 3.2.8. Aprendizado de máquina em dados experimentais

O aprendizado de máquina aplicado a dados experimentais tem se mostrado essencial para otimizar e automatizar processos de anotação e análise, permitindo uma abordagem mais eficiente na manipulação de grandes volumes de dados. Com a implantação das versões web das aplicações Annotat3D e DeepSirius, foi possível otimizar os fluxos de trabalho, proporcionando aos pesquisadores ferramentas mais rápidas e robustas para a anotação e análise dos dados experimentais. A Figura 97 a seguir ilustra um exemplo de workflow para o treinamento de redes profundas utilizando a aplicação DeepSirius, que facilita o uso de modelos de aprendizado de máquina para extrair padrões significativos dos dados coletados.

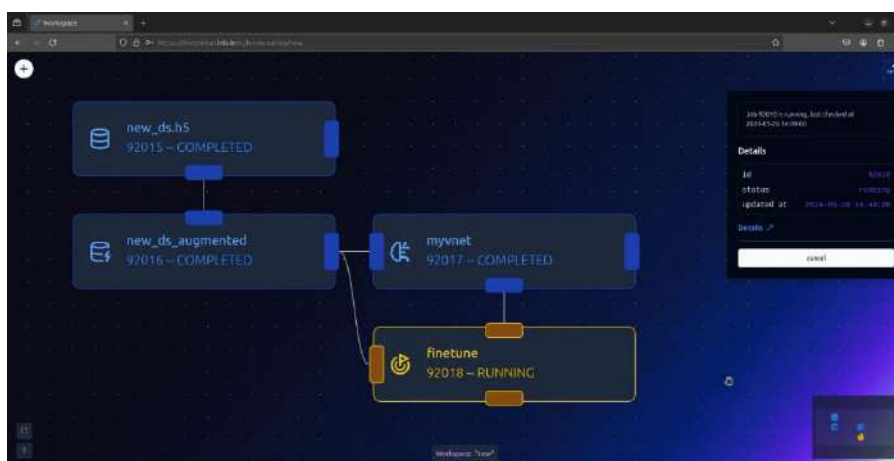


Figura 97: Exemplo de um workflow para treinamento de redes profundas usando a aplicação DeepSirius.

Adicionalmente, o desenvolvimento e integração de 13 novas funcionalidades no Annotat3D tem aprimorado consideravelmente o processo de anotação volumétrica, elevando a eficiência e precisão das análises. A Figura 98 exibe a tela de ajuste de mapas de cores e correção de brilho no Annotat3D, permitindo uma visualização mais clara das estruturas que compõem o volume, essencial para uma análise precisa. Além disso, a Figura 99 mostra as ferramentas de edição e correção de rótulos, que facilitam o ajuste manual de dados anotados, garantindo maior acurácia nos resultados finais.

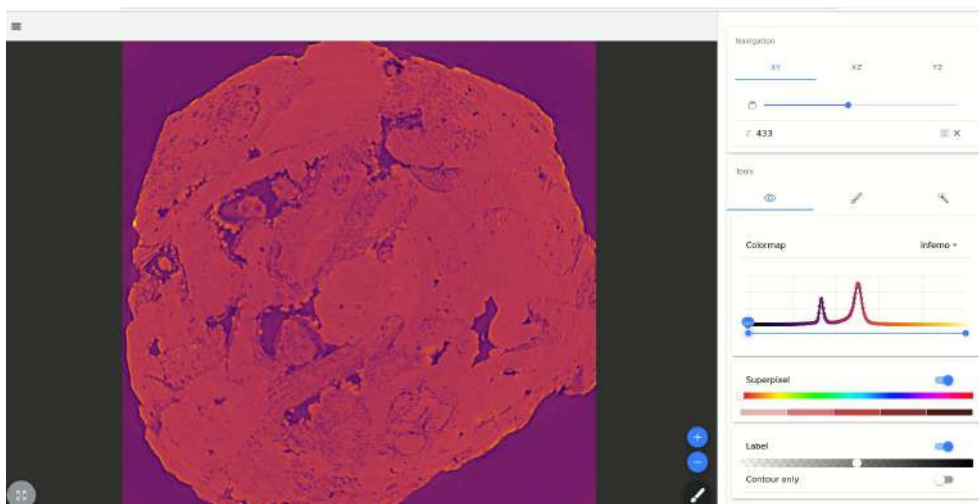


Figura 98: Tela de ajuste de mapas de cores e correção de brilho, no Annotat3D, para uma melhor visualização das estruturas que compõem o volume.

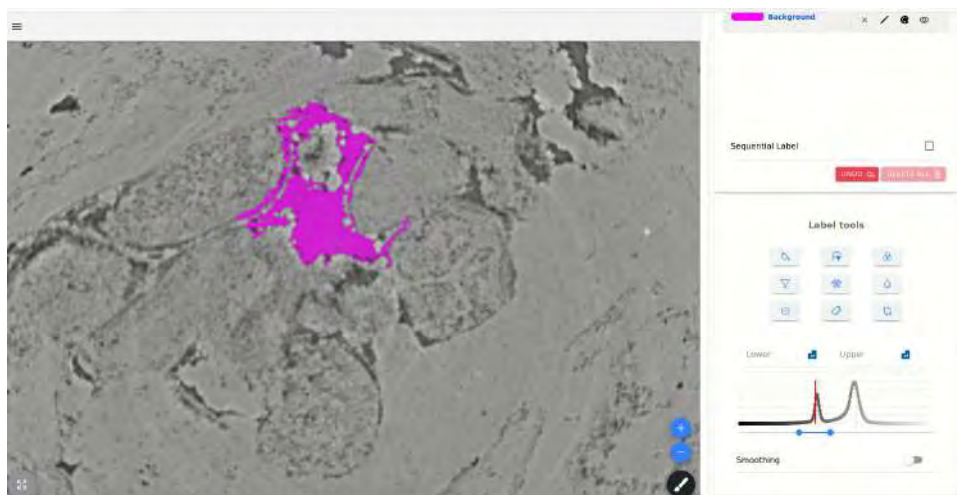


Figura 99: Ferramentas para edição e correção de rótulos no Annotat3D.

A implementação de métodos e algoritmos para segmentação semiautomática, compatíveis com o software Avizo da Thermo Fisher Scientific, também tem sido um marco importante, com técnicas de programação paralela utilizando CUDA C++ e OpenMP para maximizar o desempenho computacional. Isso permite que a análise de dados seja realizada de forma mais rápida e com maior capacidade de processamento, o que é fundamental em ambientes que lidam com grandes volumes de dados.

Além disso, a realização de estudos para a implementação distribuída do framework Google JAX visa a otimização do tempo de execução no treinamento de modelos de aprendizado profundo em larga escala, utilizando ambientes multi-nó e multi-GPU. Esses esforços buscam reduzir significativamente o tempo necessário para treinar modelos complexos, permitindo a análise de dados em larga escala de maneira mais eficiente e com maior precisão.

### 3.2.9. Gestão de dados experimentais

A gestão de dados experimentais é um processo crucial para a organização e a otimização do fluxo de trabalho em instalações científicas como o Sirius. Este processo inclui a organização, catalogação e a criação de um ambiente integrado para facilitar o acesso, visualização e utilização de dados científicos, assegurando que todos os dados gerados sejam facilmente acessíveis para os usuários. Em 2024, foi concluído o inventário de dados e o mapeamento de metadados para todas as linhas de luz do Sirius, exceto para a linha de luz JATOBÁ, que ainda está em fase de montagem. Este trabalho é fundamental para garantir que todos os dados estejam devidamente catalogados e classificados, permitindo uma gestão eficiente e o acesso facilitado à informação.

A plataforma Assonant foi adaptada para oferecer suporte completo ao formato de dados Bluesky, ampliando sua compatibilidade e usabilidade para os experimentos realizados. O sistema também foi integrado ao Catálogo Centralizado de Dados (ICAT), que agora permite uma organização eficiente e a descoberta de dados científicos. O ICAT fornece uma estrutura centralizada para armazenar e acessar os metadados e os dados experimentais, o que facilita o gerenciamento e a utilização das informações geradas nas linhas de luz do Sirius.

Também foi conceituado, projetado e levantado os requisitos para o processo Main-In nas Linhas de Luz do SIRIUS, o qual foi integrado ao ICAT e à plataforma SAU Online. Este processo, realizado em parceria com outros grupos do CNPEM e fornecedores externos, resultou em fluxos de trabalho automatizados e mais eficientes, especialmente voltados para experimentos remotos. A Figura 100 ilustra o sistema de gestão de dados experimentais, com a integração das diferentes plataformas para otimizar o acesso e a organização dos dados no Sirius.

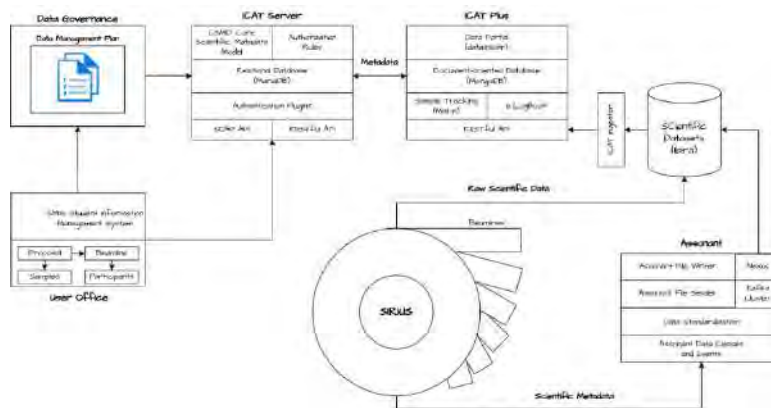


Figura 100: Visão geral do fluxo de metadados científico e dos principais componentes do sistema de gerenciamento ICAT.

Além disso, o lançamento do Portal de Dados para os usuários do Sirius também contribui para a otimização do gerenciamento de dados, oferecendo ferramentas integradas para visualização,

registro de logs em cadernos eletrônicos e controle de dados científicos. Este portal melhora a experiência do usuário ao facilitar o acesso e a interação com os dados de forma mais eficiente.

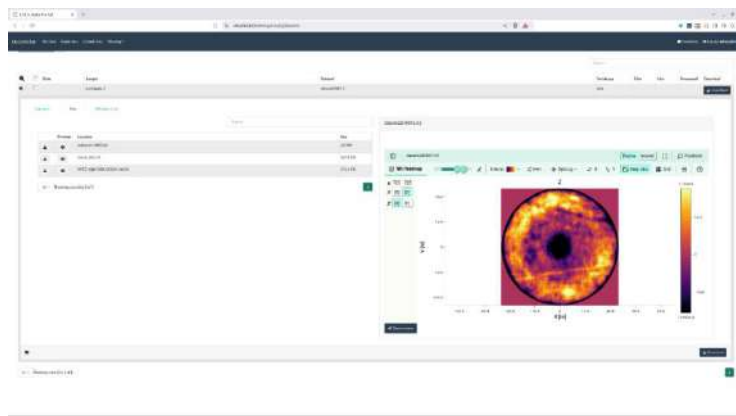


Figura 101: Visualização de arquivos HDF5 e seus metadados no Portal dos Usuários SIRIUS Data Portal.

### 3.2.10. Clusters para computação científica de alto desempenho

A atualização e expansão do data center TEPUI estão em andamento para suportar a crescente demanda por capacidade de computação científica de alto desempenho no Sirius. Em 2024, três racks adicionais foram ativados na ilha de servidores, com a infraestrutura elétrica já concluída. O cabeamento de rede, incluindo conexões de fibra óptica para 100 Gbps, ainda está em fase de implementação, com previsão de conclusão em março de 2025.

Além disso, a compra de três novos servidores BullSequanaX R143-EG2 Siena 8534P foi realizada para melhorar o processamento dos dados adquiridos nas linhas de imagem do SIRIUS. Estes servidores são fundamentais para rodar softwares com interfaces gráficas como Avizo (Thermo Scientific), Fiji e MATLAB, usados para o processamento de imagens científicas. Um dos servidores foi entregue em novembro de 2024 e está prestes a ser disponibilizado aos usuários.



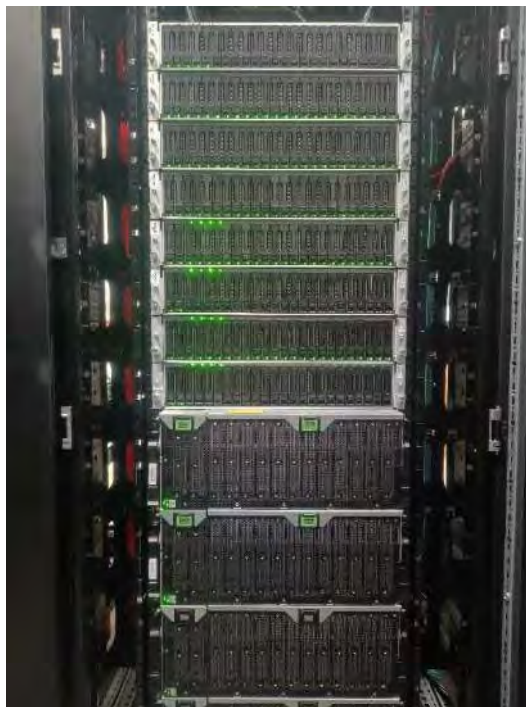


Figura 102: Rack principal do storage Ibirá, que teve seu sistema atualizado em setembro.

Ainda para 2025, novas compras de servidores e *storage* estão previstas, com a instalação dos equipamentos projetada para ser concluída até junho do mesmo ano. A Figura 102 mostra o rack principal do *storage* Ibirá, que passou por uma atualização do sistema em setembro de 2024, melhorando ainda mais a capacidade do data center para suportar os intensivos requisitos computacionais da pesquisa científica no SIRIUS.

### 3.2.11. Plataformas para controle e aquisição de dados

#### Atualização e Implantação de Sistemas de Controle de Aceleradores e Linhas de Luz

Em 2024, o SIRIUS passou por diversas melhorias nos sistemas de controle e aquisição de dados. A nova versão do IOC de BPM e XBPM foi implementada, juntamente com a atualização do software do FOFB para suportar filtros de pré-ênfase. As CPUs dos *crates* de BPM também receberam atualizações no sistema operacional. Além disso, os detectores PIMEGA foram atualizados para a versão PSS2 (PIMEGA Software Suite versão 2), e o software de controle dos detectores TUPI foi especificado para o CDR do projeto. Está em andamento a migração do modelo de implantação dos IOCs dos dispositivos das linhas de luz para uma abordagem containerizada com o projeto EPICS in Docker, permitindo maior flexibilidade e escalabilidade. Também foram atualizados os IOCs de câmeras, adequando-os a diferentes modelos de câmeras, com implantação containerizada realizada durante a parada de manutenção do SIRIUS.

#### Desenvolvimento e Implantação de Interfaces Gráficas (GUIs)

Diversas GUIs foram desenvolvidas e implantadas para otimizar o controle e a visualização dos dados experimentais. Isso inclui o deploy do *deepsirius-ui* e o lançador do *annotat3d web*, facilitando a análise de dados. A atualização da GUI de LLRF foi realizada para comissionamento e operação das novas cavidades de RF, e uma nova GUI foi implementada para o monitoramento

da planta criogênica. Além disso, foram entregues GUIs de operação nas linhas de luz SAPUCAIA, QUATI e CARNAÚBA (Sapoti), e GUIs web de aquisição foram implementadas na linha de luz SAPUCAIA.

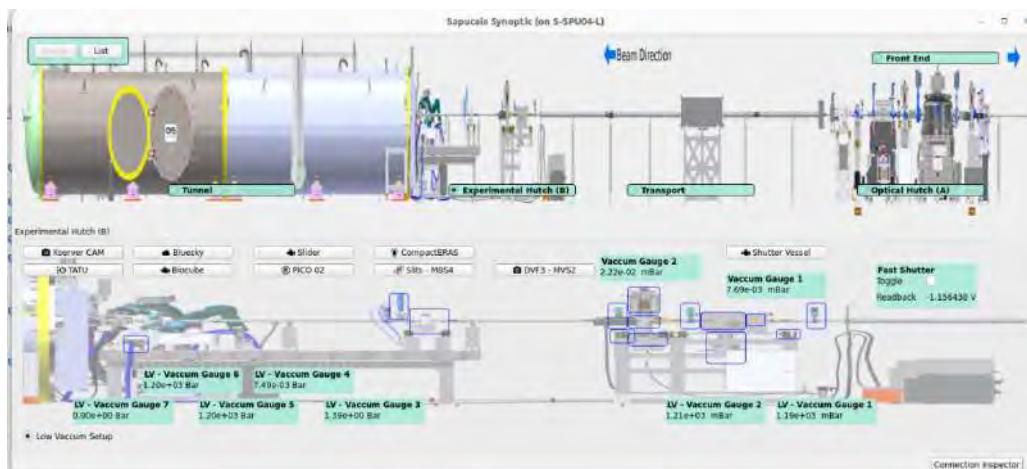


Figura 103: Sinótico para linha de luz SAPUCAIA.

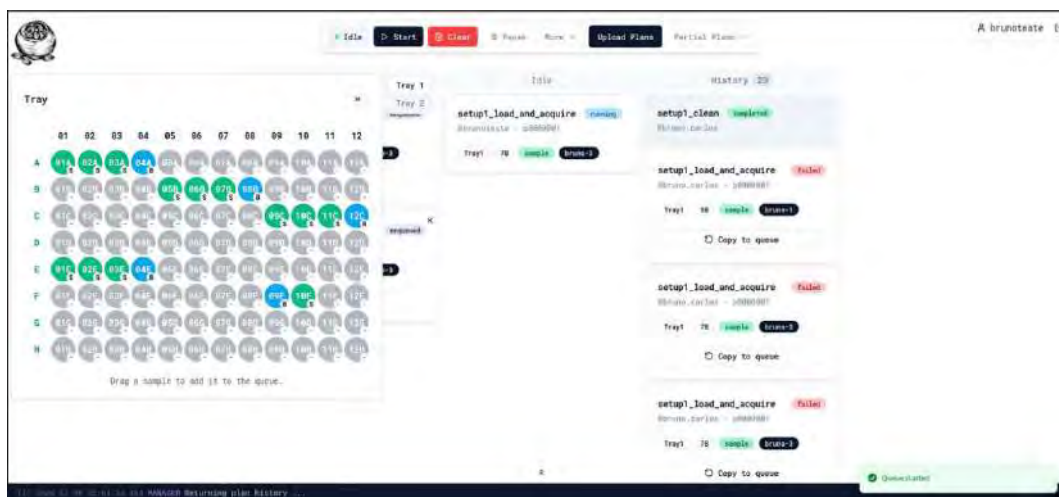


Figura 104: Interface gráfica web para controle de experimentos na linha de luz SAPUCAIA.

### Orquestração de Experimentos com Bluesky

A orquestração de experimentos no SIRIUS foi aprimorada com a definição e implementação de bibliotecas e serviços baseados no projeto bluesky. *Deploys* e desenvolvimentos iniciais foram realizados nas linhas SAPUCAIA, QUATI, EMA, SABIÁ, CARNAÚBA e MANACÁ, permitindo a automação de experimentos. A implementação de uma GUI para comunicação com o serviço de filas de orquestração de experimentos (*sophys-gui*) e a primeira versão de uma aplicação via linha de comando (*sophys-cli*) também foram realizadas. Para garantir o uso eficiente dessas ferramentas, o primeiro workshop interno sobre orquestração de experimentos foi realizado em setembro de 2024 com participação de vários colaboradores das linhas de luz e grupos de desenvolvimento do LNLS.

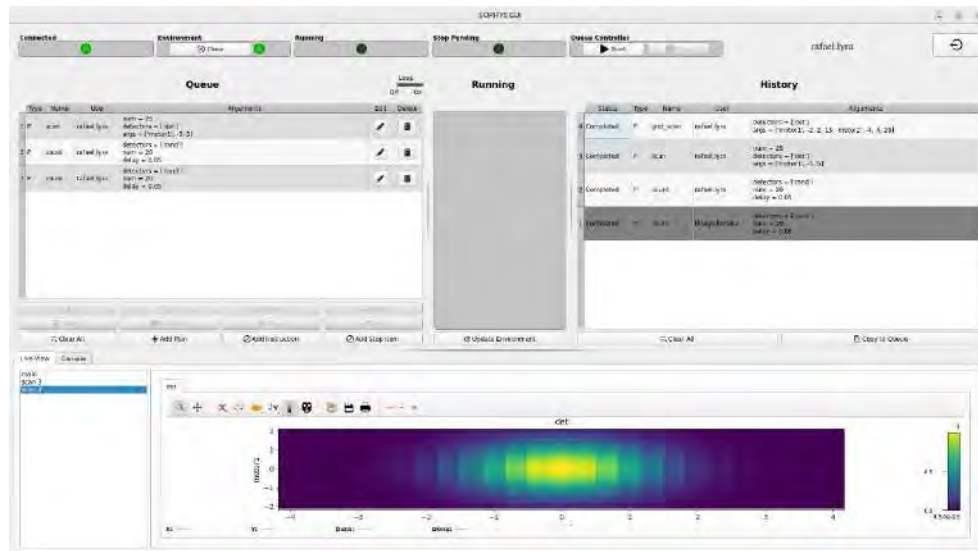


Figura 105: Interface de controle da fila de orquestração de experimentos sophys-gui.

```
(bluesky) sofia.ferreira@swc09-1 ~/D/S/sophys-cli> sophys-cli test
Python 3.12.4 | packaged by conda-forge | (main, Jun 17 2024, 10:23:07) [GCC 12.3.0]
Type 'copyright', 'credits' or 'license' for more information
IPython 8.26.0 -- An enhanced Interactive Python. Type '?' for help.

The custom available variables are:
BEAMLINE : The currently configured beamline.
BEC      : The BestEffortCallback instance hooked up to the run data.
D        : The list of available devices (to the current user).
DB       : A databroker instance containing the most recent runs data and metadata.
LAST     : The last run data, as a Pandas Dataframe.
P        : The list of available plans (to the current user).

The custom available modules are:
bp       : bluesky.plans
bps      : bluesky.plan_stubs

The custom available commands are:
kbl      : Open kafka-bluesky-live
reload_devices : Reload the available devices list (D).
reload_plans  : Reload the available plans list (P).
query_state  : Query the current server state.
reload_environment: Reload currently active environment. Open a new one if the current env is closed.

Authentication is required to proceed! Please enter your credentials. [Ctrl-C to cancel]
Username: █
```

Figura 106: Interface de controle da fila de orquestração de experimentos via linha de comandos sophys-cli.

### Implantação e desenvolvimento de IOCs para novas instalações

A instalação de novos IOCs relativos aos sistemas das cavidades supercondutoras e onduladores IVUs foi completada, e a integração do sistema EPICS nas estações experimentais em construção, como a microestação da MOGNO, QUATI, SAPOTI (CARNAÚBA) e SAPÊ, está em andamento. O destaque foi a integração do sistema Xenocs na linha SAPUCAIA, com o objetivo de melhorar a automação e a comunicação entre os diferentes sistemas do SIRIUS, facilitando o controle e a aquisição de dados durante os experimentos.

## 4. Projetos Estruturantes

### 4.1. Projeto Sirius

As atividades realizadas nos aceleradores do Sirius em 2024 foram marcadas principalmente pelas melhorias nos aceleradores e instalações durante a parada de manutenção. Durante esse período, foram realizadas a instalação de duas novas cavidades supercondutoras, a ampliação do sistema de radiofrequência para 260 kW e a substituição da cavidade de RF provisória, permitindo o aumento da corrente de operação do anel de armazenamento de 100 mA para 200 mA.

Adicionalmente, a instalação de onduladores in-vacuum para as linhas EMA e Paineira, o comissionamento de sistemas como o feed-forward para onduladores, e melhorias nos front-ends das linhas consolidaram a capacidade técnica e operacional do Sirius. Outros destaques incluem a implementação de novas funcionalidades no sistema LLRF, garantindo maior segurança e confiabilidade às cavidades supercondutoras, e a finalização de instalações parciais no Orion, contribuindo para a expansão do projeto.

#### 4.1.1. Aceleradores

##### Melhorias nos aceleradores e instalações durante a parada de manutenção 2024

Durante a parada de manutenção do acelerador Sirius, entre julho e outubro de 2024, foi realizado um extenso conjunto de intervenções e melhorias nos subsistemas do acelerador e das linhas de luz, totalizando mais de 800 atividades. Um dos focos principais foi a implementação da planta criogênica para a liquefação de hélio líquido, necessária para a operação de duas novas cavidades supercondutoras. Além disso, a cavidade de RF de cobre, utilizada provisoriamente desde 2019, foi removida para dar lugar às cavidades supercondutoras. Essas novas cavidades são alimentadas por uma planta de radiofrequência ampliada, que passou a contar com quatro torres amplificadoras de 65 kW cada, duplicando a potência total de RF disponível, de 130 kW para 260 kW. Esse incremento é essencial para sustentar a estabilidade da corrente elétrica ampliada no anel de armazenamento.

A instalação das cavidades supercondutoras foi acompanhada por um sistema de guias de onda redesenhado para conduzir a potência de radiofrequência de 500 MHz até as cavidades. Esse sistema inclui componentes como combinadores de potência, circuladores e janelas de RF, projetados para garantir a eficiência e a integridade operacional. Com essa infraestrutura, foi possível aumentar a corrente armazenada no anel de armazenamento de 100 mA para 200 mA de forma estável. Esse aumento não só ampliou a capacidade operacional, mas também promoveu um incremento direto no brilho e na intensidade das linhas de luz, beneficiando experimentos que dependem de fluxos mais concentrados de fótons.



*Figura 107: Remoção da cavidade normal condutora do acelerador*



*Figura 108: Finalização da ampliação do sistema de amplificadores para alimentar as cavidades supercondutoras*

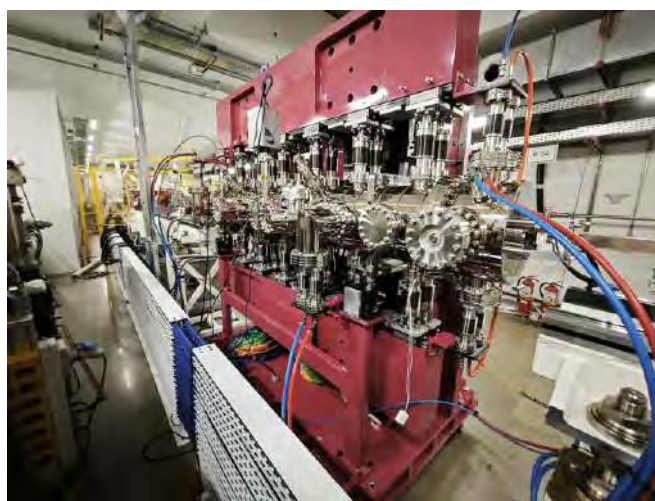


*Figura 109: Instalações das duas cavidades supercondutoras*

Durante o mesmo período, foram realizadas melhorias no sistema de inserção das linhas de luz. Isso incluiu a instalação de onduladores in-vacuum nas linhas EMA e Paineira, além da substituição do ondulador provisório PAPU pelo modelo APU22 na linha Paineira. Os novos

onduladores foram projetados para otimizar a qualidade do feixe de raios-X, reduzindo oscilações e ampliando a precisão dos experimentos realizados. A parada também possibilitou o avanço na infraestrutura de front-ends, com a finalização das linhas SAPÊ e Jatobá, e progressos significativos nas instalações do laboratório Orion, incluindo as linhas Timbó e Hibisco. Essas intervenções ampliaram a capacidade e a funcionalidade de várias áreas do Sirius.

Adicionalmente, a planta de radiofrequência foi ampliada para alimentar as cavidades supercondutoras, aumentando significativamente a capacidade de sustentação do sistema. A infraestrutura de suporte também foi atualizada com melhorias nos sistemas elétricos e de refrigeração, essenciais para garantir o desempenho operacional em níveis elevados de corrente. O sistema de monitoramento de parâmetros críticos também foi ajustado para acompanhar as novas demandas geradas pelo aumento da potência de RF.



*Figura 110: Instalação dos onduladores in-vacuum nas linhas EMA e Paineira.*

Um ponto relevante foi a realização de calibrações e testes detalhados em todos os subsistemas envolvidos nas atualizações. Isso incluiu a validação do comportamento mecânico e elétrico dos onduladores e dos front-ends das linhas, além de testes em condições de carga máxima no anel de armazenamento. Esses procedimentos foram cruciais para assegurar a integração eficiente de todas as novas instalações e minimizar o risco de falhas operacionais futuras. As imagens capturadas durante o período destacam a remoção da cavidade normal condutora, a instalação dos novos sistemas e os avanços na infraestrutura de suporte, documentando visualmente a complexidade e o escopo das melhorias realizadas.



Figura 111: Instalação da infraestrutura básica de utilidades e suportação de componentes do Fron-end das linhas Timbó e Hibisco do Órion.

### Sistema de correção feed-forward para onduladores via hardware

Durante as atividades de manutenção e melhorias realizadas em 2024 no Sirius, foi instalado o sistema de correção feed-forward para onduladores via hardware, um componente essencial para garantir a estabilidade e qualidade do feixe de elétrons em dispositivos de inserção. Este sistema foi implementado para os dois novos onduladores in-vacuum das linhas EMA e Paineira, operando na mesma taxa de 1 kHz da malha do controlador do ondulador, garantindo sincronismo entre as correções e os movimentos dos blocos magnéticos. O princípio de operação é resumido na Figura 112. O sistema é responsável por calcular e enviar setpoints de corrente para bobinas corretoras, compensando os efeitos das movimentações no feixe de elétrons, como mostrado no diagrama de arquitetura do firmware (Figura 113).

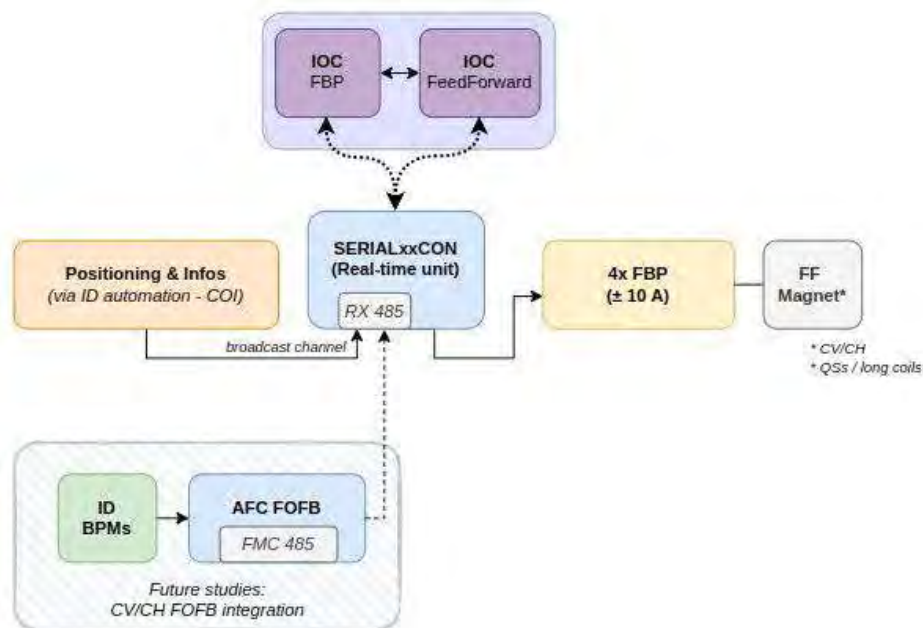


Figura 112: Diagrama em blocos do sistema de correção de órbita feed-forward.

A arquitetura do sistema foi projetada para assegurar o determinismo no cálculo das posições e esforços de controle, essencial para manter a integridade do feixe. A solução utiliza os núcleos de tempo real (PRU) disponíveis na plataforma Beaglebone Black, isolando as tarefas críticas do sistema operacional. Essa separação reduz a latência e melhora a eficiência das correções. A comunicação entre os núcleos de processamento e a atribuição de tarefas foram estruturadas para priorizar as operações críticas de controle de corrente das bobinas corretoras, garantindo que o sistema atenda às altas exigências de estabilidade.

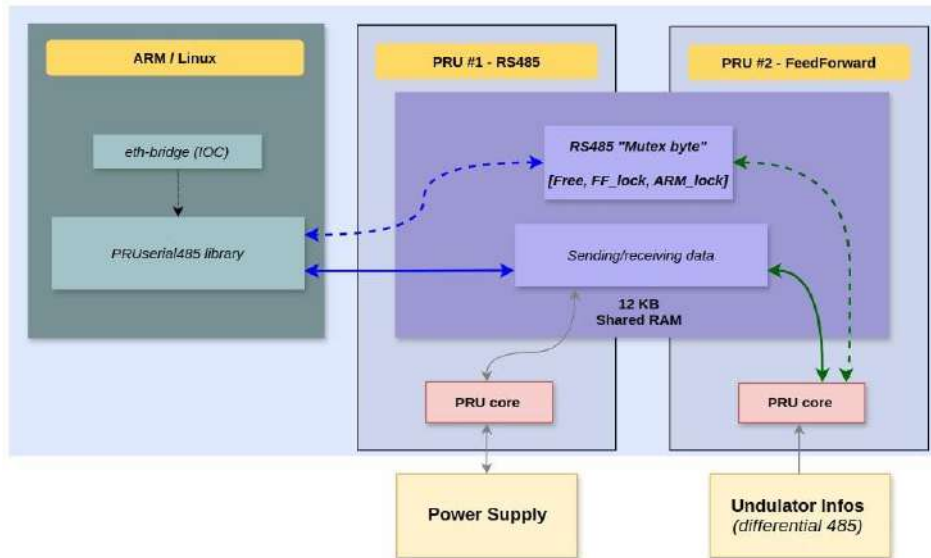


Figura 113: Arquitetura de software e firmware do sistema de correção feed-forward para onduladores.

Durante o comissionamento, o sistema demonstrou eficiência ao operar em paralelo com o IOC de monitoramento das fontes de corrente, sem interrupções ou conflitos. A interface gráfica desenvolvida permite o controle e monitoramento em tempo real, oferecendo visibilidade do comportamento das bobinas corretoras e das curvas de correção aplicadas (Figura 114). Isso facilita a análise de desempenho e a validação de cenários operacionais, como o acompanhamento das movimentações do gap dos onduladores e suas respectivas correções de órbita.

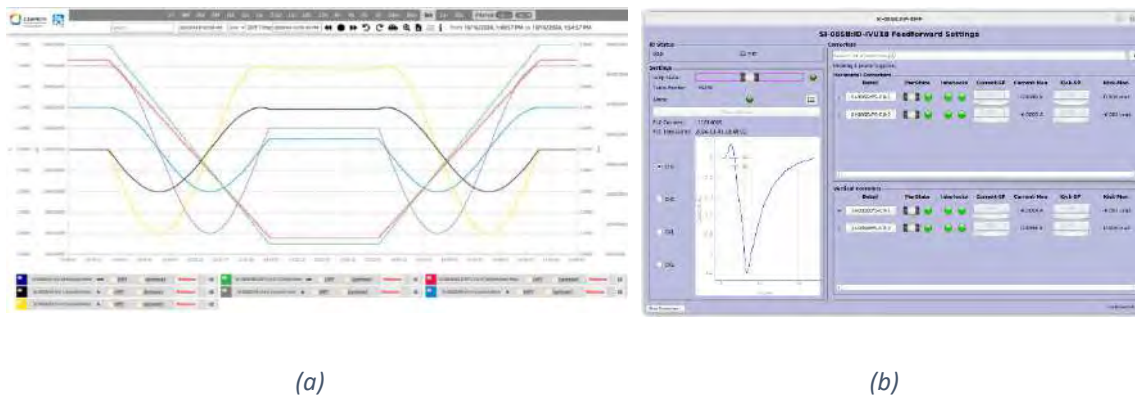


Figura 114: (a) movimentação do IVU-EMA e acompanhamento da curva de correção de validação (senoides de amplitude e fases diferentes) nas quatro corretoras. (b) interface gráfica de controle e monitoramento do sistema de correção feed-forward.



O sistema de correção feed-forward implementado contribui diretamente para a estabilidade da órbita do feixe nas linhas de luz, reduzindo desvios que poderiam comprometer a qualidade dos experimentos. A solução instalada foi validada com sucesso, e os resultados obtidos reforçam a importância de um sistema de controle robusto e integrado para sustentar as demandas crescentes de precisão e confiabilidade das linhas de luz do Sirius. Nos próximos períodos, o sistema poderá ser expandido para outros dispositivos de inserção, incorporando novas funcionalidades e melhorias baseadas nos aprendizados obtidos com a operação inicial.

#### Sistema Low-Level RF LLRF

O sistema de LLRF (low-level RF) do Sirius recebeu atualizações significativas em seu gateway com a instalação das novas cavidades supercondutoras no anel de armazenamento. Essas cavidades substituíram a anterior de cobre e demandaram aprimoramentos no sistema para atender às novas exigências operacionais. Entre as melhorias implementadas, destaca-se a exposição de um sinal linear correlacionado com a potência de RF da cavidade, permitindo uma integração direta com o controlador da planta criogênica. Essa funcionalidade é essencial para um monitoramento mais preciso das condições de operação, garantindo maior controle sobre os parâmetros críticos do sistema.

Além disso, foi implementada uma funcionalidade de interlock para proteção por detecção de quench nas cavidades supercondutoras. Essa proteção é um mecanismo de segurança vital, capaz de identificar alterações bruscas nos estados térmico e magnético das cavidades e, assim, evitar danos aos componentes sensíveis. Essa atualização foi projetada para responder rapidamente a eventuais instabilidades, reduzindo significativamente os riscos de falhas operacionais e ampliando a confiabilidade do sistema de RF.

As atualizações foram integradas ao gateway existente, herdado da operação anterior com a cavidade de cobre, demonstrando uma adaptação eficiente da infraestrutura para suportar as novas demandas. A exposição do sinal linear e a funcionalidade de proteção por quench são avanços técnicos que não apenas aumentam a segurança, mas também otimizam a integração entre os sistemas de RF e criogenia. Esses upgrades reforçam a robustez e a resiliência do sistema, alinhando-se às exigências operacionais mais avançadas. No futuro, essas funcionalidades serão continuamente monitoradas e avaliadas para identificar possíveis ajustes ou expansões.

#### **4.1.2. Fase 1**

As linhas de luz da Fase 1 do Sirius demonstraram avanços significativos em infraestrutura, técnicas experimentais e resultados científicos. Diversas linhas, como MANACÁ, CATERETÊ e EMA, consolidaram suas operações e capacidades experimentais com instalações de novos equipamentos, desenvolvimento de tecnologias e melhorias em alinhamento e estabilidade do feixe. Esses esforços possibilitaram o atendimento de um número expressivo de usuários, tanto internos quanto externos, e a produção de resultados científicos de alta relevância, como publicações em revistas internacionais e depósitos de estruturas no Protein Data Bank. O comissionamento técnico e científico avançou em linhas como SAPÊ, SAPUCAIA e QUATI, enquanto novas configurações de foco, sistemas ópticos e plataformas experimentais foram implementados em outras, ampliando a eficiência e a qualidade das análises. Essas atividades reforçam o compromisso contínuo do LNLS em oferecer infraestrutura de pesquisa de ponta para a comunidade científica.

### Linha de Luz Manacá

Em 2024, a linha de luz MANACÁ manteve seu papel nas atividades do Sirius, recebendo 107 propostas de pesquisa, das quais 102 de usuários acadêmicos provenientes de diversas regiões do Brasil e de países como os das Américas do Sul, Norte e Europa. A participação de 5 propostas da indústria reforça o reconhecimento da linha como infraestrutura de excelência também para aplicações industriais. Essa diversidade de propostas reflete o alcance e a relevância da MANACÁ na comunidade científica e tecnológica, promovendo avanços em áreas estratégicas, como biotecnologia, química e ciências biomédicas.

A produção científica associada à linha foi expressiva. Durante o ano, 19 artigos científicos foram publicados com base em dados obtidos na MANACÁ, elevando o total de publicações relacionadas à linha para 35. Além disso, 54 estruturas foram depositadas no Protein Data Bank (PDB), consolidando a contribuição da linha para o avanço do conhecimento em biologia estrutural. Esses resultados evidenciam o impacto científico da linha e sua capacidade de gerar dados de alta qualidade para estudos fundamentais e aplicados.

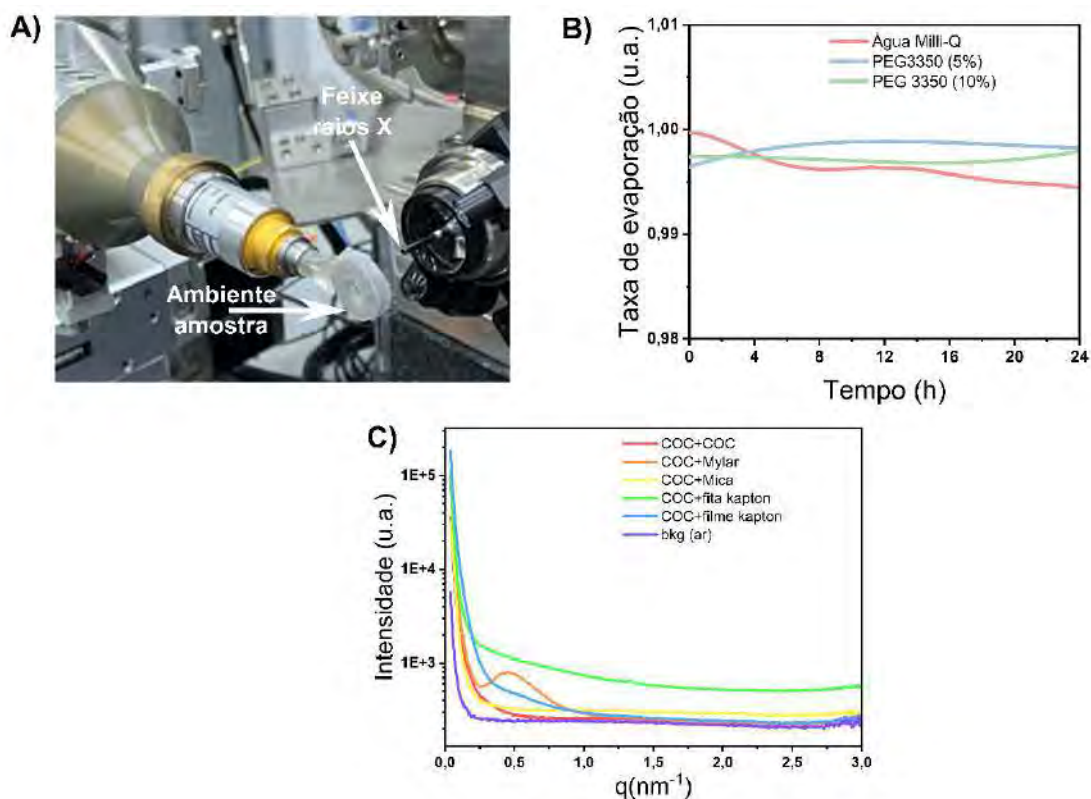


Figura 115: Setup experimental cristalografia a temperatura ambiente na estação microMANACÁ. (A) Montagem do setup experimental. (B) Taxa de evaporação de diferentes soluções (água Milli-Q, PEG 3350 a 5% e 10%) ao longo de 24 horas. (C) SAXS para várias combinações de materiais utilizados como janelas de amostra

O desenvolvimento técnico da MANACÁ também avançou em 2024, com a introdução de tecnologias que ampliaram as possibilidades experimentais. Entre os principais destaques estão a implementação da cristalografia a temperatura ambiente, que permite estudos mais próximos das condições fisiológicas, e ferramentas automáticas de processamento de dados, que otimizam a análise experimental. Além disso, foram introduzidos recursos de fluorescência de

raios X para identificar íons em proteínas e um sistema de coleta de dados remota, facilitando o acesso à infraestrutura. O setup para estudos de moléculas pequenas foi significativamente aprimorado, resultando em dados com maior resolução e maior robustez para a comunidade de pesquisadores.

Para o futuro, a linha de luz MANACÁ visa ampliar seu alcance internacional e aumentar a participação de usuários de regiões do Brasil menos representadas, buscando diversificar ainda mais a comunidade atendida. Há planos de desenvolver uma plataforma específica para triagem de moléculas com potencial terapêutico, contribuindo para a aceleração de processos na descoberta de fármacos. Além disso, os esforços continuarão focados na automação dos experimentos, o que permitirá maior eficiência na operação e um aumento na capacidade de processamento de amostras. A otimização do acesso remoto também está entre as prioridades, visando facilitar o uso da linha por pesquisadores localizados em regiões distantes de Campinas. Esses objetivos refletem o compromisso contínuo da MANACÁ em oferecer suporte técnico e científico de excelência à comunidade usuária.

### Linha de Luz CATERETÊ

Em 2024, a linha de luz CATERETÊ avançou significativamente no desenvolvimento de sua infraestrutura experimental, com a instalação, comissionamento e entrada em operação de uma nova configuração de foco baseada em uma Fresnel zone plate (FZP). Este dispositivo óptico, composto por anéis concêntricos nanométricos, é projetado para focar raios X com alta precisão, ampliando as capacidades da linha em experimentos que demandam resolução espacial elevada. A implementação desse sistema representa um avanço técnico que reforça o papel da linha no desenvolvimento de técnicas avançadas de imagem e caracterização tridimensional.

O dispositivo FZP utilizado na linha é constituído por pilares de ouro organizados em anéis concêntricos. Esses pilares possuem dimensões extremamente reduzidas, com as zonas mais externas apresentando largura de 50 nm e altura de aproximadamente 735 nm. O diâmetro total do dispositivo é de 50  $\mu\text{m}$ , permitindo a produção de uma iluminação coerente e de elevado fluxo de fótons. A configuração resultante é especialmente vantajosa para técnicas como a ptcografia de raios X, uma ferramenta de imagem tridimensional que está entre os principais recursos oferecidos pela linha de luz CATERETÊ. A combinação de fluxo elevado e alta divergência torna o sistema ideal para explorar materiais em escala nanométrica.

Os resultados obtidos com o novo sistema indicam um aumento significativo na qualidade das imagens e na eficiência dos experimentos realizados. O dispositivo FZP amplia o alcance da linha de luz, possibilitando a realização de estudos mais detalhados em uma variedade de materiais e sistemas complexos. A introdução dessa tecnologia reafirma o compromisso da CATERETÊ em fornecer soluções técnicas inovadoras que atendam às necessidades dos pesquisadores e promovam avanços em áreas como materiais porosos, catalisadores e amostras biológicas.

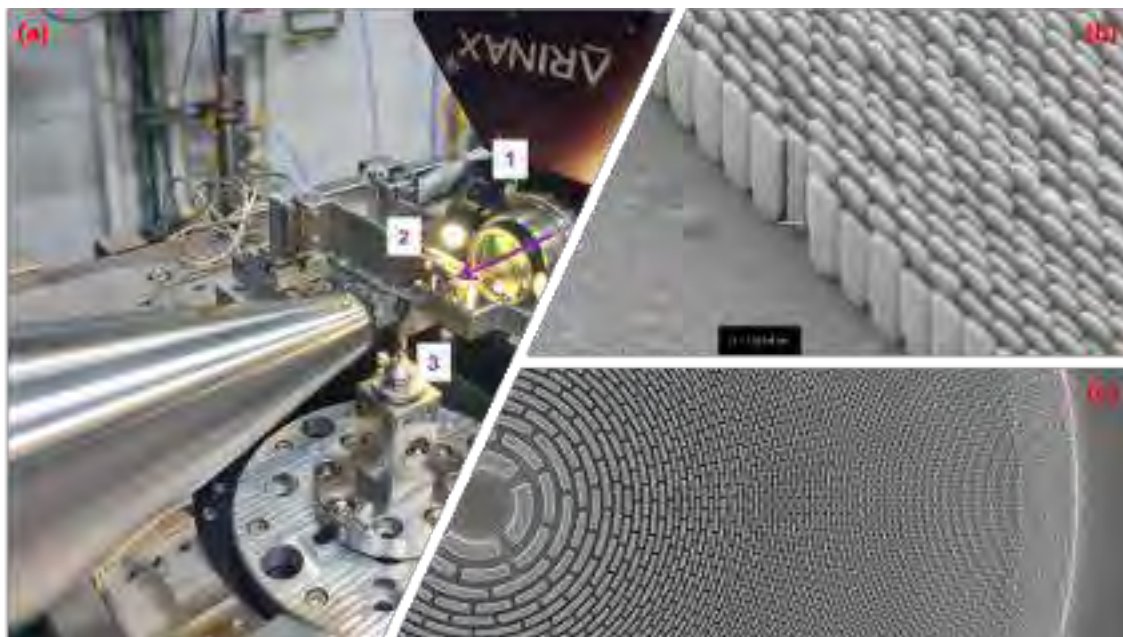


Figura 116: (a) Imagem da vista do dispositivo experimental e de foco na linha de luz Cateretê. Os raios X coerentes são indicados pela seta violeta. 1 é o microscópio óptico utilizado para o alinhamento da amostra, 2 a Fresnel zone plate e 3 a amostra em estudo. (b) Imagem dos pilares de ouro que compõem a FZP e (c) Imagem dos pilares ordenados na FZP.

Os próximos passos incluem a otimização do sistema para melhorar os tempos de aquisição e a qualidade dos dados coletados. Além disso, será realizado o comissionamento do dispositivo frente a sistemas desafiadores, como amostras biológicas, explorando o potencial do FZP para fornecer informações detalhadas em estudos de materiais sensíveis. Essas iniciativas reforçam o papel da linha como uma ferramenta de ponta para a comunidade científica, comprometida com a melhoria contínua de suas capacidades experimentais.

### Linha de Luz Ema

Em 2024, a linha de luz EMA implementou avanços significativos que elevaram suas capacidades experimentais e operacionais. A instalação do ondulador definitivo IVU em agosto foi um marco importante, com testes concluídos em novembro. Este dispositivo apresenta uma configuração magnética otimizada para oferecer um fluxo contínuo de fótons na faixa de energia de 3 keV a 30 keV, ampliando o fluxo disponível em até 25 vezes em comparação ao ondulador anterior. Além disso, o novo sistema foi integrado a uma arquitetura de controle avançada, que permite uma otimização das varreduras de energia sincronizadas com o monocromador de duplo cristal, essencial para experimentos de alta precisão. O ondulador foi projetado para manter um desempenho estável em variações térmicas e mecânicas, garantindo confiabilidade nas condições extremas da linha.

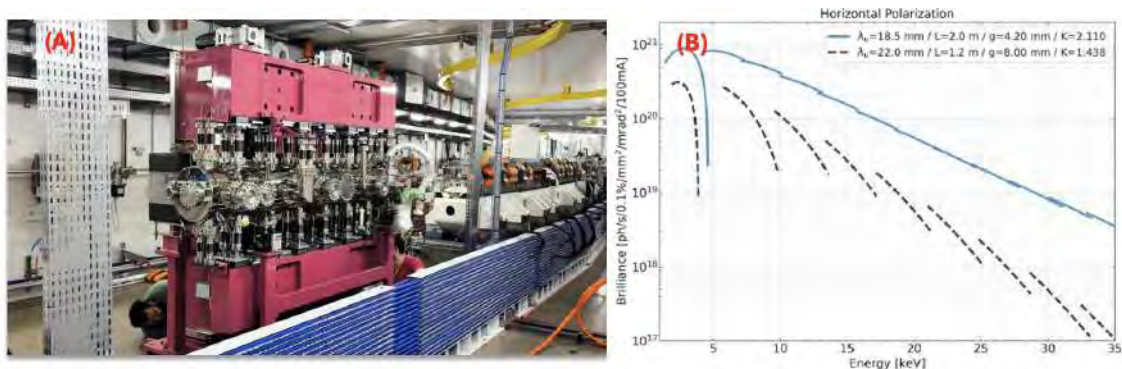


Figura 117: (A) Novo ondulador IVU que foi instalado na linha EMA. (B) Comparação entre o fluxo de fótons calculado para o ondulador de comissionamento (Linha tracejada preta) e o novo ondulador IVU.

Outra melhoria relevante foi a instalação da plataforma definitiva do setup multipropósito em janeiro, voltada para otimizar o alinhamento da ótica visível e facilitar a troca de amostras no criostato. A plataforma foi projetada para oferecer maior estabilidade mecânica ao sistema, reduzindo vibrações que poderiam impactar os experimentos. O cabeamento elétrico da linha foi completamente reorganizado, o que não apenas aprimorou o roteamento entre os diferentes módulos experimentais, mas também facilitou mudanças rápidas entre configurações específicas. O aterramento do sistema foi redesenhado para minimizar interferências elétricas, o que resultou em sinais mais limpos e consistentes para medidas de espectroscopia, essenciais em estudos de materiais complexos.

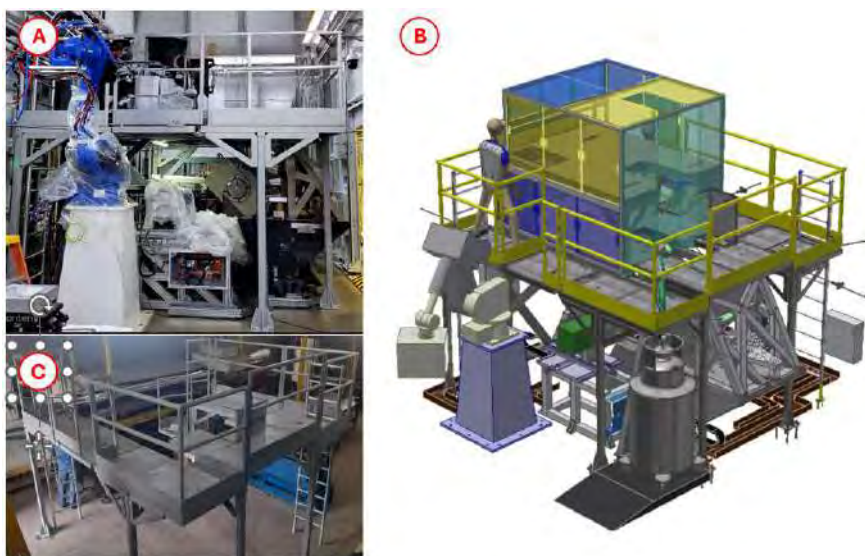


Figura 118: (A) Plataforma instalada em torno da estação experimental da linha EMA; (B) Projeção 3D do projeto executivo; (C) Imagem da pré-montagem e fábrica.

A reinstalação do magneto supercondutor de 11T representou outro avanço significativo. Após reparos nas janelas de Berílio, o equipamento retornou à operação, permitindo a realização de experimentos de XAS e XRD em condições extremas. O magneto é capaz de gerar campos magnéticos de até 11T e operar em temperaturas tão baixas quanto 0,3 K, viabilizando estudos detalhados de propriedades eletrônicas e magnéticas de materiais avançados. A reconstrução

incluiu ajustes de precisão no sistema de resfriamento e na blindagem térmica, garantindo que o equipamento atenda aos requisitos rigorosos de experimentos de alta resolução em condições críticas.



*Figura 119: (A) Magneto supercondutor de 11T instalado na linha EMA*

Uma colaboração entre o grupo SwC e a EMA tornou possível o desenvolvimento de um sistema padronizado para controle de experimentos, baseado nas arquiteturas Bluesky, Kafka e Ophyd. Este sistema padroniza a comunicação entre dispositivos e automatiza a coleta de dados com filas de tarefas configuráveis, utilizando scripts em Python para maior flexibilidade. O sistema também inclui algoritmos para recuperação de dados em caso de falhas, assegurando a integridade de experimentos longos. Ferramentas avançadas foram integradas para exportação de dados em formatos compatíveis com análises em tempo real e pós-processamento. Além disso, a solução é interoperável com plataformas de outros síncrotrons, permitindo compartilhamento de metodologias e facilitando colaborações internacionais. Essas melhorias consolidam a linha EMA como uma infraestrutura de ponta para estudos sob condições extremas de temperatura, campo magnético e pressão.

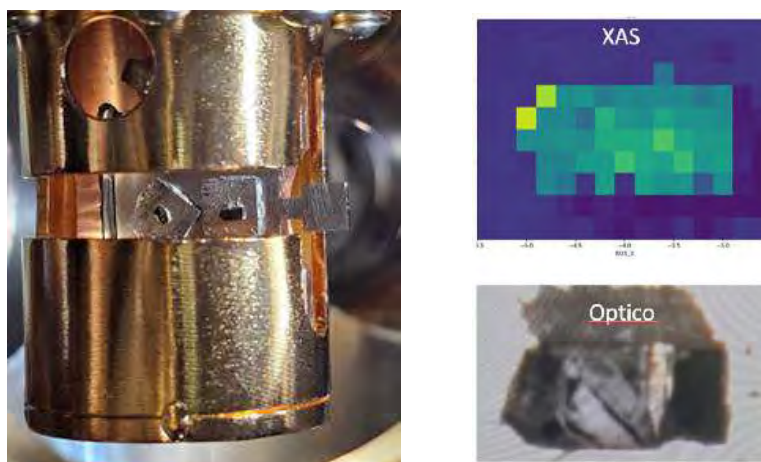
Os próximos passos para a linha de luz EMA em 2025 incluem o alinhamento fino do setup multipropósito para atingir o foco de projeto de  $1 \times 0,5 \mu\text{m}^2$  e o aprimoramento da ótica de infravermelho para experimentos de aquecimento via laser. Além disso, está prevista a instalação do novo detector PI-mega450D, que permitirá a realização de experimentos de difração de pó no magneto supercondutor, e de uma nova plataforma para o setup do ímã supercondutor, facilitando a troca de amostras. O comissionamento científico das técnicas de imagem, como CDI e pticografia, em condições de altas pressões e baixas temperaturas também está entre as prioridades, assim como a melhoria nas ferramentas de visualização de dados em tempo real, visando facilitar a tomada de decisões pelos usuários durante os experimentos.

### Linha de Luz Ipê

A linha de luz IPÊ implementou importantes avanços técnicos e operacionais na ótica e nas estações experimentais XPS e RIXS. Na ótica, a análise de aberrações no feixe monocromático identificou desalinhamentos na focalização e no monocromador PGM, limitando a resolução em energia da linha. Uma intervenção para corrigir esses desalinhamentos está programada para o próximo período sem feixe, buscando aprimorar a performance óptica.

Na estação XPS, foi instalado um sistema de dosagem de gases na pré-câmara para tratamentos térmicos de amostras até 800 °C em atmosferas de H<sub>2</sub> ou O<sub>2</sub> diluídos, com transferência em vácuo para análise. Essa inovação responde à demanda por estudos de redução e ativação de catalisadores. Um sistema de movimentação ajustável do foco de raios X, reduzindo a dose em até 1000 vezes, foi implementado, protegendo amostras sensíveis. Além disso, *encoders* foram instalados no manipulador XYZ, melhorando o alinhamento de amostras, e um criostato de He com variação de temperatura de 400 K a 15 K foi comissionado, expandindo as condições experimentais disponíveis.

Na estação RIXS, o comissionamento de um criostato de He com temperaturas mínimas de 5 K, combinado a um escudo térmico, possibilitou estudos detalhados de transições de fase em materiais quânticos. Um algoritmo de correção eliminou precessões indesejadas em rotações de amostras, reduzindo o tempo de alinhamento. A instalação de um sistema de transferência rápida de amostras reduziu o tempo de troca para cerca de 20 minutos. Adicionalmente, a linha passou a oferecer imageamento por contraste de absorção, melhorando o alinhamento de amostras pequenas, enquanto o sistema de aquisição de dados foi renovado, com novas interfaces e ferramentas de análise em tempo real.



*Figura 120: (esquerda) foto do escudo de radiação com amostras de monocristais coladas em porta-amostras e aço inox. (direita) Comparação da imagem óptica de um dos monocristais e imageamento rápido por varredura com contraste por absorção raios-X (XAS) para alinhamento*

Para 2025, estão planejadas a instalação de um dispositivo de inserção definitivo para aumentar o fluxo e o controle de polarização, além de uma segunda grade de difração para experimentos com elementos leves. Também será implementado um sistema de rotação com dois eixos adicionais para ampliar estudos de momento em monocristais, e realizado um alinhamento fino

do sistema óptico para alcançar resolução energética abaixo de 50 meV. Essas melhorias buscam consolidar ainda mais as capacidades da linha IPÊ.

### Linha de Luz Carnaúba

A linha realizou melhorias significativas em sua infraestrutura e desempenho experimental, com avanços voltados para a otimização de experimentos em nanociência e caracterização de materiais. Um dos destaques foi o desenvolvimento e instalação de um cone preenchido com gás He para o detector PiMEGA, projetado para reduzir a atenuação de raios X em baixas energias. Este cone foi integrado ao sistema de cristal analisador para experimentos de fluorescência de raios X (XRF) e será usado em medidas de nano-XRD, proporcionando maior eficiência nos experimentos. O desenvolvimento dessa instrumentação foi realizado entre abril e julho de 2024.

No segundo semestre, a estabilidade do feixe de raios X foi significativamente aprimorada pela substituição do sistema de refrigeração do primeiro espelho (M1), que passou de nitrogênio líquido para um sistema de refrigeração a água. Essa mudança, implementada entre agosto e novembro de 2024, reduziu flutuações térmicas, garantindo maior consistência no desempenho óptico da linha. Durante o mesmo período, a estação experimental também recebeu um novo estágio de movimentação para o eixo Y, substituindo o componente anterior que apresentava defeitos e afetava a precisão dos alinhamentos de amostras.

Uma etapa crítica foi o alinhamento da ótica da linha, incluindo os elementos de focalização Kirkpatrick-Baez (KB). Esse trabalho culminou, em novembro de 2024, no alcance de um tamanho de feixe de  $240 \times 120 \text{ nm}^2$  (horizontal  $\times$  vertical), o melhor foco monocromático já obtido na linha até o momento. Essa conquista eleva as capacidades da linha para realizar experimentos de alta resolução, como estudos de heterogeneidades em nanoescala e caracterização detalhada de materiais complexos.

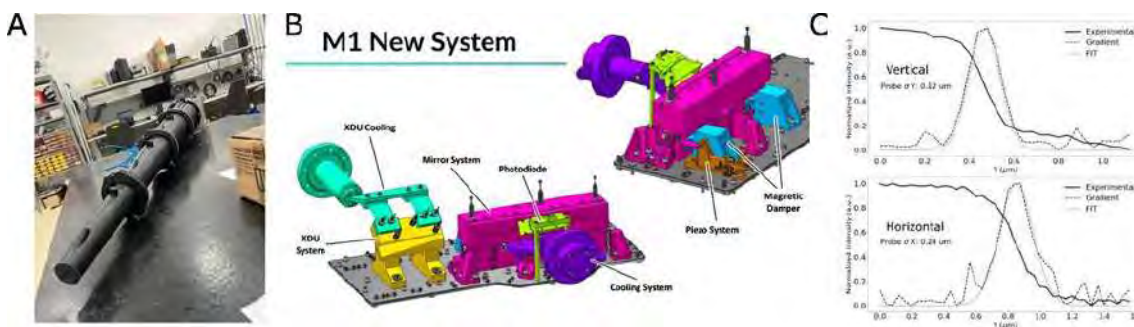


Figura 121: (A) Cone para detector PiMEGA 135D da estação TARUMÃ. (B) Imagem do novo Sistema de refrigeração do espelho M1. (C) Medidas de tamanho focal do feixe de raios X na estação TARUMÃ após alinhamento.

Para o próximo ano os planos incluem um alinhamento adicional do sistema KB para otimizar ainda mais o tamanho focal do feixe na posição da amostra, além de medidas de estabilidade óptica ao longo de períodos prolongados. Estão também previstas a instalação e o comissionamento do novo ondulador da linha e da estação experimental SAPOTI, que ampliará as técnicas disponíveis. Outro objetivo é o desenvolvimento de um setup de aquecimento de alta temperatura, utilizando carbono vítreo, para experimentos sob condições extremas. Esses



avanços reafirmam o compromisso da linha CARNAÚBA com a excelência em experimentação de alta resolução e inovação em nanociência.

### Linha de Luz Mogno

Em 2024, a linha de luz MOGNO avançou em suas capacidades experimentais e no suporte aos usuários com o comissionamento de novos equipamentos. A instalação da microestação foi um dos principais marcos do ano, expandindo o campo de visão para experimentos e permitindo a realização de estudos em ambientes de amostras mais complexos. Essa nova estação amplia significativamente as possibilidades experimentais da linha.

Outra conquista importante foi a operação da linha em condições de alta energia, inédita para a MOGNO. Durante os testes, foram implementados algoritmos específicos de alinhamento e medição, ajustados para trabalhar na nova condição de energia. A integração do detector PiMega 135D à linha também foi concluída, aumentando a eficiência e a precisão nas aquisições de dados experimentais. Além disso, foi desenvolvida uma interface de reconstrução baseada em PyQt, compatível com a Raft-Apps, algoritmo desenvolvido internamente pelo Grupo de Computação Científica (GCC). Essa ferramenta fornece aos usuários maior autonomia na análise de dados e é projetada para integrar novos desenvolvimentos do GCC, como recursos de *zoom tomography*.



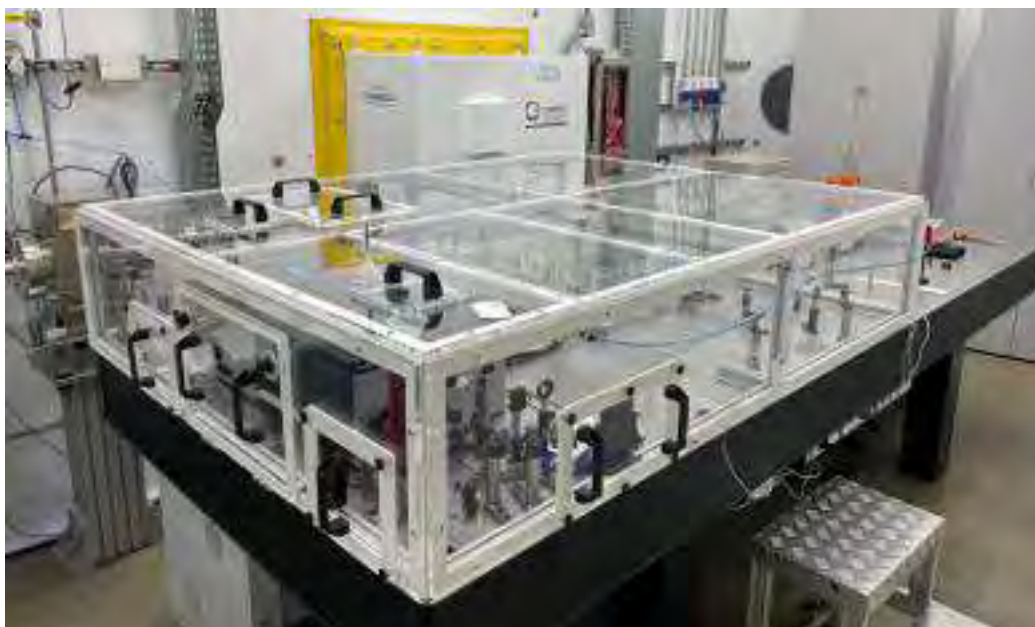
*Figura 122: Microestação da linha Mogno instalada dentro do hutch experimental.*

Para 2025, os esforços estão voltados para concluir o comissionamento da microestação, garantindo sua robustez antes da abertura para usuários. A interface de reconstrução será ampliada com novas funcionalidades, como suporte a técnicas de tomografia com zoom, e o fluxo de trabalho da linha será validado nas três energias de operação, utilizando um fotodiodo que está sendo comprado. Essas iniciativas reforçam o compromisso da MOGNO em oferecer infraestrutura de ponta para pesquisas em alta energia e caracterização avançada.

### Linha de Luz imbuia

A linha de luz IMBUIA alcançou avanços técnicos importantes que ampliaram sua sensibilidade e precisão em experimentos de nanoescala. A operação da linha em 200 mA resultou em um aumento confirmado de 40% na relação sinal-ruído, com impacto direto na sensibilidade do experimento de nano-FTIR. Essa melhoria é fundamental para estudos de sistemas biológicos na nanoescala, permitindo a análise de estruturas com maior detalhe e confiabilidade.

Outro progresso significativo foi a implementação de um controle ambiental aprimorado no caminho óptico do infravermelho síncrotron. A linha passou a operar em uma atmosfera de gás nitrogênio (N<sub>2</sub>) com umidade relativa inferior a 1%, reduzindo significativamente interferências relacionadas à absorção de água. Além disso, a estabilidade mecânica do sistema de microscopia de força atômica (AFM) foi melhorada em 20%, garantindo maior precisão em medições de alta resolução. Esses avanços fortalecem a capacidade da linha em atender demandas científicas desafiadoras.



*Figura 123: Imagem da clausura ambiental projetada e construída para o controle da umidade e fluxo de massas no experimento de nanoespectroscopia de infravermelho síncrotron*

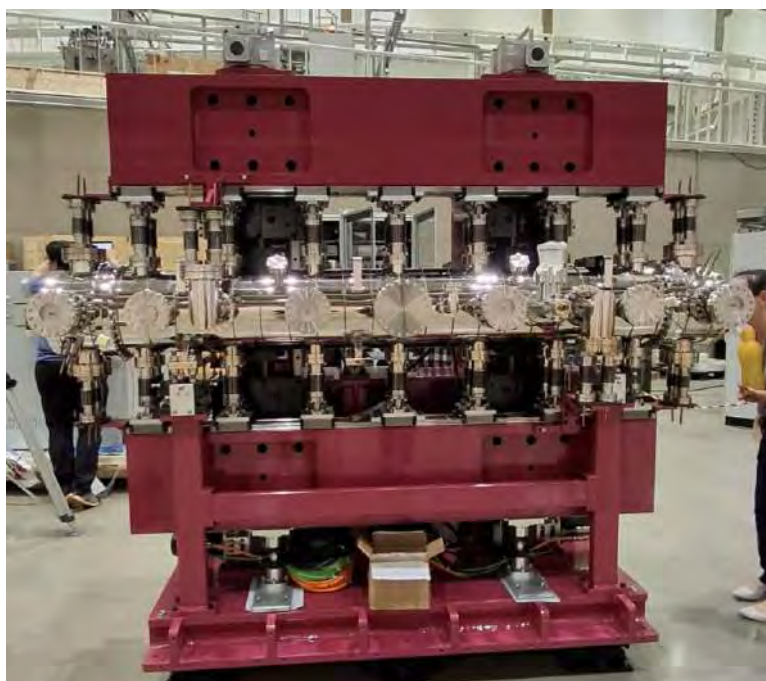
Estão planejados testes e comissionamento para avaliar em detalhe o impacto dessas melhorias nos experimentos realizados. A linha também buscará realizar experimentos mais desafiadores, que antes estavam fora de alcance, explorando os novos limites técnicos e científicos da infraestrutura. Esses avanços posicionam a IMBUIA como uma ferramenta ainda mais robusta para investigações em biologia e ciências de materiais na nanoescala.

### Linha de Luz paineira

No período a linha deu um passo crucial com a instalação do In-Vacuum Undulator (IVU18-1), dispositivo de inserção definitivo projetado para gerar feixes de raios X de alta qualidade. Essa fonte avançada opera em um intervalo de energias de 5 a 30 keV e substituiu o Wiggler 1T, que anteriormente operava de forma temporária na linha. A instalação do IVU18-1 foi acompanhada de ajustes técnicos detalhados para garantir sua integração ao sistema óptico da linha. O novo

dispositivo oferece maior estabilidade e eficiência energética, características essenciais para atender aos requisitos de experimentos de alta precisão.

O processo de comissionamento do IVU18-1 foi concluído com sucesso, permitindo sua operação acoplada ao monocromador da linha PAINEIRA. A sincronia entre esses dois sistemas possibilita mudanças rápidas e precisas na energia do feixe de raios X, garantindo a flexibilidade necessária para experimentos em uma ampla gama de materiais e condições experimentais. O novo dispositivo trouxe um ganho significativo no fluxo de fótons, alcançando até 1000 vezes mais intensidade em comparação com o sistema anterior do UVX, ampliando as capacidades experimentais da linha. Este ganho de fluxo é particularmente relevante para experimentos que requerem altas taxas de contagem, como difração de raios-X de alta resolução e estudos de estruturas complexas.



*Figura 124: Foto do dispositivo de inserção da linha Paineira, um in-vacuum ondulator de 18mm de abertura (IVU18-1). Produzido pelo Instituto Avançado de Pesquisa de Shanghai e a empresa SKY Technology Development CO. LTDA, ambos da Academia Chinesa de Ciências.*

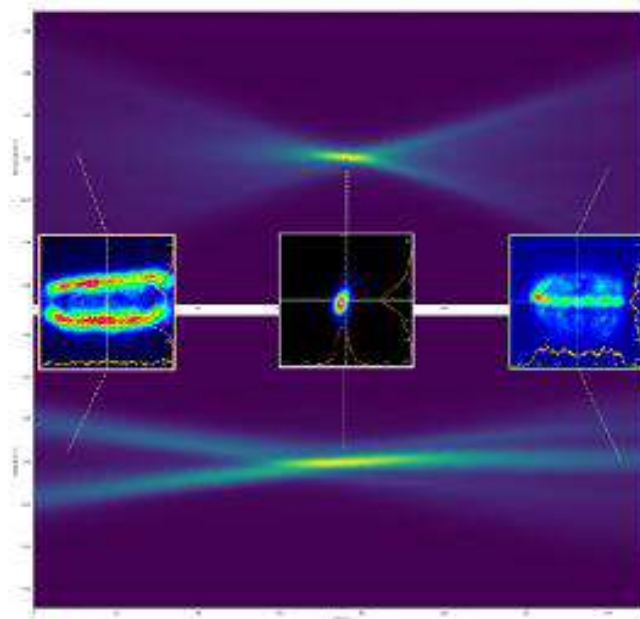
Para 2025, os esforços estarão voltados para o comissionamento avançado do ondulator em conjunto com o monocromador, com foco na identificação das condições ideais de operação para diferentes energias. O objetivo é otimizar o tempo de aquisição de dados e melhorar a estatística de contagens em experimentos, reduzindo o tempo necessário para alcançar resultados de alta qualidade. Essas melhorias técnicas consolidarão a linha PAINEIRA como uma infraestrutura robusta e versátil para estudos avançados de materiais e processos dinâmicos.

#### Linha de Luz cedro

A CEDRO alcançou avanços importantes em sua caracterização e preparação para experimentos científicos. Durante o primeiro semestre, o fluxo do feixe foi determinado utilizando fotodiodos, atingindo  $6,5 \times 10^{13}$  fótons/segundo a 254 nm, valor que representa cerca de 40% do fluxo simulado. Esse resultado, apesar de preliminar, fornece dados cruciais para ajustes futuros.

Paralelamente, foi adquirida uma câmera UV para a obtenção de cáusticas e a caracterização do feixe, ferramenta que auxiliou na focalização nas direções horizontal e vertical por meio da movimentação dos espelhos M2 e M3, garantindo maior precisão na entrega do feixe.

Para aprimorar o alinhamento do espectropolarímetro, foi desenvolvida e fabricada uma mesa óptica automatizada com movimentos nos eixos x, z e Ry, possibilitando um alinhamento refinado e mais eficiente do equipamento. Durante a parada longa do Sirius, novas interfaces gráficas foram criadas para a compilação de dados de caracterização do feixe, enquanto um porta-amostra com controle de temperatura, deslocamento linear e rotação foi desenvolvido para atender às demandas de experimentos mais complexos. Esses desenvolvimentos representam passos importantes para habilitar a linha ao atendimento de usuários.



*Figura 125: Cáustica realizada com Câmera Thorlabs Modelo BC210CU/M (com responsividade entre 200 e 400 nm) e corrente do anel em 100 mA. Um filtro passa-banda de 214nm, além do filtro de atenuação da própria câmera NDUV20B foram utilizados durante a aquisição das imagens. Figura acima é a visualização da cáustica em XZ e abaixo, a visualização da cáustica em YZ). Em destaque, no centro, três posições demonstrando o feixe antes da posição focal, no foco e após o foco. O tamanho estimado do feixe no foco, com a corrente em 100 mA, foi de  $66 \mu\text{m} \times 179 \mu\text{m}$ .*

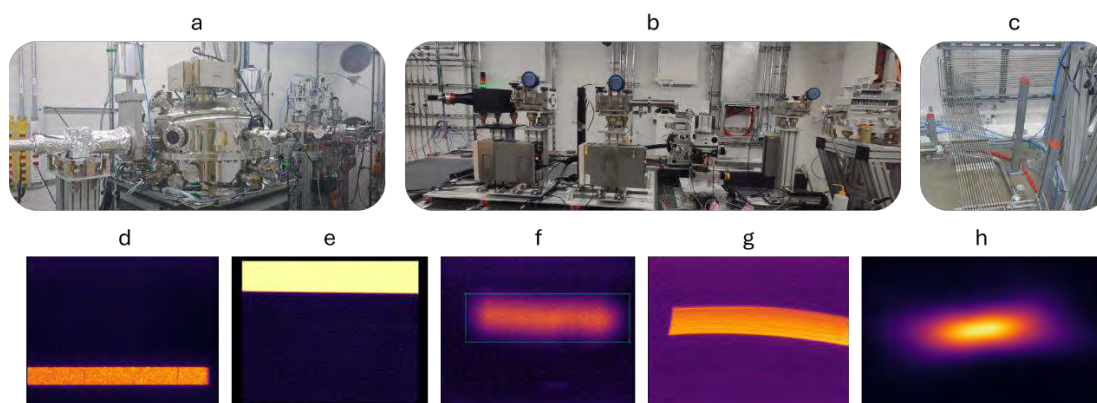
No próximo semestre, a equipe continuará o trabalho de caracterização e focalização do feixe após o aumento da corrente do anel para 200 mA, o que deverá resultar em um fluxo atualizado de fótons mais próximo do valor simulado. Além disso, o alinhamento do espectrofotômetro e o avanço no comissionamento científico estão entre as prioridades para que a linha possa iniciar o atendimento a usuários, consolidando sua posição como infraestrutura de ponta para estudos em espectroscopia UV.

### Linha de Luz Quati

Ao longo do ano, a linha de luz QUATI avançou significativamente na instalação de sua infraestrutura e no comissionamento técnico e na instalação de sua infraestrutura, preparando-se para sua operação plena. Um marco importante foi o comissionamento fora da linha (sem feixe) do monocromador de cristal duplo (DCM), permitindo varreduras rápidas de EXAFS de 1400

eV em toda a faixa de operação da linha, que abrange de 4,5 a 35 keV. Essa configuração alcançou resolução temporal de subsegundos, um passo crucial para experimentos que exigem alta precisão e velocidade. Durante o ano, foram concluídas as instalações de todos os elementos ópticos na cabana óptica, culminando na iluminação com o primeiro feixe na última semana de julho, antes do desligamento prolongado do síncrotron.

A infraestrutura da estação experimental também avançou, com a instalação dos principais elementos até novembro de 2024. Este progresso permitiu a iluminação inicial da estação experimental com raios X e o início do comissionamento técnico da linha. Após ajustes e realinhamentos ópticos, o primeiro feixe monocromático foi observado dentro da cabana experimental. Este avanço marcou a transição para etapas de otimização contínua, com foco na estabilização e no controle do feixe ao longo da linha. Paralelamente, foi concluído o layout do sistema de distribuição de gás, e uma primeira parte de sua infraestrutura foi instalada durante o desligamento prolongado, garantindo suporte para experimentos futuros que dependam de atmosferas controladas.



*Figura 126: Infraestrutura da linha de luz Quati, com alguns equipamentos principais selecionados instalados: a) DCM (monocromador de cristal duplo) posicionado dentro da cabana óptica (julho de 2024), b) detectores principais (câmaras de ionização) na estação experimental (setembro de 2024) e c) instalação de linhas de gás dentro da cabana experimental (outubro de 2024). Primeiros feixes observados após cada elemento óptico da linha de luz QUATI: d) dentro do front-end, após o primeiro espelho de colimação (janeiro de 2024); e a g) dentro da cabana óptica em julho de 2024 antes (e) e depois (f) do monocromador (DCM), g) após o segundo espelho de focalização; h) primeiro feixe monocromático observado na cabana experimental (novembro de 2024).*

Como sequência, o foco estará na otimização das condições do feixe monocromático na cabana experimental e na realização das primeiras medidas de espectroscopia de absorção de raios X. Essas etapas são essenciais para habilitar a linha QUATI a atender usuários e conduzir experimentos científicos com alta resolução e eficiência. Com a infraestrutura e o alinhamento progressivamente ajustados, a QUATI se aproxima de consolidar sua capacidade como uma linha de luz de referência para estudos avançados de materiais e processos químicos.

### Linha de Luz Sapê

Em 2024, a linha de luz SAPÊ avançou significativamente com a conclusão da instalação de sua cabana experimental e infraestrutura associada. Finalizadas em junho, essas etapas envolveram a montagem de uma estrutura metálica revestida com Isopainéis de 50 mm e 100 mm, projetados para oferecer isolamento térmico e acústico eficaz. O sistema de ar-condicionado

HVAC foi instalado para garantir estabilidade térmica rigorosa, com variação máxima de  $22 \pm 0,5^\circ\text{C}$  e fluxo de ar controlado, essencial para experimentos sensíveis. Além disso, quadros de distribuição elétrica de 220V, 220V UPS e 380V foram implementados para atender a cabana, a região de transporte e o *front-end* da linha, enquanto os sistemas de segurança EPS e PPS foram integrados para monitoramento e controle das operações.



Figura 127: A cabana instalada à esquerda, sistema de ar-condicionado HVAC e sistema de EPS, PPS e quadro de distribuição de 220V, 220V UPS e 380V, na foto à direita.

A instalação das utilidades na área de transporte e na região do *front-end* foi concluída, incluindo racks de controle e automação, tubos de fluidos, régua de tomadas industriais e cabeamento para os equipamentos ópticos. Esses sistemas fornecem suporte vital para a operação da linha e garantem a integração funcional entre as diferentes regiões. No período entre julho e outubro, foi realizada a instalação da ótica da linha na região do FOE (*First Optics Enclosure*), onde foram posicionados dispositivos como fendas, DVFs, *shutters* e os espelhos M1 e M2. A qualidade da montagem foi verificada para assegurar o alinhamento inicial e a funcionalidade de cada elemento.

#### Área de transporte



#### Frontend



F

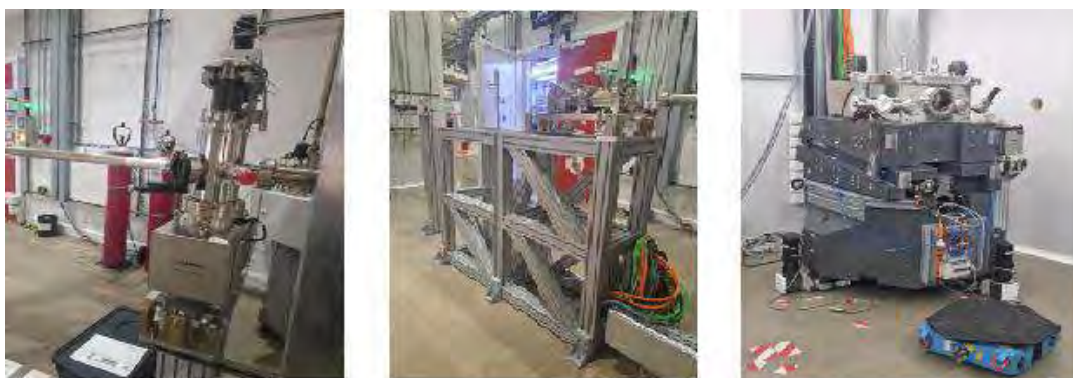
Figura 128: Painéis e racks de controle e automação, tubos de fluidos e régua de tomadas e tomadas industriais e os cabos dos equipamentos óticos instalados na área de transporte e no front-end.

Na região de transporte, foram instalados o DVF e parte do filtro de altos harmônicos, ampliando as possibilidades de controle e modulação do feixe. Já na cabana experimental, o espelho M3 foi

integrado ao sistema, completando a configuração óptica essencial para as operações iniciais da linha. Cada instalação foi acompanhada de validações técnicas detalhadas para garantir que os dispositivos atendam aos padrões esperados de desempenho e estabilidade. Esses avanços preparam a linha para as etapas finais de comissionamento.



*Figura 129: A figura mostra foto da fenda à esquerda, do espelho M1 ao centro e espelho M2 à esquerda. Todos os dispositivos foram instalados na região do FOE.*



*Figura 130: A figura acima mostra, à esquerda, o DVF, a região do filtro de altos harmônicos ao centro, na região de transporte da linha SAPÊ, à direita pode-se observar o espelho M3 instalado na área experimental da cabana.*

Os próximos passos incluem a montagem de um sistema de visualização do feixe na região da fonte secundária, o que permitirá o estudo da cáustica do feixe e um alinhamento preciso dos espelhos M1 e M2. A instalação do monocromador VLS-PGM na região de transporte e a montagem e comissionamento da estação experimental também estão planejados. Essas ações irão consolidar a operação da SAPÊ, preparando a linha para atender à comunidade científica com recursos de alta precisão e versatilidade.

### Linha de Luz Sapucaia

A linha de luz SAPUCAIA avançou em sua infraestrutura experimental com a instalação e integração dos arranjos experimentais 1 e 2, incluindo a automação completa de dois robôs para operação em sincronia com os demais sistemas da linha. Um programa foi desenvolvido para redução de dados e correção de imagens de espalhamento, aprimorando a qualidade e a precisão das análises. A geometria do detector 540D da Pitec foi caracterizada detalhadamente, permitindo ajustes finos no sistema. Esses avanços culminaram nas primeiras imagens obtidas

de amostras padrão, como o behenato de prata, capturadas em coletas de apenas 10 segundos, demonstrando a eficiência dos arranjos instalados.

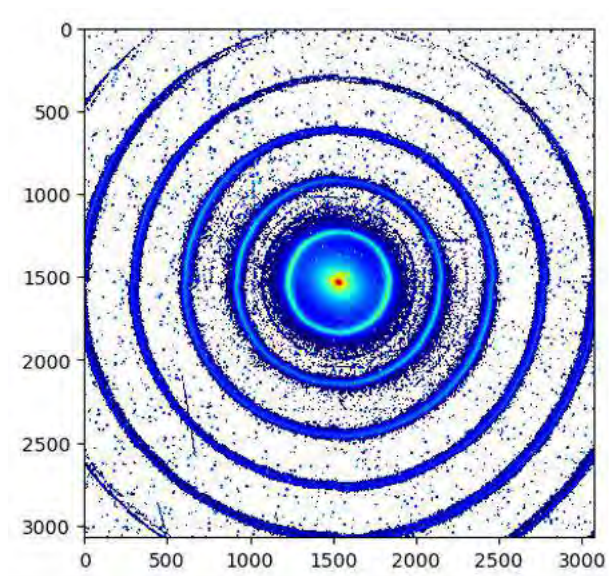


Figura 131: Imagem do espalhamento em baixo ângulo do behenato de prata. A imagem representa uma coleta de 10 s.

Os próximos passos incluem a montagem de arranjos específicos para medidas em líquidos e sólidos, ampliando as capacidades experimentais da linha. A caracterização do ondulador Kyma e do monocromador será realizada para garantir a estabilidade e a qualidade do feixe de raios X, enquanto medidas de SAXS com amostras padrão e conhecidas marcarão o início do comissionamento científico. Essas etapas consolidarão a SAPUCAIA como uma infraestrutura de ponta para estudos avançados de espalhamento em baixo ângulo, atendendo à demanda de usuários por análises de materiais complexos.

#### Linha de Luz Sabiá

Em 2024, a linha de luz SABIÁ implementou com sucesso a técnica de medidas *on-the-fly* para espectroscopia de absorção de raios X. Esse avanço foi viabilizado pela integração sincronizada do ondulador delta D52, localizado no setor 10, com o monocromador PGM da linha. O sistema permite movimentação simultânea e sincronizada dos dispositivos, enquanto a aquisição de dados inclui correntes de sinal da amostra, intensidade do feixe incidente e registro de valores de *encoders* e *timestamps*. A instalação de novos picoamperímetros com oito escalas de amplificação remotamente selecionáveis aumentou a flexibilidade operacional. Como resultado, o tempo necessário para uma medida típica de absorção de raios X foi reduzido de 15-20 minutos para apenas 15-30 segundos, representando um avanço significativo na eficiência das operações da linha.



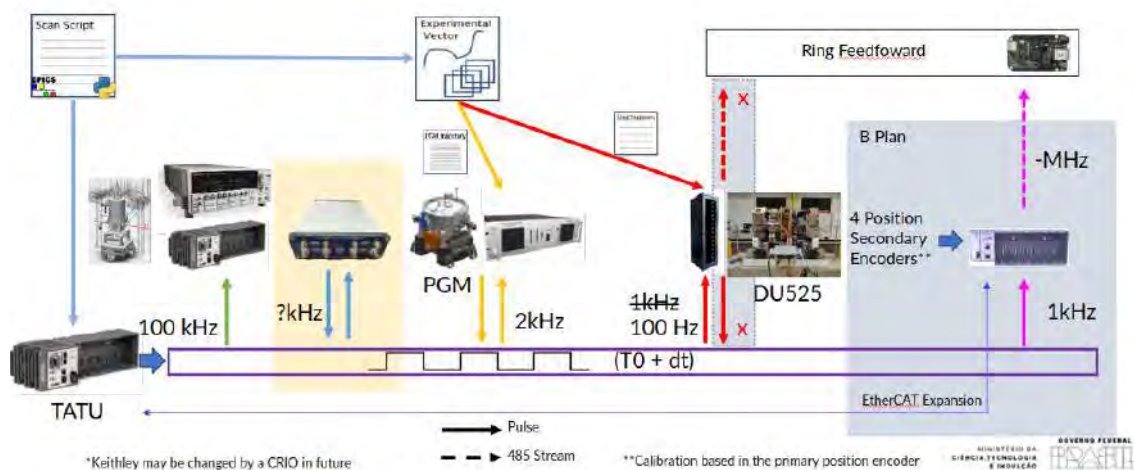


Figura 132: Esquema representando a integração e sincronismo entre o monocromador e o ondulator para permitir experimentos de espectroscopia de raios X de forma rápida.

No final do ano, foram concluídas as montagens das linhas de baixo vácuo para as estações experimentais HFM e PPEM, ampliando a flexibilidade e segurança durante mudanças de setup. Na estação experimental PEEM, foi realizada uma atualização estrutural importante: a substituição da base original de perfis de alumínio por uma peça monolítica de granito. Essa modificação proporciona maior estabilidade mecânica, minimizando o impacto de distúrbios mecânicos externos nas medições sensíveis realizadas na estação. Essas melhorias estruturais consolidam a infraestrutura da linha para atender demandas experimentais mais complexas e exigentes.



Figura 133: Estação PEEM com sua nova base de granito.

Para 2025, estão previstas melhorias adicionais na região da estação PEEM, incluindo a substituição dos atuadores piezoelétricos do manipulador e a automação de fendas atualmente

ajustadas manualmente. Além disso, será instalada uma nova estrutura de salas de apoio para recepção de usuários e abrigo do staff técnico e equipamentos, otimizando o suporte operacional entre as duas estações experimentais. Essas iniciativas reforçarão ainda mais a funcionalidade e a capacidade da linha SABIÁ para experimentos de espectroscopia de alta precisão e performance.

### Linha de Luz Jatobá

Em 2024, a linha de luz JATOBÁ avançou de forma significativa no planejamento e implementação de sua infraestrutura técnica. O desenho conceitual da linha foi concluído, abrangendo definições detalhadas do sistema óptico e mecânico, com foco na precisão dos espelhos M1 e M2. Esses componentes utilizam revestimentos multicamadas de Si/W para maximizar a reflexão e foram projetados para operar com sistemas *bender* que garantem estabilidade térmica e mecânica. A contratação dos espelhos foi iniciada em outubro de 2024, com entrega prevista para o segundo semestre de 2025. Simultaneamente, a cabana experimental foi instalada no hall do Sirius, juntamente com as salas acessórias, criando o espaço necessário para as futuras operações da linha.



*Figura 134: Cabana experimental (esquerda) e instalação completa das cabanas da linha de luz Jatobá no hall experimental.*

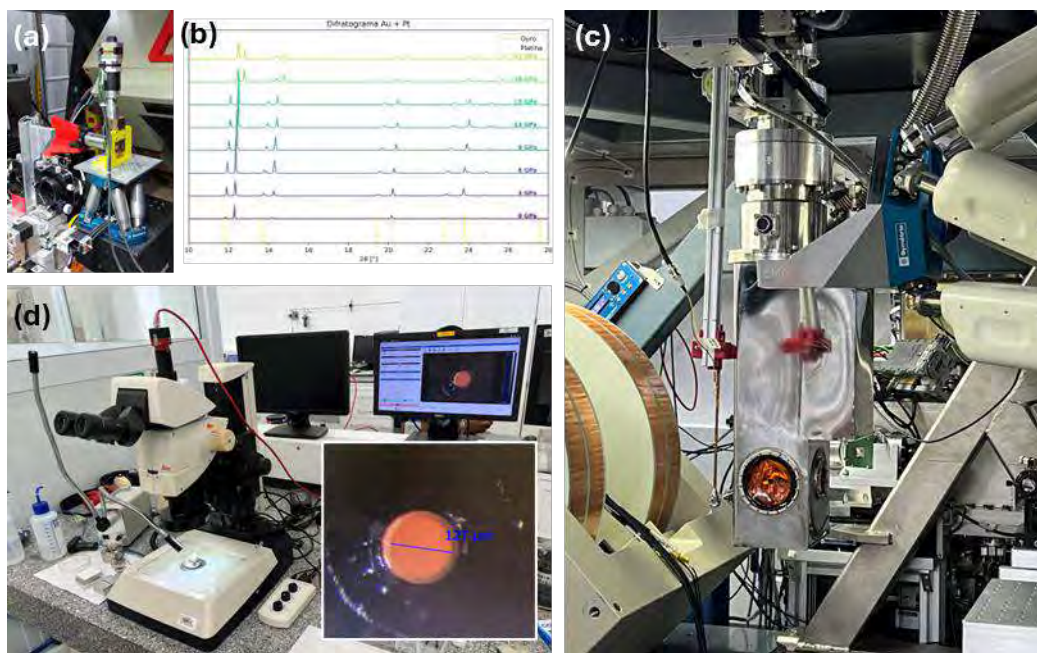
Os espelhos M1 e M2 são elementos centrais do sistema óptico da linha JATOBÁ. O espelho M1 incorpora um mecanismo *bender* de design inovador, desenvolvido internamente, que oferece controle nanométrico da curvatura e precisão angular. Este sistema inclui refrigeração ativa com interfaces térmicas à base de gálio-índio (GaIn), garantindo estabilidade térmica na ordem de milikelvin. Durante o desenvolvimento, deformações residuais de 60 nm e erros angulares de 1400 nrad foram estimados, confirmando a conformidade com os requisitos ópticos. Esses avanços técnicos asseguram a capacidade da linha para realizar experimentos de alta precisão.

Para o próximo ano estão previstas atividades como a montagem preliminar dos sistemas ópticos com espelhos dummies, medições ópticas e validações mecânicas, com entrega final dos espelhos de silício no *final* do ano. Além disso, o detalhamento da instrumentação da estação experimental avançará, incluindo a definição completa dos arranjos instrumentais e a compra do detector. A instalação dos sistemas ópticos e da estação experimental está programada para início de 2026, marcando a consolidação da linha JATOBÁ como uma plataforma de pesquisa de alta tecnologia e precisão no Sirius.

### LCTE- Laboratório de condições termodinâmicas extremas

Em 2024, o LCTE avançou significativamente no desenvolvimento e comissionamento de novos instrumentos, com destaque para a célula de pressão PI-DAC, fabricada em CuBe tratado termicamente e com abertura angular de 60°. Testes no sistema de laser do laboratório demonstraram que essa nova versão estabiliza a pressão em cerca de 40 segundos, um tempo significativamente inferior aos ~10 minutos das células DAC padrão acionadas por membranas de gás. A PI-DAC foi utilizada em experimentos na linha EMA, onde amostras padrão como Au e Pt foram analisadas por difração de raios-X em alta pressão, confirmando sua eficiência para estudos de troca rápida em temperatura ambiente. Esses resultados indicam que a PI-DAC está pronta para ser disponibilizada aos usuários.

Outra melhoria importante foi a criação de uma interface simplificada para microscopia óptica, desenvolvida em colaboração com o grupo de software SWC. Projetada para o microscópio Leica do laboratório, a interface permite aos usuários adquirirem imagens de suas amostras, inserir barras de escala e realizar medições de tamanho, atendendo às principais demandas operacionais. Com esta ferramenta, o LCTE expande suas capacidades de suporte para análises rápidas e acessíveis, incentivando a utilização dos recursos de microscopia óptica por uma base maior de pesquisadores.



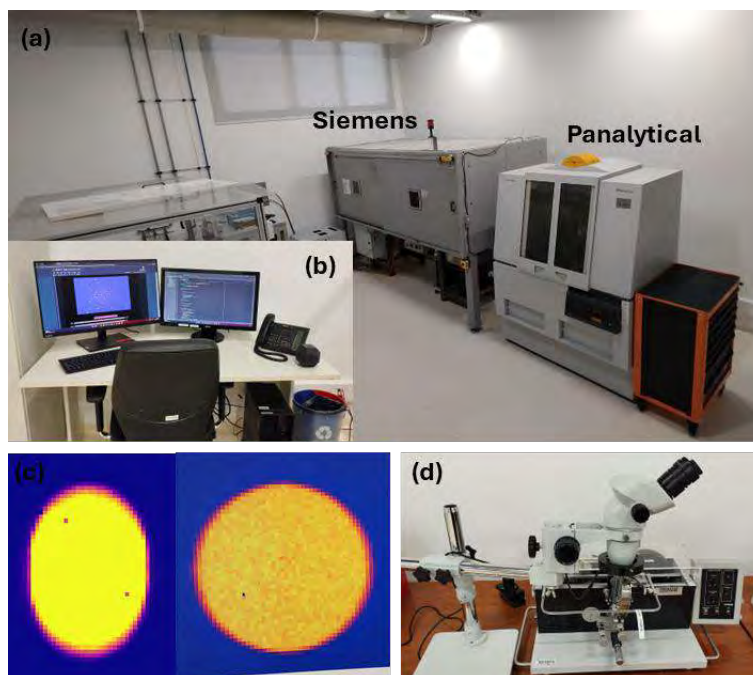
*Figura 135: Desenvolvimentos e melhorias de instrumentos no LCTE. (a) Montagem da PI-DAC na linha EMA para experimentos (teste) de difração de raios X, mostrados em (b). (c) Protótipo do criostato do setup-1 da linha EMA suspenso no sistema hexapod. (d) Nova interface para aquisição de imagens no microscópio óptico Leica.*

No âmbito de instrumentação criogênica, o protótipo do criostato setup-1 da linha EMA passou por adaptações importantes, incluindo o fechamento de janelas laterais e menores para interferometria. Testes iniciais identificaram problemas como o entupimento da linha de transferência e dificuldades em manter baixas temperaturas, causados pela insuficiente purificação do hélio utilizado. Após ajustes e o uso de hélio purificado, o criostato atingiu sua menor temperatura, 3 K, e manteve estabilidade por 6 horas com um consumo de 5 litros de

hélio por hora. O protótipo, montado na linha de luz e integrado ao sistema hexapod, demonstrou grande potencial, mas ainda requer soluções para travamento do goniômetro e movimentação estável de amostras em baixas temperaturas. Essas melhorias serão incorporadas em futuras versões do criostato, ampliando sua aplicabilidade em experimentos científicos avançados.

### LCOC- Laboratório de Cortes e Orientação de Cristais

Em 2024, o LCOC implementou melhorias significativas em sua infraestrutura e equipamentos. A reorganização das bancadas e dispositivos na sala dos geradores otimizou o espaço e a dinâmica de atendimento aos usuários. A aquisição de um novo computador para controle do gerador Siemens e do sistema de Laue integrado facilitou a orientação de cristais e a aquisição de imagens. Além disso, a mudança do modo de operação do tubo de raios X do gerador Siemens, de foco linha para foco ponto, resultou em um aumento no fluxo de raios X, melhorando a eficiência na análise de cristais. A montagem e comissionamento de uma serra de fio para corte de cristais também ampliaram as capacidades do laboratório, permitindo maior precisão e preservação de material em amostras sensíveis.

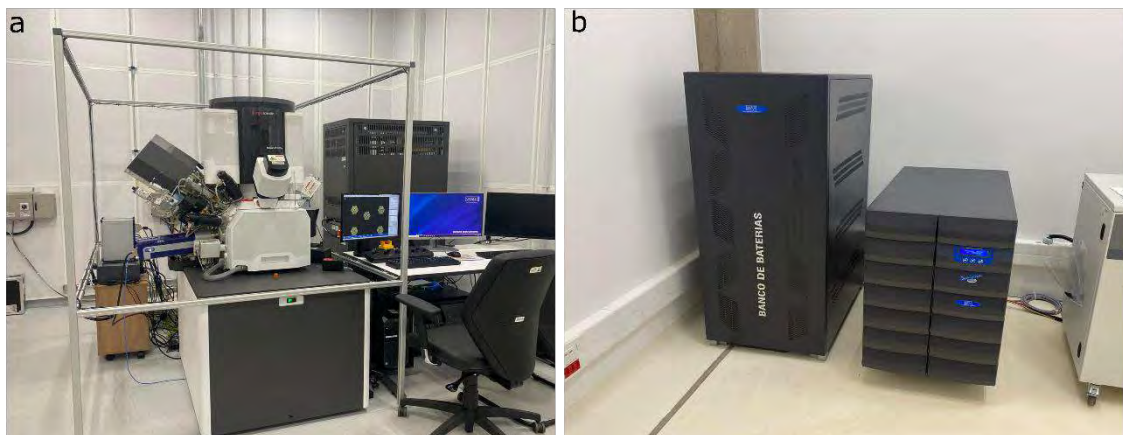


*Figura 136: Melhorias e aquisições para o LCOC. (a) Disposição da sala. (b) Estação de trabalho com novo computador para orientação de cristais. (c) Mudança do modo de operação de foco linha para foco ponto no sistema de Laue. (d) Serra de fio adquirida para realizar corte de amostras.*

Para 2025, o laboratório está adquirindo um novo tubo de raios X, cabo de alta tensão e uma placa CPU para o difratômetro Panalytical, com entrega prevista para o primeiro trimestre. Após a chegada desses itens, o equipamento será reparado e recomissionado, restaurando suas funcionalidades e expandindo ainda mais as capacidades do LCOC. Essas melhorias demonstram o compromisso contínuo do laboratório em fornecer infraestrutura avançada e suporte técnico de excelência para estudos de cristalografia e orientação de cristais.

### LAM- Laboratório de amostras microscópicas

O Laboratório de Amostras e Microscopia (LAM) realizou melhorias significativas para aumentar a precisão e confiabilidade de suas análises. A instalação de uma gaiola de Faraday em torno do microscópio de feixe duplo (PFIB) reduziu substancialmente a interferência eletromagnética do ambiente, garantindo maior estabilidade durante as medições. Essa infraestrutura foi essencial para assegurar a qualidade e a reprodutibilidade dos experimentos em um equipamento sensível a flutuações externas.



*Figura 137: (a) Gaiola de Faraday instalada em torno do PFIB. (b) No-break instalado para manter o compressor do PFIB.*

Adicionalmente, o aprimoramento da rede elétrica incluiu a instalação de novos disjuntores e de um *no-break* dedicado ao PFIB. Essa atualização garante maior proteção e estabilidade no fornecimento de energia, evitando interrupções e oscilações durante as operações. Essas iniciativas reforçam a capacidade do LAM em fornecer suporte técnico confiável e de alta qualidade para a caracterização avançada de amostras.

### L2D- Laboratório de sistemas bidimensionais

Em 2024, o Laboratório de Sistemas Bidimensionais (L2D) concluiu e entregou a Fase I do projeto da sala limpa, incluindo a construção da ante-sala e da sala limpa propriamente dita. Essa infraestrutura oferece um ambiente de trabalho controlado, essencial para a preparação de amostras bidimensionais e a fabricação de nanodispositivos. A sala foi projetada para atender aos padrões de controle de partículas, garantindo condições ideais para experimentos sensíveis. O uso de trajes especiais pelos integrantes do grupo e usuários durante as operações assegura a integridade do ambiente e a qualidade das amostras.

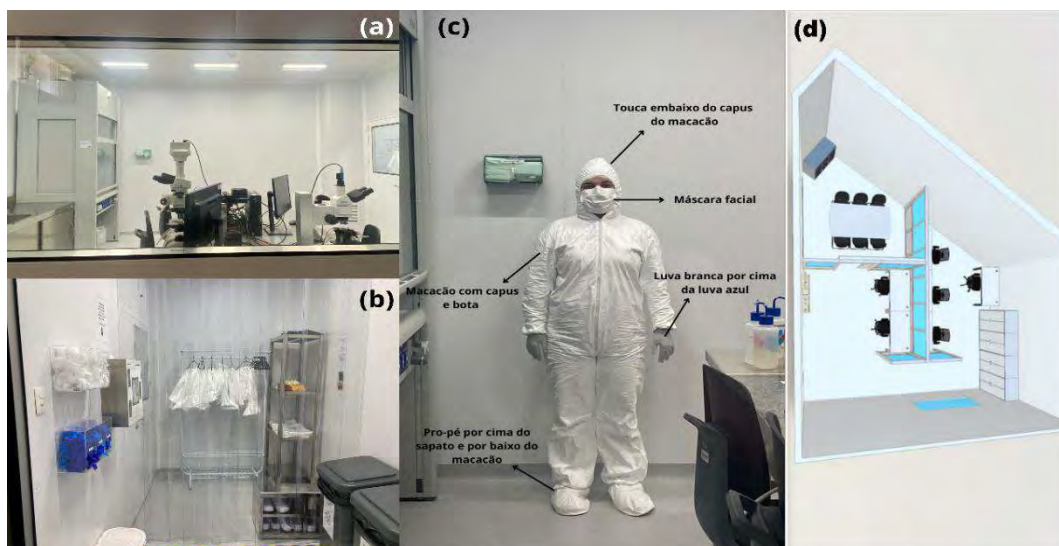


Figura 138: Atualizações na infraestrutura do LAM para otimização do processo de preparação e caracterização de amostras. (a) Visão externa da ante-sala. (b) Visão externa da sala limpa. (c) Integrante do grupo usando os trajes especiais de sala limpa. (d)

Para o próximo semestre, está previsto o início da Fase II, que incluirá a instalação de pontos de gás oxigênio e argônio, necessários para operar o plasma *cleaner* adquirido em 2024. Este equipamento permitirá a limpeza e a ativação de superfícies de substratos, aprimorando a preparação de amostras bidimensionais. Além disso, será finalizada a construção da área externa da sala limpa, destinada ao corpo técnico, que inclui assistentes técnicos, especialistas e estagiários. Essas melhorias consolidam o L2D como uma infraestrutura avançada para pesquisas em materiais bidimensionais e fabricação de nanodispositivos.

#### LCRIO- Laboratório de amostras criogênicas

O Laboratório de Preparo de Amostras Criogênicas (LCRIO) continuou operando como uma infraestrutura essencial para o suporte a experimentos com materiais moles e biológicos em temperatura ambiente e baixas temperaturas (-20 °C a -180 °C). O laboratório oferece ferramentas especializadas, como micrótopo rotativo, criostato, microscópio de microdissecção a laser e *plunge freezer*, que permitem o preparo de amostras com a preservação de sua estrutura e composição nativa. Para melhorar o fluxo de trabalho dos usuários, novos consumíveis de micromanipulação, incluindo pinças e ferramentas, foram adquiridos ao longo do ano.



*Figura 139: Foto do LCRIO mostrando os equipamentos e infraestrutura da instalação*

Entre janeiro e novembro de 2024, o LCRIO atendeu 48 usuários externos, com atividades que variaram desde cortes ultrafinos até manipulações criogênicas específicas para experimentos realizados nas linhas de luz do Sirius. Para o próximo ano, o laboratório buscará desenvolver técnicas que permitam trabalhar com amostras mais espessas, evitando a formação de gelo cristalino, o que ampliará ainda mais o escopo de amostras e tipos de experimentos atendidos pela infraestrutura. Essas melhorias visam consolidar o LCRIO como um recurso de excelência no preparo de amostras biológicas e materiais moles para estudos avançados.

#### LCA- Laboratório de ciências ambientais

Em janeiro o Laboratório de Ciências Ambientais (LCA) iniciou suas atividades como uma instalação aberta, recebendo seus primeiros usuários externos através do Sistema de Agendamento de Usuários (SAU). A modalidade de agendamento foi integrada às propostas submetidas para as linhas de luz, permitindo um planejamento unificado das atividades experimentais. Além disso, o laboratório também ofereceu submissão direta de propostas exclusivamente para usuários internos. Até o terceiro trimestre, foram agendadas 38 propostas, abrangendo projetos externos e internos, demonstrando a alta demanda pela infraestrutura do LCA. Durante o ano, novos equipamentos foram adquiridos para aprimorar as operações, incluindo uma placa de aquecimento com agitação e controlador de temperatura para síntese de amostras, uma estufa adicional para secagem devido à alta demanda e um notebook dedicado ao uso com o microscópio Leica e a câmara Fitotron.

A infraestrutura do laboratório foi ampliada com a instalação de linhas de gases nas capelas de exaustão. A capela 1 foi totalmente equipada com nitrogênio, argônio e uma linha de backup (atualmente CO<sub>2</sub>), enquanto a instalação na capela 2 permanece parcialmente concluída, aguardando aquisição de materiais para finalização. Adicionalmente, a cabine de segurança biológica Pachane PA410 passou por manutenção completa, incluindo a troca de filtros e lâmpada UV, garantindo condições ideais para trabalhos com amostras sensíveis. Esses avanços

estruturais e técnicos ampliaram a capacidade operacional do LCA, tornando-o mais eficiente e acessível para a comunidade científica.

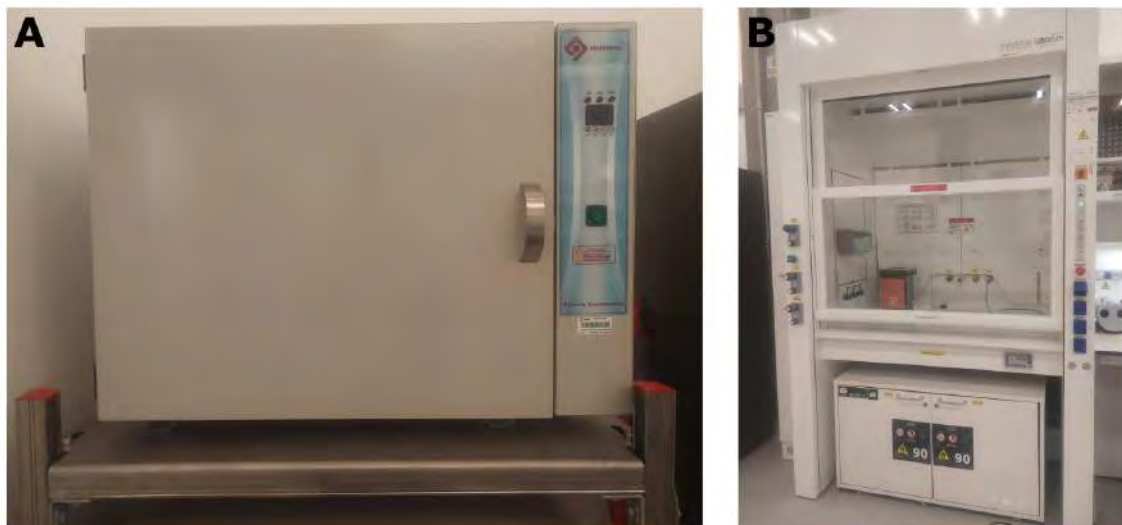


Figura 140: (A) Nova estufa para secagem de amostras. (B) Capela com infraestrutura completa de gases.

Para o próximo ano, estão previstas melhorias adicionais, incluindo a finalização da infraestrutura de gases na capela 2 e o aprimoramento das cabines de biossegurança com sistemas GLP. Um projeto em andamento com o ILL visa instalar uma nova infraestrutura de CO<sub>2</sub>, com alta pressão para atender o equipamento de secagem crítica e baixa pressão para aplicações na capela e na câmara Fitotron. Além disso, estão planejadas as aquisições de equipamentos essenciais, como centrífuga refrigerada com rotores, autoclave, incubadora shaker e medidor de densidade celular, que beneficiarão tanto o LCA quanto o Laboratório de Ciências Biológicas (LCB). Essas ações fortalecerão a infraestrutura do LCA, ampliando suas capacidades para atender às demandas crescentes de usuários.

#### LMF- Laboratório de materiais funcionais

O Laboratório de Materiais Funcionais (LMF) avançou significativamente em sua estruturação e preparação para operação. O layout completo do projeto, incluindo a distribuição de gás, está quase finalizado, estabelecendo as bases para uma infraestrutura robusta que permitirá a realização de experimentos avançados com gases no Sirius. Paralelamente, foram iniciados os processos de aquisição de mobiliário e componentes técnicos essenciais para o funcionamento do laboratório, garantindo que a instalação atenda às necessidades dos usuários. A *glovebox*, peça central da infraestrutura, foi disponibilizada e já está apta a ser utilizada em experimentos com amostras sensíveis ao ambiente externo.



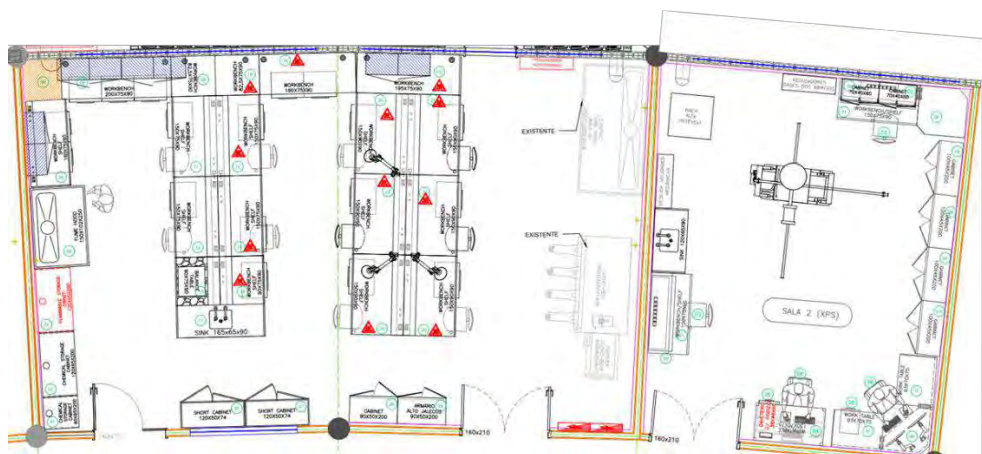


Figura 141: Desenho do LMF onde será instalada uma infraestrutura completa de gás para execução de experimentos.

Os próximos passos incluem a instalação da infraestrutura completa, incluindo sistemas de gás e mobiliário, e o início das atividades de caracterização de amostras em colaboração com os usuários. Com a finalização dessas etapas, o LMF estará preparado para operar como uma instalação de ponta, oferecendo suporte técnico e científico para estudos de materiais funcionais em condições controladas. Essas ações consolidarão o laboratório como uma infraestrutura essencial no portfólio de serviços do Sirius.

#### LNB- Laboratório Nanobio

O Laboratório Nanobio (LNB), inaugurado em janeiro de 2024, é dedicado ao estudo das interações entre nanomateriais e biomoléculas. Sua infraestrutura avançada inclui incubadoras com controle preciso de temperatura e rotação, permitindo condições ideais para o cultivo celular e reações bioquímicas. O laboratório dispõe de centrífugas de alta velocidade para a separação eficiente de componentes celulares e nanopartículas, além de equipamentos de caracterização como sistemas de espalhamento de luz dinâmico (DLS), que fornecem informações detalhadas sobre o tamanho e a distribuição de partículas em suspensão. Adicionalmente, espectrômetros de ultravioleta-visível (UV-Vis) e infravermelho (IV) permitem a análise de interações moleculares e a identificação de grupos funcionais em nanomateriais e biomoléculas. Entre janeiro e novembro de 2024, o LNB atendeu 47 usuários externos e 307 internos, demonstrando sua relevância no apoio a pesquisas multidisciplinares.



*Figura 142: Foto do Laboratório Nanobio mostrando os equipamentos e infraestrutura da instalação.*

Para aprimorar suas capacidades experimentais, o LNB planeja adquirir um rotor para microtubos compatível com a centrífuga refrigerada, capaz de atingir velocidades de até 22.000 rpm. Este equipamento permitirá a centrifugação eficiente de partículas de baixa densidade, como certas nanopartículas e componentes subcelulares, ampliando o escopo de pesquisas possíveis no laboratório. Com essa aquisição, o LNB reforçará sua posição como uma instalação essencial para estudos avançados em nanociência e biologia molecular, oferecendo suporte técnico de ponta para a comunidade científica.

#### LQ- Laboratório Químico

O Laboratório Químico (LQ) é uma instalação dedicada ao suporte químico geral no Sirius, oferecendo infraestrutura segura e especializada para a manipulação e preparação de amostras químicas. Em 2024, o laboratório manteve suas operações em plena capacidade, atendendo às demandas crescentes da comunidade científica. Equipado com fornos para tratamentos térmicos e instrumentos para preparação e caracterização de amostras, o LQ permite a execução de processos variados, desde sínteses químicas até análises físicas de materiais. Entre janeiro e novembro, o laboratório foi utilizado por 42 usuários externos e 300 usuários internos, reforçando seu papel central no suporte a experimentos realizados nas linhas de luz.



Figura 143: Foto do Laboratório Químico mostrando os equipamentos e infraestrutura da instalação.

Para 2025, o LQ planeja ampliar suas capacidades com a aquisição de uma prensa pneumática para a preparação de pastilhas. Este equipamento será essencial para a compressão de amostras em formatos adequados para análises, como espectroscopia e difração de raios X. Com essa adição, o laboratório busca oferecer ainda mais suporte técnico e garantir maior flexibilidade para atender às demandas dos usuários.

#### 4.1.3. Fase 2

As linhas de luz da Fase 2 do Sirius avançaram significativamente em diferentes estágios de desenvolvimento, desde a conclusão de infraestrutura até a validação de projetos ópticos e início de comissionamento. Linhas como TATU e TEIÚ finalizaram importantes etapas de construção e definição de componentes críticos, como monocromadores e sistemas de focalização, enquanto a SUSSUARANA e a ARIRANHA progrediram em projetos de alta energia, incluindo o uso de onduladores avançados e estações experimentais reaproveitadas do UVX. Essas ações reforçam a preparação das linhas para atender a aplicações científicas de ponta em áreas como nanoespectroscopia, espectromicroscopia e caracterização estrutural *in situ*, estabelecendo novas capacidades experimentais para a comunidade científica.

#### TATU: Terahertz and fAr-infrared Tip-enhanced Ultramicroscopy

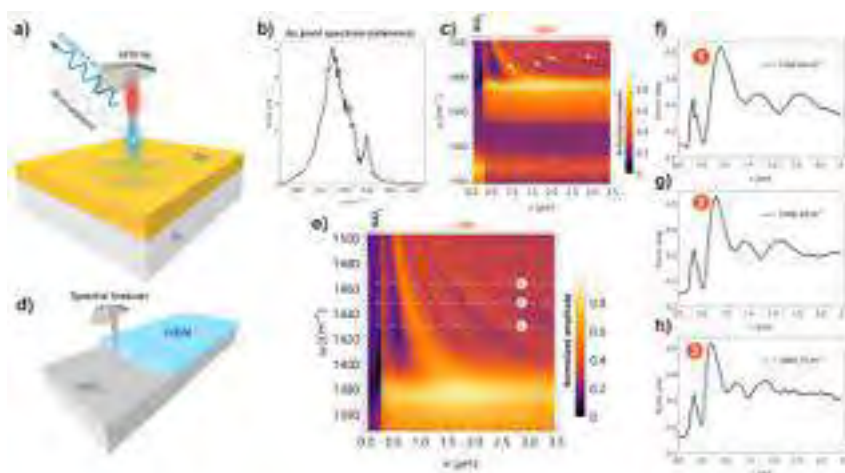
A linha de luz TATU avançou significativamente em sua infraestrutura e comissionamento experimental. A construção da estação e das salas associadas foi concluída, incluindo a instalação de estruturas metálicas de sustentação em junho e o acabamento de paredes, janelas e portas em outubro. Um marco importante foi a abertura do furo lateral na blindagem para extração da radiação THz/Far-IR, permitindo a integração da linha com a fonte síncrotron. Além disso, foi

iniciado o processo de instalação do sistema de ar-condicionado, com cassetes instalados para garantir controle térmico preciso, essencial para a operação de equipamentos sensíveis.



Figura 144: Visão geral da infraestrutura da nova linha de luz TATU com detalhes da estação experimental e salas de controle.

O comissionamento da estação experimental também começou, com foco no nanoscópio que operará na linha TATU. Este instrumento, desenvolvido com óptica de focalização customizada, está em fase de ajuste para definição de seus parâmetros ideais. Testes preliminares foram realizados utilizando fontes de bancada, como lasers DFG, e materiais de referência, como nitreto de boro hexagonal (hBN) em substratos de  $\text{SiO}_2$ . Esses testes forneceram informações iniciais sobre o desempenho do instrumento, que demonstrou resultados comparáveis a outros equipamentos em operação. Entre as inovações do nanoscópio, destaca-se sua motorização completa, que facilita a integração com a infraestrutura síncrotron e permite maior automação nos experimentos.



*Figura 145: Testes preliminares de nanoespectroscopia de IR em cristais 2Ds de hBN em SiO<sub>2</sub>. a) Esquema do experimento s-SNOM em modo de coleta de espectros pontuais, no exemplo substrato de Au/Si utilizado para medidas de referência, como o espectro ilustrado em b) tomado utilizando o canal B do laser DFG. c) Linescan spectral de cristal de hBN em SiO<sub>2</sub> com indicações de franjas de reflexão de fônon-polárítons (setas brancas) na borda do cristal. A medida também exibe a resposta dos fônons do SiO<sub>2</sub> em torno de 1130 cm<sup>-1</sup> (seta azul). O experimento é esquematizado em d). e) Linescan com indicação de frequências tomadas para a análise das franjas apresentadas em f-h).*

Os próximos passos incluem a finalização das instalações da linha e o início dos testes com radiação IR síncrotron. Essa etapa será essencial para validar o desempenho do nanoscópio em condições operacionais completas e explorar o potencial da TATU em nanoespectroscopia no infravermelho e na região THz, atendendo a uma ampla gama de aplicações científicas e tecnológicas.

### TEIÚ: TENDER X-Ray Spectromicroscopy for In-situ Experiments

Em 2024, a linha de luz TEIÚ avançou na definição de seu projeto óptico e infraestrutura técnica. O desenho óptico da linha foi concluído, incorporando elementos críticos como um espelho toroidal para focalização na fonte secundária SSA, um espelho de rejeição de harmônicos (HRM) antes do monocromador, um monocromador HD-DCM com dois pares de cristais (Si e InSb), e um sistema focalizante tipo Kirkpatrick-Baez (KB). Esse design permitirá o ajuste do tamanho do feixe na amostra, que pode atingir  $0,8 \times 0,8 \mu\text{m}^2$  para alto fluxo ou  $0,5 \times 0,5 \mu\text{m}^2$  para alta resolução espacial. O fluxo projetado na amostra varia de  $10^{10}$  a  $10^{11}$  fótons por segundo, garantindo alta qualidade para experimentos de microespectroscopia. As discussões com fornecedores para a aquisição dos espelhos já foram iniciadas, enquanto o monocromador será desenvolvido internamente, representando um dos maiores desafios técnicos do projeto.

Além disso, o desenho do *front-end* e da infraestrutura das cabanas foi definido, com as compras para o *front-end* já em andamento. A simulação de refletividade do sistema óptico indicou que as três reflexões no níquel, juntamente com opções de camadas adicionais de platina ou alumínio no espelho HRM, oferecem flexibilidade para ajustar a eficiência óptica em diferentes energias. Esses avanços colocam a linha em uma trajetória sólida para atender a aplicações científicas que exigem resolução espacial e espectral elevadas.

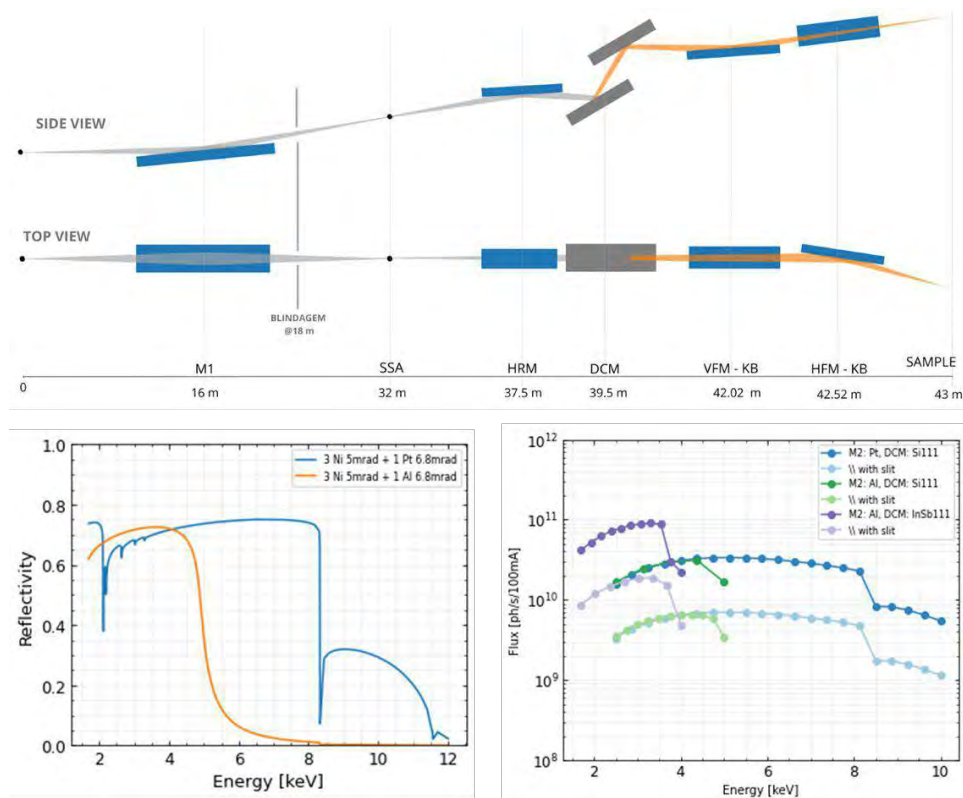


Figura 146: acima) Desenho óptico da linha TEIU, a partir da fonte de luz do dipolo central BC: espelho M1 toroidal, Fenda para definição de fonte secundária SSA, espelho de rejeição de harmônicos HRM, monocromador DCM, e conjunto de espelho KB (VFM e HFM). (abaixo-esquerda) refletividade teórica do sistema de espelhos incluindo as três reflexões no Ni e alternativamente adicionando as reflexões no espelho de HRM com cobertura de Pt ou de Al. (abaixo-direita) Fluxo simulado na amostra em função da energia levando em conta as refletividades dos espelhos e o uso dos diferentes pares de cristais monocromadores (Si ou InSb).

Os próximos passos incluem a definição do layout das cabanas após simulações de proteção radiológica, ajustes nos parâmetros dos espelhos com base nas discussões com fornecedores e o início do projeto definitivo do monocromador HD-DCM, que dependerá de soluções para a dissipação térmica no cristal de InSb. Em paralelo, será iniciado o detalhamento da estação experimental, incluindo o desenvolvimento de instrumentos e a concepção de ambientes de amostra diversificados. A construção da estação experimental está prevista para 2025, alinhando a infraestrutura da linha TEIU às demandas de pesquisa avançada no Sirius.

### SUSSUARANA: Synthesis, Strain/Stress, Additive manufacturing, and in-situ high energy material ANALYSIS

A linha de luz SUSSUARANA será equipada com o *Superconducting Wavelength Shifter* (SWLS), um dispositivo avançado projetado para gerar fótons de altíssima energia, atendendo às demandas de experimentos de alta resolução e penetração profunda em materiais densos. O SWLS opera com uma bobina central e auxiliares capaz de produzir um campo magnético de 6,6 T a uma corrente nominal de 228 A, com validação já realizada para correntes de até 300 A. O sistema mecânico e térmico do SWLS está sendo refinado para garantir estabilidade durante a

operação, enquanto uma fonte de corrente e um sistema de detecção de quench foram desenvolvidos *in-house*, reduzindo a dependência de fornecedores externos. A instalação do SWLS no anel de armazenamento está prevista para o primeiro semestre de 2026, com integração ao layout óptico da linha.

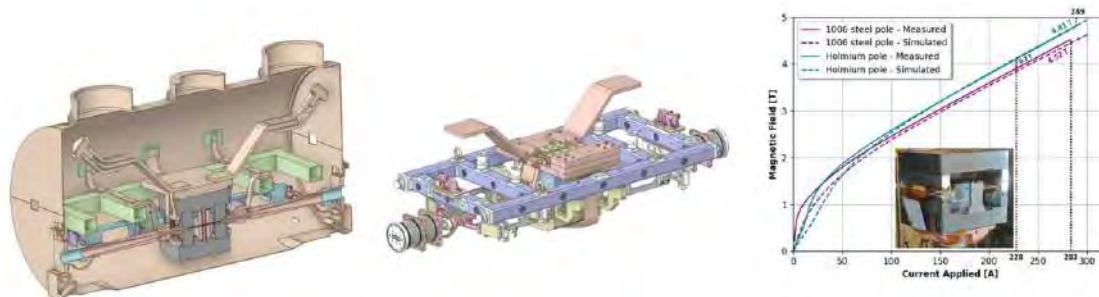


Figura 147: Sistemas mecânico/térmico e de instrumentação elétrica criogênica do SWLS. Campo magnético gerado de 4,81 T com uma única bobina central, validando a estimativa de 6,6 T para o conjunto completo, tendo sido atingida corrente de 300 A (operação é em 228 A).

O *front-end*, responsável pela proteção e transição do feixe para os componentes ópticos e estações experimentais, será baseado em um projeto padrão de linhas de dipolo, mas adaptado para a inserção de filtros de redução de carga térmica e bloqueios radiológicos ajustados às características de alta energia da SUSSUARANA. O sistema óptico contará com um monocromador *side bounce* que divide o feixe em dois braços e um monocromador Laue duplo no eixo principal. O braço adicional, posicionado a 5 graus do eixo principal, permitirá operar com energias de 45 keV (Si 111) e 86 keV (Si 311), com estudo de lentes CRL de alumínio para focalização de alta precisão. Como a instalação do monocromador para a faixa de 30-150 keV será concluída apenas em 2026, planejamos o início das atividades experimentais utilizando feixe branco na faixa de 30 a 200 keV logo após a montagem das cabanas experimentais ao final de 2025.

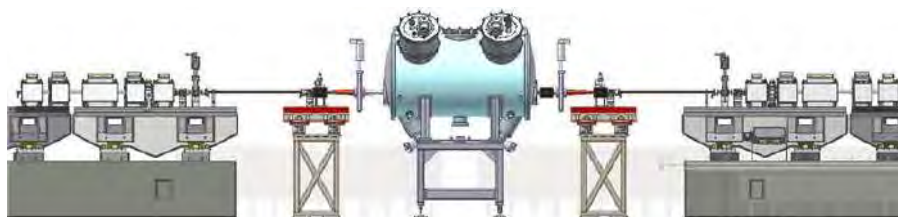


Figura 148; Design do trecho reto do anel de armazenamento incluindo o SWLS. A distância da fonte ao primeiro elemento óptico está previsto ser aproximadamente 27 m.

As cabanas óticas e experimentais estão sendo projetadas para lidar com feixes monocromáticos e brancos em condições de alta energia, exigindo blindagens radiológicas robustas, com paredes de chumbo de até 30 mm de espessura para atender aos requisitos de segurança. A entrega das cabanas está prevista para dezembro de 2025, com a instalação de utilidades mecânicas, elétricas e de ar-condicionado até março de 2025. Essas cabanas serão otimizadas para atender experimentos simultâneos em diferentes energias e configurações, aumentando a versatilidade da linha.

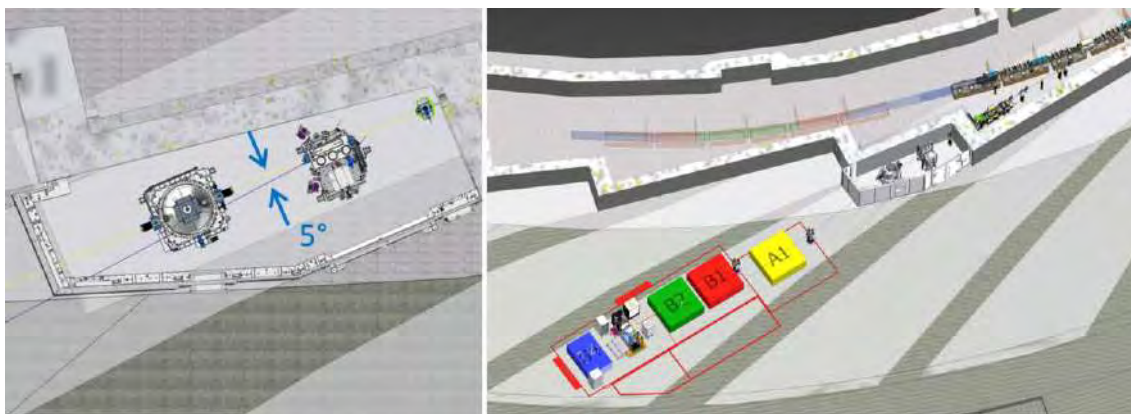


Figura 149: Layout da linha de luz. Cabana ótica com os monocromadores side bounce e Laue duplo. Duas cabanas experimentais de uso simultâneo: uma de mais alta energia com feixe monocromático e quatro estações experimentais; uma menor montada na saída a 5° do eixo principal para experimentos com feixe branco em duas energias fixas. Salas de controle (usuários) individuais e sala de apoio à instrumentação.

Com base em interações com a comunidade científica e visitas técnicas a síncrotrons na Europa, as estações experimentais da SUSUARANA atenderão demandas específicas, como manufatura aditiva com braço robótico, hidrogenação *in situ*, sinterização e compressão aquecida de metais para caracterização volumétrica. Equipamentos reaproveitados, como a Gleeble XTMS do antigo UVX, passarão por atualizações na parte elétrica e de controle, além de uma modificação estrutural para adaptar a câmara de ensaios à altura do feixe do Sirius. A conclusão dessas atualizações está prevista para o segundo semestre de 2025, seguida pelo início dos experimentos com configurações que exploram todo o potencial da linha SUSUARANA em aplicações de materiais avançados e metalurgia.

### ARIRANHA: Advanced Research on Instrumentation ANd Imaging for pHoton beAms

A linha de luz ARIRANHA será equipada com o ondulador APU22 como fonte de fótons, cuja instalação está prevista para novembro de 2025. Este dispositivo fornecerá um feixe de raios X de alta intensidade, essencial para os experimentos avançados da linha. Antes disso, o *front-end* da linha, que segue um design padrão já utilizado em outras linhas do Sirius, terá suas aquisições iniciadas em dezembro de 2024, com instalação programada para abril de 2025. Essa etapa marcará o início da transição do feixe para os sistemas ópticos da linha.

O projeto óptico da ARIRANHA inclui a adaptação do monocromador de duplo cristal HD-DCM-L, que já foi desenvolvido para outras linhas do Sirius, permitindo a utilização de feixes "pink" nas cabanas experimentais. A conclusão do projeto está prevista para janeiro de 2025, com a montagem programada para maio de 2026. Paralelamente, estudos críticos estão sendo realizados para avaliar o sistema de focalização KB proveniente do UVX, incluindo testes mecânicos e metrológicos, bem como possíveis adaptações com *encoders*. Além disso, estão em andamento estudos iniciais para integrar ópticas avançadas, como lentes refrativas compostas (CRL) e Fresnel Zone Plates (FZP), para expandir as capacidades experimentais.



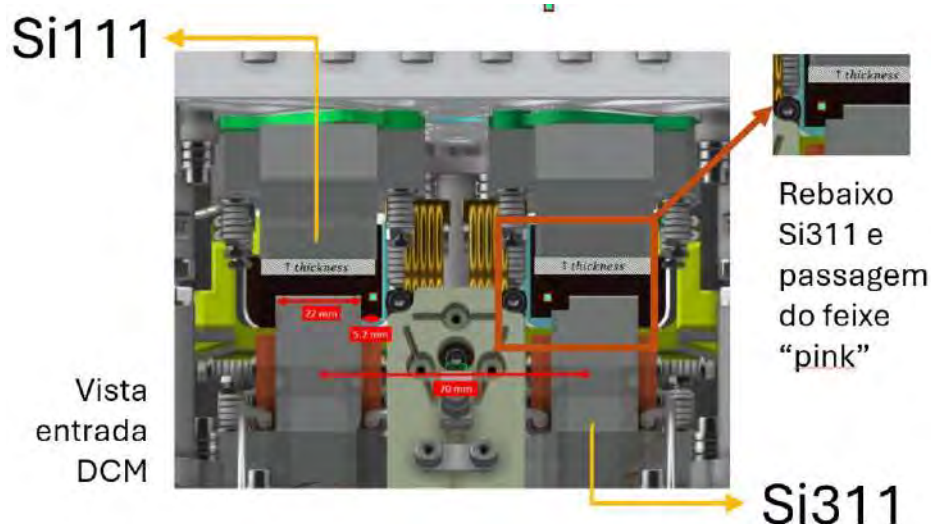
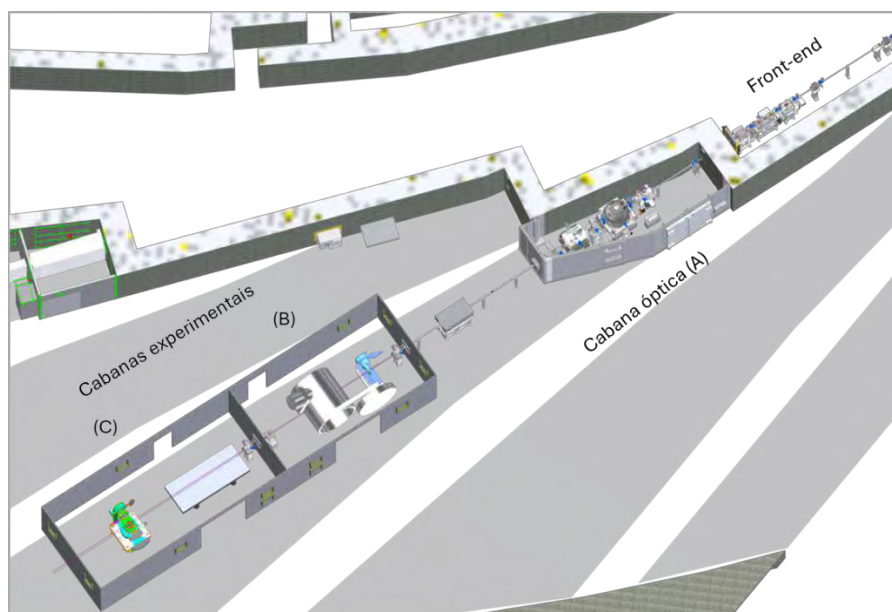


Figura 150: Detalhe do monocromador de duplo cristal HD-DCM-L, mostrando os cristais de Si111 e Si311. O rebaixo no cristal Si311 permite a passagem do feixe "pink" quando o cristal está fora de operação. A separação de 70 mm entre os cristais e a espessura de 22 mm da estrutura foram otimizadas para estabilidade térmica e alinhamento preciso. Os sistemas de mola e suporte garantem ajuste fino e reprodutibilidade, enquanto o design permite alternância eficiente entre diferentes configurações de energia e modos de operação.

A instalação das cabanas será uma etapa importante. A cabana ótica (A) será instalada até junho de 2025, enquanto as cabanas experimentais (B e C), projetadas para atender duas estações experimentais, têm entrega prevista para dezembro de 2025. A estação B será dedicada à metrologia óptica e contará com um refletômetro em vácuo adquirido do laboratório PBT na Alemanha e um difratômetro do UVX, cujo envio e compatibilização ocorrerão em janeiro e no segundo semestre de 2025, respectivamente. A estação C será voltada para instrumentação com luz síncrotron e incluirá uma mesa óptica e outro difratômetro também proveniente do UVX.



*Figura 151: Layout da linha de luz ARIRANHA, destacando as cabanas ótica (A) e experimentais (B e C). A cabana ótica (A) acomoda os elementos de controle do feixe, enquanto as cabanas experimentais (B e C) são projetadas para atender duas estações experimentais.*

Com os equipamentos e instalações sendo entregues em etapas, a ARIRANHA entrará em operação em 2026, oferecendo recursos diversificados para experimentos de metrologia óptica e instrumentação científica com luz síncrotron. A combinação de sistemas ópticos avançados, como CRL e FZP, com instrumentos reaproveitados do UVX, oferecerá precisão e versatilidade aos pesquisadores, estabelecendo a ARIRANHA como uma infraestrutura de ponta no Sirius.



*Figura 152: Modelo tridimensional da infraestrutura da linha de luz ARIRANHA, incluindo a cabana ótica e as cabanas experimentais. Essas cabanas foram projetadas para lidar com feixes monocromáticos e "pink", acomodando duas estações experimentais: a estação B dedicada à metrologia óptica, equipada com um refletômetro em vácuo e um difratômetro do UVX, e a estação C, voltada para instrumentação com luz síncrotron, com mesa óptica e outro difratômetro do UVX. A estrutura também inclui áreas dedicadas à instrumentação científica e suporte técnico.*

## 4.2. Projeto Orion

O ORION está sendo projetado para ser integrado ao SIRIUS com o objetivo de alavancar pesquisas avançadas em doenças infecciosas, preenchendo uma lacuna significativa nas atuais capacidades de imageamento 3D de amostras biológicas. Na mesoescala, ferramentas de bioimagem de raios X podem elucidar mudanças estruturais em células, tecidos e órgãos, fornecendo evidências cruciais sobre a dinâmica da infecção e propagação viral. No entanto, as metodologias atuais de preparação de amostras e de medidas em síncrotron são limitadas a amostras de baixos níveis de biossegurança. Dessa forma, enquanto proteínas isoladas podem ser estudadas com relativa segurança, células, tecidos e organismos podem ser altamente infecciosos, exigindo manipulação especializada. Atualmente, a inativação de amostras é o método principal para estudar amostras de níveis de biossegurança 3 e 4 (NB3 e NB4) nos mais variados laboratórios do mundo. No entanto, essa manipulação pode induzir alterações estruturais, impactando potencialmente interpretações dos resultados obtidos.

Consequentemente, há uma urgência social que se construam linhas de luz de imageamento de amostras biológicas dentro do mesmo ambiente de biossegurança dessas amostras, permitindo assim a investigação de espécimes nativos infectados com patógenos NB3 e NB4. Uma das grandes propostas do ORION é conectar ambientes NB3 e NB4 a três linhas de luz: (1) SIBIPIRUNA (*Soft x-ray bio-Imaging Beamline with Partially coherent Illumination for Resolving cellular Ultra-*

structure in NANometers) para tomografia de células individuais, (2) TIMBÓ (*Tender x-ray coherent IMaging Beamline for ex-vivo small animal Organs and tissues*) para tomografia de tecidos e (3) HIBISCO (*High-energy Beamline for In-Vivo Small animal COmputed tomography*) para tomografia de organismos.

Abaixo serão detalhados os principais desenvolvimentos alcançados durante o último ano, com foco nas linhas SIBIPIRUNA, TIMBÓ e HIBISCO. Com o avanço dos projetos das linhas de luz e fluxo de preparação de amostras, bem como o crescente entendimento das equipes de engenharia a respeito das restrições impostas pelo ambiente de máxima contenção biológica ao projeto de linhas de luz, diversas interfaces com o prédio e com os outros programas científicos do Orion foram detalhadas. Avanços importantes foram conquistados nos temas de descontaminação e biocontenção em laboratórios e equipamentos, na definição dos fluxos de trabalho e equipamentos de preparação de animais e amostras criogênicas, bem como os métodos de transferência de amostras para dentro das estações de preparação e estações experimentais.

A Figura 153 abaixo mostra a planta atualizada das instalações de imageamento do prédio Orion, incluindo as linhas HIBISCO, na zona NBA-4, as linhas SIBIPIRUNA e TIMBÓ, na zona NB-4, e o parque de microscopia eletrônica na zona NB-3.

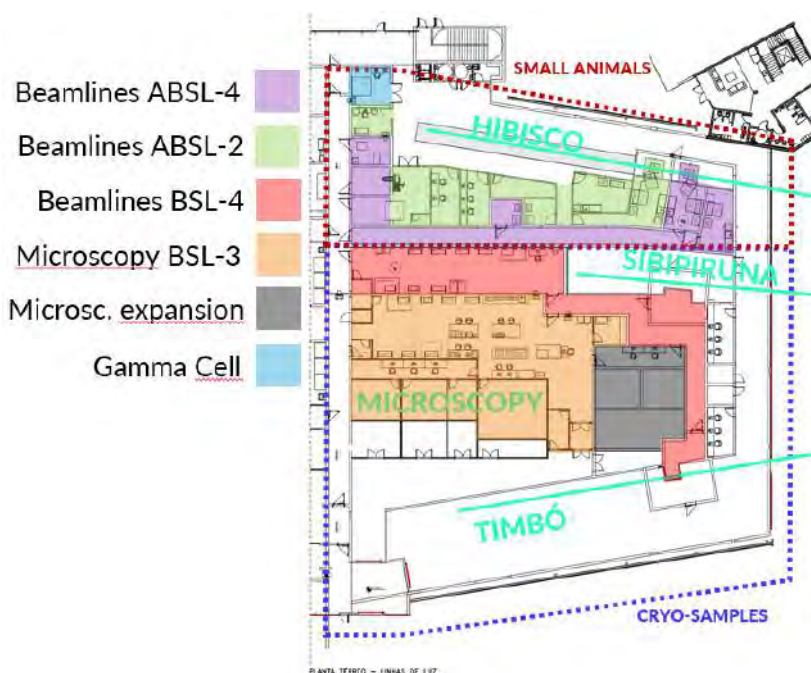


Figura 153: Planta exibindo a ocupação e segmentação de áreas de biocontenção previstas para o setor E do prédio do Orion.

#### 4.2.1. Linha de Luz SIBIPIRUNA

A linha de luz SIBIPIRUNA será dedicada à criotomografia de células por contraste de absorção, utilizando a técnica de microscopia de campo total (full field) na faixa de raios-X moles (janela da água). O projeto inclui uma configuração óptica primária composta por um espelho focalizador (M1), monocromador do tipo PGM, fonte secundária (SSA) e um espelho colimador (M2). Essa configuração foi projetada para operar em duas estações experimentais distintas: a estação SIBIPIRUNA-Sirius, localizada no hall experimental do Sirius e dedicada a amostras

biológicas de nível 2 (NB2), e a estação SIBIPURUNA-Orion, situada no complexo Orion, que lidará com amostras biológicas de níveis 3 e 4 (NB3 e NB4). A estação Sirius servirá como plataforma de prototipagem, permitindo validar fluxos de trabalho e soluções técnicas para a estação Orion, que terá requisitos mais rigorosos de biocontenção.

Em 2024, um foco significativo foi dado ao ajuste do layout da linha de luz para se adequar às mudanças arquitetônicas do Projeto Orion. Esse processo incluiu revisões no posicionamento de salas, corredores de acesso e equipamentos, bem como a redefinição de fluxos de trabalho necessários para atividades experimentais seguras e eficientes. Paralelamente, avançaram os estudos de biocontenção, que resultaram em soluções robustas como clausuras adicionais, painéis de transferência, sistemas de isolamento na linha de luz e tecnologias de ensacamento para proteção de componentes sensíveis. Estratégias de descontaminação foram definidas com base no uso de agentes químicos como dióxido de cloro e peróxido de hidrogênio híbrido, garantindo um ambiente seguro para pesquisas que envolvam agentes infecciosos de alta periculosidade.

Os avanços técnicos no arranjo óptico do microscópio foram igualmente notáveis. Especificações detalhadas foram desenvolvidas para os elementos de focalização (condensador) e formação de imagem (objetiva), além do modelo e distâncias de trabalho do detector. O design do espelho M2 colimador foi refinado para permitir que ambas as estações experimentais utilizem ópticas idênticas, simplificando a manutenção e aumentando a interoperabilidade. Esse arranjo óptico foi projetado para atingir alta resolução espacial e estabilidade, assegurando imagens nítidas e confiáveis mesmo em condições desafiadoras. Adicionalmente, a infraestrutura óptica foi projetada para suportar métodos avançados de automação, facilitando a execução de experimentos complexos com maior precisão.

A infraestrutura das estações experimentais também recebeu atenção detalhada. A estação SIBIPURUNA-Sirius será equipada com sistemas que permitem o carregamento e manuseio seguro de amostras NB2, enquanto a estação SIBIPURUNA-Orion contará com soluções de engenharia específicas para lidar com agentes NB3 e NB4. As duas estações incluirão tecnologias de descontaminação integradas e suporte para *workflows* controlados, como painéis de transferência pressurizados e sistemas de troca de amostras automatizados. Essa abordagem modular permitirá flexibilidade operacional e atenderá às necessidades específicas de experimentos biológicos em diferentes níveis de segurança.

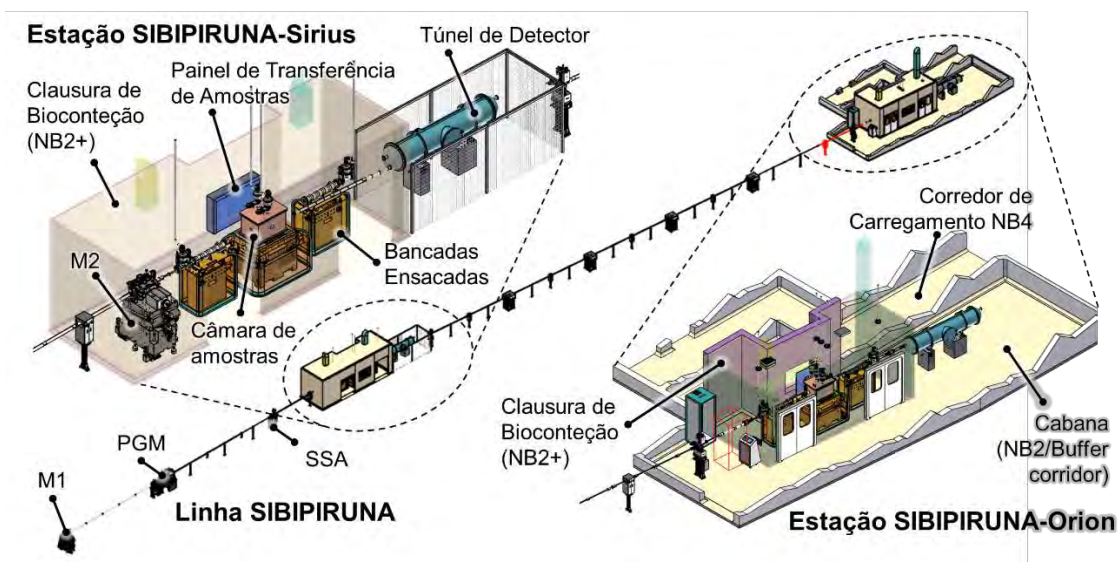


Figura 154: Linha de luz SIBIPIRUNA, com destaque para: o espelho M1 (ainda dentro da blindagem do Sirius), o monocromador PGM, a fonte secundária SSA, o espelho M2, e as estações experimentais SIBIPIRUNA-Sirius e SIBIPIRUNA-Orion. A estação Sirius tratará de agentes limitados à classificação NB2, mas servirá de prototipagem e provas de conceito e de fluxo de trabalho para a estação Orion, dedicada a agentes NB3 e NB4. Soluções de biocontenção e processos de descontaminação incluem clausuras complementares, painéis de transferência, infraestrutura de descontaminação e tecnologias de ensacamento para proteção de componentes sensíveis.

Para os próximos períodos, o cronograma prevê a instalação dos itens do *front-end* ao longo das paradas de máquina do Sirius em 2025. A fase de detalhamento técnico das cabanas experimentais está em andamento, com instalação prevista para o mesmo período. Os elementos ópticos encontram-se em fase de cotação, e sua montagem e integração estão planejadas para o primeiro semestre de 2026. Os instrumentos das estações experimentais estão em desenvolvimento preliminar, com finalização e integração programadas para meados de 2026. O comissionamento da estação SIBIPIRUNA-Sirius deverá começar até o final de 2026, enquanto a estação SIBIPIRUNA-Orion evoluirá em paralelo ao progresso na construção do complexo Orion. Este projeto representará um marco na infraestrutura do Sirius, capacitando pesquisas em criotomografia biológica e estudo de agentes infecciosos de alta complexidade.

#### 4.2.2. Linha de Luz TIMBÓ

A linha de luz TIMBÓ será dedicada a tomografias avançadas de tecidos, organoides e esferoides infectados por patógenos de diferentes níveis de risco biológico, abrangendo técnicas de holotomografia, pticotomografia e propagação por contraste de fase. A faixa de energia configurada para os experimentos está entre 5 keV e 20 keV, permitindo flexibilidade para atender a diferentes aplicações científicas. Os campos de visão variáveis, que vão de 100  $\mu\text{m}$  a 4 mm, permitirão a análise de amostras de diferentes tamanhos e complexidades. Todas as amostras serão analisadas em condições de criogenia e alto vácuo, preservando sua integridade estrutural durante os experimentos. O dispositivo de inserção será um ondulator criogênico CPMU14, posicionado na região de baixo beta do Sirius, oferecendo coerência e alto fluxo de fótons para maximizar a eficiência experimental.

A infraestrutura da TIMBÓ será composta por duas cabanas principais. A cabana A, localizada no Sirius, abrigará o monocromador de cristal duplo (HD-DCM-L), espelhos de focalização vertical e horizontal, além de dispositivos como fendas e sistemas de manipulação do feixe. A cabana B, situada no complexo Orion, atenderá aos requisitos de biossegurança e proteção radiológica, abrigando componentes óticos finais, como Fresnel Zone Plates (FZP) e guias de onda, manipuladores de amostras e câmaras de alto vácuo. Para segurança adicional, a cabana B contará com *delay lines* posicionadas *upstream* e *downstream* da câmara principal, projetadas para retardar ondas de choque em caso de falha nas janelas de raios X ou pressurização acidental da câmara. Um túnel de vácuo com 28 metros de extensão permitirá a movimentação dos detectores para ajustes finos de contraste e resolução durante os experimentos.

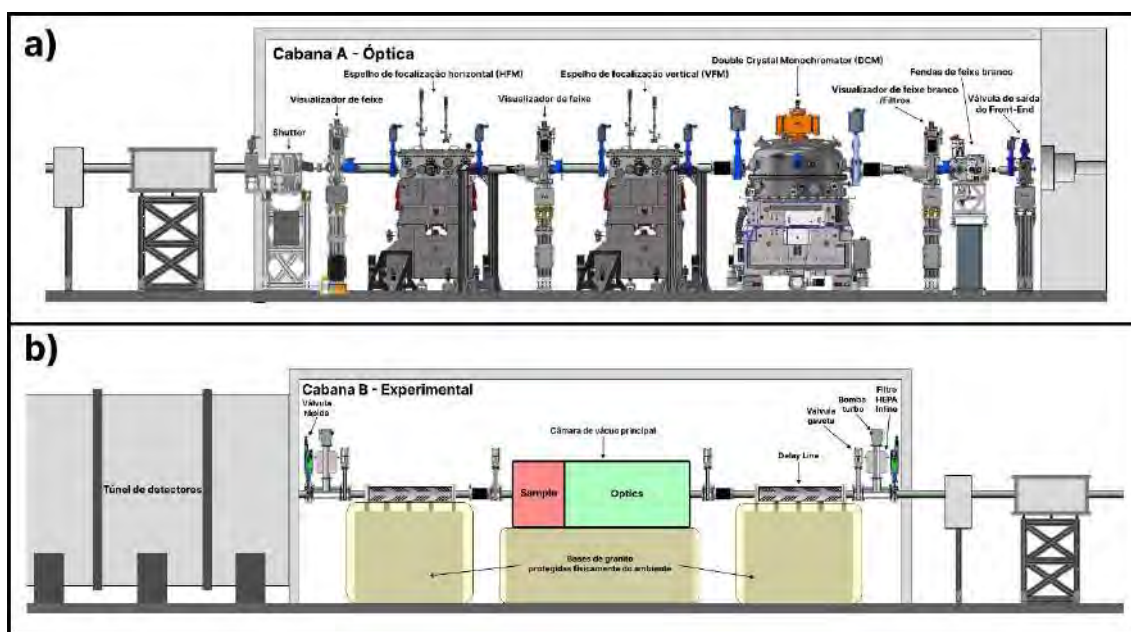


Figura 155: Conceito geral das cabanas A e B da linha de luz Timbó. a) Esquemático da cabana óptica. Caminhando no sentido *downstream*, estão ilustrados: válvula de saída do front-end, fendas para feixe branco, DVF, DCM, câmara do VFM, DVF, câmara do HFM, DVF e shutter. b) Esquemático da cabana experimental. Caminhando no sentido *downstream*, estão ilustrados: conjunto de válvulas e bomba turbo, delay line, câmara principal para a óptica e amostra, delay line e conjunto de válvulas e bomba turbo. Em amarelo estão representados ensacamentos das bases de granito para proteção contra agentes descontaminantes.

O design óptico da TIMBÓ foi desenvolvido para atender a três modos principais de operação. Na holotomografia, espelhos localizados na cabana A focalizam o feixe sobre uma FZP na cabana B, que conduz o feixe filtrado por uma guia de onda para criar frentes de onda homogêneas, essenciais para alta precisão em imagens tomográficas. Na pticotomografia, a guia de onda é removida, permitindo que o feixe menor seja scaneado na amostra, oferecendo resolução excepcional para detalhes estruturais finos. Na tomografia com feixe paralelo, tanto a FZP quanto os espelhos são removidos, e o feixe segue diretamente do monocromador para a amostra, ampliando o campo de visão para análises de objetos maiores. Essas configurações são complementadas por detectores móveis no túnel de vácuo, ajustáveis até 28 metros, otimizando a resolução espacial e o contraste.

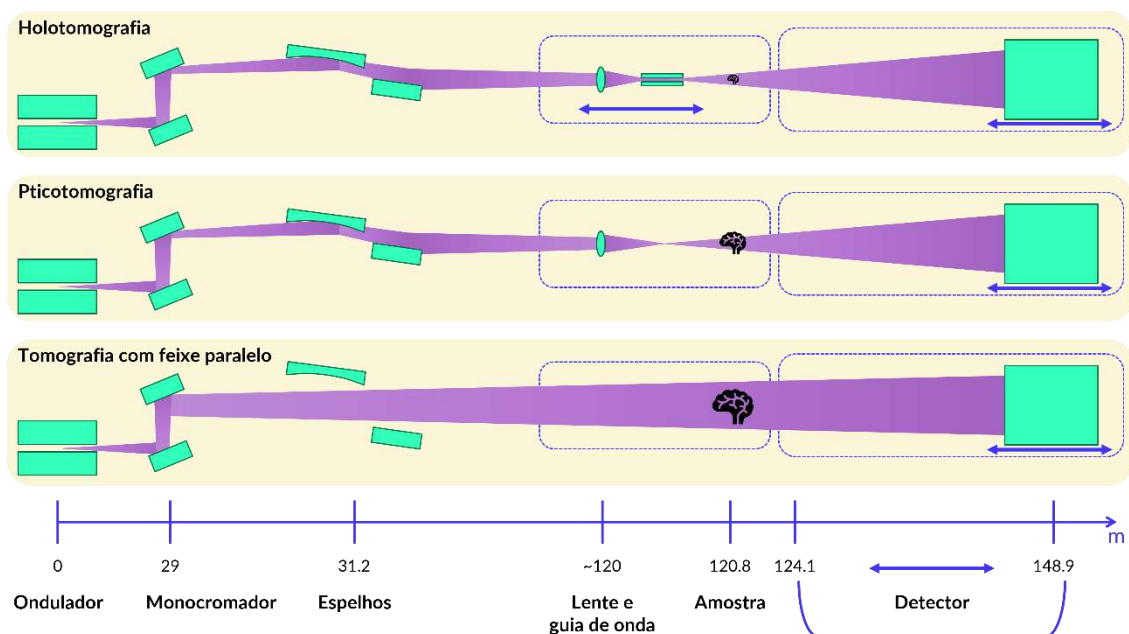


Figura 156: Layout óptico proposto para a TIMBÓ a partir do grau de detalhamento atual das simulações. O feixe de fótons é gerado a partir de um ondulador criogênico, e sua energia filtrada por um monocromador de dois cristais. A realização de cada uma das três técnicas fundamentais da linha pressupõe configurações distintas de seus elementos ópticos. Para experimentos de holotomografia (acima), um par de espelhos na cabana óptica do SIRIUS focaliza o feixe sobre uma lente do tipo Fresnel Zone Plate (FZP) localizada na estação experimental do ORION. No foco da FZP, uma guia de onda conduz e filtra o feixe para que ele interaja essencialmente com a amostra. Para realizar a pticotomografia (ao meio), a guia de onda é retirada, e o feixe é scaneado pela amostra. Por fim, na tomografia com feixe paralelo (abaixo), FZP e espelhos também são removidos, e o feixe segue diretamente do monocromador para a amostra. O detector para todos os experimentos está livre para se movimentar dentro de um túnel de vácuo com cerca de 25 metros de comprimento. No rodapé da imagem, é possível verificar as posições em que os principais componentes da linha se encontram, com relação à fonte no anel.

Avanços recentes destacaram a possibilidade de validar elementos do design óptico da TIMBÓ na linha CATERETÊ, que utiliza técnicas semelhantes. Testes de pticotomografia e holotomografia já realizados no Sirius indicaram melhorias na estabilidade dinâmica e no fluxo de fótons disponível. As modificações incluem a substituição de capilares por espelhos e lentes para maximizar a eficiência de focalização, garantindo coerência do feixe para experimentos de alta precisão. O monocromador HD-DCM-L, já validado em outras linhas do Sirius, foi selecionado por sua alta eficiência energética e compatibilidade com a faixa de energia da TIMBÓ.

Estudos adicionais foram conduzidos para otimizar a interação entre os componentes ópticos. A posição dos espelhos e da FZP está sendo refinada para equilibrar fluxo de fótons e capacidade de scan dinâmico na pticotomografia, considerando o uso de lentes maiores na holotomografia para ampliar a coleta do feixe. Além disso, simulações detalhadas estão explorando o impacto de diferentes configurações ópticas na qualidade das imagens e no tempo de coleta dos experimentos. A abordagem modular do design permite flexibilidade para ajustes e adaptações conforme as demandas científicas evoluem.

Os próximos passos incluem a intensificação no detalhamento técnico das cabanas A e B, a concepção e o refinamento das *delay lines* e a integração do sistema de movimentação de

amostras com a óptica focalizadora. Também está previsto o detalhamento do sistema de carregamento de amostras e do túnel de detectores. Protótipos para técnicas específicas serão planejados em colaboração com a linha CATERETÊ, aproveitando as sinergias entre as duas linhas. O cronograma prevê a conclusão do design óptico até dezembro de 2024, com validações e implementações técnicas ao longo dos próximos anos, preparando a TIMBÓ para desempenhar um papel essencial na pesquisa tomográfica com luz síncrotron de alta precisão.

#### 4.2.3. Linha de Luz HIBISCO

A linha de luz HIBISCO será dedicada à microtomografia in vivo de pequenos animais e órgãos, utilizando contraste de fase para obtenção de resoluções micrométricas. A linha é projetada para operar com campos de visão entre  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  e  $60 \times 60 \text{ mm}^2$ , atendendo desde estudos detalhados em pequenos órgãos e artrópodes até experimentos longitudinais em modelos maiores, como camundongos e saguis. A faixa de dose máxima de 100 mGy por tomografia foi definida para minimizar danos aos espécimes em estudos que envolvem múltiplas coletas ao longo do tempo. O projeto inclui ambientes de biocontenção NB2 e NB4, operando alternadamente em estações experimentais específicas, garantindo que procedimentos críticos sigam rigorosos protocolos de biossegurança e ergonomia.

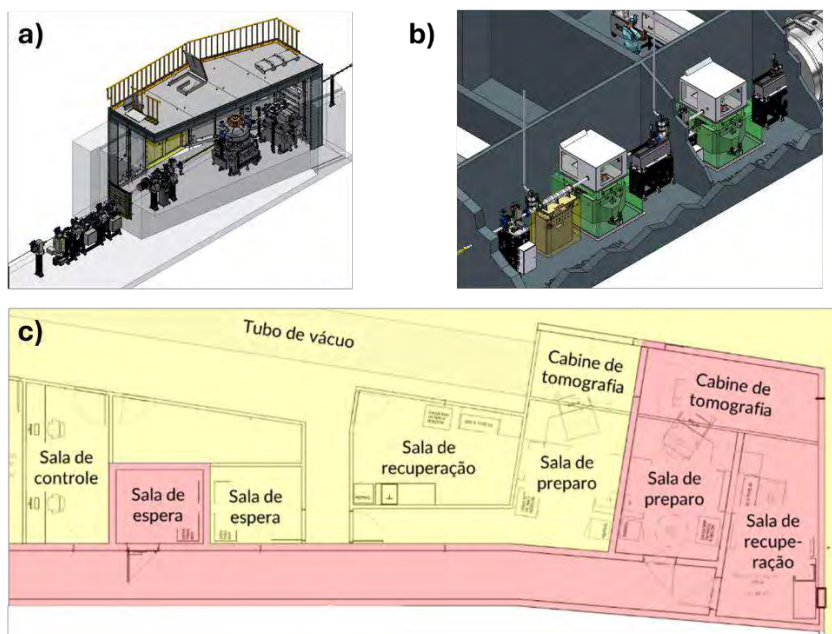


Figura 157: Desenhos estruturais da linha de luz HIBISCO: (a) estação front-end no Sirius, (b) estações experimentais no Órion e (c) diagrama arquitetônico da área do prédio Órion dedicada às salas experimentais e de suporte, evidenciando o zoneamento NB2 (amarelo) e NB4 (vermelho).

O projeto óptico da HIBISCO combina inovação e adaptabilidade para atender às diferentes demandas de resolução e tamanho de campo de visão. A linha usará espelhos de Kirkpatrick-Baez com *bender* para ajustar a focalização, permitindo flexibilidade entre campos amplos e restritos. Para amostras maiores, o foco será configurado a 0,8 metros dos espelhos horizontais, alcançando um campo de  $60 \times 60 \text{ mm}^2$  e resolução de pixel inferior a  $10 \mu\text{m}$ . Para amostras menores, o foco será ajustado a cerca de 17 metros, atingindo um campo de  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  e pixel



efetivo de 1  $\mu\text{m}$ . Detectores de alta resolução, como o Balor da Andor, com pixels de 12  $\mu\text{m}$ , serão usados em combinação com lentes de ampliação para atender aos requisitos mais rigorosos de detecção. Estudos estão em andamento para avaliar o uso de DVFs de alta resolução como alternativa para experimentos específicos, oferecendo ainda mais flexibilidade.

A configuração óptica também foi projetada para minimizar artefatos e efeitos de penumbra. Detectores posicionados ao longo de um tubo de vácuo móvel permitirão ajustes dinâmicos na resolução e no contraste, dependendo da posição e do tipo de experimento. Simulações detalhadas indicam que, mesmo com o uso de espelhos elípticos, a heterogeneidade do feixe refletido permanece controlada dentro de 3% para configurações de foco distante. Essas características são essenciais para garantir uniformidade nas imagens e precisão nos dados obtidos. O modelo óptico também foi otimizado para garantir eficiência energética, com fluxo integrado variando de  $7 \times 10^9$  a  $2 \times 10^{12}$  fótons por segundo por 100 mA, dependendo da configuração.

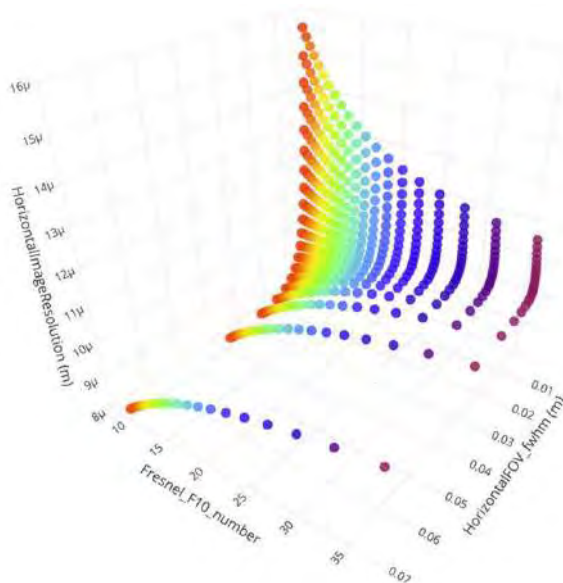


Figura 158: Gráfico de correlação entre campo de visão, número de Fresnel, resolução de imagem e posição do detector (cor) utilizado na análise ótica da linha HIBISCO.

O preparo de animais para os experimentos é outro ponto central no projeto da HIBISCO. Animais vivos, como camundongos e saguis, serão mantidos em contenção primária em cabines de segurança biológica classe III. Para o transporte entre biotérios e estações experimentais, foi concebido um carro de transporte ventilado, equipado com fluxo de ar filtrado, garantindo segurança e conforto durante o deslocamento. Na sala de preparo, os animais serão transferidos para cabines de segurança biológica classe II, onde serão anestesiados por inalação e fixados em porta-amostras projetados para minimizar movimentos durante a coleta. Esse processo reduz significativamente a perda de qualidade das imagens e melhora a segurança dos operadores.

O design do porta-amostras combina restrição física com monitoramento contínuo de sinais vitais, incluindo sensores para frequência cardíaca e respiratória. A ergonomia e a segurança do procedimento foram priorizadas, com *mock-ups* sendo desenvolvidos em parceria com o LNBio

para validar o fluxo operacional antes da implementação final. Além disso, os fluxos de transporte e manipulação foram cuidadosamente desenhados para evitar tráfego simultâneo de espécimes em diferentes etapas, garantindo que apenas um animal esteja em procedimento por vez.

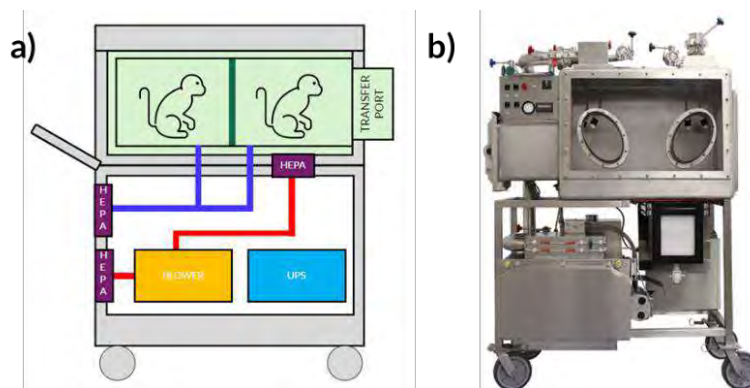


Figura 159: (a) Diagrama conceitual do carro de transporte proposto para o fluxo de saguis entre o biotério e a linha de luz HIBISCO; (b) Exemplo de CSB Classe III móvel (GERMFREE, 2024).

O planejamento da infraestrutura do complexo Orion inclui salas específicas para suporte e recuperação, bem como espaços dedicados para a contenção e o preparo das amostras. As adaptações das cabines de segurança biológica já estão em fase de desenho, e a validação dos sistemas será realizada por meio de testes com *mock-ups* e fantasmas. Esses testes também avaliarão a eficiência das cabines de tomografia e do carro de transporte, garantindo a compatibilidade com os protocolos de biossegurança e os requisitos experimentais.

Os próximos passos incluem o refinamento do design óptico, a finalização dos desenhos técnicos das cabines de segurança e do carro de transporte, e a realização de testes em linhas de luz com detectores e fantasmas. Esses testes validarão tanto os parâmetros de dose quanto a qualidade das imagens obtidas. A HIBISCO está posicionada para ser uma infraestrutura de ponta para estudos em biologia de sistemas e aplicações pré-clínicas, oferecendo soluções robustas para desafios em pesquisa biológica e biomédica.

#### 4.2.4. LAB – Laboratório de Amostras Biológicas

O Laboratório de Amostras Biológicas (LAB) iniciou suas operações no final de janeiro de 2024 e é dedicado à manipulação e preparo de amostras biológicas, atendendo tanto a demandas gerais quanto a requisitos específicos de biossegurança. O espaço é dividido em dois níveis: o LAB-NB1, que é dedicado ao preparo de amostras biológicas diversas, e o LAB-NB2, projetado para o cultivo de células e manipulação de fluidos biológicos, como sangue humano. Essa estrutura modular permite atender a uma ampla gama de necessidades experimentais, desde estudos com tecidos biológicos simples até trabalhos mais complexos com fluidos e culturas celulares.

Entre janeiro e novembro de 2024, o LAB foi utilizado por 13 usuários externos e 205 usuários internos, consolidando-se como uma infraestrutura essencial para suporte às linhas de luz do Sirius e para pesquisas associadas. O LAB-NB1 conta com equipamentos como capelas de exaustão, centrífugas e áreas de preparação de amostras, enquanto o LAB-NB2 possui incubadoras de alta precisão, microscópios e ferramentas específicas para manipulação de

células vivas. Essas instalações oferecem um ambiente controlado para garantir a integridade e a segurança das amostras durante todo o processo experimental.

A infraestrutura do LAB-NB2 inclui sistemas que permitem o cultivo e monitoramento de células em condições específicas de temperatura e umidade. A instalação é projetada para atender protocolos rigorosos de biossegurança, garantindo a segurança dos operadores e a confiabilidade dos resultados experimentais. O espaço também é adaptado para manipulação de fluidos biológicos, com ferramentas dedicadas ao processamento seguro de amostras sensíveis. Já o LAB-NB1 complementa essas funções com espaços dedicados ao preparo e ao descarte adequado de resíduos, incluindo capelas de fluxo laminar e armários especializados.



*Figura 160: Infraestrutura dos laboratórios LAB-NB1 e NB2 dedicados ao preparo de amostras biológicas*

Os próximos passos para aprimorar o LAB incluem a aquisição de uma câmera para o microscópio do LAB-NB2, permitindo um acompanhamento em tempo real do cultivo celular e registros detalhados para análises posteriores. Além disso, a instalação de um armário embaixo da capela do LAB-NB1 possibilitará o armazenamento seguro de produtos químicos e resíduos, otimizando o fluxo de trabalho e atendendo a normas ambientais e de segurança. Com essas melhorias, o LAB continuará a ser um suporte crucial para a pesquisa científica de alto nível no Sirius, garantindo infraestrutura moderna e segura para manipulação biológica.

#### 4.2.5. Protótipos

Os protótipos desenvolvidos no âmbito do Projeto Orion desempenham um papel essencial na criação de soluções tecnológicas para superar os desafios únicos impostos pela construção das linhas de luz e estações experimentais. Entre os principais desenvolvimentos estão as barreiras de contenção e métodos de descontaminação, fundamentais para garantir segurança em ambientes de alta biocontenção; sistemas de preparo de amostras biológicas criopreservadas para as linhas SIBIPIRUNA e TIMBÓ; microscópios avançados como o CryoSIM para imageamento correlativo; porta-amostras criogênicos e para tomografia in vivo, que asseguram alta precisão e compatibilidade com requisitos de biossegurança; e detectores de pixel híbrido e ASICs inovadores que otimizam a aquisição e processamento de dados. Esses protótipos permitem a validação de conceitos e viabilizam soluções pioneiras, criando uma base sólida para atender às demandas científicas e técnicas do Orion, enquanto estabelecem novos padrões de inovação no contexto de pesquisa com luz síncrotron em ambientes de alta contenção biológica.

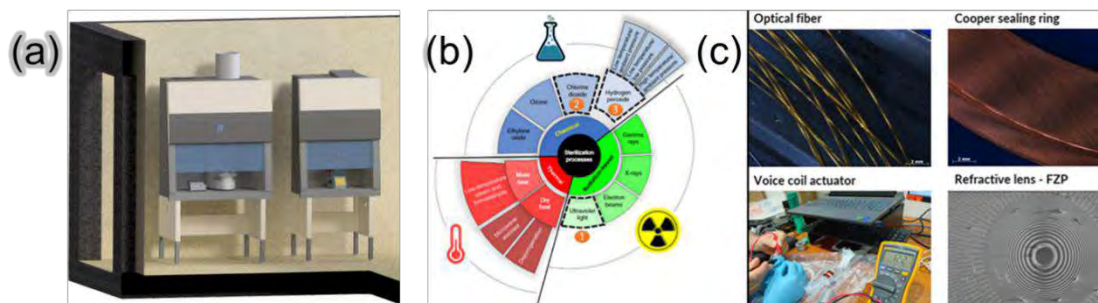
#### Barreiras de contenção e métodos de descontaminação

O desenvolvimento de barreiras de contenção e métodos de descontaminação é essencial para viabilizar a análise segura de amostras infectadas nas estações experimentais das linhas de luz localizadas no Sirius (NB2) e no Orion (NB3 e NB4). Para garantir a segurança biológica, estão

sendo implementadas estratégias de proteção em múltiplas camadas que abrangem os processos de manipulação, transporte e experimentação das amostras. Essas estratégias incluem a adaptação de cabines de biossegurança (BSCs) e módulos de contenção complementares nas regiões experimentais das linhas de luz, alinhados às normas internacionais de biossegurança. Além disso, o desenvolvimento de métodos de descontaminação para eliminar riscos biológicos após cada operação é indispensável, assegurando a integridade do ambiente e dos operadores.

O projeto contempla o desenvolvimento de BSCs customizadas para atender às necessidades específicas dos equipamentos e procedimentos de preparo de amostras criogênicas e experimentação. Cabines de diferentes classes, como Classe I, Classe II A2, Classe II B2 e Classe III, estão sendo projetadas para operar em sinergia com demandas arquitetônicas e fluxos de trabalho específicos. Para as estações experimentais, módulos de contenção ao redor da região da amostra estão sendo desenvolvidos, com foco em minimizar riscos de exposição biológica. Estudos em colaboração com consultorias especializadas guiam o design dessas soluções, garantindo proteção, ergonomia e eficiência operacional.

Paralelamente, métodos de descontaminação estão sendo avaliados com base em ciclos de esterilização integrados às linhas de luz. Um lote de componentes e materiais selecionados foi submetido a testes de descontaminação com dióxido de cloro em uma empresa americana especializada, para avaliar a sensibilidade e a degradação de materiais. Em complemento, soluções com luz ultravioleta e peróxido de hidrogênio híbrido estão sendo investigadas para garantir a segurança de equipamentos e instrumentação. Esses métodos representam soluções viáveis para as linhas do Sirius e do Orion, com potencial de integração direta aos fluxos experimentais.



*Figura 161: Estudos em biocontenção e descontaminação: (a) representação esquemática preliminar do sistema de plunge freeze Leica EM GP2 e do microscópio do cryoSIM dentro de suas respectivas cabines de biossegurança no laboratório de preparo de amostras NB4; (b) síntese dos métodos de descontaminação existentes com destaque para iluminação ultravioleta, dióxido de cloro e peróxido de hidrogênio, como soluções mais viáveis para as estações das linhas de luz; e (c) alguns dos itens selecionados para passarem por testes de descontaminação por dióxido de cloro.*

Os próximos passos incluem o detalhamento e desenvolvimento de cabines customizadas, com finalização das especificações ao longo do primeiro semestre de 2025. Projetos em CAD e simulações de realidade virtual serão utilizados para avaliar a adequação das soluções em termos de proteção do operador, ergonomia e manutenção. *Mock-ups* das soluções serão construídos para testar fluxos de trabalho e validar protocolos de operação em colaboração com equipes especializadas em experimentação animal e biossegurança, garantindo que cada etapa do processo atenda aos mais altos padrões de segurança.

No contexto dos módulos de contenção das estações experimentais, protótipos de janelas de contenção e válvulas de acionamento serão validados ainda no primeiro semestre de 2025. Em paralelo, planeja-se a aquisição de um sistema de peróxido de hidrogênio híbrido e o desenvolvimento de soluções complementares com luz ultravioleta, fortalecendo as capacidades de descontaminação. Essas iniciativas são fundamentais para garantir que os projetos finais das estações experimentais associadas ao Orion estejam alinhados às necessidades técnicas e de biossegurança, minimizando riscos operacionais e assegurando a segurança de longo prazo.

### Preparação de amostras biológicas crio-preservadas

As linhas de luz SIBIPIRUNA e TIMBÓ, dedicadas respectivamente ao imageamento celular por raios X moles e à tomografia de tecidos em raios X duros, precisam de fluxos especializados para o preparo de amostras biológicas criopreservadas, essenciais para preservar a integridade estrutural e minimizar os danos por radiação durante os experimentos em condições de biossegurança avançada.

- *Preparação de amostras de células para a SIBIPIRUNA*

A linha de luz SIBIPIRUNA, dedicada ao imageamento de células por contraste de absorção na faixa de raios X moles, enfrenta o desafio de minimizar danos de radiação em amostras biológicas altamente suscetíveis. Para alcançar esse objetivo, a criofixação de amostras foi estabelecida como uma condição essencial. Esse método, que reduz significativamente os danos causados por radiação, requer congelamento rápido e homogêneo das amostras para evitar danos estruturais. No entanto, a execução desse processo demanda equipamentos especializados e fluxos de trabalho rigorosamente controlados, que ainda estão em fase de desenvolvimento e aquisição.

Os esforços para preparar amostras criogênicas para a SIBIPIRUNA foram organizados em diversas categorias de equipamentos e insumos essenciais. Entre os itens já adquiridos estão o microscópio invertido DMI8, utilizado para inspeção óptica de amostras; ferramentas de litografia e descarga de plasma para tratamentos de superfície; e o sistema de congelamento rápido Leica EM GP2, que promove a vitrificação sem formação de cristais de gelo. Sistemas de armazenamento criogênico, como Dewars e caixas criogênicas, também fazem parte da infraestrutura planejada. Além disso, softwares específicos para controle e processamento de imagens e insumos como substratos de carbono e adesivos complementam os materiais necessários. Apesar do progresso, grande parte dos itens ainda aguarda chegada devido à extrapolação da cota anual de isenção de importação, que deve ser retomada em janeiro de 2025.

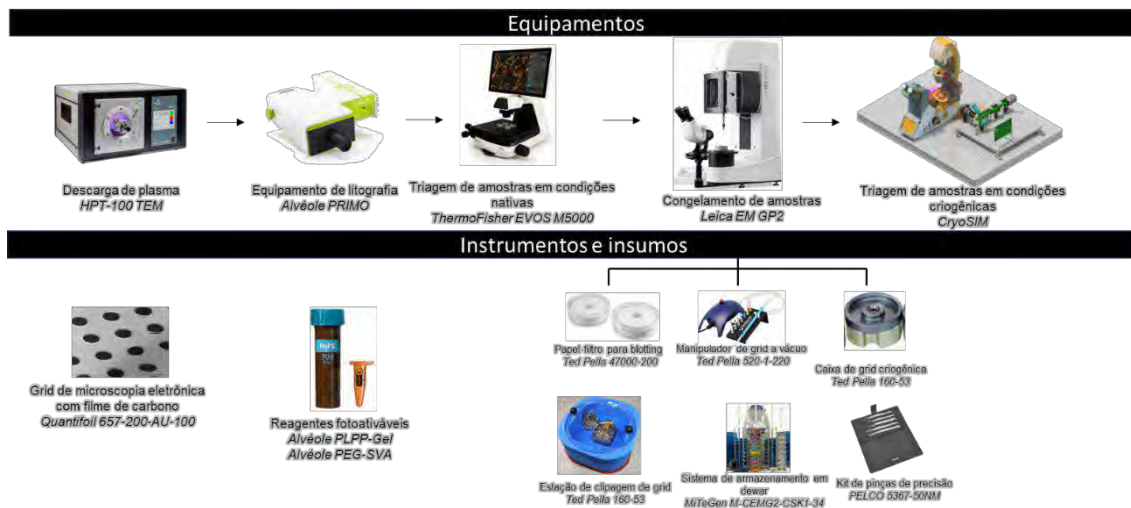


Figura 162: Equipamentos e insumos relacionados ao preparo criogênico de amostras celulares para a linha de luz SIBIPIRUNA.

Com a recuperação das cotas de importação no início de 2025, a expectativa é de que os itens pendentes sejam recebidos, permitindo a integração completa do fluxo de trabalho para preparação de amostras criofixadas. Equipamentos e ferramentas serão validados em protótipos de compatibilização com cabines de biocontenção, um requisito crucial para o trabalho com amostras infectadas por agentes NB2, NB3 e NB4. Além disso, estão sendo planejados projetos para o desenvolvimento de acessórios customizados, adaptados às condições específicas de biossegurança e aos desafios técnicos apresentados pelo preparo de amostras em cenários de alta contenção.

A validação experimental completa do fluxo de trabalho ocorrerá até o final de 2025, quando amostras de células não-contaminadas, preparadas com o método proposto, serão analisadas em linhas de luz já operacionais no Sirius. Esses experimentos servirão para confirmar a eficiência e a reprodutibilidade dos processos desenvolvidos, além de abrir caminho para a aplicação prática do preparo de amostras em ambientes de biossegurança avançados. Com a finalização dessas etapas, a SIBIPIRUNA estará pronta para realizar estudos de células em condições únicas, contribuindo significativamente para pesquisas em biologia estrutural e biomédica.

- *Preparação amostras de tecidos para a TIMBO*

A linha de luz TIMBÓ, destinada à análise tomográfica de tecidos e estruturas biológicas, exige que todas as amostras sejam submetidas a processos de criopreservação para mitigar danos por radiação e preservar a integridade morfológica. As amostras incluem tecidos extraídos de modelos *in vivo* e esferoides ou organoides gerados a partir de culturas celulares. O preparo das amostras varia conforme seu nível de biossegurança e tamanho, envolvendo diferentes técnicas e equipamentos para atender às especificidades de cada caso. A TIMBÓ será capaz de lidar com amostras de até 4 mm de diâmetro, garantindo uma abordagem flexível e abrangente para diferentes demandas científicas.

As amostras provenientes de modelos *in vivo* NB3 e NB4 serão parcialmente preparadas nas respectivas áreas de contenção do complexo Orion, enquanto esferoides e organoides NB3 e

NB4 serão fabricados nessas áreas a partir de culturas de células fornecidas pela área NB2. O preparo completo, incluindo criopreservação, ocorrerá próximo à linha de luz nas áreas NB3 e NB4. Para amostras NB2, o preparo completo será realizado diretamente na área NB2 do Orion, desde a extração ou fabricação até a criopreservação. As técnicas de preparo variam conforme o tamanho das amostras: para aquelas com menos de 300  $\mu\text{m}$ , será utilizado o High Pressure Freezer (HPF) sem crioprotetores (CPAs), enquanto amostras entre 300  $\mu\text{m}$  e 600  $\mu\text{m}$  serão infiltradas com CPAs antes do congelamento no HPF. Amostras maiores, com até 4 mm, serão criopreservadas no Controlled Rate Freezer (CRF) após infiltração de CPAs. Estuda-se ainda a possibilidade de perfusão de CPAs em órgãos maiores antes de realizar os procedimentos de punch.

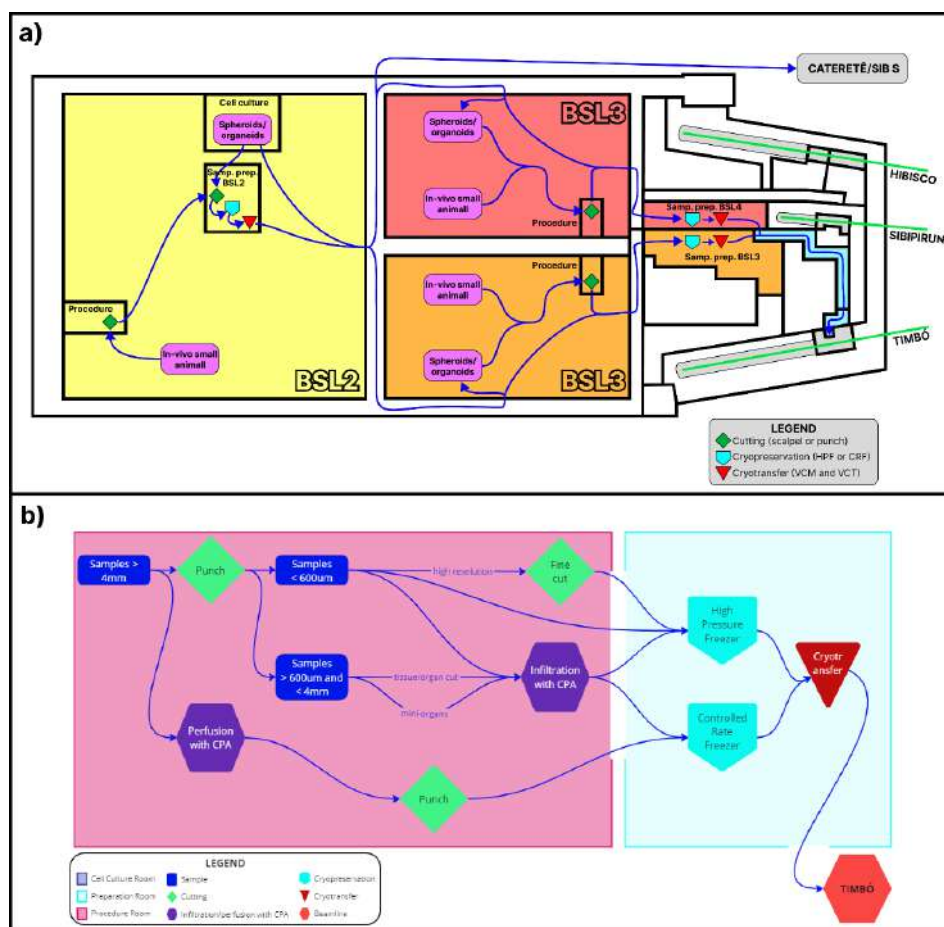


Figura 163: Panorama do fluxo de amostras da linha de luz Timbó. a) Fluxo das amostras NB2, NB3 e NB4 extraídas de animais ou fabricadas através de cultura de células. b) Fluxo de preparação de amostras considerando os instrumentos ou equipamentos necessários para cada tamanho de amostra.

A infraestrutura necessária para esses processos está em fase de planejamento e aquisição. Instrumentos de corte para redução do tamanho das amostras e equipamentos para criopreservação estão sendo adquiridos, incluindo punches automáticos, semiautomáticos e manuais, previstos para entrega em janeiro de 2025. O HPF (modelo EM ICE da Leica) e seus acessórios já foram selecionados, com compra planejada para dezembro de 2025 e entrega prevista para julho de 2025. O CRF (modelo IceCube 14S da SY-LAB) deve ser entregue em janeiro

de 2025. Paralelamente, estão sendo desenvolvidos protocolos detalhados de infiltração com CPAs, com delineamentos experimentais previstos para fevereiro de 2025.

A validação dos fluxos de preparo será conduzida por meio de experimentos planejados em linhas de luz existentes, como a Paineira e a Carnaúba, com tempos de linha reservados para março de 2025. Esses experimentos permitirão quantificar condições de vitrificação em diferentes concentrações de CPAs, além de avaliar o desempenho de porta-amostras e sistemas de transferência criogênica. O objetivo é garantir que as técnicas e os equipamentos utilizados atendam aos requisitos técnicos e científicos da linha TIMBÓ, possibilitando estudos avançados em biologia e medicina. A integração desses processos reforçará a capacidade da linha de luz em oferecer soluções inovadoras para pesquisas biológicas em ambientes de biossegurança elevados.

### Microscópio de cryo-SIM

O desenvolvimento de um criomicroscópio de super-resolução por iluminação estruturada (CryoSIM) está em andamento para viabilizar estudos correlativos de células com as linhas de luz do Sirius e do Orion. A tecnologia proposta baseia-se na adaptação do conceito OpenSIM, um sistema de baixo custo e de código aberto capaz de transformar microscópios comerciais com óptica corrigida ao infinito em plataformas de super-resolução com capacidade para imagens abaixo de 200 nm. Para validar a viabilidade conceitual e técnica do design final, foram iniciados protótipos utilizando o microscópio invertido Leica DMI8 como base. Este protótipo integra uma fonte de LED branca, componentes ópticos e optomecânicos, e é controlado por software de código aberto como o Micro-Manager, permitindo testes iniciais de uniformidade, modulação e comprimentos de onda de iluminação.

O ambiente de amostras criogênicas do CryoSIM está sendo projetado para garantir a vitrificação e preservação das amostras durante o processo de imageamento. A câmara de vácuo conectada ao microscópio DMI8 inclui uma janela óptica que assegura a transmissão de luz e o isolamento do ambiente externo. A amostra é montada em suportes compatíveis com grades TEM ou capilares e conectada a um *cryocooler*, garantindo a manutenção da vitrificação. O sistema também incorpora uma interface de transferência de amostras, que facilita o carregamento enquanto mantém a contenção biológica e permite a descontaminação das amostras e do ambiente de trabalho, em conformidade com as diretrizes de biossegurança.

Avanços no fluxo de reconstrução de imagens estão sendo implementados para superar as limitações dos métodos tradicionais de Heintzmann-Gustafsson. A nova abordagem combina algoritmos modernos, permitindo maior precisão, supressão de fundo e redução no tempo de reconstrução. Imagens brutas são adquiridas com diferentes padrões de iluminação, processadas para remover emissões de fundo e reconstruídas em alta qualidade, utilizando redes neurais para correção de anisotropia axial. Esse processo otimizado garante resultados mais confiáveis e eficientes, fundamentais para a aplicação do CryoSIM na análise de amostras biológicas criopreservadas.



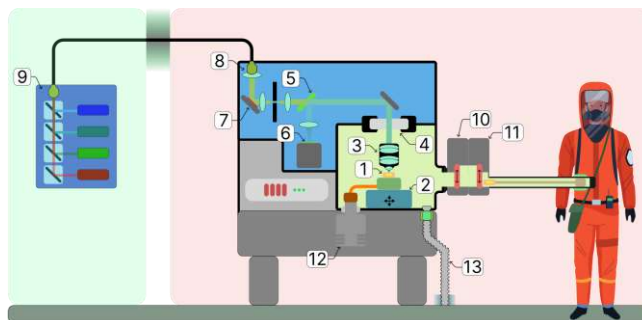


Figura 164: Conceito do microscópio cryo-SIM da SIBIPIRUNA onde (1) é a amostra em vácuo, (2) é o estágio criogênico, (3) é a lente objetiva de alta abertura numérica, (4) é a janela óptica entre vácuo e ar, (5) é um espelho dicróico, (6) é uma câmera de alta eficiência, (7) é o gerador de padrão SLM, (8) é um colimador para a fibra óptica, (9) é uma unidade combinada de laser acoplado por fibra (LCU), (10) é a válvula de acoplamento para transferência de amostra, (11) é o sistema de transferência de amostras, (12) o criostato de ciclo fechado (ex.: Stirling Pulse-Tube), (13) tubulação de bombeamento de vácuo.

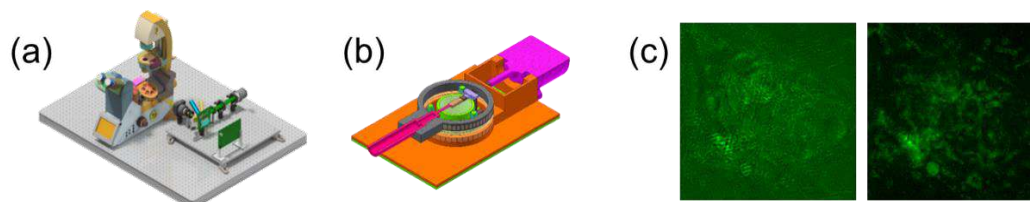


Figura 165: Microscópio de super-resolução criogênico (CryoSIM) em desenvolvimento para microscopia correlativa com imagens de raios-X da linha de luz SIBIPIRUNA: (a) representação esquemática do protótipo do estruturador de luz conectado ao microscópio DMi8; (b) modelo preliminar de ambiente de amostras criogênicas; e (c) comparação entre reconstrução usando algoritmo tradicional (esquerda) e fluxo de algoritmos modernos (direita).

Os próximos passos incluem a retomada da importação de componentes necessários, prevista para o início de 2025, permitindo a montagem e os testes do protótipo do estruturador de luz. Resultados preliminares verificarão se fontes incoerentes de luz produzem uma profundidade de modulação adequada para estimativas de iluminação. Caso contrário, será necessário modificar o design para utilizar lasers como fontes de iluminação, especificando a potência e métodos de redução de ruído de coerência do feixe. Além disso, um protótipo do ambiente criogênico será montado para validar conceitos de preparação, transferência e conservação de amostras, integrando todo o fluxo criogênico da estação experimental SIBIPIRUNA. Essas iniciativas garantirão a operacionalidade e eficiência do CryoSIM, expandindo as possibilidades de pesquisa correlativa com luz síncrotron.

### Porta-amostras criogênico

O projeto do porta-amostras criogênico (PACRIO) foi concebido para atender às demandas específicas das linhas de luz SIBIPIRUNA e TIMBÓ, unindo nanoposicionamento de alta precisão, operação em criogenia abaixo de 100 K e conformidade com normas de biocontenção e biodescontaminação. O design conceitual, baseado em um sistema de cinemática paralela do tipo Tripod, permite movimentação cartesiana XYZ com resolução nanométrica e alcance de alguns milímetros. Acima do Tripod, um estágio rotativo criogênico suporta o pino de amostras, viabilizando rotações completas essenciais para experimentos tomográficos. Este sistema é

complementado por um módulo de gerenciamento térmico que integra um ambiente criogênico estável e isolado, garantindo a preservação das amostras durante os experimentos.

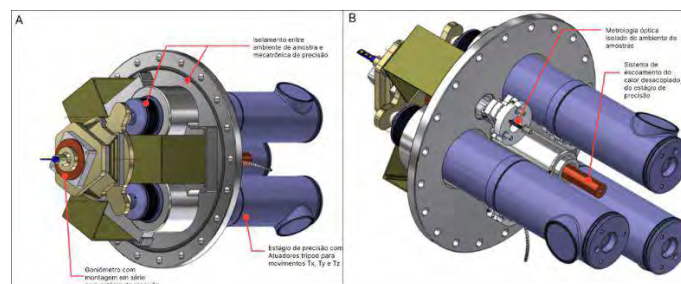


Figura 166 – PACRIO: Manipulador da amostra e Sistema de Gerenciamento Térmico. A) vista isométrica da parte interna (exposta às amostras e ciclos de descontaminação mais frequentes), e B) vista da parte externa (em ambiente de vácuo separado da amostra).

O PACRIO foi projetado com vistas à compatibilidade com ciclos frequentes de descontaminação e com o fluxo de trabalho criogênico das linhas. O manipulador foi subdividido em partes internas e externas, com a área interna exposta às amostras e sujeita aos ciclos de descontaminação, enquanto a parte externa permanece isolada em ambiente de vácuo. Esse design permite a reutilização eficiente do dispositivo em diversos cenários experimentais. Além disso, o PACRIO está sendo integrado ao sistema de preparo de amostras criogênicas, que inclui laboratórios dedicados para avaliação do fluxo de trabalho, vitrificação e geração de imagens correlativas de fluorescência em 3D. Para complementar essas atividades, está em desenvolvimento um microscópio criogênico de fluorescência de super-resolução, cuja funcionalidade permitirá a correlação direta entre imagens ópticas e de raios-X.

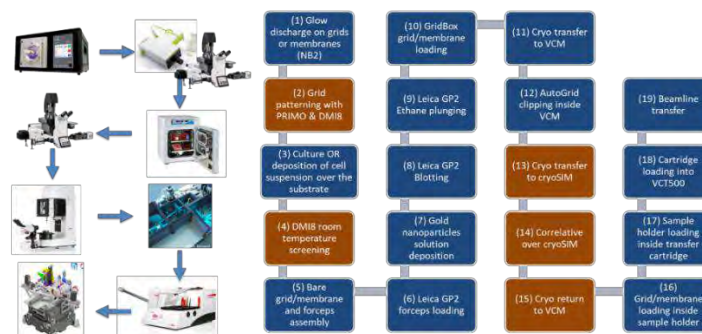


Figura 167 - Fluxo de trabalho proposto para a preparação de amostras para análise celular dentro do framework da linha de luz SIBIPIRUNA.

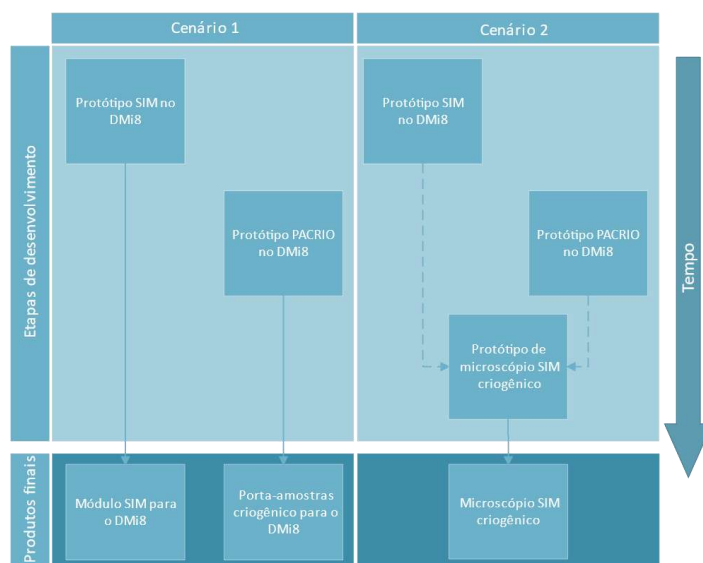


Figura 168 - Possíveis cenários de desenvolvimento para um crio-microscópio 3D de fluorescência de superresolução compatível com o PACRIO para a linha SIBIPIRUNA.

Os esforços para 2025 incluem a evolução do design do PACRIO, com foco no desenvolvimento de módulos de carregamento e posicionamento padronizados que serão utilizados em ambas as linhas. Esses módulos serão testados em protótipos experimentais nas linhas CATERETÊ e CARNAÚBA, permitindo validação antecipada antes da implementação nas estações finais. A estação experimental protótipo da SIBIPIRUNA está planejada para ser instalada no hall experimental do Sirius em 2026, enquanto a TIMBÓ aproveitará a CATERETÊ para experimentos iniciais e ajustes no porta-amostras criogênico.

Além de otimizar os esforços de desenvolvimento, o PACRIO incorpora tecnologias avançadas que têm o potencial de padronizar as operações em diferentes linhas de luz, reduzindo custos e aumentando a eficiência. Esse desenvolvimento conjunto entre as linhas de luz reforça o compromisso com soluções inovadoras e integradas, assegurando que as necessidades científicas e operacionais sejam plenamente atendidas.

#### Porta-amostras para tomografia in vivo

O conceito do porta-amostras para a linha de luz HIBISCO foi desenvolvido para atender a requisitos específicos de esterilização, biocontenção e realização de tomografias helicoidais em modelos vivos, como saguis e camundongos. O protótipo utiliza estágios de levitação magnética (MagLev) para movimentação cartesiana e rotacional precisa, permitindo translações e rotações completas em todas as direções. Este sistema oferece alta flexibilidade ao mesmo tempo que isola a eletrônica dos aerossóis contaminados, facilitando a esterilização completa do componente que entra em contato com as amostras. A estrutura preliminar do porta-amostra integra blocos geradores de campo magnético (*tiles*) e suportes imantados (*shuttles*), desacoplados mecanicamente, permitindo movimentação precisa sem contato direto entre as partes móveis e o ambiente da amostra.

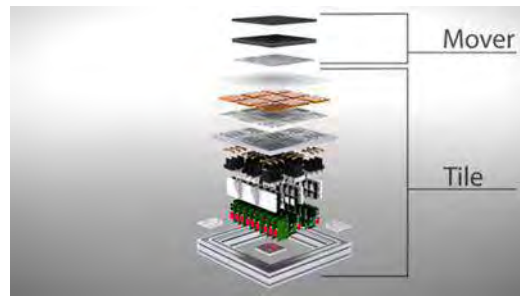


Figura 169: Vista explodida de um mover (shuttle) e um tile.

A precisão do posicionamento do porta-amostra é um requisito crítico, com tolerâncias lineares de até  $10\ \mu\text{m}$ , equivalentes ao pixel efetivo da amostra, e tolerâncias angulares proporcionais à maior distância entre o ponto de medição e a eletrônica embarcada. Para melhorar a precisão, o MagLev será sustentado por estágios planários e rotacionais, que oferecem baixa tolerância a erros de posicionamento e alta rigidez de acoplamento. Esses estágios também suportarão uma *slip ring*, garantindo que as conexões dos tiles possam rotacionar sem torção. Adicionalmente, a região de movimentação da amostra estará isolada em uma cabine de proteção biológica, com uma câmara de nebulização para aplicação de anestesia gasosa durante os experimentos.

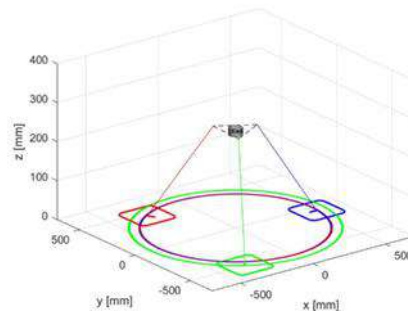


Figura 170: Simulação da trajetória percorrida pelos shuttles (em verde, azul e vermelho) e pelo centro de massa da amostra (em preto).

O protótipo também inclui biossensores para monitoramento contínuo de sinais biológicos, como ciclos cardíacos e respiratórios, minimizando artefatos de movimento durante as tomografias. Esses sensores não invasivos utilizam transmissão sem fio e protocolos otimizados para garantir rápida resposta e sincronização com o sistema de aquisição de imagens. Simulações demonstraram trajetórias consistentes do centro de massa das amostras, validando o conceito preliminar do MagLev para tomografias em fases específicas do ciclo cardíaco. A abordagem permite realizar projeções em intervalos regulares, com estratégias adaptadas ao ciclo biológico de cada espécime.

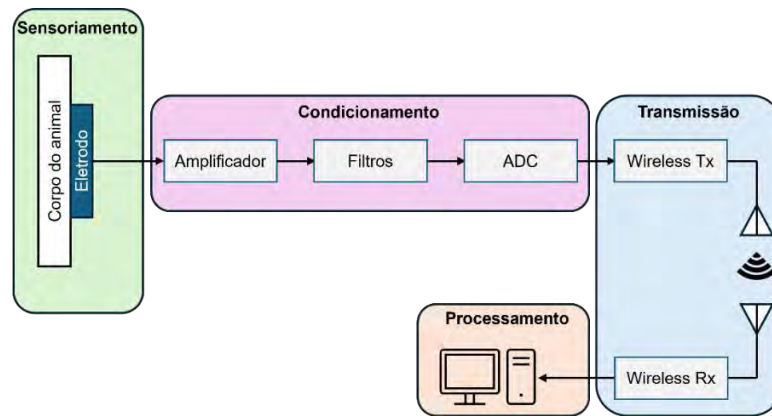


Figura 171: Diagrama conceitual da arquitetura necessária para monitoramento dos sinais biológicos via comunicação sem fio.

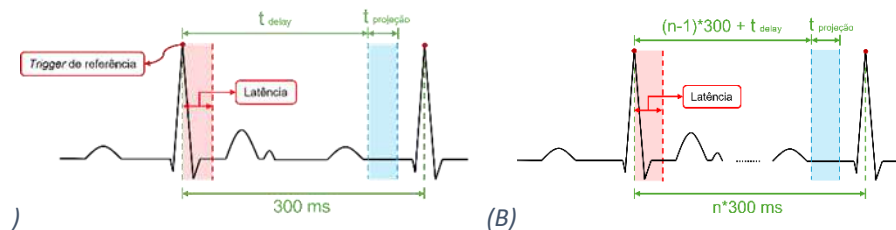


Figura 172: Esquemático sobre o processamento dos sinais ECG para realizar projeções em fases específicas do ciclo cardíaco de um camundongo anestesiado. a) uma projeção a cada batimento. b) uma projeção a cada conjunto de  $n$  batimentos.

No segundo semestre de 2024, os esforços se concentraram em melhorar a precisão e a esterilização do sistema. Testes iniciais com o MagLev avaliarão a transmissibilidade de movimento e o desempenho em condições experimentais. Para garantir a segurança e a qualidade das imagens, o sistema contará com tolerâncias de erro otimizadas e interfaces mecânicas que desacoplam os estágios da região da amostra. Esses desenvolvimentos, combinados com a possibilidade de nebulização anestésica e o uso de biossensores, tornam o porta-amostra uma solução avançada para experimentos *in vivo* em condições de biossegurança elevadas. O próximo ano será marcado por testes extensivos e ajustes finais para integração com a estação experimental da linha HIBISCO.

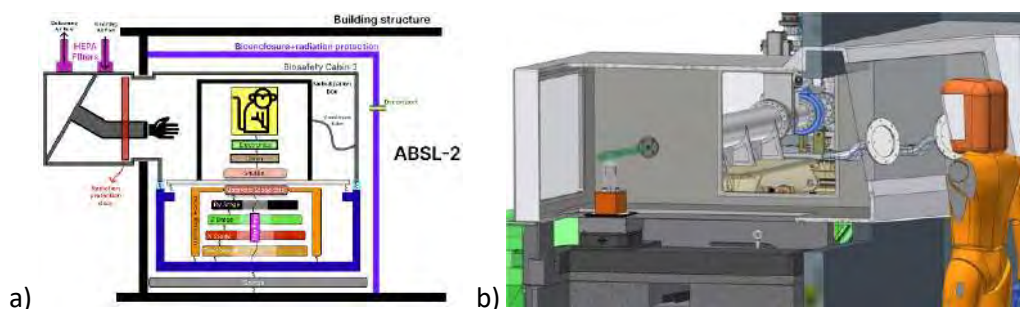


Figura 173: a) Esquemático da end-station da linha HIBISCO, com a cabine de biossegurança de nível 3 (BSC3) e a região do sistema de movimentação da amostra; b) Projeto 3D da end-station, ilustrando o operador, a BSC3, o porta-amostra e os estágios de movimentação.

### Telemetria animal

O desenvolvimento de um sistema de telemetria avançado é fundamental para as estações experimentais das linhas de luz do Sirius e do Orion, garantindo suporte à vida de animais submetidos a condições experimentais severas. Esses sistemas são projetados para monitorar sinais vitais de espécimes durante tomografias in vivo, considerando os efeitos de patógenos, anestésicos e a ausência de supervisão direta por operadores. A telemetria integra sinais de alta taxa de amostragem, como ECG para detecção de batimentos cardíacos e movimentos respiratórios, bem como medições de menor frequência, incluindo temperatura corporal, pressão sanguínea e saturação de oxigênio no sangue. A sincronização da aquisição de imagens com o ciclo cardiorrespiratório, utilizando gatilhos de obturadores de ação rápida, reduz artefatos, melhora a resolução e minimiza a dose de raios X aplicada aos espécimes.

O conceito do sistema de telemetria privilegia a transmissão sem fio de sinais vitais para terminais de processamento, minimizando distúrbios na movimentação das amostras e facilitando a descontaminação. Adaptações às cabines de tomografia incluem controle de temperatura ajustado às medições de temperatura corporal e ajuste remoto da concentração de anestésico com base em sinais vitais. Adicionalmente, câmeras integradas às cabines permitem monitoramento visual contínuo do espécime pelo operador. Fornecedores de sistemas comerciais já foram mapeados, apresentando soluções que, total ou parcialmente, atendem aos requisitos estabelecidos. Essas soluções serão avaliadas para integração e adaptações específicas.

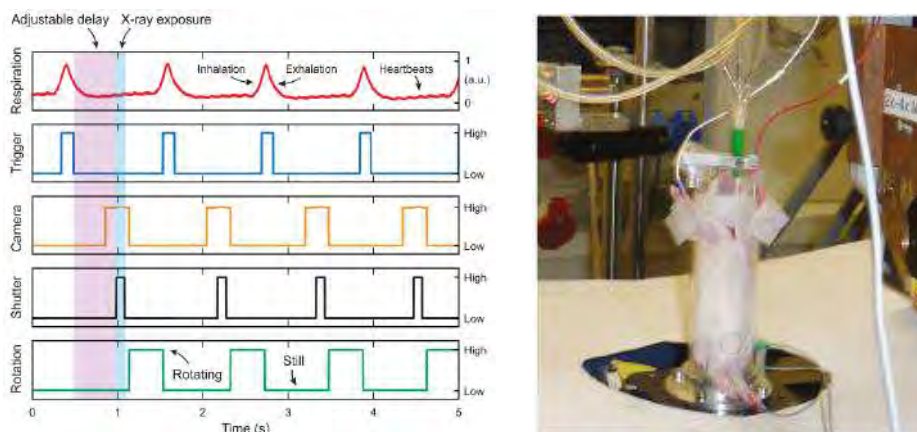


Figura 174: (a) Exemplo de linha do tempo de um procedimento tomografia sincronizado por gatilhos de um obturador baseado no monitoramento do ciclo respiratório (SHAKER et al., 2021) e (b) exemplo de camundongo paramentado com sensores de sinais vitais para tomografia in vivo em linha de luz síncrotron (LOVRIC, 2017).

Para garantir a compatibilidade do sistema de telemetria com as condições experimentais, serão realizados testes abrangentes em relação à conformidade dos sinais, operação em ambientes de máxima contenção biológica, resistência à exposição a raios X e facilidade de descontaminação. Além disso, serão avaliados a ergonomia dos procedimentos realizados por operadores usando

trajes de pressão positiva. Propostas comerciais serão comparadas a um protótipo desenvolvido internamente, que busca atender a todos os requisitos com o menor número de adaptações. Essa abordagem permitirá identificar a solução mais eficiente e robusta para os desafios apresentados, assegurando segurança e precisão nas experimentações biológicas avançadas.

### Ótica- lentes e guias de onda

Os desenvolvimentos ópticos para as linhas de luz SIBIPIRUNA e TIMBÓ estão focados na implementação de lentes e guias de onda capazes de atender às exigências científicas e operacionais, com desafios técnicos ligados à biocontenção, descontaminação e validação experimental em ambientes criogênicos e de vácuo. Esses avanços garantirão a qualidade e funcionalidade necessárias para imageamento celular em raios X moles e imageamento tridimensional de tecidos em raios-X coerentes.

- *Lente objetiva refrativa de Fresnel para linha SIBIPIRUNA*

A linha SIBIPIRUNA está sendo desenvolvida como uma estação avançada para crio-nanotomografia de células por contraste de absorção em raios X moles, operando na faixa de 0.3 a 0.75 keV. A óptica primária da linha, composta por espelhos e um monocromador do tipo Plane Grating Monochromator (PGM), é similar à utilizada em outras linhas do Sirius, como IPÊ e SABIÁ, apresentando poucas incertezas técnicas. Entretanto, os maiores desafios técnicos residem na estação experimental, que emprega um microscópio de raios X composto por um condensador do tipo capilar e uma lente objetiva refrativa de Fresnel (FZP). O capilar é responsável pela focalização do feixe na amostra, enquanto a FZP projeta a imagem da amostra no detector. A integração desses componentes em um ambiente de biocontenção e sua compatibilidade com procedimentos de descontaminação representam barreiras significativas no desenvolvimento da linha.

As demandas de biocontenção exigem a separação física entre os ambientes das amostras e dos elementos ópticos por meio de janelas especiais, o que impõe distâncias de trabalho críticas para o capilar e a FZP, forçando os limites tecnológicos de manufatura desses componentes. Além disso, a necessidade de descontaminação regular com agentes como peróxido de hidrogênio ou dióxido de cloro coloca em risco a integridade dos materiais ópticos e de seus estágios de posicionamento. Durante 2024, amostras não-funcionais de capilares e FZPs foram obtidas gratuitamente de fornecedores e submetidas a testes de degradação por agentes de descontaminação para avaliar sua resistência. As soluções alternativas, como condensadores policapilares, foram analisadas, mas descartadas devido à falta de maturidade tecnológica e riscos associados.

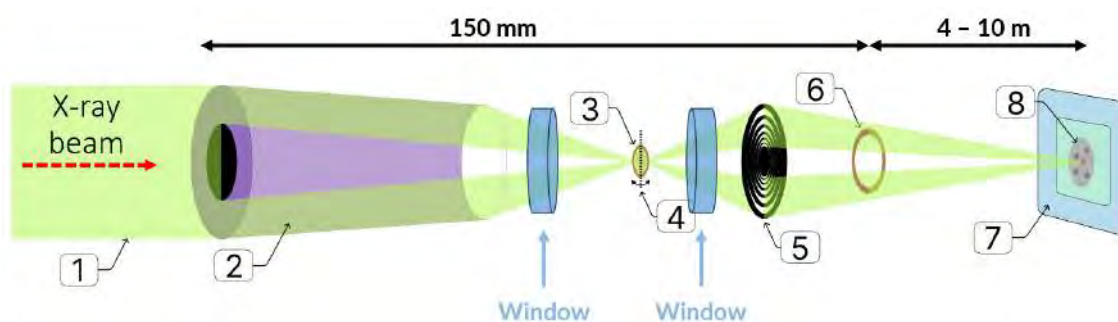


Figura 175 - Desenho esquemático do microscópio de raios-X moles da linha de luz SIBIPIRUNA: (1) feixe de raios-X; (2) condensador capilar; (3) amostra; (4) eixo de tomografia; (5) Fresnel Zone Plate; (6) anel de fase de Zernike (opcional); (7) detector de área (do tipo CMOS); (8) imagem da amostra no detector; e janelas de separação de ambiente da amostra.

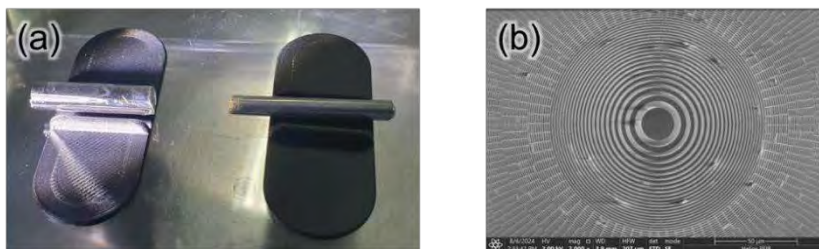


Figura 176: Amostras não-funcionais de capilar condensador (a) e de Fresnel zone plate (FZP) encaminhadas para testes de degradação por agente de descontaminação ( $\text{ClO}_2$ ).

Embora a instalação temporária dos protótipos em outras linhas de raios X moles tenha sido considerada, a decisão foi por concentrar esforços na infraestrutura da estação experimental SIBIPIRUNA-Sirius. Isso permitirá maior foco nos desenvolvimentos principais e evitará atrasos significativos no cronograma. Os testes de degradação inicial forneceram dados cruciais para o fechamento do design óptico e a especificação final dos componentes. As discussões técnicas com fornecedores avançaram significativamente, garantindo o alinhamento com os requisitos de manufatura e biocontenção.

Com base nos resultados obtidos e no fechamento do design óptico, as aquisições de capilares e FZPs destinados à prototipagem estão previstas para o primeiro semestre de 2025. A partir de 2026, os trabalhos experimentais devem ser iniciados na estação, permitindo validações em montagem, fixação e escaneamento. Esses desenvolvimentos são essenciais para garantir a operacionalidade plena da linha SIBIPIRUNA e sua adequação às exigências científicas e de segurança.

- *Guia de onda para linha TIMBÓ*

A linha de luz TIMBÓ, dedicada ao imageamento tridimensional de tecidos e organoides, empregará técnicas avançadas de raios X coerentes, como contraste de fase, holotomografia e pticotomografia, operando na faixa de energia entre 5 e 20 keV. A óptica da linha será composta por um Monocromador de Duplo Cristal (DCM), um capilar de focalização e um guia de onda (*waveguide*), como ilustrado no esquemático óptico da linha. Enquanto o DCM já é amplamente utilizado no Sirius, o guia de onda será uma inovação na TIMBÓ, selecionado por sua capacidade de homogeneizar o feixe e limpar modos indesejados, características fundamentais para a alta qualidade de imagem necessária nos experimentos. A compatibilidade desses componentes com ciclos de descontaminação biológica também é essencial, dada a manipulação de amostras NB3



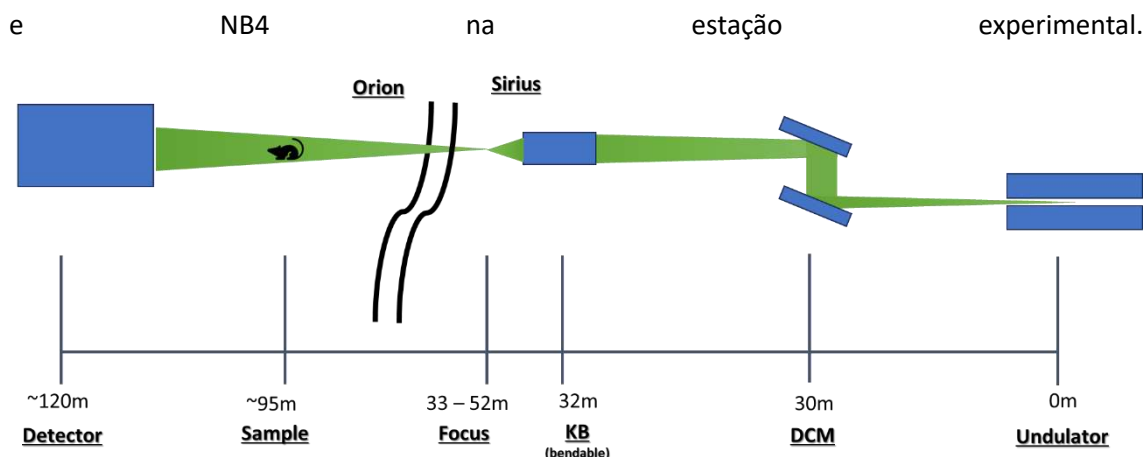


Figura 177 - Esquemático da óptica de raios- X da linha de luz HIBISCO.

O desenvolvimento do protótipo do guia de onda será conduzido na linha de luz CATERETÊ, permitindo validações das técnicas de pcticotomografia e holotomografia em um ambiente NB2. A linha EMA também será utilizada para avaliações de desempenho de capilares, uma vez que as demandas de tamanho de foco na TIMBÓ são mais rigorosas do que em outras linhas do Sirius, como a SIBIPIRUNA. Além disso, o capilar e o guia de onda serão testados para avaliar os efeitos de agentes de descontaminação, como peróxido de hidrogênio e dióxido de cloro, sobre seus materiais e funcionamento. Esses testes serão cruciais para garantir a durabilidade e funcionalidade das ópticas sob condições de biocontenção.

O segundo semestre de 2024 foi marcado pela evolução do design do protótipo, que será implementado na estação experimental da linha CATERETÊ. O modelo adaptado incluirá um ambiente de amostra em vácuo e criogênico, além das ópticas necessárias e sistemas de movimentação. O protótipo visa replicar as técnicas experimentais previstas para a TIMBÓ, permitindo a validação de conceitos críticos antes da implementação definitiva no Orion. Isso inclui o alinhamento óptico, a movimentação precisa da amostra e a integração dos sistemas de criogenia e vácuo, garantindo que os requisitos técnicos e operacionais sejam atendidos.



Figura 178: Modelo 3D atual da estação experimental da linha de luz CATERETÊ. No desenvolvimento do protótipo, a estação será adaptada para abrigar um ambiente de amostra em vácuo e criogênico além das ópticas necessárias e sistemas de movimentação.

A consolidação do design óptico da TIMBÓ, considerando as condições do feixe disponível na CATERETÊ, está programada para 2025. A seleção e compra de lentes FZP e guias de onda também ocorrerão nesse período, com o objetivo de iniciar os trabalhos experimentais em 2026. O desenvolvimento de protótipos específicos para o sistema de movimentação óptica e amostras, bem como para o ambiente criogênico e de vácuo, será concluído até o final de 2025, permitindo validações fundamentais para o sucesso da linha. A implementação desses protótipos na CATERETÊ garantirá uma base sólida para o futuro da TIMBÓ, com operação plena em condições NB3 e NB4.

- *Testes de biocontenção em espelhos KB para a linha HIBISCO*

A linha HIBISCO será utilizada para tomografia de animais *in vivo*, empregando a técnica de contraste de fase com energia entre 16 e 45 keV. O esquema óptico, ilustrado na Figura 179, é relativamente simples, sendo baseado em um Monocromador de Duplo Cristal (DCM) e um sistema de espelhos do tipo KB, ambas tecnologias já bem desenvolvidas nas linhas de luz da primeira fase do Sirius. Ainda assim, similarmente à linha TIMBÓ, é essencial que o feixe que atinge o detector não apresente deformações críticas. Logo, em primeiro lugar, uma vez que espelhos KB são tipicamente utilizados para micro-nanofocalização, e que na HIBISCO será feito uso também do efeito de amplificação do feixe para aumento do campo de visão. Testes estão sendo planejados na linha CARNAÚBA para a avaliações de frente de onda e de deformação do feixe ao utilizar espelhos KB nesse regime. Para além disso, em função de demandas de biocontenção, estudos serão conduzidos para identificar possíveis soluções para janelas vácuo-ar que minimizem a interferência no feixe. De fato, devido à alta taxa de descontaminação necessária na linha HIBISCO, essas janelas e outros elementos ópticos serão submetidos a múltiplos ciclos de descontaminação. Esses testes assegurarão a operação segura dos componentes ao longo do ciclo de vida da estação experimental, destacando pontos críticos para o projeto das três linhas do Orion.

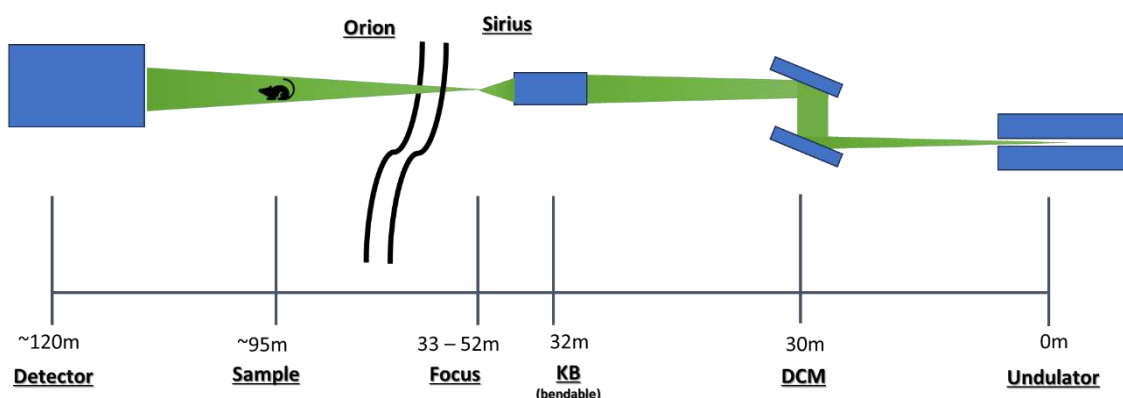
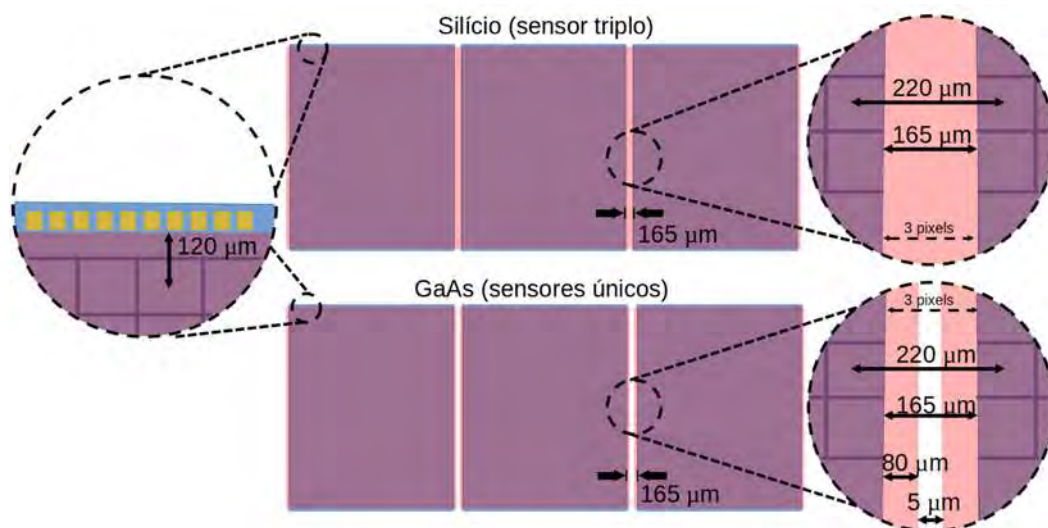


Figura 179 - Esquemático da óptica de raios X da linha de luz HIBISCO.

### Detector de pixel híbrido

O conceito geral do detector de pixel híbrido do projeto TUPI foi desenvolvido com foco em modularidade, eficiência e adaptabilidade para aplicações em linhas de luz síncrotron como TIMBÓ e HIBISCO. A arquitetura utiliza módulos elementares de ASICs Timepix4 dispostos em matrizes 3x1, permitindo áreas ativas escaláveis para grandes detectores. Cada módulo contém 688 mil pixels com uma área ativa de 74 mm x 28 mm e suporta diferentes modos de operação, como o *Data Driven*, que oferece taxas de aquisição de até 11 kHz com discriminação de energia, e o modo de contagem de fótons "Frame Based", com faixa dinâmica de 16 bits e capacidade de contagem de até  $5 \times 10^9$  ph/s/mm<sup>2</sup>.

Os sensores utilizados variam conforme a faixa de energia das linhas de luz. Para baixas energias, como na TIMBÓ, são considerados sensores de silício (Si) monobloco de 1,5 mm de espessura ou arseneto de gálio (GaAs) com 0,5 mm de espessura. Já para altas energias, como na HIBISCO, as opções incluem GaAs com 2 mm de espessura ou telureto de cádmio (CdTe) com 1 mm de espessura. Todos os sensores são projetados com anéis de guarda para equalização do campo elétrico e possuem lacunas inativas horizontais de 2 mm entre as linhas, derivadas do uso de conexões *wirebond* nos ASICs Timepix4.



*Figura 180: Exemplificação gráfica da solução conceitual para garantir o alinhamento entre as posições dos ASICs na hibridização de sensores contínuos de Si (cima), e sensores singles de materiais High-Z, aqui representados especificamente com GaAs (baixo). Em ambos os casos os sensores estão representados em rosa, enquanto os ASICs são as áreas roxas.*

Uma cabeça protótipo do detector foi concebida com três linhas de módulos elementares integrados em um ambiente com fluxo de nitrogênio, protegendo os sensores contra umidade e sujeira. O sistema inclui dissipadores de calor resfriados a água e elementos de aquecimento para controle térmico. Um chassi mecânico proporciona alinhamento preciso e ajustes de cada linha de módulos, otimizando o desempenho geral do detector.

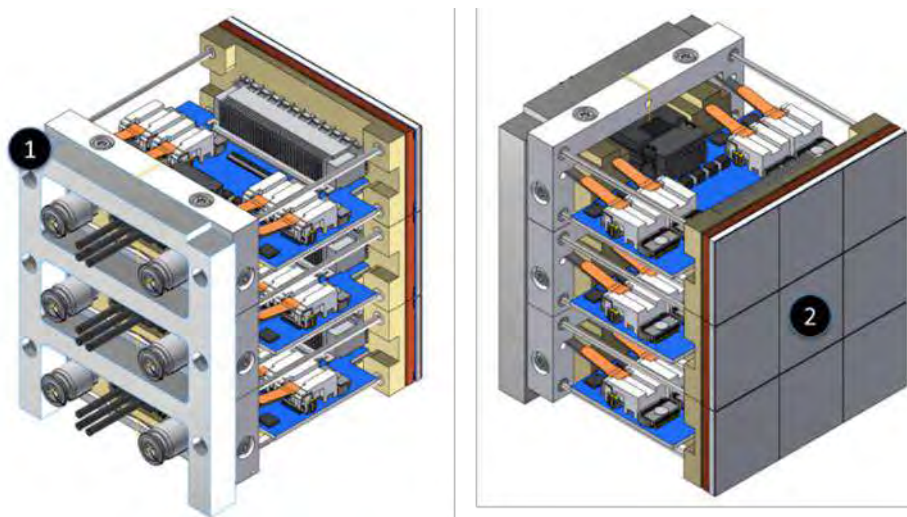


Figura 181: Conceito de agrupamento de módulos TUPI (2) para montagem de detector 3x3 chips Timepix4 pela fixação individual no chassi (1).

O projeto conceitual inclui placas de circuito impresso para interface com os sensores Timepix4, configuradas para sinais de comunicação, alimentação e transmissão de dados. Os materiais dielétricos das placas foram selecionados para atender às restrições mecânicas e térmicas. Protótipos dessas placas estão em fabricação para validações de dissipação térmica e condução de corrente em conectores de alta densidade.

Testes preliminares confirmaram a funcionalidade do chip Timepix4 em operações de leitura e escrita de registradores através do módulo SPIDR4. A aquisição inicial de ruído de fundo do chip Timepix4 foi bem-sucedida, representando um marco importante na validação das etapas iniciais do desenvolvimento.

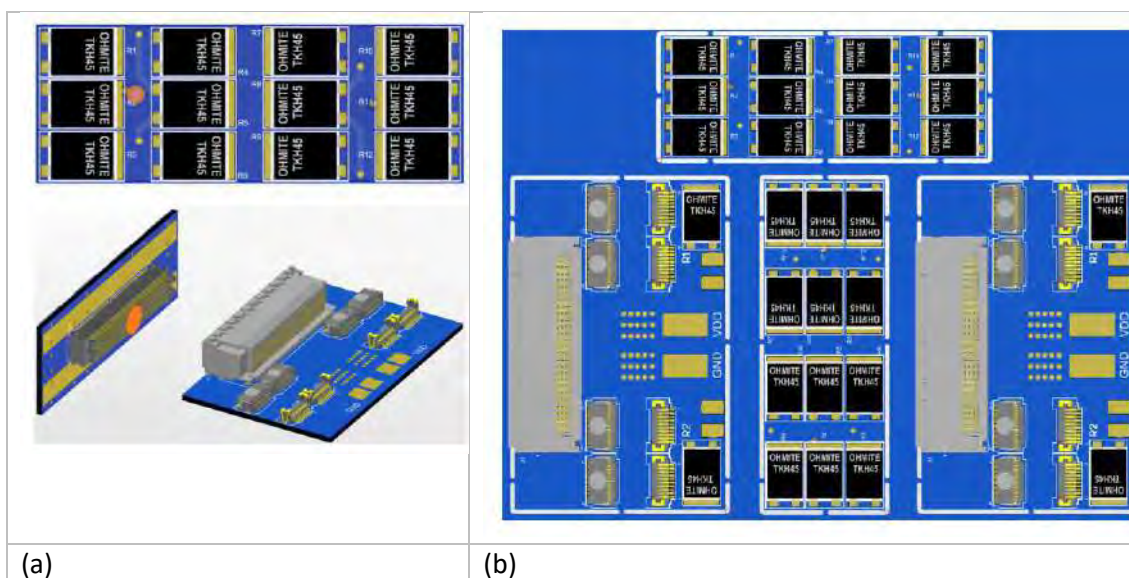


Figura 182: (a) Design da placa de sensores, com resistores representando sua dissipação térmica e placa adaptadora com conector de alta densidade. (b) painelização para produção de protótipos.

Testes preliminares confirmaram a funcionalidade do chip Timepix4 em operações de leitura e escrita de registradores através do módulo SPIDR4. A aquisição inicial de ruído de fundo do chip

Timepix4 foi bem-sucedida, representando um marco importante na validação das etapas iniciais do desenvolvimento.

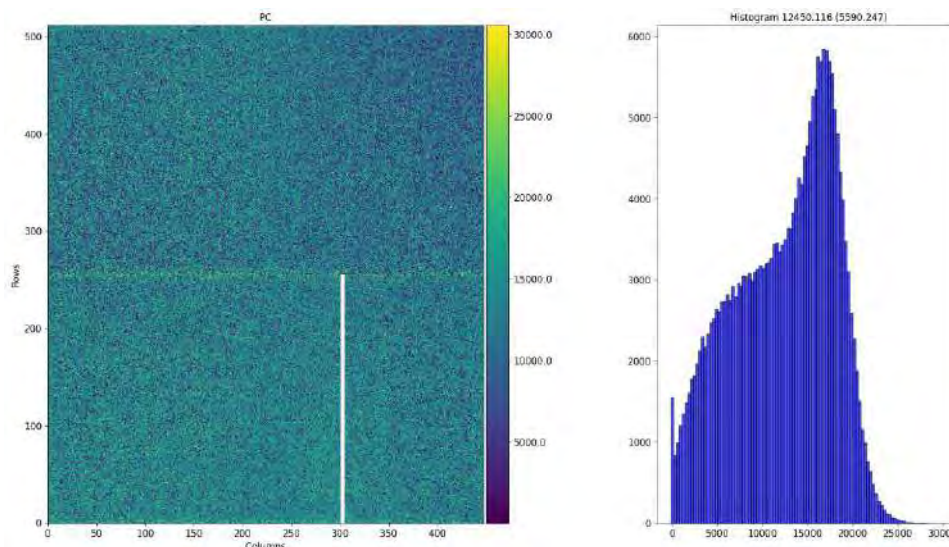


Figura 183: Imagem de ruído de fundo do Timepix4 utilizando o módulo SPIDRA.

Com a validação inicial do design e da comunicação dos módulos, os próximos passos incluem a integração dos sensores definitivos e testes funcionais em condições operacionais nas linhas de luz. A modularidade do projeto permite adaptações para diferentes faixas de energia e configurações experimentais, garantindo versatilidade e eficiência no uso em ambientes de pesquisa avançada. O avanço no protótipo do TUPI representa um passo significativo na inovação de detectores de pixel híbrido para aplicações síncrotron.

### ASIC para detector

O projeto conceitual do ASIC (Circuito Integrado de Aplicação Específica) para um detector híbrido pixelado de detecção direta foi concluído em setembro de 2024, apresentando uma proposta inovadora voltada para a linha de luz HIBISCO. Este ASIC será projetado para alcançar alta resolução espacial de 10  $\mu\text{m}$  e eficiência de detecção superior a 85% para raios X duros na faixa de 45 keV e 92% em 16 keV. A abordagem de vanguarda consiste na utilização de algoritmos embarcados que processam cargas elétricas geradas em clusters de pixels, permitindo a alocação sub-pixel com resolução inferior ao tamanho físico do pixel, que é de 30  $\mu\text{m}$ . Essa estratégia inédita proporciona imagens formadas por contadores sub-pixel, equivalendo, do ponto de vista prático, a um detector de 10  $\mu\text{m}$ , mantendo alta eficiência de detecção mesmo sob fluxos de fótons intensos.



Figura 185: Exemplo de processamento de cargas elétricas em um cluster de pixels para incremento em contadores de fótons com resolução sub-pixel.

A etapa de prototipagem também inclui o desenvolvimento de técnicas de hibridização de sensores utilizando filmes condutivos anisotrópicos (ACF), uma inovação que pode redefinir a interface entre sensores e ASICs em detectores híbridos. Este avanço não apenas complementa o projeto do ASIC, mas também contribui para estudos de novos materiais e métodos de fabricação aplicáveis a detectores de alta resolução e eficiência.

Com o desenvolvimento do ASIC, o detector híbrido pixelado terá aplicações diretas em pesquisas avançadas em raios X, sendo um marco para projetos que requerem alta resolução e precisão em ambientes de alta intensidade fotônica, como o laboratório Orion. Este protótipo representa um passo significativo no estado da arte de detectores híbridos, abrindo caminhos para aplicações científicas e industriais que demandam imagens de alta qualidade e confiabilidade.

## 5. Apoio à geração de inovação

Em 2024, o LNL manteve o desenvolvimento de duas iniciativas em parceria com a Equinor, envolvendo a linha de luz MOGNO do Sirius. Esses projetos visam criar uma infraestrutura para estudos de fluxo multifásico de fluidos em rochas reservatório por meio de tomografia de raios X, permitindo ensaios *in situ* em condições de pressão e temperatura controladas. Além disso, o LNL manteve seu compromisso com a proteção da propriedade intelectual, desenvolvendo novos softwares para o processamento e análise de dados síncrotron, fortalecendo ainda mais a posição do Sirius como uma infraestrutura de referência no cenário internacional.

### 5.1. Petróleo e Gás

#### 5.1.1. Tomografia de raios X para medidas *in situ* de amostras de rocha em condição de reservatório

O CNPEM possui dois projetos em colaboração com a empresa Equinor, envolvendo a linha MOGNO do Sirius, sendo um projeto de Infraestrutura e outro de P&D. Esses projetos foram iniciados no final de 2022 e consistem no desenvolvimento, instalação e comissionamento da infraestrutura necessária para estudar o fluxo multifásico de fluidos em rochas reservatório, por meio de imageamento de raios X em condições experimentais inéditas em linhas de luz de tomografia. A infraestrutura, a ser instalada na microestação da linha de luz MOGNO, validará o uso de células de fluxo para ensaios *in situ*, sob condições controladas de pressão e temperatura, com rochas reservatório de hidrocarbonetos de diferentes tamanhos. Isso possibilitará avanços na investigação de fenômenos na escala de poros, ampliando o entendimento da dinâmica do escoamento de fluidos em meios porosos. Serão realizados experimentos com a injeção de diferentes fluidos através do meio poroso, utilizando protocolos validados em parceria com a Equinor, o CNPEM e a UNICAMP. Esses experimentos permitirão avaliar como os fluidos são mobilizados no meio poroso em função de diversas condições de escoamento. A nova infraestrutura permitirá a execução de testes 4D únicos na linha de Luz MOGNO.

No primeiro ano de projeto, foi realizado um mapeamento dos diferentes sistemas de injeção e dos protocolos utilizados em instituições parceiras. Como resultado deste mapeamento, foram definidos os componentes que farão parte do sistema, assim como o esquemático do sistema

que define seu arranjo e suas conexões. Para viabilizar a integração de um sistema de fluxo com alta resolução de tomografia 4D, faz-se necessário utilizar componentes que comumente não são utilizados em equipamentos de bancada, dado principalmente pela limitação de espaço que não é comum em laboratórios padrões. Desta forma, atualmente, temos no laboratório uma bancada de testes dos componentes que serão instalados. Os projetos estão em uma fase avançada de aquisição dos componentes que integrarão o sistema, e também na fase de viabilizar uma infraestrutura que permita a realização de experimentos de longo prazo.

O setup experimental final possibilitará experimentos sob condições de alta pressão e alta temperatura, semelhantes às de reservatórios como o pré-sal brasileiro, resultado que deverá ser alcançado no segundo semestre de 2026 com a instalação do sistema na linha de Luz. A interação com as instituições parceiras deverá se manter ao longo do desenvolvimento do projeto, e, no último ano, foram organizados pequenos workshops para discussões com os pesquisadores e empresas envolvidas no desenvolvimento de equipamentos customizados para o projeto, incluindo a Equinor Research Center (Trondheim/Noruega), Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas – LMPT da UFSC, Laboratório de Reservatórios de Petróleo – LABORE da UNICAMP e centro de pesquisa (CENPES) da Petrobras.

#### 5.1.2. Caracterização Ultrarrápida e Acurada de Reservatórios

Em 2021, o CNPEM iniciou dois projetos em colaboração com a empresa Petrobras, um de Infraestrutura e outro de P&D, ambos com duração inicial de 2 anos, que foram prorrogados por mais 1 ano e meio. O objetivo do projeto de Infraestrutura a construção de uma das estações experimentais da linha MOGNO do Sirius, a microestação, na qual serão realizadas medidas de tomografia de raios X com resolução micro e sub-micrométricas.

A microestação começou a ser instalada em 2023, com conclusão em novembro de 2024, quando deve ser iniciado seu comissionamento técnico e científico, com previsão de medidas de tomografia do Projeto de P&D no final do mês. Os experimentos devem contemplar todo o procedimento para realização de microtomografia de amostras secas em modo *highthroughput* e de zoom no centro da amostra, incluindo a reconstrução das imagens.



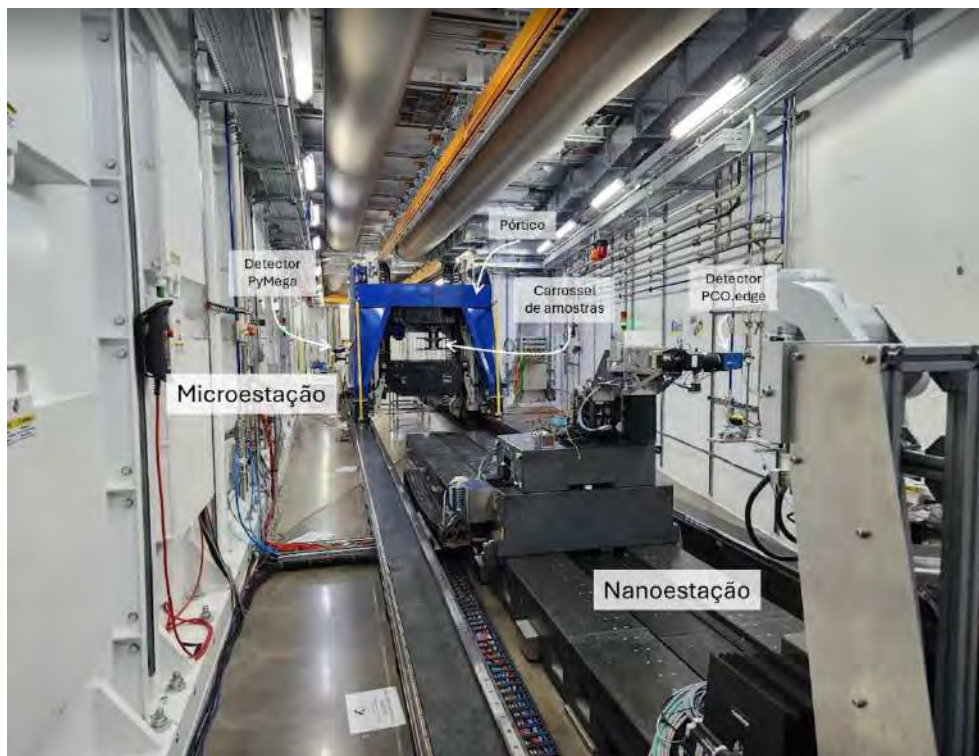


Figura 186: Cabana experimental da MOGNO com as estações experimentais.

Paralelamente à instalação das estruturas da microestação, o detector PiMega foi testado, utilizando-se a nanoestação para o posicionamento das amostras (neste caso, o campo de visão máximo era de 15mm). Os testes foram feitos com uma amostra de composição conhecida. Devido à geometria do detector PiMega, foram necessários ajustes no procedimento de execução de tomografias e desenvolvimento de algoritmo para correção.

Durante o comissionamento técnico da outra estação experimental da linha MOGNO do Sirius, a nanoestação, foram realizadas medidas de microtomografia de raios X com amostras cedidas pela Petrobras. A análise dos dados permitiu observar que o nível de ruído da imagem estava superior ao tolerável pelos algoritmos de reconstrução testados. Para melhorar o sinal-ruído, foram realizados testes com *pinhole* e guia de onda em 2024, porém sem sucesso na melhora da qualidade da imagem final, devido à alta energia do feixe da linha. Atualmente, está em teste um método que aplica a equação de transporte de intensidade (*transport-of-intensity equation*, TIE), que reconstrói a fonte da linha e transporta essa informação para a posição da amostra, com o objetivo de corrigir as projeções obtidas e melhorar a qualidade do dado.

A geometria de feixe cônico da linha MOGNO permite a realização de tomografia em porções específicas da amostra e com maior resolução espacial, a chamada tomografia de zoom. Neste caso, apenas uma parte da amostra é imageada. Entretanto, a parte da amostra fora do campo de visão também interage com o feixe de raios X, gerando ruído, o que demandou o desenvolvimento de um algoritmo de correção para melhorar a qualidade de tais imagens. Esse algoritmo tem funcionado corretamente com amostras reais, sendo testado para imagens obtidas na nanoestação com o detector PCO.edge.

Por fim, também foi desenvolvido um algoritmo para segmentação automática para facilitar a identificação de regiões de interesse na amostra para tomada de decisões durante experimentos

na linha para identificação de regiões de microporosidade em rocha. Esse algoritmo apresenta melhor desempenho em imagens com alto contraste entre as fases da amostra.

## 6. Treinamento, educação e extensão

É notável o comprometimento dos pesquisadores do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) com a constante atualização científica e tecnológica. A participação em eventos e cursos de relevância científica demonstra o esforço contínuo para se manter na vanguarda da pesquisa. A iniciativa de oferecer palestras e seminários em congressos, promover eventos científicos *in-house*, ações de capacitação para profissionais e pesquisadores de diferentes instituições contribuem para a disseminação do conhecimento. A seguir, destacam-se alguns dos principais destaques do ano em treinamento, educação e extensão:

### 6.1. Seminários e Palestras

#### 6.1.1. Conferência Internacional sobre Microscopia de Raios X (XRM).

Entre os dias 1 e 6 de setembro de 2024, a International Conference on X-ray Microscopy (XRM) reuniu especialistas de todo o mundo em Grenoble, França, para discutir os avanços e desafios relacionados ao uso de anéis de armazenamento de luz síncrotron com limite de difração. Esses anéis, como o Sirius no Brasil, representam o estado da arte na geração de luz síncrotron, oferecendo fluxos coerentes e níveis de brilho sem precedentes, que abrem novas possibilidades para a microscopia de raios X e a exploração de fronteiras espaciais e temporais. No entanto, apesar do grande potencial, desafios técnicos e metodológicos permanecem, especialmente em relação a elementos ópticos, detectores, requisitos de aquisição, ferramentas para grandes volumes de dados e análise em tempo real.

O evento contou com palestras de renomados especialistas internacionais, incluindo Itamar Neckel, pesquisador do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS). Neckel apresentou os avanços e aplicações realizadas no Sirius, destacando as capacidades da linha de luz CARNAÚBA para microscopia de raios X em alta resolução. Sua contribuição foi central para a discussão dos desafios e soluções relacionados a hardware e software necessários para aproveitar plenamente as capacidades dos anéis de armazenamento com limite de difração. A apresentação incluiu exemplos de como o Sirius está lidando com questões como processamento de grandes volumes de dados e análise em tempo real, além de avanços nas técnicas de detecção e nos elementos ópticos. O evento serviu como uma plataforma importante para o intercâmbio de ideias e a busca por soluções para maximizar o potencial dessas instalações de última geração.

#### 6.1.2. Conferência Internacional sobre Instrumentação para Radiação Síncrotron (SRI)

Entre os dias 26 e 30 de agosto de 2024, o Brasil marcou presença de forma expressiva na 15ª edição da Conferência Internacional sobre Instrumentação para Radiação Síncrotron (SRI), realizada em Hamburgo, Alemanha. O evento, reconhecido como o maior e mais importante da área de instrumentação síncrotron no mundo, contou com a participação de 17 pesquisadores e engenheiros do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), que apresentaram contribuições em plenárias, palestras e sessões de pôsteres. Essa foi a maior delegação já enviada pelo Brasil ao evento.

Durante o SRI 2024, foi anunciado que o Brasil sediará a próxima edição do evento, prevista para 2027, superando as candidaturas do Canadá e da Coreia do Sul. A escolha reflete o reconhecimento internacional da excelência brasileira em instrumentação científica desenvolvida para o Sirius. O LNLS/CNPEM destacou em sua proposta as inovações introduzidas nas 14 linhas de luz do Sirius e os avanços previstos na segunda fase do projeto, incluindo as três novas linhas de bioimagem do projeto Orion. Um dos destaques da participação foi o prêmio principal recebido por Renan Geraldles, engenheiro do LNLS/CNPEM, pelo pôster que apresentou a câmara de carregamento da nanossonda criogênica da estação experimental Sapoti, localizada na linha de luz CARNAÚBA do Sirius.



*Figura 187: Renan Geraldles recebeu o prêmio principal por seu poster, que apresentou a câmara de carregamento da nanossonda criogênica da estação experimental Sapoti, na linha de luz Carnaúba, do Sirius.*

## 6.2. Ações de Capacitação

### 6.2.1. 7ª edição da Escola Ricardo Rodrigues de Luz Síncrotron (ER2LS)

Entre os dias 15 e 26 de julho de 2024, o Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), parte do CNPEM, realizou a 7ª edição da Escola Ricardo Rodrigues de Luz Síncrotron (ER2LS), em Campinas-SP. O evento reuniu estudantes de graduação, pós-graduação e profissionais de diversas áreas do conhecimento, com o objetivo de formar e capacitar novos usuários para explorar as técnicas avançadas de luz síncrotron disponíveis no Sirius, a fonte de luz síncrotron de 4ª geração do Brasil.

Durante as duas semanas de atividades, os participantes tiveram a oportunidade de assistir a aulas expositivas que abordaram desde as propriedades da luz síncrotron até os fundamentos das técnicas experimentais utilizadas em áreas como Física, Química, Biologia, Ciência de Materiais, Farmacologia e Biotecnologia. A programação incluiu seminários ministrados pelas divisões científicas do LNLS, discussões interativas com pesquisadores e visitas às instalações dos

Laboratórios Nacionais de Luz Síncrotron, Nanotecnologia, Biociências e Biorrenováveis do CNPEM. Além disso, os participantes participaram de tutoriais práticos realizados diretamente nas linhas de luz do Sirius, muitas delas em operação ou em fase de comissionamento científico.



*Figura 188: Participantes da 7ª Escola Ricardo Rodrigues de Luz Síncrotron (ER2LS) assistem a uma das aulas expositivas sobre técnicas avançadas de luz síncrotron.*

### 6.2.2. Escola São Paulo de Ciência Avançada sobre técnicas de luz síncrotron de 4ª geração (SyncLight 2024).

Entre os dias 14 e 25 de outubro de 2024, o CNPEM sediou a Escola São Paulo de Ciência Avançada em Técnicas de Luz Síncrotron de 4ª Geração (ESPCA-SyncLight), financiada pela FAPESP. O evento reuniu 105 jovens pesquisadores, selecionados entre 350 inscritos de diversas regiões do Brasil e de 21 países, promovendo um intercâmbio interdisciplinar de conhecimento. A escola focou nas oportunidades oferecidas pelas técnicas experimentais avançadas disponíveis no Sirius, a fonte de luz síncrotron brasileira de 4ª geração, considerada uma das mais modernas do mundo.

Durante duas semanas intensivas, os participantes, desde estudantes de graduação até pós-doutores, participaram de palestras introdutórias sobre aceleradores síncrotron, técnicas experimentais e aplicações em diversas áreas, como física, química, ciência dos materiais, energia e sustentabilidade. A programação incluiu sessões de pôsteres, visitas às instalações do Sirius, e tutoriais práticos conduzidos pelos pesquisadores do LNLS, abrangendo o controle dos aceleradores, análise e simulação de dados, além de experimentos realizados nas estações das linhas de luz. Essa combinação de atividades teóricas e práticas proporcionou uma experiência abrangente e formativa para os futuros pesquisadores-usuários dessa infraestrutura de ponta.

## 6.3. Eventos Científicos

### 6.3.1. 34ª Reunião Anual de Usuários do LNLS (RAU)

Entre os dias 6 e 7 de novembro de 2024, o Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) do CNPEM sediou a 34ª Reunião Anual de Usuários (RAU), no Sirius, em Campinas-SP. A RAU, um dos eventos mais importantes para a comunidade científica usuária do LNLS, reuniu pesquisadores de diversas áreas, como Ciência de Materiais, Saúde, Ciência Ambiental, Biotecnologia e Química, para trocar experiências e discutir propostas de melhorias nas instalações e instrumentação do Sirius. Além disso, o evento contou com workshops satélites realizados nos dias 4, 5 e 8 de novembro, que exploraram temas específicos de grande relevância científica.

O primeiro workshop satélite, o 3º Workshop SMX – MX at Sirius for Fragment Screening, ocorreu nos dias 4 e 5 de novembro e destacou o uso de técnicas de *fragment screening* na linha de luz MANACÁ. Este evento reuniu especialistas em biologia estrutural, cristalografia de proteínas e descoberta de medicamentos para discutir os avanços no uso da cristalografia para identificar compostos bioativos e caracterizar locais de ligação alostéricos. A linha MANACÁ, agora totalmente operacional, permitiu a demonstração de experimentos de ponta, consolidando sua importância para estudos de biologia estrutural no Brasil.

Simultaneamente, foi realizado o 2º Workshop PRESSYNC, que abordou os avanços em técnicas síncrotron aplicadas à ciência de alta pressão. Com foco na linha de luz EMA, o workshop reuniu líderes globais em ciência de alta pressão e pesquisadores brasileiros para discutir novas possibilidades experimentais e resultados recentes obtidos em condições extremas. Já no dia 8 de novembro, o Vacuum Ultra-Violet Spectroscopy Workshop (VUVS) explorou técnicas espectroscópicas na região VUV, com discussões sobre física do estado sólido, estrutura eletrônica e fotoemissão angular. Também no dia 8, o 2º Workshop Internacional H2Mat trouxe especialistas em materiais hierárquicos e heterogêneos para discutir as oportunidades científicas oferecidas pelas linhas de luz do Sirius, promovendo colaborações e inovações em pesquisas multidisciplinares. Esses workshops enriqueceram a RAU, oferecendo um espaço de troca e aprendizado em áreas emergentes e estratégicas.

### 6.3.2. Workshop Brasileiro de Física de Semicondutores (BWSP)

Entre os dias 2 e 6 de setembro de 2024, o CNPEM sediou a 21ª edição do Workshop Brasileiro de Física de Semicondutores (BWSP), realizado nas instalações do Sirius, em Campinas-SP. O evento, promovido pelo Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) e pelo Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), reuniu cerca de 200 participantes, incluindo estudantes, pesquisadores e profissionais, consolidando-se como um importante fórum para o avanço da Física de Semicondutores no Brasil. Desde sua criação, em 1983, o BWSP se tornou um evento tradicional, sendo realizado bianualmente para discutir os tópicos mais relevantes e emergentes na área.

A programação da 21ª edição foi abrangente e diversificada, abordando temas como tópicos tradicionais e emergentes em semicondutores, técnicas de fabricação de nanoestruturas, dispositivos e tecnologias quânticas, entre outros. Durante o evento, os participantes tiveram a oportunidade de assistir a palestras ministradas por especialistas nacionais e internacionais, sessões plenárias e tutoriais que exploraram as fronteiras do conhecimento em Física da Matéria

Condensada. As apresentações de trabalhos e sessões de pôsteres permitiram o compartilhamento de pesquisas inovadoras, enquanto visitas às instalações do Sirius e do LNNano ofereceram uma perspectiva prática das tecnologias e métodos de ponta utilizados nas pesquisas brasileiras.

O BWSP também se destacou como um espaço de interação e colaboração científica, promovendo o diálogo entre pesquisadores experientes e jovens talentos. Essa troca de conhecimentos contribuiu para discutir as futuras direções da pesquisa em semicondutores e as aplicações tecnológicas no setor.



Figura 189: Participantes da 21ª edição do Workshop Brasileiro de Física de Semicondutores (BWSP)

## 6.4. Orientação e Supervisão

### 6.4.1. Participação do CNPEM no Encontro da SBPMat

O CNPEM teve uma presença destacada no XXII Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat), realizado em outubro de 2024, em Maceió, Alagoas. Este evento, um dos mais importantes no campo de materiais no Brasil, reuniu cientistas, estudantes e profissionais para compartilhar avanços científicos e tecnológicos. A participação do CNPEM foi marcante, com dezenas de estudantes de graduação e pós-graduação da Ilum, bolsistas e pesquisadores dos Laboratórios Nacionais apresentando seus trabalhos em sessões de pôsteres e comunicações orais ao longo do evento.

Durante a cerimônia de encerramento, os destaques do CNPEM foram reconhecidos com prêmios importantes. Ao todo, doze prêmios foram entregues a sete estudantes, incluindo o Bernhard Gross Award, concedido aos melhores trabalhos de cada sessão pela própria SBPMat, além dos prêmios de melhor pôster ou comunicação oral oferecidos pela American Chemical Society (ACS) e pela Royal Society of Chemistry (RSC). Entre os premiados, Francisco Mateus Cirilo da Silva, pesquisador adjunto na linha de luz Carnáuba do Sirius (LNL), foi agraciado com os prêmios Bernhard Gross e da ACS pela melhor apresentação oral, com o trabalho intitulado:

*“X-ray dose effects and strategies to mitigate beam damage in metal halide perovskites under high brilliance X-ray photon sources”*, projeto desenvolvido durante seu doutorado. Seu estudo abordou os efeitos da dose de raios X e estratégias para mitigar danos em perovskitas de haleto metálico, contribuindo significativamente para o avanço de tecnologias baseadas em fontes de raios X de alta intensidade.

Outro reconhecimento importante foi concedido a Maria Gabriella Detone Guaita, bolsista de doutorado no grupo da linha de luz Carnaúba do Sirius (LNLS), que recebeu os prêmios Bernhard Gross e da RSC pelo melhor pôster apresentado no evento. Seu trabalho, intitulado *“Influence of co-solvent and methylammonium chloride additive on low-dimensional perovskites for solar cells”*, investigou como o uso de co-solventes e aditivos influencia a formação de perovskitas de baixa dimensionalidade, com impacto direto no desempenho de células solares.



Figura 190: Laureados durante o 22º encontro da SBPMat – B-MRS Meeting, realizado em Santos-SP.  
Crédito: Divulgação SBPMat

## 7. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas

### 7.1. Infraestrutura

Os esforços de infraestrutura em 2024 concentraram-se em atender às crescentes demandas operacionais e de segurança do Sirius e do Orion, abrangendo desde a reorganização de áreas técnicas e instalação de sistemas de alimentação elétrica modernizados até a ampliação de medidas de proteção, como a implantação de guarda-corpos nas linhas de luz, evidenciando o compromisso com eficiência, segurança e suporte ao desenvolvimento científico.

#### 7.1.1. Realocação de áreas de instrumentação e engenharia

Para atender às demandas crescentes associadas aos novos projetos de desenvolvimento das linhas de luz da Fase II do Sirius e do Orion, bem como compatibilizar com o crescimento contínuo do campus do CNPEM, sua estrutura organizacional renovada e projetos futuros, está sendo proposta uma reorganização abrangente das instalações e equipes técnicas associadas. Essa reorganização visa otimizar a operação das equipes envolvidas no desenvolvimento, implantação e manutenção das linhas de luz, além de subsistemas dos aceleradores.

A partir de 2025, está prevista a criação de áreas concentradas para atividades de metrologia óptica, metrologia mecânica, montagens e testes, todas localizadas em uma mesma região do prédio do Sirius. Essa concentração de infraestrutura técnica será acompanhada pela implantação de novos escritórios, que acomodarão as equipes científicas e técnicas, promovendo uma maior integração entre os grupos. A localização estratégica dessas áreas coincide com as futuras instalações das linhas de diagnóstico CARCARÁ e instrumentação de raios X ARIRANHA, facilitando a colaboração direta e eficiente entre os projetos.

Essa reorganização não apenas aprimora a eficiência operacional e técnica, mas também consolida uma abordagem colaborativa entre as equipes responsáveis pelo desenvolvimento e operação do Sirius. Com a centralização das atividades técnicas e científicas, espera-se um impacto positivo na qualidade e na agilidade dos processos, alinhando-se aos objetivos de crescimento estratégico do CNPEM e das suas contribuições para a ciência nacional e internacional.

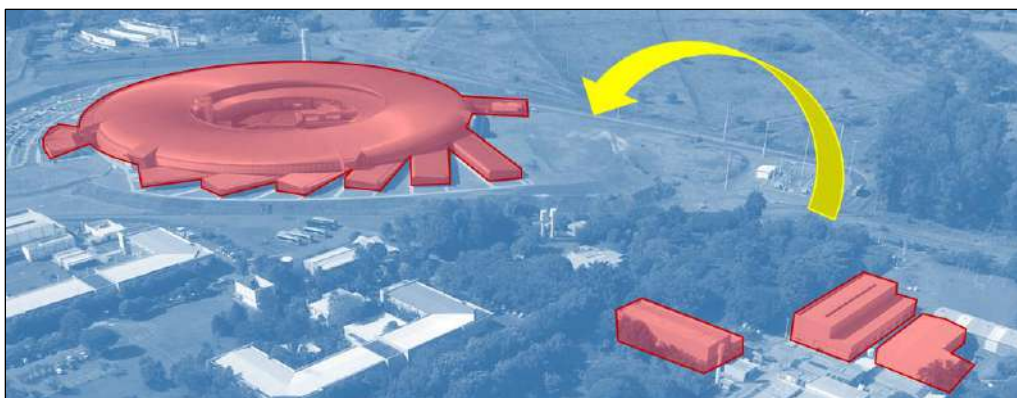


Figura 191: Projeto de migração da operação ligada ao desenvolvimento e montagem de novos equipamentos para linhas de luz, pulsados e radiofrequência sendo migrada para Sirius.



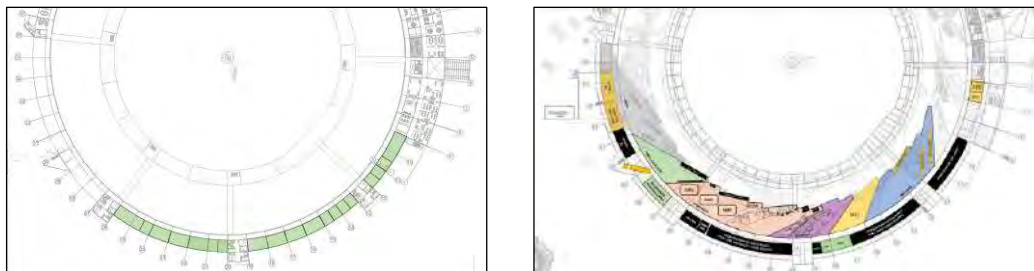


Figura 192: (Inferior-esquerda) Região de escritórios em processo de contratação para a área faseada no nível 619 do Sirius. (Inferior-direita) Implantação proposta.

### 7.1.2. Distribuição e alimentação de nitrogênio líquido

Durante o ano de 2024, o Sistema de Distribuição de Nitrogênio Líquido (LNDS) do Sirius, projetado para abastecer até 40 linhas de luz e a planta criogênica, passou por melhorias técnicas e correções críticas. O comissionamento inicial, em novembro de 2023, revelou problemas como vazamentos no separador de fases e condensação em trechos da tubulação. Esses problemas levaram ao envio de componentes, incluindo o separador de fases e trechos das tubulações, para retrabalho na fábrica da DEMACO, na Holanda. Durante o período, uma solução provisória foi implementada utilizando um separador de fases de 40 litros e flexíveis isolados a vácuo, permitindo que o sistema permanecesse parcialmente funcional enquanto aguardava as correções definitivas.

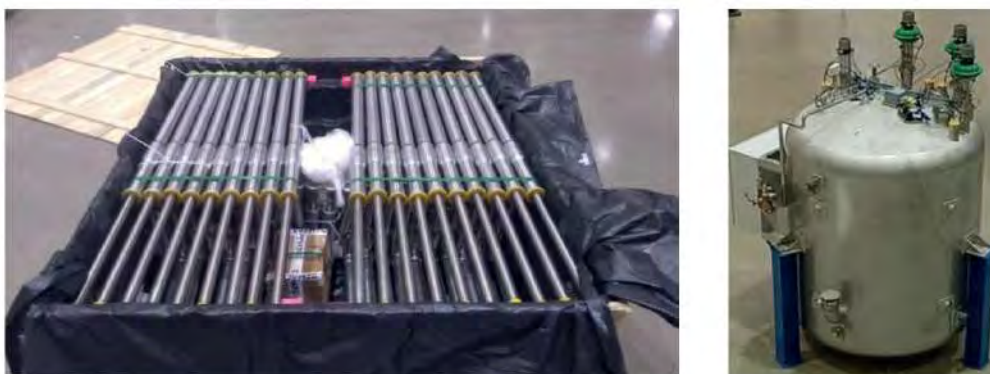
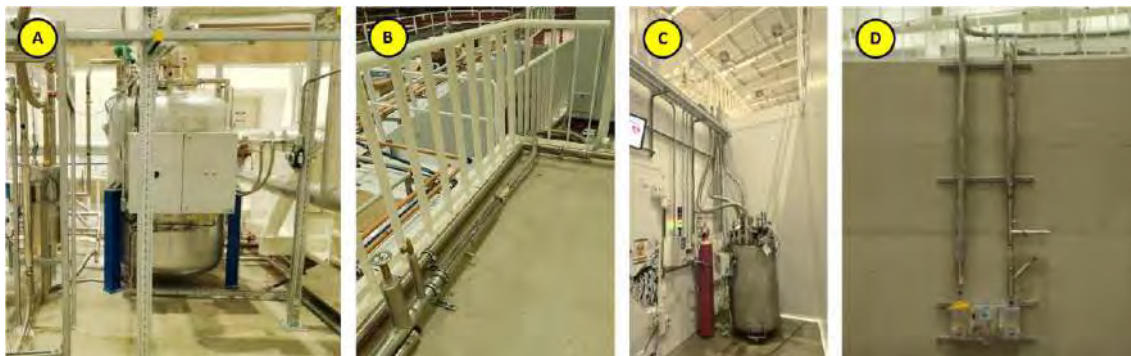


Figura 193: (Esquerda) Trechos das linhas de luz embalados para envio para retrabalho na DEMACO. (Direita) Separador de fases removido para envio para retrabalho na DEMACO.

O separador de fases definitivo foi instalado em 2024, acompanhado da regularização do vácuo de isolamento térmica, essencial para evitar perdas térmicas e condensação. Além disso, foram realizadas interligações definitivas por dutos rígidos, e os pontos de alimentação do sistema foram equipados com aquecedores acoplados a silenciadores para evitar a formação de gelo nas descargas de gás. Essas melhorias técnicas garantiram maior eficiência no fornecimento de nitrogênio líquido para *cryocoolers* conectados diretamente ao LNDS, reduzindo a necessidade de enchimentos manuais em *dewars*. A linha EMA, por exemplo, agora opera com conexão direta ao sistema, beneficiando-se de um fornecimento contínuo e estável.

A relocação das estações de enchimento manual foi planejada e executada para atender ao crescimento do campus do CNPEM e à implantação do Orion. Três estações foram estrategicamente reposicionadas ao longo do prédio do Sirius, próximas à blindagem do anel de

armazenamento, para atender regiões de maior demanda. O tanque de LN2 que abastecia essas estações foi movido para a área de recuperação de hélio, onde agora também alimenta equipamentos de pré-resfriamento do sistema de liquefação de hélio e gera nitrogênio gasoso (GN2) para uso independente. Essa nova configuração não apenas aumenta a flexibilidade operacional, mas também reduz riscos associados ao manuseio manual de LN2, aprimorando a segurança.



*Figura 194: (A) Separador de fases definitivo instalado; (B) Derivação do LNDS que alimenta uma das linhas de luz; (C) Cryocooler da linha EMA conectado diretamente ao LNDS; (D) Ponto de abastecimento manual instalado na parede da blindagem do anel.*

Com essas mudanças, o sistema atendeu às exigências de fornecimento contínuo de LN2 e GN2, além de preparar o Sirius e o Orion para demandas futuras. O design modular do LNDS permitirá expansões e adaptações para novas linhas de luz, garantindo escalabilidade e eficiência a longo prazo. A implementação dessas melhorias reflete um avanço significativo na infraestrutura de suporte ao Sirius e reforça a preparação técnica para os desafios do Orion.

### 7.1.3. Painéis para alimentação elétrica das linhas da fase II e Orion

Os painéis elétricos atualmente em uso no Sirius, responsáveis pela alimentação das linhas de luz, apresentam limitações que afetam a segurança e a eficiência operacional, principalmente durante a conexão de novas linhas. Atualmente, o procedimento para a conexão de uma nova linha exige manobras no alimentador principal da subestação, o que resulta na interrupção do fornecimento de energia para todas as linhas de luz conectadas ao painel. Essa situação gera atrasos e aumenta os riscos de impacto às operações das linhas de luz existentes.

Para mitigar esse problema, foi projetado um novo modelo de painel elétrico totalmente compartimentado. Este design avançado isola fisicamente os cabos, os barramentos vivos, os disjuntores e o compartimento de cabos, permitindo que novas linhas sejam conectadas e energizadas de maneira segura, sem interrupções nas operações das linhas já em funcionamento. Essa atualização técnica garante maior confiabilidade, segurança e flexibilidade para expansões futuras.



*Figura 195: (Esquerda) Modelo de painel 220V antigo; (Direita) Modelo de painel 220V novo instalado*

Neste ano, foi emitido o pedido de compra para seis desses novos painéis. O primeiro já foi instalado com sucesso e está em operação, demonstrando as vantagens do novo design. Os outros cinco painéis estão programados para substituição ao longo de 2025, de acordo com o cronograma de paradas de manutenção. Essa implementação gradual assegura a continuidade das operações enquanto aprimora a infraestrutura elétrica do Sirius para atender às demandas das linhas da Fase II e do Orion.

#### **7.1.4. Instalação de guarda-corpos nas linhas de luz**

Com o objetivo de garantir a segurança em locais elevados, como escadas, rampas e mezaninos, os guarda-corpos foram projetados como barreiras físicas que atendem aos requisitos normativos da NR12 para prevenção de quedas de pessoas ou objetos. Este sistema de proteção já foi instalado nas linhas de luz SAPUCAIA, TATU, JATOBÁ e SAPÊ, representando um importante avanço na segurança das operações.

O projeto do guarda-corpo foi desenvolvido para resolver desafios logísticos e de mão de obra relacionados à montagem de linhas de vida, permitindo maior liberdade de trabalho em áreas elevadas. Diferentemente das soluções tradicionais, este modelo elimina a necessidade do uso de cintos de segurança, facilitando as atividades e aumentando a eficiência operacional. Com baixo custo, peso reduzido e fácil instalação, os guarda-corpos são ideais para aplicação em todas as salas de apoio e mezaninos das linhas de luz, atendendo às demandas de flexibilidade e padronização.



Figura 196: (A) Montagem do guarda corpo montado na linha TATU e (B e C) Guarda corpo da linha SAPE.

A fabricação dos guarda-corpos foi iniciada em agosto de 2024, com a instalação tendo início em outubro de 2024. Este processo deverá continuar até junho de 2025, garantindo a cobertura de todas as áreas de trabalho elevadas. Além de atender às exigências normativas, o modelo foi definido como padrão para todas as linhas de luz do Sirius, representando um marco importante no aprimoramento da infraestrutura de segurança no campus.

## 7.2. Operação

As ações realizadas no âmbito da operação do Sirius destacaram esforços para aprimorar a confiabilidade, a eficiência e a segurança das linhas de luz e instalações científicas, abrangendo desde a estruturação de equipes de suporte e manutenção até intervenções técnicas em estações experimentais, atualizações de infraestrutura crítica e desenvolvimento de soluções para assegurar a continuidade operacional.

### 7.2.1. Estruturação de equipe de suporte, operação e manutenção

Em 2024, o LNLS iniciou um projeto estratégico para estruturar uma equipe dedicada ao suporte, operação e manutenção das instalações científicas, como linhas de luz e laboratórios. O objetivo principal é garantir suporte técnico contínuo, acompanhamento operacional e execução eficiente de rotinas de manutenção, além de otimizar a gestão de serviços, contratos e processos internos. As atividades dessa equipe abrangem desde o suporte ao uso de equipamentos e infraestrutura experimental até a manutenção preventiva e preditiva de ativos, promovendo maior disponibilidade e confiabilidade operacional.

O plano de estruturação foi delineado com foco em seis áreas principais: comunicação eficiente com a comunidade científica e técnica, suporte integrado às operações, manutenção

especializada de máquinas e equipamentos, monitoramento contínuo de ativos, gestão de processos e uma abordagem integrada para operação e manutenção. Para isso, foram realizadas ações como a reorganização do catálogo de serviços, definição de escopos de trabalho e prazos de atendimento (SLAs), estabelecimento de prioridades e canais de solicitação para casos emergenciais, além da criação de reuniões específicas para acompanhamento e resolução de problemas em instalações individuais.

Um dos destaques do projeto é o plano de capacitação, que contempla a formação inicial e contínua dos integrantes da equipe, preparando-os para lidar com a alta complexidade e especificidades das instalações científicas. Isso inclui treinamentos técnicos em tecnologias emergentes, gestão de ativos e utilização de ferramentas avançadas para monitoramento e manutenção. A capacitação busca alinhar o conhecimento técnico às melhores práticas internacionais, garantindo excelência na execução dos serviços prestados.

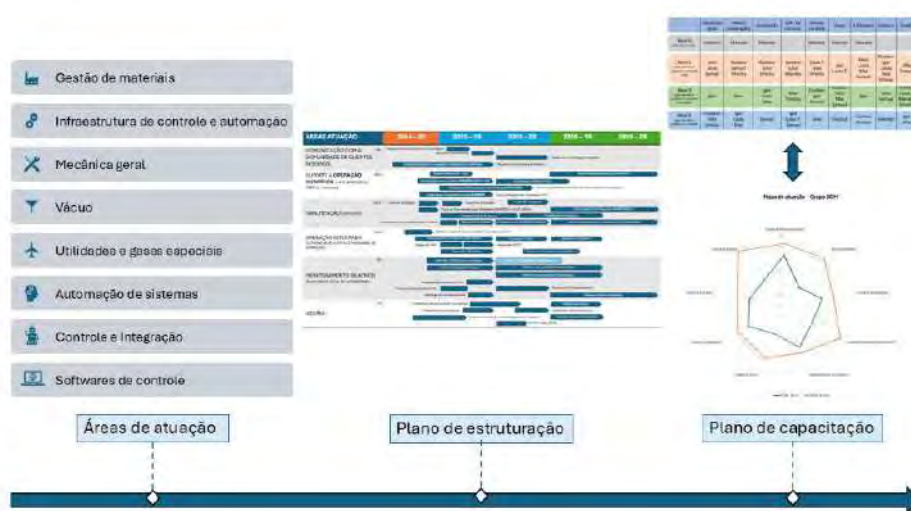


Figura 197: Ações iniciadas para a estruturação do grupo de suporte, operação e manutenção.

Além disso, estão sendo planejadas ações para o levantamento e gerenciamento de ativos, que incluem o mapeamento detalhado de equipamentos, criação de indicadores de desempenho e a implementação de ferramentas integradas para planejamento e acompanhamento das manutenções. O plano de manutenção preventiva, hoje parcialmente realizado pelos grupos de desenvolvimento, será ampliado e complementado com técnicas preditivas, otimizando recursos, reduzindo custos e proporcionando maior previsibilidade sobre o estado dos ativos. Adicionalmente, sistemas de monitoramento contínuo serão implementados para detectar falhas precocemente, permitindo ações corretivas rápidas e aumentando a disponibilidade operacional.

Com essas iniciativas, o LNLS visa promover maior transparência nos processos, eficiência operacional e integração das equipes técnicas e científicas. A atuação estruturada e integrada da equipe de suporte, operação e manutenção fortalecerá a infraestrutura técnica, criando condições ideais para a realização de experimentos de alta qualidade e o avanço da pesquisa científica.

### 7.2.2. Manutenção da estação Tarumã da linha Carnaúba

A estação experimental de nanofoco TARUMÃ, parte da linha CARNAÚBA, é um sistema altamente complexo que combina estabilidade extrema para imagens de alta resolução com capacidades multimodais, suportando experimentos *in situ* e operando. Desde sua entrada em operação em 2020, a TARUMÃ se destacou pela sofisticação de seu estágio de posicionamento vertical de amostras, um dos componentes mais críticos e de difícil acesso. Entretanto, este estágio apresentou comportamento errático em 2024, comprometendo a realização de experimentos. Como medida paliativa, foram instalados medidores lineares externos para permitir o funcionamento básico do sistema enquanto se planejavam intervenções mais abrangentes.

Aproveitando a parada programada do Sirius, uma manutenção detalhada foi realizada. A estação foi parcialmente desmontada, os medidores lineares externos foram removidos, e um novo estágio de posicionamento vertical foi instalado, como mostrado na Figura 198. Além disso, um *encoder* óptico complementar foi adicionado ao estágio comercial, garantindo maior robustez e precisão na solução implementada. A intervenção também incluiu o realinhamento completo da estação e melhorias significativas, como a identificação de cabos e tubulações e o aprimoramento do acesso ao sistema de refrigeração criogênica.



Figura 198: Estação experimental SAPOTI: (a) visão geral antes da intervenção; (b) destaque para a solução de operação paliativa com medidores lineares externos auxiliares; (c) torre de estágios de amostras, com destaque para o novo estágio vertical e o *encoder* óptico complementar; e (d) estação próxima à finalização de remontagem e realinhamento.

Como resultado dessa manutenção, a TARUMÃ recuperou suas condições operacionais ideais, restabelecendo o desempenho pré-falha do estágio. A operação permitiu, ainda, o desenvolvimento de um procedimento de manutenção otimizado, que poderá ser replicado em intervenções futuras, reduzindo o tempo de parada e os riscos associados. Adicionalmente, o estágio substituído, que não apresentou as mesmas falhas em testes de bancada, poderá ser reutilizado em outras linhas de luz do Sirius, demonstrando a eficiência na gestão de recursos.

Apesar do sucesso da intervenção, uma pendência importante permanece: a operacionalização do sistema de metrologia complementar do porta-amostras. Este sistema é essencial para experimentos de tomografia e deverá ser abordado ao longo de 2025. A manutenção da TARUMÃ não apenas garantiu a continuidade dos experimentos de ponta, mas também reforçou o compromisso do LNLs com a excelência operacional e a inovação tecnológica, consolidando a linha CARNAÚBA como uma referência em experimentação científica avançada.

### 7.2.3. Atualização da distribuição de utilidades e sistema HVAC da Manacá

A linha de luz MANACÁ, a primeira a entrar em operação no Sirius, enfrentava desafios críticos relacionados à sua infraestrutura inicial. Com conexões de má qualidade instaladas em diversos subsistemas, a instalação apresentava riscos operacionais que precisavam ser resolvidos para garantir a segurança e o desempenho contínuo da linha. Entre os principais problemas estavam a drenagem inadequada de condensados, o controle insuficiente de particulados em sistemas de água gelada e de processo, e a falta de eficiência na filtragem do ar comprimido, elementos essenciais para a estabilidade das operações.

Para mitigar esses riscos, foi realizada uma atualização completa das utilidades e do sistema HVAC da MANACÁ. A intervenção incluiu melhorias significativas no sistema de drenagem de condensados, com a substituição de conexões defeituosas e a implementação de dispositivos de segurança para prevenir vazamentos. Adicionalmente, foram instalados sistemas de controle avançados para a filtragem de particulados na água de processo e gelada, além de melhorias no sistema de ar comprimido, assegurando maior eficiência e confiabilidade. Essas ações, concluídas em outubro de 2024, foram essenciais para restaurar e elevar os padrões operacionais da linha.

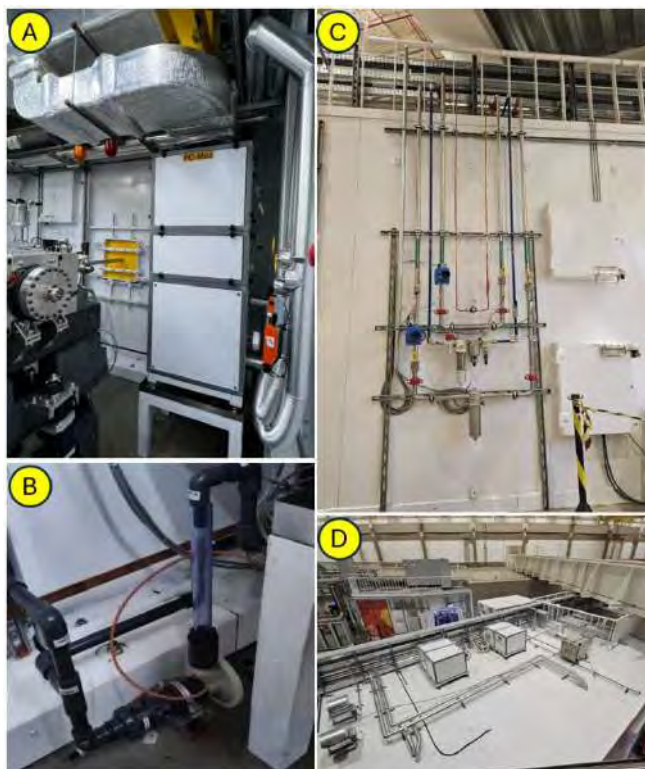


Figura 199: (A) Padronização de dutos e rebalanceamento de sistema HVAC; (B) Correção do sistema de drenagem; (C) Retrofit de sistemas de água de processos e ar comprimido para controle de particulados; (D) Retrofit de sistema de água gelada para correção de vazamentos.

A atualização também gerou importantes lições aprendidas para os futuros projetos de infraestrutura do Sirius. As melhorias implementadas serão incorporadas às novas instalações previstas para as demais linhas de luz e laboratórios, promovendo maior robustez e mitigando riscos semelhantes em outras áreas. Além disso, os procedimentos desenvolvidos durante os

reparos na MANACÁ servirão como referência para intervenções em outras linhas, otimizando a eficiência e reduzindo os impactos nas operações.

### 7.3. Melhorias técnicas

As melhorias técnicas realizadas no Sirius em 2024 foram fundamentais para o aprimoramento da estabilidade, da eficiência e da confiabilidade das operações nas linhas de luz e estações experimentais, abrangendo desde a otimização de sistemas ópticos e de controle até a atualização de componentes críticos, com foco em atender às demandas crescentes e assegurar a excelência nos experimentos científicos.

#### 7.3.1. Redistribuição e atualização no TEPUI

No contexto das operações do Sirius em 2024, o TEPUI foi alvo de melhorias significativas para otimizar a gestão de recursos computacionais e a confiabilidade no processamento de dados. Uma redistribuição estratégica de servidores de entrada e saída foi realizada, permitindo o suporte adequado a todos os detectores PIMEGA sem a necessidade de aquisição de novas máquinas. Paralelamente, GPUs que estavam ociosas foram realocadas, incluindo a alocação de um servidor com oito placas NVIDIA A100 de 80 GB para a linha MOGNO, potencializando o pós-processamento de dados e maximizando a eficiência do uso de recursos existentes.

Durante a parada de manutenção do Sirius, o sistema de armazenamento Ibirá (HPE Cray ClusterStor E1000) foi atualizado para a versão mais recente de seu software. Essa atualização solucionou vulnerabilidades de segurança que vinham causando falhas ao longo do ano, com a expectativa de aumento substancial na confiabilidade do sistema. Para 2025, está planejado um recomissionamento completo do *storage*, assegurando sua plena funcionalidade e alinhamento com as demandas crescentes das linhas de luz e dos laboratórios associados ao Sirius

#### 7.3.2. Melhorias no sistema de proteção de equipamentos

Foram realizadas melhorias significativas no Sistema de Proteção de Equipamentos (EPS) das linhas de luz do Sirius, visando assegurar maior segurança e eficiência na operação das estações experimentais. Este sistema é dividido em quatro grupos de proteção principais: vácuo, temperatura, posição e queda de energia, cada qual com mecanismos e funcionalidades específicas para proteger os componentes críticos das linhas de luz.

No que diz respeito à proteção de vácuo, o sistema foi aprimorado em três categorias distintas:

- **Proteção rápida**, que atua de forma independente pelo controlador da válvula rápida para proteger o anel de armazenamento contra ondas de choque geradas por falhas de vácuo.
- **Proteção lenta**, destinada às regiões de ultra-alto vácuo (UHV), isolando trechos críticos e prevenindo a abertura de válvulas em condições inadequadas, por meio de diagnósticos de sensores avançados.
- **Baixo vácuo**, cobrindo trechos como estações experimentais e setups frequentes, com melhorias que integram o bombeamento e arejamento diretamente ao EPS, reduzindo a dependência de ações manuais do usuário. Linhas como IPÊ, CARNAÚBA, EMA, SAPUCAIA e SABIÁ já estão sendo adaptadas para implementar este modelo automatizado, aumentando a segurança e a confiabilidade dos processos.



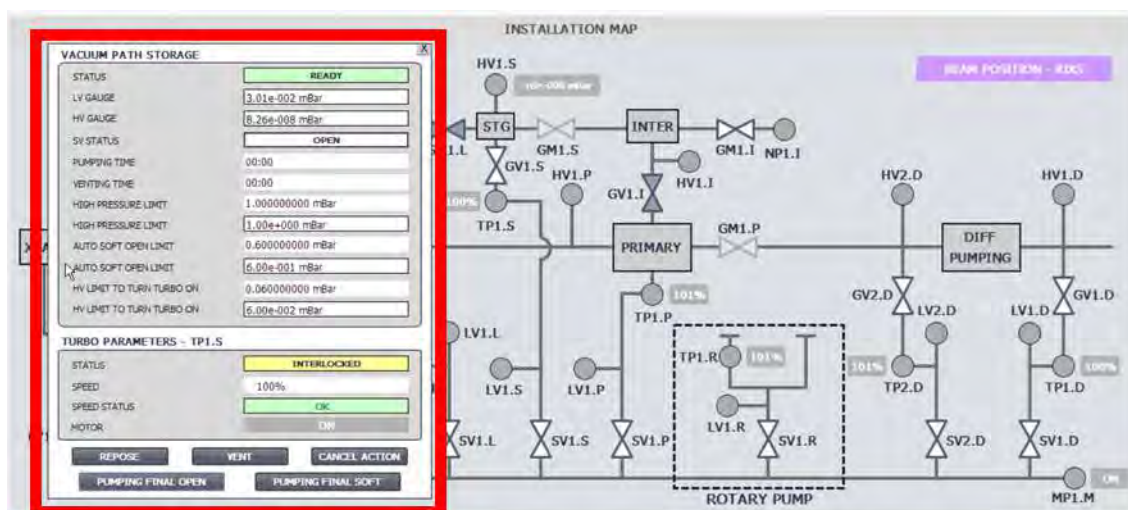


Figura 200: Interface da estação experimental RIXS. À esquerda, é destacado os recursos adicionados para viabilizar a operação automática dos procedimentos de bombeamento e arejamento.

Outro aspecto central das melhorias foi a proteção de temperatura, que monitora componentes refrigerados por água e sistemas criogênicos com nitrogênio líquido. Esses sistemas são críticos, pois falhas podem causar um aquecimento não planejado (*warm-up*) de componentes ópticos, deixando as linhas inoperantes por longos períodos.

- Para resolver isso, o sistema de notificações de falhas foi aprimorado, eliminando a dependência de ocorrências de vácuo para emissão de alertas. Agora, qualquer alarme relacionado ao sistema criogênico é imediatamente reportado pelo CLP, agilizando a análise e resposta pelas equipes de suporte.
- Um sistema secundário foi desenvolvido em colaboração com o grupo SOM, oferecendo redundância ao monitorar variáveis críticas como pressão de vácuo (PVs), temperaturas de componentes ópticos e parâmetros dos *cryocoolers*. Esta redundância melhora a detecção de falhas, garantindo maior robustez à operação das linhas.

Próximos passos incluem a disponibilização do modo de bombeamento e arejamento automático em todas as linhas, padronizando o sistema e ampliando sua eficiência. Também será aprimorado o sistema de log e notificações, com base nas melhorias dos sistemas criogênicos, além de implementar intertravamentos para quedas de energia, garantindo que as linhas sejam automaticamente colocadas em condição segura em caso de falha na alimentação elétrica. Por fim, indicadores de qualidade e novos recursos no supervisor BMS estão em desenvolvimento, ampliando a capacidade de monitoramento e gestão do EPS.

### 7.3.3. Controle de posição do porta-amostra da Cateretê

Em 2024, o controle de posição do porta-amostra da linha CATERETÊ passou por uma significativa melhoria para aumentar a qualidade das imagens geradas e reduzir o tempo de varredura (*scan*). Estudos interferométricos realizados indicaram que o conjunto de estágios SmarAct, originalmente utilizado, causava vibrações mecânicas que comprometiam a resolução das imagens e aumentavam o tempo de estabilização do sistema. Com base nesses resultados,

decidiu-se pela substituição do conjunto por um estágio XYZ PI-Mars, controlado pelo PI-E727, ambos fornecidos pela Physik Instrumente (PI).

Inicialmente, foi adotada uma arquitetura similar à da estação TARUMÃ, na qual o CompactRIO enviava sinais analógicos para o controlador e recebia os sinais de posição dos sensores capacitivos. Embora esta configuração tenha resultado em melhorias, o feedback de posição apresentava limitações que impactavam negativamente a qualidade das imagens em comparação ao uso do *setpoint* direto de posição. Para solucionar esse problema, optou-se por uma leitura direta das posições via protocolo TCP/IP, utilizando o controlador PI-E727, um método já validado na estação SAPOTI.

O desenvolvimento de um driver em LabVIEW foi essencial para essa transição. O novo software não apenas permite a leitura direta de posições do controlador, mas também configura diversos parâmetros do sistema, eliminando a necessidade de uma IOC para essa tarefa. Com essas mudanças, o tempo necessário para um *scan* foi reduzido para menos da metade, além de proporcionar uma melhora substancial na qualidade das imagens reconstruídas. Esses avanços reafirmam o compromisso com a excelência na operação das linhas de luz do Sirius.

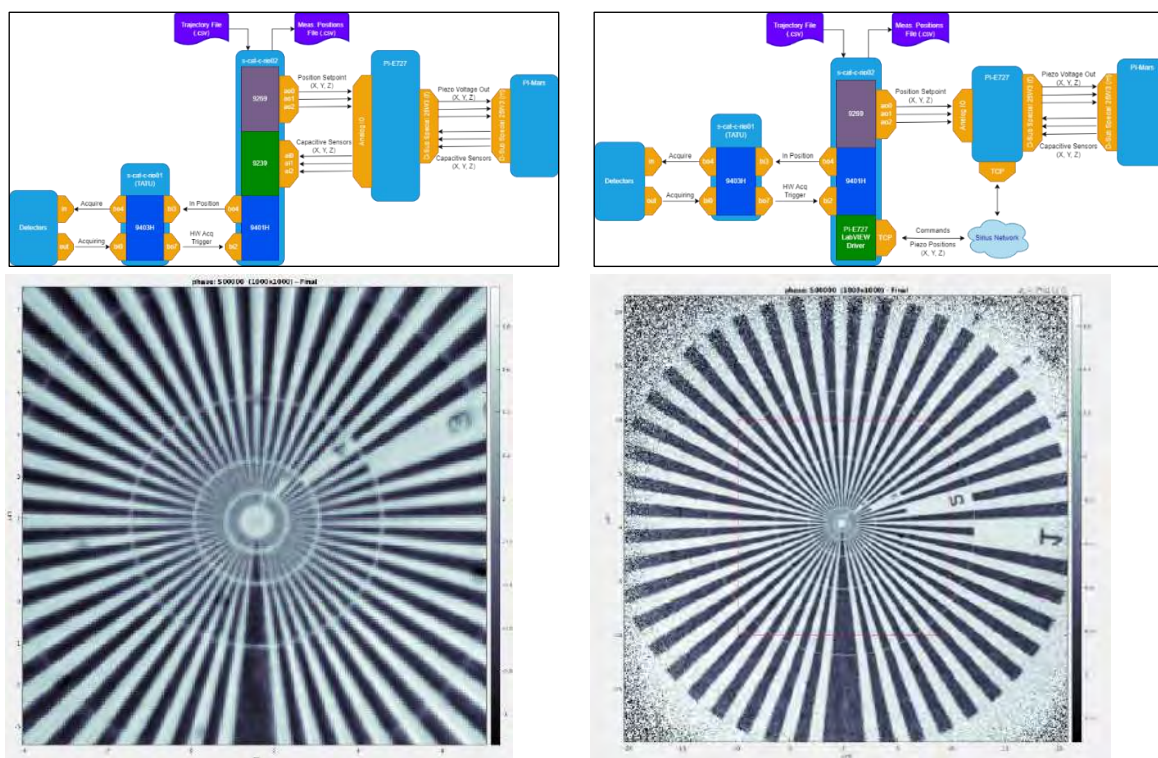


Figura 201: Figuras: (a) Primeira arquitetura de controle do Estágio PI-Mars, leitura de posição por sinal analógico; (b) Segunda arquitetura de controle do Estágio PI-Mars, comandos via TCP/IP. (c) Imagem de referência reconstruída após a implementação da primeira arquitetura; (d) Imagem de referência reconstruída após a implementação da arquitetura atual.

#### 7.3.4. Revisão airbearings para a base do porta-amostras da nanoestação da Mogno

Em 2024, a base do porta-amostras da nanoestação da linha MOGNO passou por um processo de revisão devido a problemas detectados no sistema de movimentação por rolamentos a ar. Durante turnos de usuários, foi constatado que o sistema apresentava travamentos que

impactavam negativamente a movimentação dos estágios de amostra e dos detectores, prejudicando a operação. Para solucionar o problema, foi projetada uma modificação que incluiu a substituição dos rolamentos originais por dois rolamentos a ar comerciais com interface de carbono, oferecendo maior confiabilidade e desempenho.

O retrabalho necessário para a adaptação foi realizado em parceria com uma empresa nacional, que executou o processo de usinagem *in loco* para alocar os novos rolamentos. A inclusão dos novos componentes foi detalhada em desenhos 3D e 2D, e a estação foi parcialmente desmontada e remontada para a realização das modificações. O resultado das intervenções está ilustrado na Figura 13, que destaca tanto o projeto quanto a execução dos ajustes realizados.

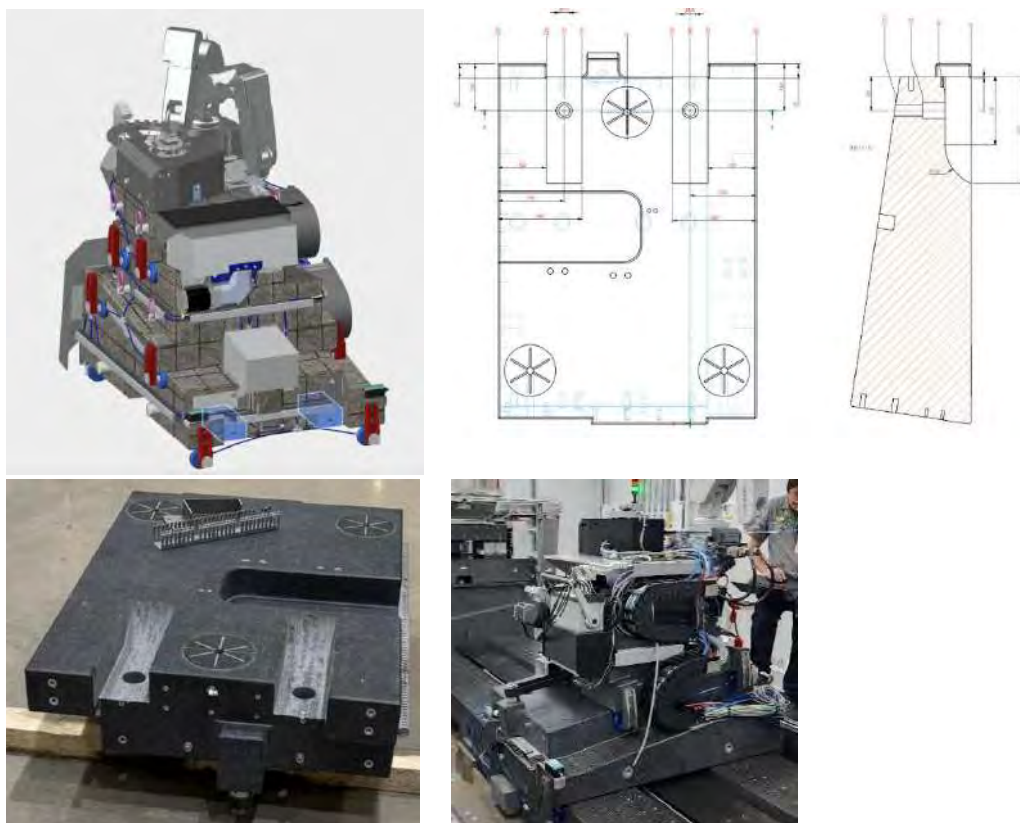


Figura 202: Nanoestação da linha Mogno, no detalhe a) temos o desenhos 3D da adição de dois rolamentos a ar, b) detalhes de retrabalho em desenho 2D e em c) foto após a realização do retrabalho, foi feito a usinagem in-loco; d) a estação remontada para uso na linha de luz.

Os novos rolamentos estão previstos para chegada em dezembro de 2024, com a montagem final programada para ocorrer entre os dias 6 e 10 de janeiro de 2025. Essa revisão do sistema de movimentação busca assegurar a estabilidade e precisão necessárias para os experimentos realizados na linha de luz MOGNO, garantindo maior eficiência e confiabilidade operacional.

### 7.3.5. Padronização do sistema de controle dos monocromadores HD-DCM

Os monocromadores de duplo cristal de alta dinâmica (HD-DCM) representam um elemento crucial para o desempenho das linhas de luz do Sirius, estando em operação nas linhas MANACÁ e EMA desde 2019, e mais recentemente instalados nas linhas SAPUCAIA e QUATI em 2024. Dada a sua complexidade em hardware e software, a busca por padronização e otimização é contínua,

sendo essencial para garantir manutenção simplificada, flexibilidade de uso e máxima eficiência operacional.

Durante a grande parada de 2024, os monocromadores das linhas MANACÁ e EMA passaram por atualizações abrangentes, alinhando-se ao sistema implementado nas novas unidades. Essa atualização incluiu diagnósticos aprofundados que confirmaram a plena capacidade mecatrônica após quatro anos de operação contínua. As mudanças abarcaram desde melhorias nos dispositivos eletroeletrônicos e na infraestrutura de controle até avanços no software embarcado, permitindo cálculos mais rápidos e algoritmos mais complexos para controle e calibração. Essa abordagem resultou em ganhos substanciais na velocidade e na robustez das operações.

Os goniômetros dos monocromadores foram revisados, recebendo uma arquitetura otimizada para maior torque efetivo e precisão no referenciamento (*homing*), reduzindo incertezas de medição. Além disso, os controladores dos mecanismos internos (*Short-Stroke*) foram reprojatados, ampliando as margens e a banda de controle, o que proporcionou maior resistência a distúrbios externos e internos. Esses avanços resultaram em estabilidades impressionantes: 1,5 nm (RMS) para o GAP e 8 nrad (RMS) para o PTC em energia fixa, garantindo qualidade superior nas trajetórias periódicas e precisão nas referências provenientes dos onduladores.

A padronização também envolveu colaboração estreita com o grupo OPT para calibração fina, viabilizando saídas de feixe fixas mesmo durante varreduras em energia. Esse processo é ilustrado pelo diagrama de Nyquist dos controladores projetados para os graus de liberdade do Short-Stroke, demonstrando a robustez dos ajustes frente às mudanças na localização do centro de gravidade e às não-linearidades inerentes ao ambiente de vácuo e criogenia.

Nos próximos meses, o esforço de padronização continuará, com foco em módulos de software que operam em controladoras Linux-RT e em interfaces compatíveis com EPICS. Além disso, serão aprimoradas movimentações sincronizadas em modo *fly-scan*, especialmente relevantes para a linha EMA, que agora conta com um novo ondulador IVU18 e opera com 200 mA, expandindo significativamente a capacidade do Sirius em técnicas de espectroscopia. Esses avanços reforçam o compromisso do projeto em manter as linhas de luz na vanguarda da ciência síncrotron.

### 7.3.6. Novo sistema de refrigeração para espelho da Carnaúba

O espelho M1 da linha CARNAÚBA, um dos primeiros desenvolvidos para o Sirius, apresentou desde o início problemas relacionados a instabilidades mecânicas e térmicas, impactando negativamente o fluxo de fótons na estação experimental. Para mitigar essas limitações, foi elaborado um projeto de atualização que substituiu o sistema de refrigeração criogênica por uma solução à temperatura ambiente, promovendo maior desacoplamento termomecânico e melhorias na estabilidade mecânica do espelho.

Durante 2024, o foco esteve na validação conceitual, térmica e mecânica do novo sistema de interfaces térmicas, que utiliza ligas de gálio-índio (GaIn) em ambientes de vácuo. A fabricação e montagem do conjunto atualizado foram concluídas no segundo semestre do ano, com a substituição mecânica e a integração sendo realizadas durante a parada de máquina do Sirius. O

feixe foi rapidamente reestabelecido para usuários, marcando o retorno à operação com significativa melhoria no desempenho.

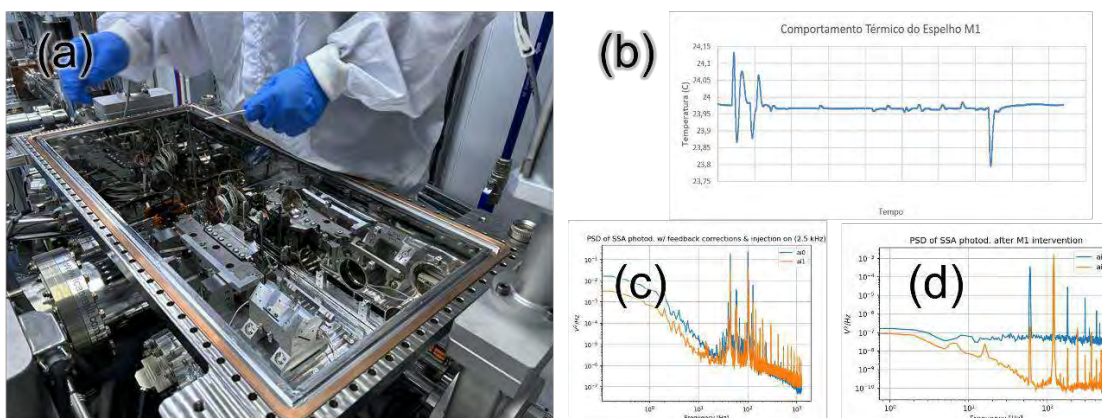


Figura 203: Upgrade do espelho M1 da linha CNB: (a) conjunto durante montagem na câmara de vácuo na linha de luz; (b) curva de controle de temperatura em função do tempo na primeira semana de uso após recuperação para operação; (c) e (d) power spectral density (PSD) de sensores de feixe pós-M1 comparando antes e depois da intervenção.

Os resultados após a intervenção indicaram uma redução substancial nos distúrbios mecânicos e ressonâncias entre 30 e 200 Hz, conforme evidenciado pela análise de densidade espectral de potência (PSD). Além disso, foi observado um aumento expressivo na estabilidade do feixe na estação experimental, superando as limitações que haviam prejudicado os experimentos anteriormente.

Nos próximos meses, a malha de controle de temperatura será otimizada, e o desempenho do sistema será monitorado para verificar sua eficiência com o anel de armazenamento operando a corrente dobrada. Durante a intervenção, constatou-se também que a superfície do espelho está significativamente degradada pela operação inicial, tornando essencial a programação da aquisição de uma nova unidade para garantir a continuidade e a qualidade das operações futuras.

### 7.3.7. Melhorias para monocromador 4CM da Carnaúba

O monocromador de quatro cristais (4CM) da linha CARNAÚBA está sendo alvo de um projeto de melhorias voltado para mitigar problemas que impactam a qualidade do feixe e a precisão dos experimentos. Os objetivos incluem minimizar o aumento do tamanho do foco, assegurar a saída fixa durante varreduras de energia, equalizar as temperaturas dos cristais, corrigir dispositivos de diagnóstico e possibilitar a incidência do feixe em diferentes regiões dos cristais para evitar imperfeições.

Para atingir essas metas, um novo par de cristais, adquirido da empresa japonesa JTEC, foi polido utilizando técnicas de ponta para garantir a máxima qualidade de superfície. A aquisição de novos niveladores, que aumentarão o curso vertical da base do sistema, já foi iniciada, permitindo ajustes precisos na incidência do feixe. Além disso, testes realizados no criostato mostraram a necessidade de uma intervenção interna para corrigir as temperaturas dos cristais. Um modelo térmico atualizado está sendo desenvolvido no MATLAB Simscape para otimizar a

posição de aquecedores e sensores, garantindo que as temperaturas permaneçam dentro dos *setpoints* desejados.

As próximas etapas incluem a aquisição de matéria-prima e a fabricação de peças necessárias para a intervenção, além da medição dos planos cristalinos dos cristais JTEC para garantir sua conformidade com as especificações. A intervenção está programada para ocorrer durante a parada de manutenção em abril de 2025, representando um passo fundamental para aprimorar a estabilidade e a performance do monocromador, assegurando a continuidade dos experimentos de alta precisão na linha CARNAÚBA.

### 7.3.8. Substituição dos espelhos KB da linha Ema

A linha de luz EMA passou por uma importante atualização durante o período de parada do Sirius, com a substituição dos antigos espelhos KB (Kirkpatrick-Baez mirror) por um novo conjunto. A troca foi motivada pelo comprometimento da face óptica dos espelhos antigos, que impactava negativamente a performance da linha. Utilizando o mesmo sistema *bender*, o processo incluiu uma série de calibrações detalhadas para assegurar o comportamento ideal dos novos espelhos.

Os espelhos e seus *benders* foram removidos da câmara de vácuo e transportados para a sala limpa do laboratório de metrologia óptica. Nesse ambiente controlado, foi realizada a integração dos sistemas *bender* com equipamentos de medição avançados, como NOM e Fizeau, acompanhada de ajustes na infraestrutura elétrica e nos controladores de motores e *encoders*. A calibração envolveu a verificação da capacidade do *bender* de curvar os espelhos ao longo de todo o intervalo operacional e a geração de uma curva de calibração que relaciona a posição do motor ao raio de curvatura dos espelhos. Esse processo garantiu uma configuração precisa para o novo conjunto óptico.

Após a calibração, os espelhos foram reinstalados na câmara de vácuo da linha EMA, onde o sistema foi reconfigurado para operação. Com os novos espelhos em funcionamento, a linha já apresenta melhorias significativas em sua performance óptica, possibilitando maior precisão e eficiência nos experimentos realizados.

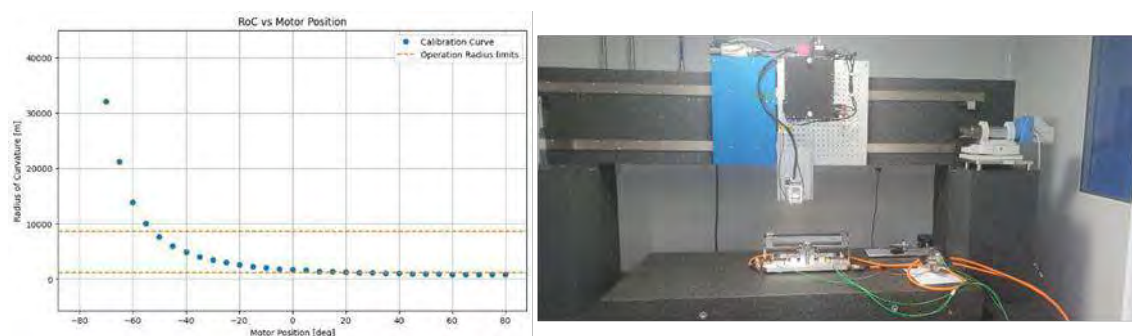


Figura 204: (a) Gráfico da calibração do raio de curvatura do VFM. (b) Setup da medida no NOM.

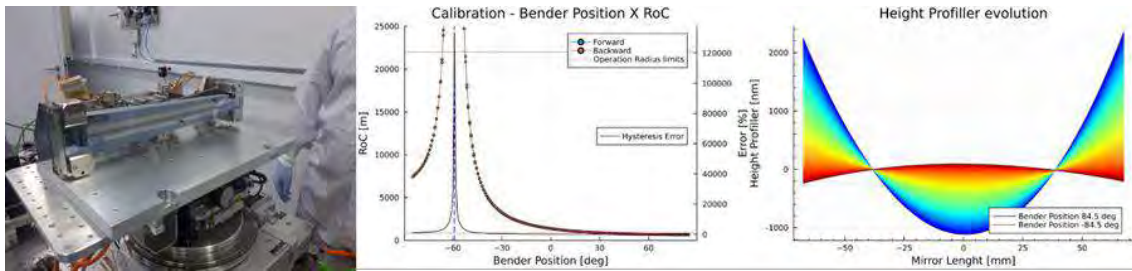


Figura 205: À esquerda, está apresentado o setup da medida; à direita, são exibidos os gráficos de calibração e a evolução do perfil de altura ao longo de cada step do Bender.

O comissionamento da linha EMA está previsto para ser concluído nos próximos meses, período em que os aprimoramentos decorrentes da substituição dos espelhos serão plenamente avaliados e aproveitados. Essa atualização é um marco importante para assegurar a qualidade e a confiabilidade das operações na linha EMA.

## Laboratório Nacional de Biociências (LNBio)

---

### 1. Programa de Usuários Externos

#### 1.1. Laboratório de Espectrometria de Massas – MAS

Durante o ano de 2024, destacaram-se a continuidade do desenvolvimento e otimização de métodos de aquisição independente de dados (DIA), monitoramento de reações paralelas (PRM), análise conformacional por proteólise limitada, análise da estabilidade térmica de proteínas, análise de interação proteína-proteína espacialmente colocalizadas, otimização da imunopeptidômica, otimização de métodos para empacotamento de colunas *in-house*, implementação da técnica de isolamento de células únicas utilizando o CellenOne X1 e métodos de aquisição e processamento de dados de proteômica de células únicas.

Neste ano de 2024, usuários externos da instalação têm se destacado por suas contribuições científicas significativas, com publicações em revistas internacionais, abrangendo diversas áreas do conhecimento<sup>22,23,24,25,26</sup>. Um exemplo é o artigo intitulado “*Extracellular vesicles from virulent P. brasiliensis induce TLR4 and dectin-1 expression in innate cells and promote enhanced Th1/Th17 response*”, publicado na revista *Virulence*, no qual a proteômica forneceu *insights* valiosos sobre os mecanismos imunomodulatórios das vesículas extracelulares virulentas do fungo *Paracoccidioides brasiliensis*<sup>27</sup>.

#### 1.2. Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear – RMN

A instalação aberta de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) do LNBio opera com submissão de propostas em fluxo contínuo. Possui dois espectrômetros (500 MHz e 600 MHz), usados para análise de proteínas, metabolômica e compostos orgânicos. O espectrômetro de 500 MHz permite também a observação de <sup>31</sup>P, enquanto o de 600 MHz possui uma sonda criogênica. O laboratório disponibiliza *softwares* especializados e oferece suporte completo aos usuários, incluindo auxílio e treinamento em todas as etapas de aquisição, processamento e interpretação dos dados. Utiliza técnicas como sequências de pulso 2D e 3D, STD, WaterLogsy, DOSY e medidas de relaxação para estudar estruturas, dinâmicas e interações moleculares, além de protocolos para análises metabólicas em diferentes amostras biológicas com o software Chenomx.

Essa instalação apresenta uma infraestrutura de equipamentos altamente diversificada, possibilitando análises complexas em diversas áreas de pesquisa. Além dos espectrômetros de Ressonância Magnética Nuclear (RMN), apresenta uma ampla gama de sistemas avançados de cromatografia líquida, atualmente em fase de comissionamento e ainda não disponíveis para usuários externos. Entre esses sistemas, destacam-se o Alliance HPLC, ArchHPLC e o UPLC acoplado ao Xevo-TQXS, equipados com detectores variados que garantem alta sensibilidade e

---

<sup>22</sup> <https://doi.org/10.1080/21505594.2024.2329573>

<sup>23</sup> <https://doi.org/10.1111/jop.13576>

<sup>24</sup> <https://doi.org/10.3390/cimb46070459>

<sup>25</sup> <https://doi.org/10.1007/s11694-024-02397-x>

<sup>26</sup> <https://doi.org/10.1021/acs.jproteome.4c00093>

<sup>27</sup> <https://doi.org/10.1080/21505594.2024.2329573>



precisão em análises qualitativas e quantitativas. A previsão é que estes equipamentos estejam disponíveis aos usuários externos em 2025.

Equipamentos adicionais complementam as capacidades analíticas da instalação, como o TissueLyser II, que permite a homogeneização rápida e eficiente de tecidos, o Thermomixer C, ideal para a incubação controlada de amostras, centrífugas para a separação de componentes em diferentes fases, e o sistema MilliCell-ERS para medições de resistência elétrica transepitelial, essencial em estudos de permeabilidade celular. Essa variedade de tecnologias expande significativamente a capacidade da instalação em atender a projetos de pesquisa em áreas como perfis metabólicos, identificação de biomarcadores, terapias gênicas, estudos de farmacocinética e metabolismo (DM/PK), além de ensaios de ADME (Absorção, Distribuição, Metabolismo e Excreção), aplicados tanto *in vitro* como *in vivo*.

Neste ano de 2024 a equipe técnica da instalação implementou diversas técnicas e protocolos, sendo que o mais recente foi a análise de isotopólogos de  $^{13}\text{C}$  por RMN (Ressonância Magnética Nuclear). Esta técnica é fundamental em áreas como metabolômica, bioquímica e farmacologia, pois permite rastrear transformações moleculares e quantificar processos de síntese e degradação em sistemas biológicos. Atualmente, foram iniciados os trabalhos utilizando RMN, mas, no futuro, será expandido para técnicas como Cromatografia e Espectrometria de Massas. Além disso, a instalação tem como objetivo interpretar moléculas complexas que apresentam desafios, como a presença de centros quirais e em contribuir para a predição de doenças, incluindo câncer de mama e esquizofrenia.

Os usuários do laboratório de RMN desempenham um papel crucial no avanço tecnológico e na promoção da inovação em áreas como estudo de proteínas, interações moleculares e metabolômica. Eles contribuem significativamente para a publicação de artigos científicos<sup>28,29</sup>; integrando conhecimentos e disponibilizando recursos avançados que beneficiam toda a comunidade científica.

### 1.3. Laboratório de Cristalização de Proteínas – ROBOLAB

O Laboratório Automatizado de Cristalização de Proteínas (ROBOLAB) é aberto a toda comunidade científica e opera de forma totalmente automatizada, sendo as propostas submetida em fluxo contínuo. O ROBOLAB utiliza equipamentos modernos para cristalizar macromoléculas. O objetivo é favorecer a cristalização com uma abordagem *high-throughput*, aumentando o sucesso nos estudos estruturais via cristalografia de raios-X. A instalação oferece uma etapa de triagem inicial com mais de 600 condições, suporte teórico, controle de qualidade e preparação automatizada de matrizes de cristalização. As placas em análise são armazenadas em *imagers* com temperatura controlada (4 e 18°C) e ocorre a captura de imagens de forma programada com luz visível e UV. Os resultados são armazenados em um servidor virtualizado, acessíveis remotamente aos usuários. O laboratório também oferece suporte para coleta e armazenamento de cristais em nitrogênio líquido para difração na linha MANACÁ do Sirius.

---

<sup>28</sup> doi: 10.3390/ijms241713026

<sup>29</sup> 10.1111/febs.17215

Em 2024, a instalação contou com todos os equipamentos recém-adquiridos funcionando adequadamente e atendendo aos requisitos para a realização dos experimentos de cristalização, com alta eficiência. Foram renovados os contratos de manutenção preventiva dos dois equipamentos de visualização de experimentos Rock Imager, marca Formulatrix e do robô de cristalização Mosquito XTal3, marca SPT Labtech, garantindo total funcionamento de ambos.

Neste período, placas de experimentos de cristalização contendo porta-amostras foram cadastradas e calibradas nos *Imagers*, sendo exclusivas para coleta de cristais em temperatura ambiente na linha de luz MANACÁ/Sirius. Dessa forma, os usuários conseguem acompanhar remotamente a formação de cristais nesse sistema para então submeterem propostas de utilização da linha MANACÁ e coletarem dados em temperatura ambiente, uma nova tecnologia implementada na linha de luz de difração de raios X do Sirius. Além disso, foi adquirido um novo kit de cristalização comercial específico para a cristalização de complexos macromoleculares, possibilitando novos experimentos de tentativa de formação de cristais de complexos de proteínas.

A equipe técnica do ROBOLAB realizou consultorias com usuários para determinação de estratégias de preparo de amostras para os experimentos de cristalização, com o objetivo de otimizar o uso de amostra, de possíveis ligantes e para uso consciente dos recursos da instalação. Ofereceu estrutura, suporte e treinamento de usuários para coleta e armazenamento de cristais em *dewars* com nitrogênio líquido para coleta de dados de difração de raios-X, em conjunto com a equipe da linha MANACÁ. Neste ano também foi iniciado o desenvolvimento de um kit e metodologia de uso, inédito e exclusivo do ROBOLAB, para triagem de condições de solubilidade e estabilidade de proteínas, que será oferecido futuramente aos usuários que necessitarem melhorar as condições de suas amostras a serem cristalizadas. Os testes estão sendo realizados e os protocolos padronizados antes de serem disponibilizados aos usuários.

#### 1.4. Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria – LEC

O Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria (LEC) é uma instalação aberta que aceita propostas em fluxo contínuo, que tem desempenhado um papel central na investigação biofísica de proteínas, integrando plataformas de caracterização estrutural e funcional de macromoléculas no LNBio. O LEC dispõe de um extenso portfólio de equipamentos, incluindo espectrofotômetro, espectrômetro de fluorescência, espectrofotômetro de dicróismo circular (CD), calorímetro de titulação isotérmica (ITC), calorímetro de varredura diferencial (DSC), termoforese em microescala (MST), fluorimetria de varredura nanodiferencial (nano-DSF), espalhamento dinâmico de luz (DLS) e cromatografia de exclusão de tamanho com espalhamento de luz multiangular (OMNISEC).

A instalação é plenamente capacitada para fornecer informações relacionadas ao controle de qualidade de biomoléculas, caracterização estrutural e funcional de proteínas, estudo termodinâmico de interações macromoleculares, triagem de condições de trabalho, experimentos de estabilidade térmica e química, estudos de dinâmica molecular e avaliação da cinética de reação. Adicionalmente, é possível medir peso molecular, tamanho, potencial zeta, forma e conformação de macromoléculas biológicas, alguns polímeros e nanopartículas. As atividades desenvolvidas incluem desde o fornecimento de infraestrutura, prestação de serviços,

desenvolvimento de novas metodologias, treinamento em técnicas e equipamentos, até a assistência na aquisição e processamento de dados.

Em 2024, a instalação manteve a operação do equipamento OMNISEC, marca Malvern, após investimento em manutenção preventiva no final de 2023, obtendo resultados satisfatórios e conclusivos na caracterização de proteínas e seus complexos. Além disso, foram substituídos dois computadores de equipamentos, OMNISEC (Malvern) e Monolith (Nanotemper), visando garantir pleno funcionamento do sistema completo e proporcionando aumento na velocidade de processamento. Foram adquiridos capilares e kits de marcação de aminas, cisteínas e His-tag para uso no sistema de termoforese Monolith, marca Nanotemper, disponibilizados aos usuários para incentivo ao uso deste equipamento. Adicionalmente, a equipe do LEC oferece treinamento para utilização do sistema, bem como acompanhamento no protocolo de marcação.

Neste ano, foi negociada a aquisição e instalada a plataforma OCTET R2, marca Sartorius, um sistema de análise de proteínas que utiliza a tecnologia de interferometria de biocamada (BLI). Este equipamento caracteriza interações entre proteínas e entre proteínas e pequenas moléculas, permitindo medir a cinética de ligação e concentrações de proteínas ativas, mesmo em misturas complexas, como sobrenadantes de cultura celular. Essa tecnologia proporciona análise em tempo real das interações moleculares sem a necessidade de marcadores, facilitando a obtenção de dados precisos e rápidos. O equipamento detecta interações de pequenas moléculas a partir de 150 Da, crucial para pesquisas em farmacologia e biotecnologia. Atualmente, está em fase de comissionamento e será disponibilizado aos usuários do LEC em 2025.

### 1.5. Laboratório de Síntese de Biomoléculas- LSB

O Laboratório de Síntese de Biomoléculas (LSB) foi instituído em 2021 com o propósito de suprir as demandas internas de projetos e pesquisadores do LNBio e CNPEM, relacionadas à síntese de peptídeos e oligonucleotídeos de DNA e RNA, garantindo qualidade e prazos de entrega adequados. No segundo semestre de 2024, foi lançada a primeira chamada para submissão de propostas pela comunidade acadêmica externa, visando a síntese de DNA, tornando o LSB mais uma facility do LNBio acessível para pesquisadores externos ao CNPEM, e a primeira do CNPEM a priorizar o acesso a pesquisadores das Regiões Norte, Nordeste e Centro-Oeste.

O laboratório é equipado com tecnologia de ponta para a síntese química automatizada de biomoléculas em fase sólida, incluindo os equipamentos MerMade da LGC e Liberty Blue 2.0 da CEM Corporation. Além da produção, o LSB se dedica ao desenvolvimento contínuo de soluções que atendam necessidades específicas de projetos, como marcações, modificações e a adição de *linkers* na estrutura química destas biomoléculas.

Com uma equipe altamente qualificada, o LSB oferece suporte aos pesquisadores, proporcionando consultoria na análise físico-química das sequências sintetizadas e auxiliando na escolha de marcações, modificações, métodos de purificação, compatibilidade de fluoróforos e armazenamento. Assim, o principal objetivo da instalação é ampliar as capacidades de pesquisa dependentes dessas biomoléculas estratégicas, otimizando recursos e garantindo alta qualidade e entregas pontuais.

Em 2024, foram adquiridos insumos e colunas essenciais para a síntese e purificação de oligos e peptídeos, sejam eles simples, marcados ou modificados. O laboratório avançou em projetos

internos para padronizar métodos eficazes e otimizados de produção dessas biomoléculas, incluindo marcações inéditas no LSB. Foi também adquirido um Liofilizador K105 da Liobrás, dedicado ao processamento de amostras de peptídeos contendo solventes orgânicos. Neste mesmo ano, iniciou-se o comissionamento da sintetizadora Liberty Blue, possibilitando a produção de peptídeos para pesquisadores internos, totalizando 7 propostas e 15 peptídeos até novembro 2024.

O LSB executou propostas internas até novembro de 2024, representando a produção de 1535 oligos de DNA e 4 oligos de RNA para atender os mais diversos tipos de experimentos. Em sua primeira chamada para usuários externos (segundo semestre de 2024), foram selecionadas 5 propostas, que irão resultar na produção de 73 oligos de DNA para pesquisadores externos, resultado de sua ampla divulgação.

A purificação e o controle de qualidade das biomoléculas sintetizadas necessitam ser assegurados por métodos robustos, específicos e dedicados. Para isso, foram adquiridos dois equipamentos de última geração da Agilent: o HPLC-MSD Preparativo AutoScale Infinity II, destinado à purificação rotineira de oligos e peptídeos e o UHPLC-MS QTOF 6545XT AdvanceBio, utilizado para a caracterização detalhada das biomoléculas, incluindo sequenciamento, análise de perfil de impurezas e sua identificação. Esses instrumentos irão garantir uma caracterização precisa, assegurando que as biomoléculas estejam aptas para diversas metodologias científicas. A previsão de entrega dos equipamentos, instalação e treinamento é para o primeiro trimestre de 2025.

## 2. Programas Estratégicos de Pesquisa e Desenvolvimento

### 2.1. Programa de P&D em Saúde

#### 2.1.1. Subprograma de Descoberta e Validação de Alvos e Marcadores Terapêuticos

O subprograma de Descoberta e Validação de Alvos e Marcadores Terapêuticos tem como objetivo desvendar os mecanismos subjacentes a diversas doenças, e assim identificar e testar alvos moleculares promissores para o desenvolvimento de novas terapias. Este subprograma abrange uma ampla gama de estudos que investigam as bases moleculares, celulares e fisiológicas de doenças cardiovasculares, neurodegenerativas, do neurodesenvolvimento, câncer, viroses, e doenças bacterianas e parasitárias. Trabalhando em estreita colaboração com os Laboratórios Nacionais do CNPEM, este subprograma aproveita uma vasta gama de competências e recursos avançados, incluindo linhas de luz síncrotron, bem como microscopia ótica e eletrônica avançadas, para análise de macromoléculas, células e organismos, além de tecnologias inovadoras para o desenvolvimento e avaliação de nanomateriais com aplicações biológicas.

A seguir, são apresentadas as linhas de pesquisa e seus projetos associados, destacando os principais resultados alcançados ao longo deste ano.

### Imunopatogênese de doenças arbovirais, doenças bacterianas e parasitárias

A linha de pesquisa focada em doenças virais tem como principal meta desvendar estruturas das proteínas virais, possibilitando a identificação de alvos terapêuticos específicos e o desenvolvimento de tratamentos antivirais direcionados. Esse grupo de pesquisa publicou um artigo de revisão no periódico *Expert Opinion on Therapeutic Targets*<sup>30</sup>; no qual foram revisados e discutidos os principais gargalos e limitações para a descoberta de tratamentos contra a infecção por Mayaro vírus (MAYV), que causa uma doença emergente manifestada como uma enfermidade febril aguda. Apesar da doença ser autolimitada, a dor nas articulações pode persistir por meses e não há tratamento específico disponível, o que, em última análise, resulta em perdas socioeconômicas para as populações em risco. A revisão abordou os tratamentos candidatos propostos para a infecção e a doença, incluindo compostos antivirais com alvo em mecanismos virais ou do hospedeiro, e vias envolvidas no desenvolvimento e na patogenicidade da doença. Foram também avaliadas as tecnologias de triagem de compostos e os modelos experimentais de infecção utilizados nesses estudos, indicando as vantagens e limitações das tecnologias disponíveis e das estratégias terapêuticas pretendidas.

Apesar de diversos compostos terem sido propostos como potenciais tratamentos para a infecção, especialmente aqueles com atividade antiviral, a maioria deles foi testada apenas *in vitro*. Raramente os compostos progridem para estudos *in vivo* ou pré-clínicos, e tal dificuldade pode estar associada a modelos experimentais limitados. A biologia do MAYV é amplamente inferida de alfavírus relacionados e refletida por poucos estudos focados em proteínas-alvo ou mecanismos de ação para o MAYV. Estratégias terapêuticas que visam respostas inflamatórias patogênicas mostraram potencial contra a doença induzida pelo MAYV *in vivo*, o que pode reduzir sequelas a longo prazo.

No ano de 2024, ocorreu a publicação de mais um artigo abordando a COVID-19, desta vez avaliando seus impactos em populações sub-representadas, como os povos indígenas das Américas. Foi realizado um levantamento sorológico retrospectivo com duas populações indígenas brasileiras (n=624), Tupiniquim e Guarani-Mbyá. As amostras foram coletadas entre setembro de 2020 e julho de 2021, período que compreendeu a disseminação de variantes do SARS-CoV-2 e o início da vacinação contra a COVID-19 no Brasil. As soroconversões contra os antígenos S e N foram avaliadas utilizando três kits ELISA comercialmente disponíveis. As amostras também foram usadas para avaliar a prevalência de tuberculose (TB) na mesma população (n=529). Foi reportada uma porcentagem de 56,0% (n=349/623) de indivíduos soroconvertidos. A soroconversão relativa atingiu seu pico após a introdução da vacina Coronavac em fevereiro de 2021. A vacinação aumentou a produção de IgG anti-S de 3,9% para 48,6%.

Os resultados também indicaram que 11,0% (n=46/417) de todos os indivíduos eram positivos para TB, o que é uma proporção alarmante. A soroconversão para o SARS-CoV-2 foi semelhante entre indivíduos com resultados positivos para tuberculose e aqueles com resultados negativos. A maioria dos indivíduos vacinados apresentou soroconversão para o SARS-CoV-2, indicando que a Coronavac pode ser tão protetora em indivíduos desses grupos indígenas quanto observado na população geral brasileira. A gravidade da COVID-19 foi mínima, apesar da cobertura vacinal

---

<sup>30</sup> <https://doi.org/10.1080/14728222.2024.2351504>

incompleta, sugerindo que a vacinação pode não ser o único fator protegendo os indivíduos contra casos graves de COVID-19. A tuberculose é altamente prevalente e não está associada ao aumento da soroconversão para o SARS-CoV-2.

Já a linha de pesquisa voltada para o desenvolvimento de novos agentes antimicrobianos, financiada pela FAPESP, tem se destacado pela caracterização bioquímica e pela realização de triagens em larga escala com enzimas aminoacil-tRNA sintetases de bactérias Gram-negativas resistentes a antibióticos (Figura 206). Essas triagens permitiram a caracterização de enzimas essenciais para a síntese de proteínas nesses patógenos, que, embora sejam alvos não convencionais, mostram-se promissores para o desenvolvimento de novos antibióticos. O grupo de pesquisa também avançou na validação de *hits* quanto à sua ação inibitória contra as enzimas-alvo e testes contra painel de patógenos humanos em ensaios fenotípicos *in vitro*. Além disso, para os *hits* mais promissores foram feitas triagens para identificar moléculas com efeito aditivo ou sinérgico. Esses esforços abrem perspectivas para o desenvolvimento de novos agentes antibacterianos que inibam a síntese de proteínas em bactérias resistentes a fármacos.

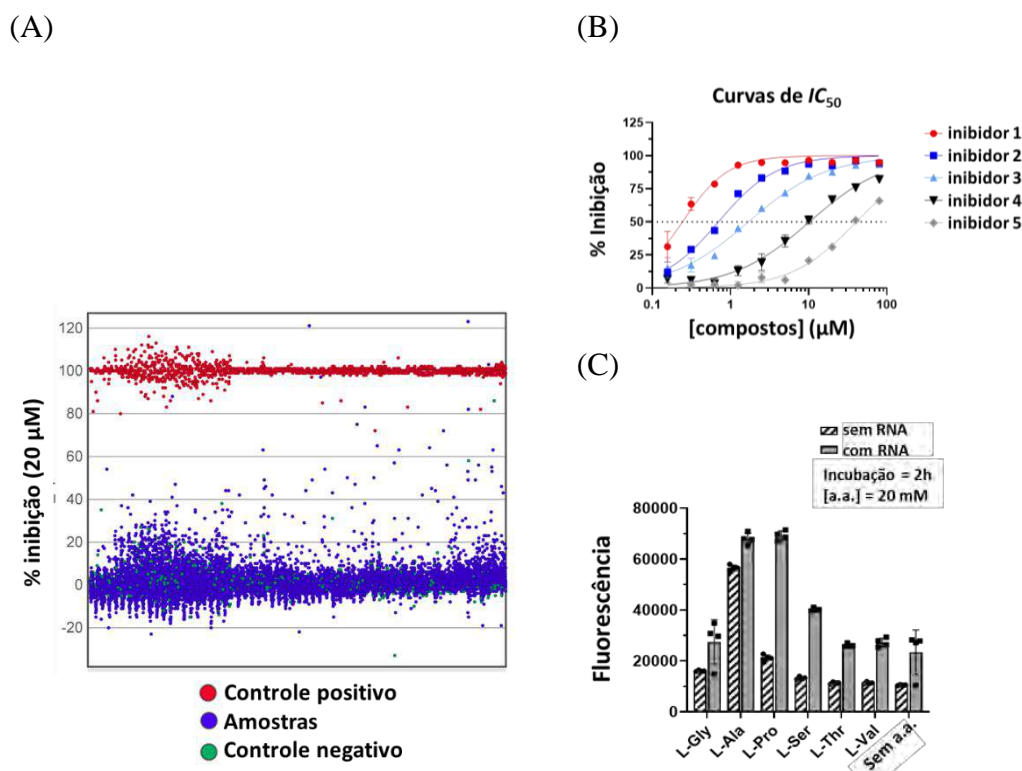


Figura 206. Resultados obtidos com aminoacil-tRNA sintetases de bactérias Gram-negativas. (A) Campanhas de HTS realizada contra biblioteca de pequenas moléculas com alta diversidade química, contendo 20 mil amostras. (B) Exemplos de candidatos a hits que tiveram atividade confirmada em ensaios dose-dependente. (C) Ensaio para medir atividade ligase e revisora de uma das enzimas estudadas no projeto.

No âmbito das doenças parasitárias causadas por protozoários, os projetos mais avançados são focados na doença de Chagas, que é provocada pelo *Trypanosoma cruzi*. Com o apoio da FAPESP foi estabelecido um *pipeline* para investigação de novos alvos terapêuticos associados ao

metabolismo deste parasita. Este *pipeline* incluiu a determinação de estruturas cristalográficas de proteínas consideradas potenciais alvos terapêuticos e a identificação de candidatos a fármacos através da triagem de coleções de moléculas químicas fornecidas por indústrias farmacêuticas multinacionais e por colaboradores acadêmicos no Brasil, Estados Unidos, Índia e África do Sul. Essa sequência de etapas já identificou novos candidatos a fármacos contra as enzimas G6PDH e Enzima Málica. As moléculas mais promissoras estão atualmente sendo avaliadas em estudos pré-clínicos com modelos animais da doença de Chagas. Estes estudos estão sendo financiados pela FINEP e conduzidos em parceria com a Universidade da Califórnia nos Estados Unidos.

O *pipeline* desenvolvido identificou um terceiro alvo molecular, a enzima treonina desidrogenase (TDH). Esta enzima desempenha um papel essencial para bioenergética mitocondrial do parasita e teve sua estrutura tridimensional revelada por experimentos de difração de raios-X realizados na linha de luz Manacá, no Sirius. Candidatos a fármacos, inibidores da TDH foram identificados através da triagem de uma coleção de moléculas fornecidas pela farmacêutica multinacional GlaxoSmithKline. Estudos de metabolômica realizados no laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) do LNBio, confirmaram o mecanismo de ação destas moléculas. Estes resultados foram compilados em um manuscrito científico que se encontra em fase revisão para ser publicado em um periódico científico internacional.

No âmbito dos estudos pré-clínicos financiados pela FINEP, intitulado "*Desenvolvimento de novas moléculas contra a doença de Chagas explorando alvos não convencionais*" (Ref. Finep nº 0450/22), este ano foi concluída a primeira das três etapas deste projeto, com destaque para o escalonamento dos processos de síntese química das moléculas candidatas a fármacos contra Chagas, estabelecimento de um *pipeline* de ensaios preditivos para propriedades farmacológicas destas moléculas e a realização dos primeiros experimentos para prova de conceito em modelos animais referentes a fase aguda da doença. Estes últimos experimentos forneceram evidências consistentes do efeito antichagásico das moléculas em estudo no LNBio.

### Câncer oral- descoberta de alvos e biomarcadores

As pesquisas sobre câncer oral descoberta de alvos e biomarcadores tem como objetivo indicar potenciais biomarcadores e alvos terapêuticos para câncer oral por meio do uso de análise de proteômica baseada em espectrometria de massas. No ano de 2024, destacou-se a publicação de um estudo que desenvolveu uma estratégia não clássica para busca de potenciais marcadores de diagnóstico e prognóstico para câncer oral por meio da análise de mudanças conformacionais do proteoma da saliva<sup>31</sup>. A proteólise limitada combinada com espectrometria de massas foi utilizada para explorar alterações estruturais, comparando-se o proteoma da saliva de pacientes controles saudáveis e pacientes com câncer oral, com e sem metástase em linfonodos. Trinta e seis proteínas com rearranjos estruturais potenciais foram associadas a características clínico-patológicas dos pacientes, destacando-se peptídeos N-glicosilados que contribuem para essas mudanças estruturais. Essa abordagem poderá guiar a descoberta de potenciais marcadores

---

<sup>31</sup> <https://doi.org/10.1021/acs.jproteome.4c00093>

resultantes de alterações conformacionais, além da abundância das proteínas em diferentes microambientes (Figura 207).

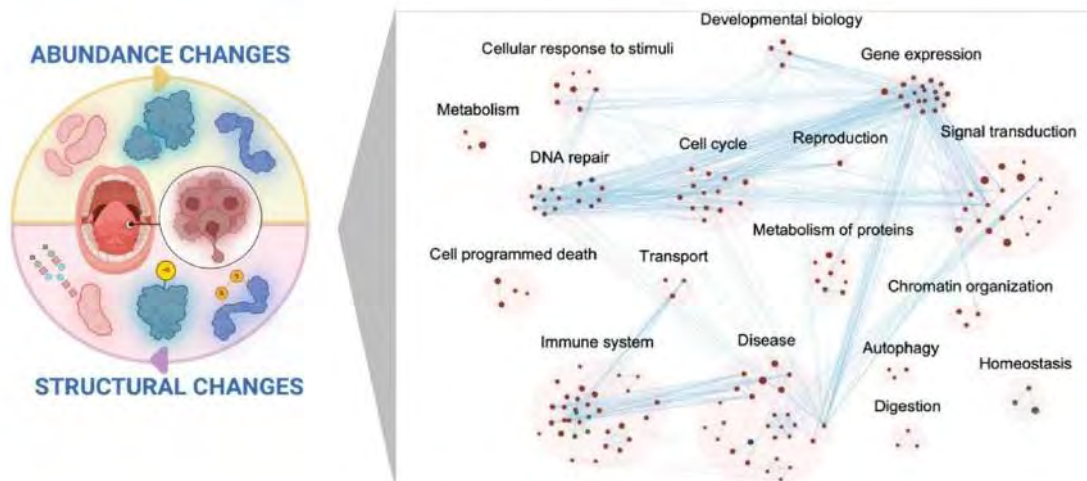


Figura 207. Análise funcional do proteoma da saliva indicando enriquecimento de proteínas diferenciais em abundância, em mudança conformacional ou combinadas.

Nesse período, também se deu continuidade ao desenvolvimento do projeto PRONON Câncer de Boca “Validação e quantificação de uma assinatura prognóstica de câncer de boca para uso clínico” - NUP/MS 25000.018932/2019-58. As macros atividades propostas para o ensaio de quantificação absoluta foram otimizadas, seguindo-se critérios para aumentar a confiabilidade da quantificação de peptídeos, além de visar a transferência da técnica para laboratórios clínicos. Dentre as etapas desenvolvidas estão ensaios de preparo de amostras diversificados, empregando-se diferentes protocolos de digestão de proteínas em saliva, otimização do método de monitoramento seletivo de reações (SRM), incluindo variação nos parâmetros de gradientes de cromatografia líquida, colunas de separação na cromatografia líquida, e testes de energia de colisão para a melhor fragmentação dos peptídeos alvos.

Ainda sobre a otimização dos métodos, foi possível identificar os limites de detecção e de quantificação desses peptídeos a partir do desenvolvimento das curvas de calibração, assim como a avaliação de sua estabilidade. A partir da otimização dos parâmetros, dois experimentos preliminares foram realizados para a avaliação do protocolo de preparo de amostras e do método SRM em um conjunto pequeno de amostras (n=49), a fim de assegurar os critérios de qualidade das metodologias desenvolvidas antes da aplicação no conjunto de amostras finais (Figura 208).





Figura 208. Delineamento experimental do projeto PRONON – Câncer de boca.

### Câncer e microambiente- descoberta e validação de alvos e terapias

As atividades de pesquisa em câncer e microambiente dedicam-se à descoberta e validação de alvos e terapias, e tem o objetivo de identificar potenciais biomarcadores e alvos terapêuticos focando no microambiente e no papel de trocas metabólicas na progressão tumoral. O grupo de pesquisa se destaca no estudo da estrutura quinária de enzimas, que representa o nível mais intrincado de organização proteica, com ênfase nas interações dinâmicas das enzimas dentro do ambiente celular. Interações que incluem auto associação e ligação não covalente com vários componentes celulares, e atuam influenciando profundamente a funcionalidade, estabilidade e mecanismos regulatórios de enzimas. Essa linha de pesquisa postula que, sob condições de privação de nutrientes, várias enzimas humanas podem engajar-se em estruturação quinária por meio da autoassociação.

Técnicas como microscopia óptica de fluorescência, criomicroscopia eletrônica e criotomografia eletrônica foram empregadas para demonstrar como a glutaminase forma longos filamentos helicoidais dentro das mitocôndrias de células privadas de glutamina. Essa estruturação não só influencia a morfologia mitocondrial, mas também determina o destino das mitocôndrias. Esses resultados foram publicados na *Nature Structure and Molecular Biology*<sup>32</sup>, e receberam destaque na edição comemorativa de 30 anos desta revista<sup>33</sup> e na Revista FAPESP no ano de 2024<sup>34</sup>.

Da mesma forma, a cistationina beta-sintase (CBS), uma enzima crucial para a produção de glutatona, cisteína e sulfeto de hidrogênio, forma oligômeros de alta ordem em condições de privação de metionina, esses resultados foram publicados na *Nature Communications*<sup>35</sup>. Neste artigo, foi demonstrado que as enzimas podem se auto-organizar dentro das células em resposta à disponibilidade de nutrientes, desempenhando um papel crítico na adaptação e reestruturação celular. Esses achados estão começando a revelar como a auto-organização enzimática é um aspecto vital da resposta celular a estresses ambientais.

A glutaminase é essencial para o crescimento celular e a progressão do câncer, sendo um alvo terapêutico importante. Dados recentes publicados na *Nature Communications* demonstraram que a proteína HuR, reguladora do RNA controla geração de isoformas da GLS em células de câncer de mama. Aumento nos níveis de HuR está associada a níveis elevados das isoformas GLS-C (GAC) e GLS-renal (KGA), ambas ligadas a piores prognósticos. A redução de HuR altera o

<sup>32</sup> <https://doi.org/10.1038/s41594-023-01118-0>

<sup>33</sup> <https://doi.org/10.1038/s41594-024-01248-z>

<sup>34</sup> <https://agencia.fapesp.br/estudo-brasileiro-esta-entre-os-mais-relevantes-do-periodico-nature-structural-and-molecular-biology/51853>

<sup>35</sup> [10.1038/s41467-024-46864-x](https://doi.org/10.1038/s41467-024-46864-x)

equilíbrio entre essas isoformas, intensifica a dependência das células de glutamina e aumenta a incorporação de glutamina no metabolismo celular. Além disso, a combinação de inibidores de GLS com a redução de HuR reduz significativamente o crescimento e a invasão das células tumorais. Esses resultados apontam para uma abordagem terapêutica inovadora ao combinar a inibição de GLS e HuR para tratamento do câncer de mama<sup>36</sup>.

Por fim, avanços importantes foram realizados no estabelecimento de organóides de tumores de mama, em parceria com os hospitais ICESP e AC Camargo, já tendo sido possível montar um biorrepositório com 60 amostras. Esta atividade faz parte do projeto PRONON - NUP/MS 25000.171803/2020-21 “Plataforma de testes terapêuticos personalizados em tumores de mama”. Foi desenvolvido um protocolo de testagem destes organóides *in vitro* com fármacos utilizados na clínica. Dentro desta linha de pesquisa, o objetivo é determinar a correspondência das respostas *in vitro* com respostas de pacientes na clínica. Organóides e tumores serão avaliados por diversas ômicas para o esclarecimento da manutenção das características em relação aos tumores originais e as respostas aos tratamentos, com objetivo de se identificar novas abordagens terapêuticas.

#### Desenvolvimento de estratégias para imunoterapias

A linha de pesquisa em desenvolvimento de estratégias para imunoterapias tem como principal objetivo entender mecanismos que possam potencializar a resposta imunológica de forma específica, visando a eliminação de células tumorais. Para isso, o grupo de pesquisa trabalha no desenvolvimento de vetores virais, vacinas imunomodulatórias, aptâmeros quiméricos, nanopartículas imunomodulatórias, proteínas quiméricas e anticorpos. No último, destacaram-se avanços no desenvolvimento de nanopartículas imunomodulatórias derivadas de capsídeos virais, denominadas VLPs. Demonstrou-se que essas partículas podem veicular sinalizações de morte celular diretamente às células tumorais. Este trabalho resultou em um pedido de patente provisório intitulado “*Composition comprising virus like particles (vlp), a kit and method for antitumoral therapy*” em 2023. Atualmente, investiga-se se essas VLPs podem atuar em modelos celulares de câncer, e modelos animais de tumores metastáticos, o que apresenta grande significado e relevância clínica para a terapia oncológica (Figura 209).

---

<sup>36</sup> 10.1038/s41467-024-49874-x

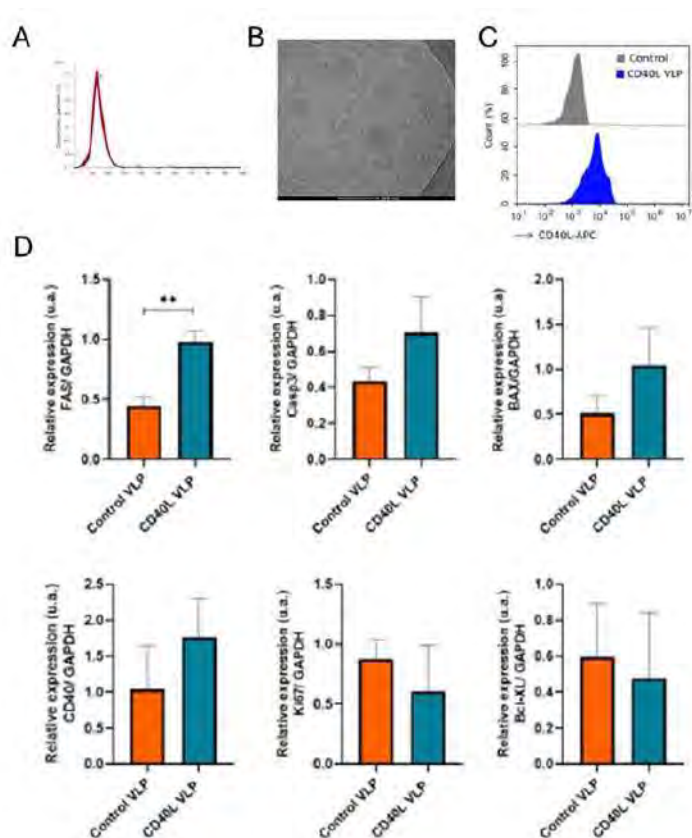


Figura 209. VLP CD40L induz sinalizações de morte em células tumorais. (A) gráfico de ensaio de NTA mostrando distribuição de tamanho de partículas engenheiradas de VLP-CD40L. (B) foto de microscopia eletrônica mostrando morfologia das VLPs-CD40L. (C) Gráficos de citometria de fluxo para marcação de CD40L em VLPs-CD40L, em azul. Em cinza mesma marcação de VLPs controle. (D) experimentos de qPCR mostrando expressão de marcadores celulares FAS ligante, caspase 3, gene BAX, CD40, Ki67, Bcl, XL.

Outro projeto de destaque consiste no desenvolvimento de aptâmeros quiméricos para inibição de células T regulatórias humanas. As células T regulatórias tem a propriedade de inibir atividade antitumoral mediada por linfócitos citotóxicos. “*CD4-targeted delivery of transcriptional gene silencing molecules to inhibit human FOXP3 in regulatory T cells*”, apresentado pela pós-doutora Daniela Mizobuti, no Simpósio internacional Nucleic Acids and Nanobiosystems in cancer Theranostics, realizado no ICESP, neste ano de 2024, recebeu premiação de melhor apresentação de poster. Os aptâmeros quiméricos foram desenhados e sintetizados (Figura 210), seguindo-se avaliação em ensaios de cultura de células (Figura 211), e atualmente estão sendo avaliados em ensaios com animais CDX.

Além disso, foi publicada uma importante colaboração com o grupo do Dr. Leonardo Reis da Unicamp, resultando em um artigo científico sobre a proteção contra os sintomas de longo prazo associados à COVID-19 em pacientes submetidos a um protocolo de imunoterapia com BCG<sup>37</sup>.

<sup>37</sup> DOI 10.1111/joim.20033.

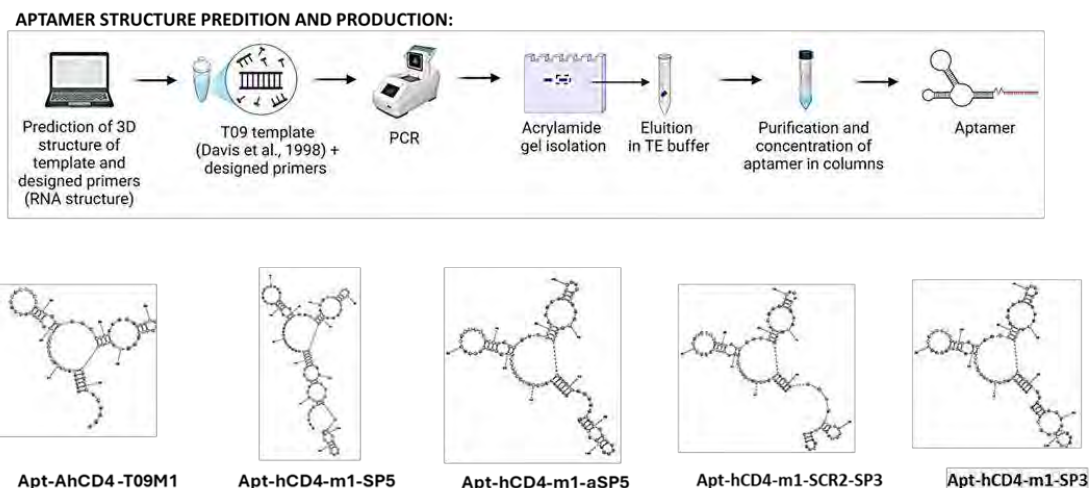


Figura 210. Aptâmeros quiméricos são engenheirados *in silico* e sintetizados quimicamente no laboratório. Na parte de cima da figura detalhamos o processo de desenho, predição estrutural, síntese química e purificação a partir de eletroforese e colunas de exclusão molecular.

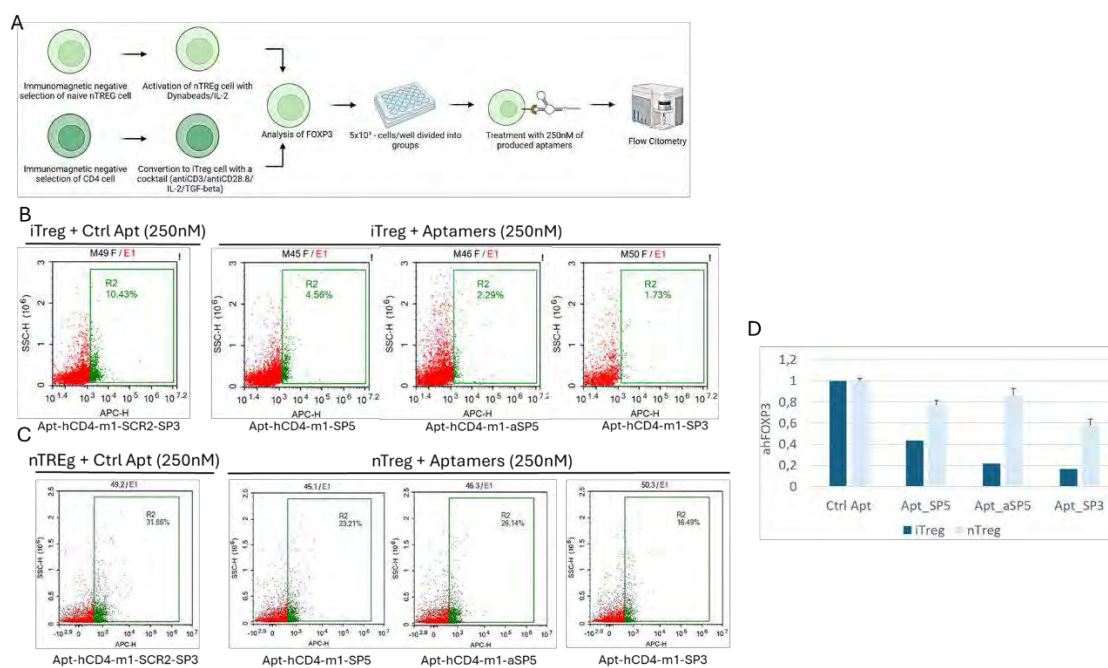


Figura 211. Aptâmeros quiméricos induzem silenciamento do fator de transcrição FoxP3. (A) Delineamento de experimentos em cultura de células primárias humanas. (B) células T regulatórias induzidas são incubadas com aptâmeros quiméricos contendo a porção de ligação ao receptor CD4 e o RNAi controle SCR-SP3, ou candidatos inibitórios de FoxP3 SP3, SP5, aSP5 e SP3. (C) células T regulatórias naturais são incubadas com aptâmeros quiméricos contendo a porção de ligação ao receptor CD4 e o RNAi controle SCR-SP3, ou candidatos inibitórios de FoxP3 SP3, SP5, aSP5 e SP3. (D) Gráfico de barras representando efeito de silenciamento dos aptâmeros nas células T regulatórias induzidas e naturais.

### Doenças neurodegenerativas e transtornos do desenvolvimento

As pesquisas sobre doenças neurodegenerativas e transtornos do desenvolvimento buscam compreender os mecanismos moleculares subjacentes a condições neurológicas complexas, com foco em mutações genéticas que afetam o funcionamento de proteínas essenciais para o

desenvolvimento e a manutenção do sistema nervoso. No momento, os focos dos estudos são as proteínas UBE2A, DDX3X e MAO-A.

- *UBE2A em doenças neurológicas*

No âmbito do projeto “Investigação de mecanismos celulares e moleculares associados à deficiência da enzima conjugadora de ubiquitina UBE2A”, que estuda mutações da UBE2A associadas à síndrome de Deficiência Intelectual (DI) ligada ao X do tipo Nascimento (DILXN), em 2024 foram realizadas análises integradas com os dados obtidos no transcriptoma e ubiquitinoma do cérebro de animais UBE2A WT (selvagem) e UBE2A Q93E (mutada). Essas análises revelaram *insights* de como as proteínas diferencialmente ubiquitinadas podem impactar as vias enriquecidas no transcriptoma do cérebro. Neste ano também houve avanços nos estudos estruturais e funcionais da interação entre UBE2A com UCH-L1, uma deubiquitinase crucial para a manutenção de ubiquitinas livres em neurônios. Além de demonstrar, por meio do ensaio de ubiquitinação *in vitro*, que UBE2A modifica UCH-L1. Também foi observado que ambas as proteínas interagem entre si em neurônios hipocâmpais primários do modelo murino *knock-in* UBE2A WT e Q93E.

O grupo de pesquisa realizou análises da mutação clínica G23R da UBE2A combinando os dados prévios de Ressonância Magnética Nuclear e de cristalografia de raio X, obtidos no LNBio e na linha MANACÁ do SIRIUS, respectivamente. Esses estudos trouxeram novos insights da importância da arginina 23 para a capacidade da UBE2A de reconhecimento de substratos. Adicionalmente, com a finalidade de investigar as implicações funcionais que essa mutação pode ter, foram realizados experimentos de ubiquitinação *in vitro* de PCNA (substrato de UBE2A) e cinética de poliubiquitinação por fluorescência de polarização. Os resultados revelaram que a mutação para arginina diminuiu significativamente a formação de conjugados de PCNA~Ub *in vitro* e que ambas, UBE2A WT e G23R, possuem a capacidade de catalisar cadeias de poliubiquitina.

A UBE2A também é alvo de estudo do projeto “Descoberta de compostos bioativos para alvos moleculares relacionados a transtornos do neurodesenvolvimento” apoiado pelo Ministério da Saúde, no contexto do Programa Nacional de Assistência à Pessoa com Deficiência (PRONAS/PCD – NUP/MS 25000.015040/2019-03), sendo a proposta estabelecer um ensaio funcional em modelo em *High-Throughput Screening* (HTS). O projeto teve importantes avanços neste ano, onde foi possível estabelecer e validar um ensaio robusto baseado em anisotropia de fluorescência para detecção de ubiquitinação do alvo e assim prosseguir para os próximos passos na busca moduladores da UBE2A em metodologias de alta performance.

- *DDX-3X – proteína humana associada a transtornos de neurodesenvolvimento*

O projeto “Neurobiologia molecular - desvendando os mecanismos moleculares de transtornos do neurodesenvolvimento” visa compreender os mecanismos moleculares que regulam as funções da enzima DDX3X e o impacto de mutações pontuais que afetam sua estrutura, dinâmica e função. A enzima humana DDX3X é uma helicase de RNA da família DEAD-box com importante papel no metabolismo de RNA e na biogênese de grânulos de estresse, que são organelas não

membranosas formadas a partir do processo de separação de fase líquido-líquido (LLPS). Mutações no gene que codifica essa proteína podem resultar na perda de função, causando a síndrome da DDX3X, caracterizada principalmente por deficiência intelectual. Durante o ano de 2024, estabeleceu-se, a partir de uma abordagem de Biologia Integrativa, que o íon cloreto interage diretamente com o domínio helicase da proteína DDX3X (Figura 212A-B). Tal interação prejudica as atividades de ATPase e de helicase de RNA (Figura 212C-D) da enzima, além de afetar negativamente a sua propensão à condensação (Figura 212E).

Considerando que a homeostase do cloreto é crucial durante o neurodesenvolvimento, a compreensão dos mecanismos moleculares subjacentes à desregulação dos níveis deste íon pode fornecer informações valiosas sobre a fisiopatologia de transtornos do neurodesenvolvimento. Dentre as mutações de interesse, destaca-se a mutação R326H na região de ligação ao RNA da proteína DDX3X (Figura 212B), a qual está ligada a um fenótipo grave de transtorno do neurodesenvolvimento. O ambiente químico do sítio de ligação do cloreto é alterado na presença da mutação R326H, prejudicando funções sensíveis ao cloreto (Figura 212D-E).

No contexto do projeto PRONAS/PCD, intitulado "Descoberta de Compostos Bioativos para Alvos Moleculares Relacionados a Transtornos do Neurodesenvolvimento" (NUP/MS 25000.015040/2019-03), onde a DDX3X é um dos alvos estudados, está sendo utilizado o ensaio baseado em imagem *High Content Screening* (HCS) para identificar moléculas capazes de prevenir e/ou reduzir a formação de grânulos de estresse associados à DDX3X mutante. Estudos futuros irão aprofundar a compreensão dos mecanismos moleculares subjacentes a outras mutações em portadores de transtornos do neurodesenvolvimento.

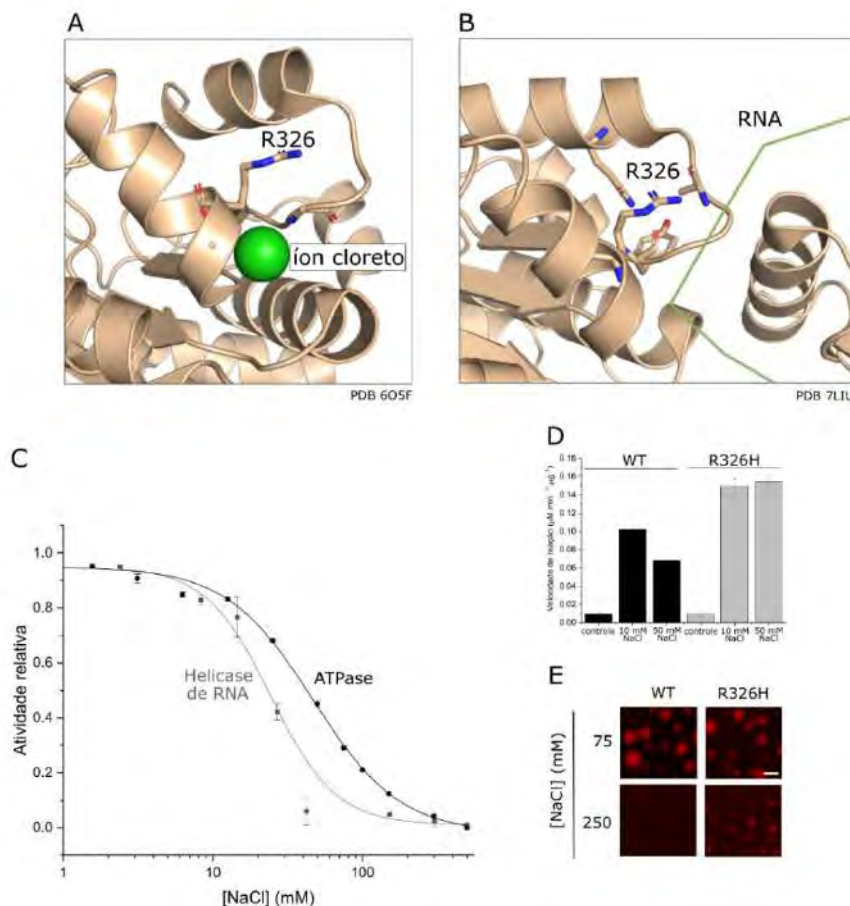


Figura 212. Interação do íon cloreto com o domínio helicase de DDX3X. A. Representação em cartoon da estrutura cristalográfica (PDB 605F, em laranja) do sítio de ligação do íon cloreto (em verde), evidenciando o resíduo R326, o qual foi encontrado mutado para Histidina em um paciente com transtorno do neurodesenvolvimento. B. Representação em cartoon da estrutura cristalográfica de DDX3X (PDB 7LIU, em laranja) evidenciando a região de interação com o RNA (em verde). C. Atividades relativas de ATPase (em preto) e de helicase de RNA (em cinza) em função do aumento de concentração de cloreto de sódio. D. Gráfico de barras mostrando a velocidade de reação de ATPase em duas concentrações de cloreto de sódio (10 e 50 mM) para as proteínas DDX3X WT e R326H na presença de RNA, em estequiometria 1:0.5 (proteína:RNA). E. Imagens representativas de microscopia de fluorescência de gotículas de DDX3X-mCherry WT e R326H formadas pelo processo de separação de fase líquido-líquido à temperatura ambiente na presença de duas concentrações de cloreto de sódio (75 e 250 mM).

- **MAOA**

O projeto intitulado “Estudo das mutações no gene da agressividade MAOA em pacientes com deficiência intelectual” no contexto do PRONAS/PCD (NUP/MS 25000.016966/2018-27), tem como principal objetivo compreender os impactos de duas mutações específicas na estrutura e função da enzima MAOA (Monoamina oxidase A), bem como identificar moléculas moduladoras de sua atividade, adotando diversas abordagens.

A MAOA é uma proteína que atravessa a membrana mitocondrial, desempenhando um papel essencial na degradação de neurotransmissores como norepinefrina, dopamina e serotonina. Alterações genéticas que afetam o gene responsável por essa proteína podem comprometer sua

função, levando ao desenvolvimento da Síndrome de Brunner, caracterizada por deficiência intelectual e comportamentos agressivos.

As mutações 45W e C266F no gene *MAO-A* vem sendo estudados neste projeto. Em resultados anteriores, a MAO-A humana recombinante foi usada para triar uma biblioteca TargetMol de 7700 compostos. Oito compostos foram identificados como potenciais ativadores da enzima MAOA e 466 são potenciais inibidores. Dentre os candidatos a ativadores, apenas um foi confirmado, chamado de hit H7. A curva dose-resposta desse hit em ensaio manual resultou em  $EC_{50} = 4,97 \mu\text{M}$  (Figura 213A) e um ensaio automatizado após uma nova aquisição do composto resultou em um valor similar de  $EC_{50} = 3,38 \mu\text{M}$  (Figura 213B).

As versões mutadas da MAO-A foram expressas e purificadas para ensaios de atividade enzimática (Figura 213C, D, E), nos quais observou-se que MAO-A R45W é inativa, mesmo na presença do hit H7. Já a mutação C266F apresenta cerca de 4,5% da atividade da enzima WT e uma ativação não significativa na presença do hit H7. A linhagem neuronal humana SK-N-FI está sendo utilizada para obter as linhagens *knock-in* com as mutações R45W e C266F, que serão posteriormente analisadas em ensaios fenotípicos. A obtenção dessas linhagens por edição gênica com CRISPR/Cas9 está atualmente na etapa de *screening* dos clones obtidos a partir da nucleofecção. O impacto do hit H7 na viabilidade de SK-N-FI foi avaliado com três diferentes ensaios, em uma faixa de concentrações determinada com base nos ensaios de  $EC_{50}$ . A viabilidade se manteve acima de 80% nas concentrações de 10 e 20  $\mu\text{M}$  nos três ensaios, com exceção do resultado do MTT na concentração de 20  $\mu\text{M}$ , mostrando que o hit não é tóxico nas concentrações relevantes para os estudos (Figura 213F).

Dentre as padronizações necessárias para realizar os ensaios fenotípicos, foi realizado um ensaio de atividade enzimática da MAO-A endógena da linhagem SK-N-FI e a presença da MAO-A endógena foi confirmada por *Western blot* (Figura 213G). Também foi feita a padronização da diferenciação neuronal dessas células estimulada por *All-Trans Retinoic Acid* (Figura 213H, I, J) e de um ensaio de apoptose fluorimétrico baseado na ativação da Caspase-3 (Figura 213K). Nas simulações de dinâmica molecular da MAO WT e mutantes (Figura 214A), com ou sem o inibidor harmina, foi usado um sistema constituído pela proteína completa inserida na membrana (Figura 214B). Os resultados estão representados em mapas de correlação (Figura 214C) e linhas conectando os resíduos de aminoácidos na estrutura tridimensional (Figura 214D). Os mapas de correlação dos mutantes com o inibidor harmina são similares ao da proteína selvagem apo (sem ligante), e na MAO-A selvagem, a presença do inibidor “acopla” regiões distantes da proteína, o que não ocorre nos mutantes.



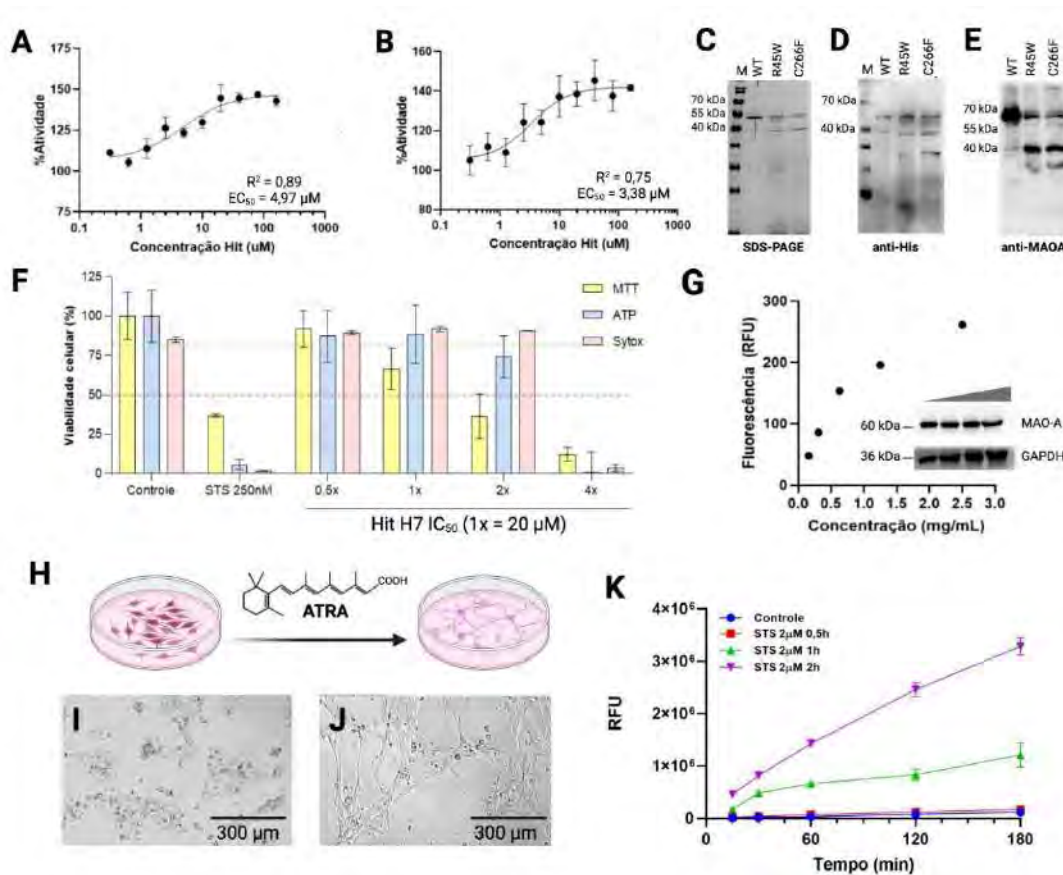


Figura 213. Resultados dos ensaios bioquímicos e em cultura de células. A. Curva dose-resposta do hit H7 em ensaio manual, B. Curva dose-resposta do hit H7 em ensaio automatizado após recompra da molécula. C, D, E.: Análise das amostras purificadas de MAO-A WT, R45W e C277F, por SDS-PAGE e Western blot com os anticorpos indicados. F. Ensaios de viabilidade celular da linhagem SK-N-FI na presença de concentrações crescentes do hit H7, utilizando os ensaios MTT, CellTiter-Glo (ATP) e Sytox. Tempo de incubação: 24h. Staurosporina (STS) foi usado como controle positivo de citotoxicidade. G. Ensaio de atividade enzimática da MAO-A endógena da linhagem SK-N-FI. O "inset" mostra a análise de concentrações crescentes de extratos dessa linhagem por Western blot anti-MAO-A, usando como controle endógeno o GAPDH. H. Representação esquemática do ensaio de diferenciação da linhagem SK-N-FI com All-Trans Retinoic Acid (ATRA). I e J. Imagens representativas dos pontos inicial (0h) e final (288h) do experimento de cinética de diferenciação das células SK-N-FI com 10 µM ATRA. K. Ensaio fluorimétrico de atividade de Caspase-3 em células tratadas com staurosporina (STS).

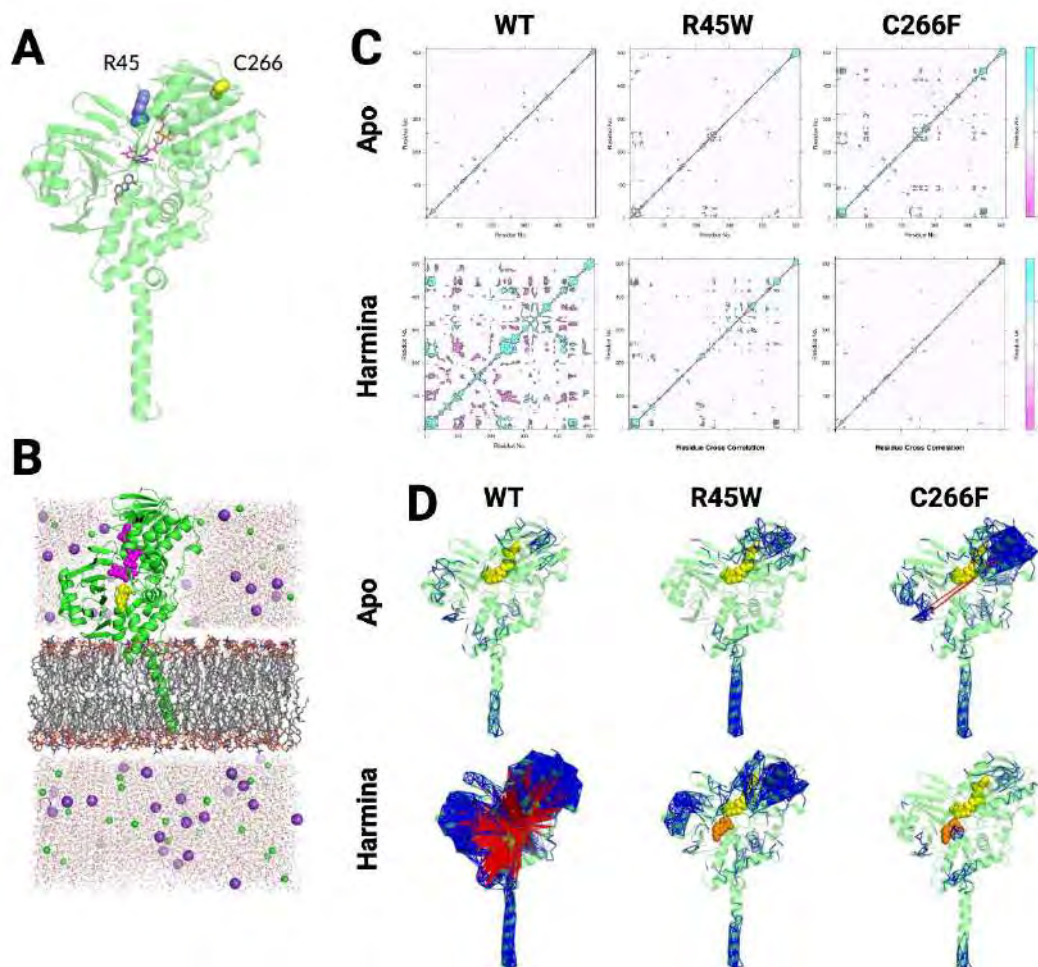


Figura 214. Resultados das simulações de dinâmica molecular da enzima MAO-A selvagem (WT) e mutantes, na presença ou ausência do inibidor harmina. A) Localização dos mutantes R45W e C266F na estrutura tridimensional da MAO-A (PDB: 2Z5X). B) Representação do sistema simulado na dinâmica molecular, mostrando a MAO-A em verde, membrana em cinza e vermelho, íon e contra-íons em verde e roxo. O tempo de simulação foi de  $3 \times 100$  ns. C) Representação gráfica dos resultados na forma de mapa de correlações cruzadas com filtro de 90%. D) Representação dos resultados na estrutura tridimensional da MAO-A. As linhas azuis indicam pares de resíduos com correlação  $> 95\%$  e as linhas vermelhas indicam pares de resíduos com correlação  $< -95\%$ . O cofator NAD está em amarelo.

### Doenças Cardiovasculares: Mecanismos de sinalização em insuficiência cardíaca

A linha de pesquisa “Doenças cardiovasculares: mecanismos de sinalização em insuficiência cardíaca” tem como principal foco compreender mecanismos moleculares que levam à perda da capacidade regenerativa do coração adulto e assim identificar e desenvolver novas abordagens terapêuticas.

A insuficiência cardíaca com fração de ejeção preservada (ICFep) é responsável por mais da metade de todos os casos de insuficiência cardíaca, constituindo, portanto, a forma predominante de insuficiência cardíaca no Brasil e no mundo. A síndrome é caracterizada por disfunção diastólica e apresenta como principais fatores de risco a obesidade, hipertensão arterial e fibrilação atrial. A etiologia e os mecanismos moleculares ainda não foram totalmente elucidados e consequentemente poucos tratamentos eficazes foram identificados, tornando esta

síndrome uma grande necessidade médica não atendida<sup>38;39</sup>. Nesse sentido, a elucidação do perfil metabólico no soro dos pacientes e a correlação com a gravidade da doença podem contribuir para o desenvolvimento de novas alternativas terapêuticas.

O CNPEM em parceria com o Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia (IDPC) cooperaram em identificar e quantificar perfis séricos alterados em pacientes com sinais e sintomas associados à doença. O projeto multidisciplinar, avaliou parâmetros clínicos, ecocardiográficos, laboratoriais e foi aplicado um questionário contendo informações de qualidade e estilo de vida do paciente. Paralelamente, nas instalações do laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) do LNBio/CNPEM, foram processadas amostras de soro de mais de 500 pacientes em diferentes estágios da doença, no intuito de quantificar o perfil metabólico desses indivíduos (Figura 215). Como resultado, foram revelados perfis metabólitos séricos significativamente distintos com potencial poder preditivo tanto da evolução da doença como para critérios de diagnóstico em estágios mais precoce da doença.

Também foi estabelecido um modelo da doença em camundongos, recapitulando dados ecocardiográficos e perfis metabólicos por RMN a fim de correlacionar com os achados em humanos e realizar intervenções químio/moleculares. Interessantemente o modelo animal foi capaz de recapitular diversas alterações metabólicas observadas em humanos, possibilitando assim intervenções gênicas, moleculares ou com o uso de pequenas moléculas para a identificação de novos alvos terapêuticos. Por fim, mecanismos críticos e potenciais alvos farmacológicos para o tratamento da doença estão sendo caracterizados, abrindo fronteiras para novas alternativas terapêuticas.



Figura 215. Representação do fluxograma do projeto demonstrando as principais etapas e processos realizados no projeto de parceria entre o CNPEM e o IDPC.

Em paralelo, foi desenvolvido um projeto em parceria com a *University of Texas Southwestern Medical Center*, com o objetivo de investigar os mecanismos moleculares associados a mitose de cardiomiócitos adultos. O coração adulto de mamíferos apresenta uma capacidade limitada de regeneração após uma lesão como o infarto do miocárdio, o que resulta em insuficiência cardíaca. Nesse sentido, estimular a regeneração dos cardiomiócitos é uma abordagem

<sup>38</sup> doi: 10.1093/cvr/cvac013

<sup>39</sup> doi: 10.1007/s11897-024-00679-5

promissora como alvo de novas terapias regenerativas do coração. A limitação da mitose em cardiomiócitos se dá devido principalmente à densa composição miofibrilar, uma consideração que não existe em outras células não estriadas. Uma característica importante na regeneração cardíaca é a desmontagem dos sarcômeros dos cardiomiócitos e sua marginalização durante a mitose. No entanto, até o momento, os mecanismos que regulam a desmontagem do sarcômero não são compreendidos.

Dentro deste contexto, os estudos elucidaram que a Adducina atua como um regulador importante da desmontagem do sarcômero durante a mitose dos cardiomiócitos de mamíferos e que a modulação desse processo aumenta a capacidade de mitose e proliferação de cardiomiócitos, mecanismo esse crítico para a regeneração cardíaca. Estes resultados destacaram um importante mecanismo para coordenar alterações morfológicas do citoesqueleto durante a mitose dos cardiomiócitos, contribuindo para o desenvolvimento de novas terapias alvo dirigidas que favoreçam a proliferação de miócitos e consequentemente a regeneração cardíaca. O trabalho descrevendo estes achados foi publicado na revista *Circulation*<sup>40</sup>.

### 2.1.2. Subprograma Fármacos e Biofármacos

A linha de pesquisa em biofármacos tem como meta fortalecer as competências científicas e tecnológicas para o desenvolvimento de linhagens celulares produtoras de proteínas recombinantes, além da fabricação de lotes piloto de insumos farmacológicos ativos para ensaios clínicos. O objetivo é apoiar o avanço do desenvolvimento de medicamentos inovadores e biossimilares, com foco em beneficiar o sistema público de saúde. A plataforma de descoberta de fármacos visa identificar candidatos promissores, capazes de avançar para o desenvolvimento clínico, superando um dos maiores desafios da inovação farmacêutica: a criação de moléculas personalizadas que alterem o curso das doenças. A seguir, são apresentados os principais achados científicos dessas linhas de pesquisa durante o ano de 2024.

#### Desenvolvimento de linhagem celular do biossimilar do Nivolumab

O projeto PRONON intitulado “Desenvolvimento de uma linhagem celular produtora de anticorpo monoclonal anti-PD1, biossimilar do nivolumab, utilizado para terapia de câncer” (NUP/MS 25000.019136/2019-32), tem como objetivo gerar bancos de células para produção de biossimilar do Nivolumab. A geração de bancos celulares nacionais tem importância estratégica, com o potencial de beneficiar o sistema único de saúde, viabilizando a incorporação de novos medicamentos biológicos de alto custo. Esse projeto piloto compreende o desenvolvimento de um sistema otimizado de vetores de expressão, a instalação de uma estrutura para cultivo celular automatizado e ensaios de caracterização. Destaca-se para o ano de 2024 o desenvolvimento de protocolos de seleção de clones celulares em alta demanda, utilizando o equipamento Clonepix, com o objetivo de obter subclones de maior produtividade (Figura 216). Foram executadas seis campanhas de seleção. As campanhas se diferenciaram em sistemas de vetores utilizados e protocolos de seleção.

---

<sup>40</sup> doi: 10.1161/CIRCULATIONAHA.122.059102.

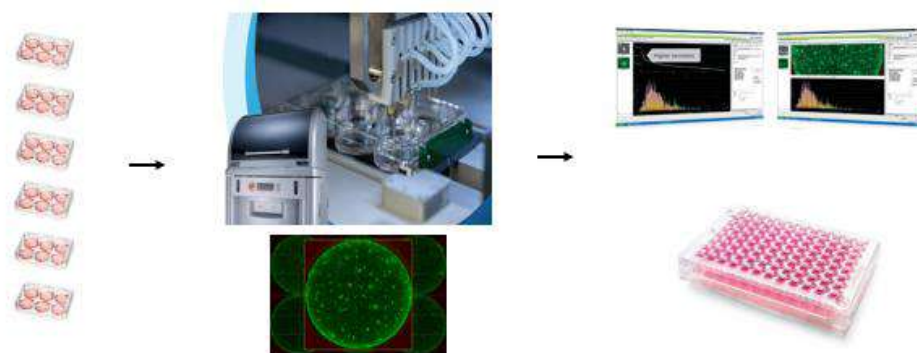
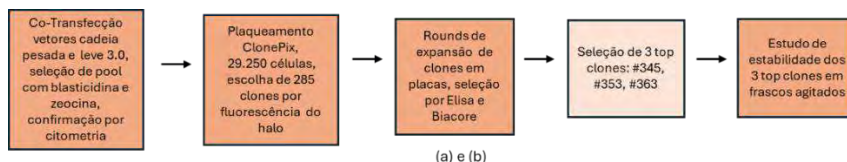


Figura 216. Esquema de subclonagem celular utilizando a plataforma Clonepix2. Células produtoras de anticorpo, previamente transfectadas e selecionadas com resistência à antibióticos são semeadas em placas de seis poços, em meio semi-sólido. O meio contém um reagente de detecção fluorescente que possibilita identificar melhores colônias produtoras, representadas na foto na imagem de fluorescência verde, que podem ser escolhidas e transferidas para placas de 96 poços.

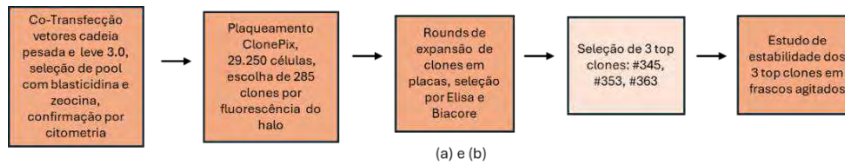
Na primeira campanha do processo, foi realizada uma subclonagem de células para avaliar a produção de anticorpos. Dessa forma, foi possível analisar 1000 subclones, obtendo resultados semelhantes aos da linhagem original. Na segunda campanha, foi testado um novo vetor em 2000 subclones, mas com uma produção inferior. Na terceira campanha, com um vetor diferente, a produção foi comparável à da linhagem inicial. Na quarta campanha, a produção foi semelhante, mas houve uma redução da expressão ao longo do tempo. Na quinta campanha, foram analisadas 30.000 células, e dois clones se destacaram por sua alta produção e estabilidade. Por fim, na sexta campanha, com uma versão aprimorada do vetor, a produção foi quatro vezes maior do que na linhagem inicial, indicando grande potencial para o desenvolvimento futuro. A



(a) Elisa – 3 Top Clones

Amostra	DO1	DO2	Média DO	[ug/ml]	Diluição	[ug/ml] final	célula/ml	pg/célula
# 121.14	0,515	0,539	0,527	0,013	100	1,35	4800000	0,281
# 121.14	1,065	1,125	1,095	0,049	500	24,71	4800000	5,147
345	1,001	0,962	0,982	0,039	100	3,88	1610000	2,408
345	1,23	1,271	1,251	0,086	500	43,00	1610000	26,711
347	0,792	0,793	0,793	0,026	100	2,58	3640000	0,709
347	1,4	1,427	1,414	0,105	500	52,61	3640000	14,453
353	1,069	1,068	1,069	0,047	100	4,67	2500000	1,867
353	1,571	1,49	1,531	0,150	500	75,00	2500000	30,000
356	0,826	0,78	0,803	0,026	100	2,64	3540000	0,746
356	1,406	1,363	1,385	0,087	500	43,66	3540000	12,333
359	0,871	0,855	0,863	0,030	100	3,01	2930000	1,027
359	1,413	1,413	1,413	0,105	500	52,54	2930000	17,930
363	0,936	0,903	0,920	0,034	100	3,40	3020000	1,125
363	1,665	1,653	1,659	0,248	500	123,82	3020000	40,999

Figura 217 (produtividade de clones #353 e #363) e a Figura 218 (expressão aumentada com o novo sistema de vetores) ilustram os principais avanços obtidos nas fases mais recentes.



(a) Elisa – 3 Top Clones

Amostra	DO1	DO2	Média DO	[ug/ml]	Diluição	[ug/ml] final	célula/ml	pg/célula
# 121.14	0,515	0,539	0,527	0,013	100	1,35	4800000	0,281
# 121.14	1,065	1,125	1,095	0,049	500	24,71	4800000	5,147
345	1,001	0,962	0,982	0,039	100	3,88	1610000	2,408
345	1,23	1,271	1,251	0,086	500	43,00	1610000	26,711
347	0,792	0,793	0,793	0,026	100	2,58	3640000	0,709
347	1,4	1,427	1,414	0,105	500	52,61	3640000	14,453
353	1,069	1,068	1,069	0,047	100	4,67	2500000	1,867
353	1,571	1,49	1,531	0,150	500	75,00	2500000	30,000
356	0,826	0,78	0,803	0,026	100	2,64	3540000	0,746
356	1,406	1,363	1,385	0,087	500	43,66	3540000	12,333
359	0,871	0,855	0,863	0,030	100	3,01	2930000	1,027
359	1,413	1,413	1,413	0,105	500	52,54	2930000	17,930
363	0,936	0,903	0,920	0,034	100	3,40	3020000	1,125
363	1,665	1,653	1,659	0,248	500	123,82	3020000	40,999

Figura 217. Quinta campanha de seleção com Clonепix. Nesta campanha efetuou-se a análise de 29.250 células derivadas de um pool selecionado após a co-transfecção de plasmídeos do sistema 3.0. Foram obtidos 285 candidatos com alta expressão, afinados em ensaios de citometria para 12 clones, dos quais avaliou-se a produtividade específica por ELISA e pela determinação de concentração por ressonância plasmônica de superfície no equipamento Biacore. Os resultados foram validados por biacore no processo de seleção de linhagens.



(a) Citometria dos 4 pools

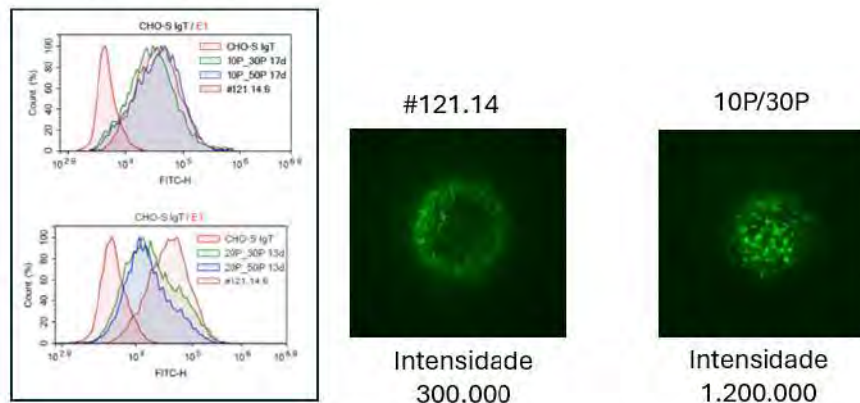


Figura 218. Sexta campanha de seleção com Clonепix. Nesta campanha efetuou-se a seleção de células com novo sistema de vetores 5.0, otimizados em códons para maximizar expressão em células CHO, para potencializar produção de anticorpo. Os pools celulares selecionados com diferentes regimes de antibiótico foram analisados por citometria de fluxo (a), mostrando que mesmo antes da etapa de clonagem celular no Clonепix níveis de expressão comparáveis à clones previamente obtidos. Nas fotos de microscopia de fluorescência, verificamos que clones selecionados com Clonепix, derivados do novo sistema 5.0 do regime 10P/30P, apresentaram intensidade de expressão cerca de 4 vezes maior do que o antigo clone 121.14.

## Descoberta e desenvolvimento de fármacos

A Plataforma de Descoberta e Desenvolvimento de Fármacos, em funcionamento no LNBio desde 2018, tem como objetivo principal a identificação e entrega de protótipos de moléculas com potencial para avançar para o desenvolvimento clínico. O programa visa impulsionar a inovação farmacêutica no Brasil unindo ciência e alta tecnologia, com um potencial único de inovação química da biodiversidade brasileira. A Plataforma desenvolve métodos inovadores para *Drug Discovery* (DD) e executa projetos em parceria com a indústria nacional, além de importantes parcerias acadêmicas. Em 2024 foi também dada ênfase à formação e análise de bibliotecas químicas da biodiversidade brasileira de forma colaborativa com Instituições de Ciência e Tecnologia (ICTs) brasileiras. Esta iniciativa foi denominada “Banco de Moléculas”.

As atividades centrais interdependentes executadas pela equipe incluem: i) execução de projetos de *Drug Discovery* com a indústria; ii) Desenvolvimento de métodos avançados para *Drug Discovery*; e iii) Constituição de bibliotecas químicas acessíveis a plataformas de inovação. Atividades que em conjunto são importantes para manter a Plataforma de Descoberta de Fármacos do CNPEM no estado da arte (Figura 219) e garantir o sucesso da execução de Projetos DD no Brasil. Isso se traduz na maximização do aproveitamento dos principais diferenciais competitivos do país, como a rica biodiversidade brasileira, e dos recursos únicos do CNPEM, incluindo o Sirius e outras instalações de pesquisa de ponta. A Figura 220 resume as etapas de execução dos projetos executados na plataforma e as parcerias atuais.

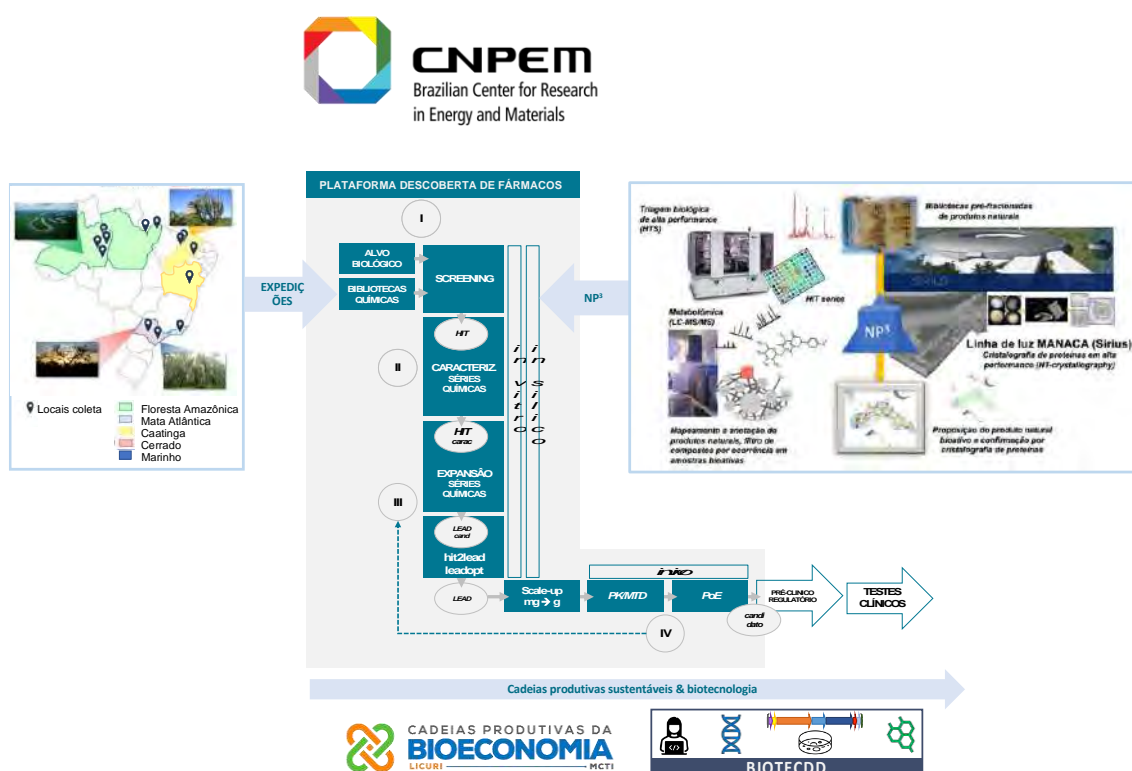


Figura 219. Plataforma de Descoberta de Fármacos LNBio-CNEM, que emprega métodos inovadores customizados para descoberta de fármacos e produtos naturais.

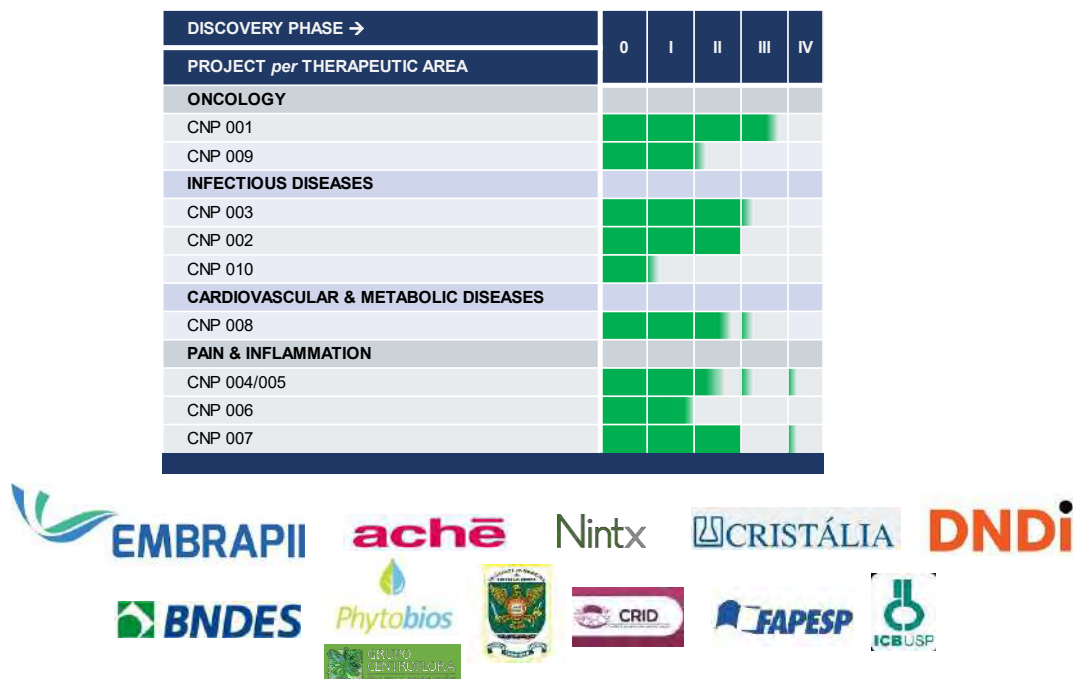


Figura 220. Projetos de Descoberta de Fármacos em execução. Etapas: 0: estabelecimento de protocolos; I: obtenção de HITs; II: caracterização de HITs; III: otimização hit2lead; IV: validação do lead em modelos animais da doença obtendo-se o fármaco candidato. Quando necessário é realizada a etapa de otimização de leads (leadopt). O fármaco candidato é o protótipo final, não é mais alterado quimicamente e segue para as etapas regulatórias pré-clínica e clínica.

Durante o ano de 2024, ocorreu a estruturação e início das operações do Banco de Moléculas, uma iniciativa do CNPEM para reunir, inventariar e avaliar, do ponto de vista químico e do potencial farmacêutico, moléculas da biodiversidade brasileira (Figura 221). Neste contexto foi estabelecida uma rotina para recebimento de amostras, análise destas do ponto de vista químico e de atividade biológica, bem como protocolos para retorno dos principais dados às instituições colaboradoras. Foram formadas colaborações com diversas ICTs do Brasil, como a Universidade Federal de Mato Grosso (UFMT), a Universidade Federal do Tocantins (UFT), o Instituto Federal de São Paulo (IF-SP), a Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), a Universidade Estadual Paulista de Rio Claro (Unesp-RC), além das já parceiras Universidade Federal do Pará (UFPA), Universidade Federal de Pernambuco (UFPE) e Universidade do Vale do Itajaí (Univali). O modelo de parceria apresentou bom funcionamento, sendo que atualmente pelo menos mais 10 instituições apresentaram interesse em aderir ao Banco de Moléculas em 2025.





Figura 221. Banco de Moléculas – uma iniciativa do LNBio-CNPq para catalogar a biodiversidade brasileira e promover a inovação sustentável com base nesse patrimônio.

Em paralelo ao estabelecimento das rotinas de parceria, foi também implementado e validado o processo de gestão de amostras químicas seguindo as boas práticas de laboratório (BPL). O processo estabelecido foi recentemente aprovado em auditoria interna e externa e agora prossegue para validação pelo órgão certificador (Inmetro).

No âmbito da estrutura física e dos processos estabelecidos para a gestão do Banco de Moléculas, o Laboratório de Gestão de Compostos (LGC-LNBio) foi ampliado, com a instalação de equipamentos essenciais para sua operação, como o Echo (sistema de gestão de líquidos por acústica) e o Janus G3, um gestor versátil de líquidos por pipetagem. Também foi adquirido o freezer automatizado Verso Q20, e recursos foram obtidos através do projeto Finep Mais Inovação Brasil Saúde – ICT recentemente aprovado – “Plataforma de descoberta de fármacos da biodiversidade brasileira: novos IFAs verdes e químicos para medicamentos *made in* Brasil aos pacientes do SUS” para a aquisição de uma plataforma automatizada de gestão de placas (Access), que funcionará em integração com o Echo. Essas rotinas automatizadas são fundamentais para garantir a rastreabilidade das amostras, uma premissa do Banco de Moléculas. Com esses avanços na infraestrutura e nos processos do LGC, será possível escalar significativamente o Banco de Moléculas do LNBio-CNPq a partir de 2025.

Foram adquiridas novas bibliotecas químicas, tanto comerciais quanto desenvolvidas nos projetos de inovação do Grupo de Descoberta de Fármacos e de outros grupos do LNBio, totalizando mais de 100 mil amostras gerenciadas pelo LGC no ano de 2024 (Tabela 4).

Tabela 4 - Inventário das bibliotecas químicas disponíveis no LNBio-CNPq em 2024

Biblioteca	Fornecedor	Ano aquisição	Responsável aquisição	N de amostras
Diverset 30k	Chembridge	2012	LNBio	30000

Diverset 20k	Chembridge	2018	Celso Benedetti	20000
Diversity Set 10k	TimTec	2018	Artur Cordeiro	9925
MCE-3K	MedChem Express	2020	LNBio	3212
MCE FDA Approved drugs	MedChem Express	2021	Celso Benedetti	2378
Molport – TDH Chagas	Molport	2021	Artur Cordeiro	545
TargetMol-7K	Target Mol	2021	DD-LNBio	7784
MCE Alkaloids + Terpenoids	MedChem Express	2022	DD-LNBio	852
MCE Reposicionamento	MedChem Express	2023	DD-LNBio	2681
Chembridge 20k CNS	Chembridge	2023	Gustavo Mercaldi	20000
PRONON	Comercial	Desde 2024	Sandra Dias	137
CQL (QSAR)	MMV	2024	Rafael Elias	NI
HGL2-Core	MMV	2024	Rafael Elias	NI
Projetos DD	In house (LPN e LQS)	Desde 2023	DD-LNBio	2312
Phytobios MPH	In house (LPN)	Desde 2015	DD-LNBio	5770
Chromadex	Chromadex	2015	LNBio	1392
LNB-1	In house (bactérias Univali)	Desde 2015	DD-LNBio	568
Licuri	In house (LPN/UFPE)	Desde 2022	DD-LNBio	165
Microbiobank	In house (LPN/Unesp/ITAL)	Desde 2024	DD-LNBio	208
Banco de Moléculas	Colaborações externas LPN	Desde 2024	DD-LNBio	105
TOTAL				108034

Os métodos avançados para análise das coleções foram implementados previamente pelo Grupo de Descoberta de Fármacos e têm sido utilizados nas rotinas do Banco de Moléculas e dos projetos de descoberta de fármacos em execução com parceiros (vide seção eixo 3). Um destes métodos, o NP3 MS *workflow* (INPI BR 51 2021 000074 9) foi validado por pares e publicado em

revista de alto impacto e excelente política editorial, pertencente a Sociedade Americana de Química (ACS)<sup>41</sup>. O tema foi também selecionado como uma das capas da edição (Figura 222).

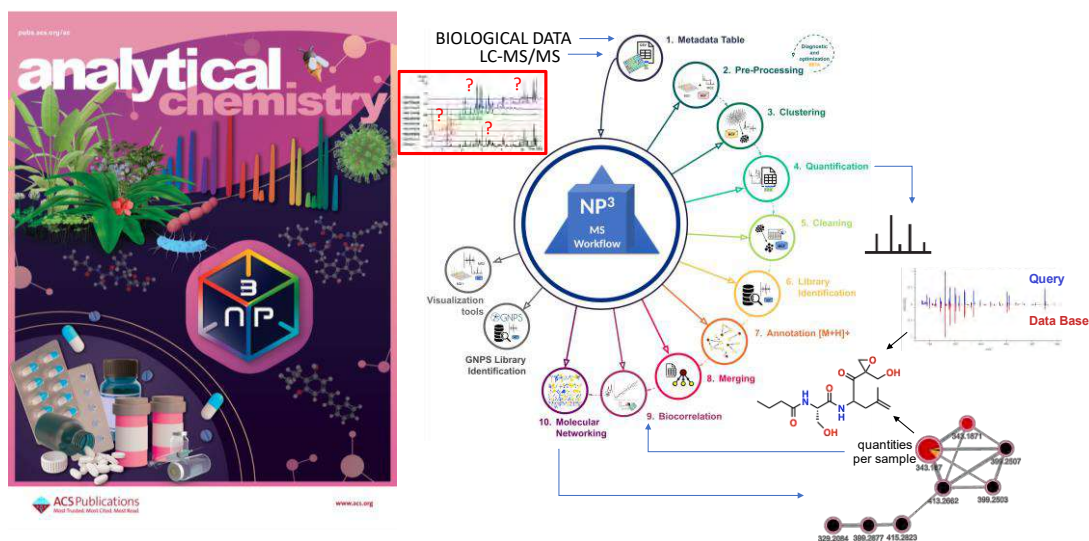


Figura 222. NP3 MS Workflow. Software desenvolvido e validado pelo CNPEM para analisar a composição química de amostras desconhecidas da biodiversidade (mapeamento químico) e encontrar substâncias bioativas (mapeamento de potencial farmacêutico) através de dados brutos de espectrometria de massas não direcionada, aliado a dados de ensaios biológicos em moldes High Throughput Screening.

O fluxo de trabalho NP3 MS permite a análise de dados de LC-MS/MS de amostras químicas da biodiversidade, muitas vezes ainda desconhecidas e presentes em misturas. Essa abordagem realiza uma primeira análise do perfil químico, identificando moléculas conhecidas nas amostras e avaliando sua diversidade e inovação química, o que é essencial para o mapeamento em larga escala da química da biodiversidade brasileira. Além disso, quando essas amostras são submetidas a ensaios biológicos, o NP3 MS workflow é capaz de deconvoluir a molécula bioativa por meio de mineração de dados, utilizando técnicas de correlação entre a presença das moléculas nas diferentes amostras e a atividade biológica dessas mesmas amostras (Figura 222).

Além do desenvolvimento do método de mineração de dados LC-MS/MS, o grupo também colaborou com parceiros da FCFRP-USP na criação de novos métodos analíticos para a geração de dados LC-MS/MS<sup>42</sup>. Esses métodos desempenham um papel crucial em acelerar o mapeamento da química da biodiversidade e na descoberta de novas moléculas bioativas para o desenvolvimento de fármacos. Os métodos analíticos desenvolvidos têm sido aplicados na análise de amostras da Amazônia, em uma colaboração altamente produtiva com a UFPA e a BiotecAmazonia, que culminou em uma publicação conjunta em 2024 na revista *ASM Spectrum Journal* da Sociedade Americana de Microbiologia<sup>43</sup> (Figura 223).

<sup>41</sup> <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.3c05829>

<sup>42</sup> <https://doi.org/10.3389/fchem.2024.1477492>.

<sup>43</sup> Oliveira, A.C.; Vieira, B.D.; Felício, R.; Silva, L.; Veras, A.; Graças, D.; Silva, A.; Baraúna, R.A.; Trivella, DBB, Schneider, M.P. A metabologenomics approach reveals the unexplored biosynthetic potential of bacteria isolated from an Amazon Conservation Unit. *Spectrum Journal*, ASM – **just accepted**.

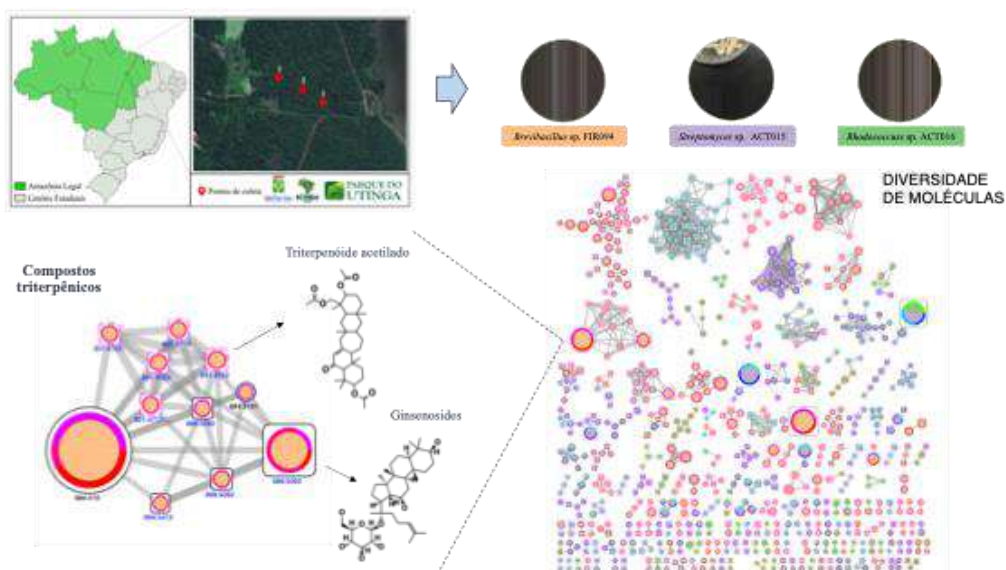


Figura 223. Prospecção de moléculas de micro-organismos do solo da Amazônia, realizada em parceria com a UFPA e BiotecAmazônia.

A colaboração com os parceiros do Pará tem gerado importantes avanços na bioprospecção de microrganismos e moléculas da Amazônia, além de promover o intercâmbio científico e contribuir para a capacitação e formação de pesquisadores no Norte do Brasil. A parceria resultou na constituição do centro avançado em pesquisa em biotecnologia na Amazônia Oriental “Iwasa’i”, que foi recentemente agraciado no edital Pro-Amazônia CNPq (CNPq/MCTI/FNDCT Nº 19/2024 – grupos consolidados). Este recurso será importante na instalação de um laboratório multiusuário na UFPA, centrado em pesquisa e inovação em biotecnologia na Amazônia, em estreita parceria com o CNPEM (Figura 224).

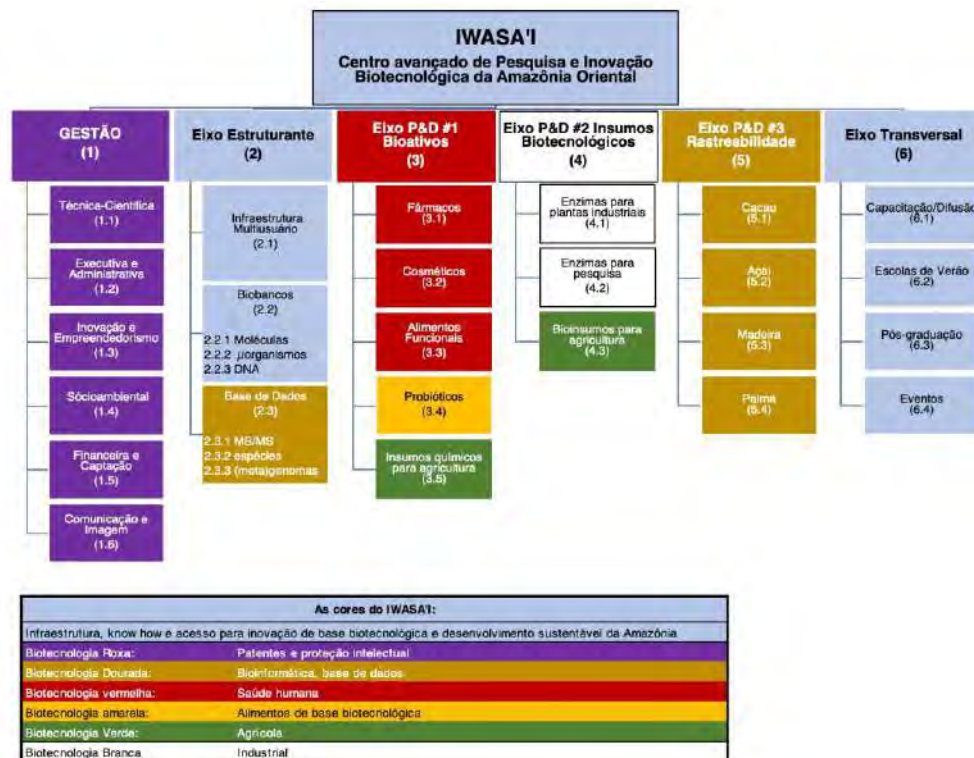


Figura 224. Estruturação do centro Iwasa'i na Amazônia, uma parceria UFPA-CNPq. O nome Iwasa'i tem origem indígena, referindo-se à descoberta do açaí como alimento para salvar uma população da fome na Amazônia. Analogamente, o Centro de Biotecnologia Iwasa'i tem o mesmo objetivo nos dias de hoje, visando contribuir com novo setor econômico na região, tendo a biotecnologia como uma das bases para o desenvolvimento socio sustentável da Amazônia. O organograma do projeto é mostrando, ressaltando as cores (tipos) da biotecnologia envolvidas. O projeto tem envolvimento direto de pesquisadores do LNBio e do LNB.

A equipe de Descobertas de Fármacos do LNBio-CNPq tem atuado ativamente no projeto cadeias produtivas da bioeconomia Licuri (Finep), em conjunto com a UFPE e UFRGS, incluindo recepção de alunos e realização de workshops na região Nordeste, em especial no interior da Bahia – junto às comunidades locais e à equipe de bioquímicos da UFPE. No estado de São Paulo, o grupo apresenta participação central e co-cordenação no projeto Temático FAPESP “MicroBiobank”, coordenado pela Unesp-RC, que tem como principal objetivo formar uma biblioteca química com 10 mil amostras de fungos brasileiros e da Antártica.

Por meio do grupo de descoberta de fármacos o CNPq participa também do projeto CEPID FAPESP Centro de Pesquisa em Doenças Inflamatórias (CRID). Dentro deste contexto, as equipes do CNPq e da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FMRP-USP) avançaram em projetos de descoberta de fármacos com alvos estratégicos para doenças inflamatórias, identificados pelos pesquisadores da FMRP-USP. As moléculas selecionadas e validadas pelo CNPq avançaram nas etapas de validação em modelos celulares e animais. Além disso, dois desses alvos seguiram para uma parceria com a indústria nacional, por meio do projeto Aliança Dor Embrapii, em colaboração com duas empresas e uma startup brasileiras, além das duas unidades Embrapii, CNPq e FMRP-USP (ver seção Apoio à geração de inovação).

A parceria envolvendo UFPA, UFPE, FMRP-USP/CRID, aliada a integrantes da Universidade Federal de Alagoas (UFAL) e UFMT, constituíram o projeto IFA-BR, aprovado no edital Finep Mais Inovação Brasil Saúde/ICTs (MCTI/FINEP/FNDCT). Este consórcio é um marco para a consolidação de uma plataforma de inovação farmacêutica única e multicêntrica no Brasil, com finalidade principal de desenvolver localmente novos fármacos no Brasil, a serviço do SUS/CEIS.

### Avanços em Cromatografia Líquida e Espectrometria de Massas: aplicações na caracterização de propriedades ADME, de metabolômica e desenvolvimento de métodos analíticos

Tecnologias analíticas apresentam papel estratégico para pesquisa e desenvolvimento de fármacos e biofármacos. Dentro deste contexto se destaca a linha de pesquisa "Avanços em Cromatografia Líquida e Espectrometria de Massas: aplicações na caracterização de propriedades ADME, de metabolômica e desenvolvimento de métodos analíticos" que apresentou importância para ampliação da infraestrutura tecnológica e diversificação de metodologias, resultando na obtenção de um painel abrangente para a avaliação das propriedades de absorção, distribuição, metabolismo e eliminação (ADME), farmacocinéticas e de metabolômica.

No âmbito do projeto financiado pela FINEP, intitulado "*Desenvolvimento de novas moléculas contra a doença de Chagas explorando alvos não convencionais*" (Ref. Finep nº 0450/22), coordenado pelo Dr. Artur Torres Cordeiro, destaca-se a aplicação de protocolos *in vitro* direcionados à caracterização das propriedades de ADME. A colaboração nesse projeto foi essencial para a consolidação e validação dos ensaios, contribuindo de forma significativa para os avanços no contexto da química medicinal. Dentro deste contexto foram exploradas as propriedades físico-químicas de quatro derivados de sulfonamidas e de um derivado de quinazolinona foram avaliadas em ensaios *in vitro*. As análises incluíram solubilidade em pHs que simulam o ambiente estomacal, intestinal e sanguíneo, lipofilicidade (LogD em pH 7,4) e estabilidade em matrizes como sangue e soluções tamponadas. Os resultados demonstraram que as sulfonamidas apresentaram solubilidade e estabilidade de moderada a média, enquanto a quinazolinona mostrou alta solubilidade e estabilidade, sugerindo uma maior capacidade de absorção no trato gastrointestinal. A estabilidade dos compostos, com valores superiores a 90%, foi considerada ideal para garantir a qualidade do desenvolvimento de fármacos. A lipofilicidade e a permeabilidade, dentro de valores ideais de LogD (entre 1 e 3), indicaram boa distribuição tecidual e absorção oral. A análise de formas ionizadas e não ionizadas dos compostos possibilitou uma avaliação mais precisa da sua distribuição em diferentes pHs fisiológicos.

Ensaio adicionais em monocamadas de células Caco-2 demonstraram a capacidade dos compostos de atravessar barreiras intestinais, enquanto testes de estabilidade metabólica, realizados com microsomas hepáticos de camundongos CD1, forneceram dados sobre o metabolismo hepático. Esses ensaios revelaram taxas moderadas de eliminação e a formação de metabólitos potencialmente relevantes, informações essenciais para compreender o perfil metabólico, a eficácia e a segurança dos compostos. Os resultados obtidos fornecem uma base sólida para a seleção de candidatos promissores no desenvolvimento de fármacos. Compostos com alta solubilidade e estabilidade em condições que simulam pHs fisiológicos tendem a

apresentar melhor biodisponibilidade e eficácia terapêutica, sendo essenciais para o avanço de ensaios pré-clínicos e estudos subsequentes.

Paralelamente, no contexto do desenvolvimento analítico, foi estabelecida uma colaboração com o grupo de Sistemas Geneticamente Modificados, visando pesquisas em metabolômica aplicada à terapia gênica. Nesse trabalho, um método de quantificação por UPLC–MS/MS foi desenvolvido e validado para a análise de heparan sulfato (HS) e dermatan sulfato (DS). As análises incluíram amostras de células THP1, tecidos, plasma, soro e urina de camundongos controles e portadores de Mucopolissacaridose tipo II (MPS II). A sensibilidade, robustez e aplicabilidade do método foram demonstradas, possibilitando a avaliação da distribuição desses biomarcadores nas amostras mencionadas.

As tecnologias analíticas além de papel fundamental no desenvolvimento de fármacos, também contribuíram significativamente para o progresso científico em áreas como a química medicinal e a terapia gênica.

### 2.1.3. Subprograma Engenharia de Tecidos

O subprograma Engenharia de Tecidos utiliza os conhecimentos dessa área para desenvolver culturas celulares e tecidos tridimensionais (3D) por meio de bioimpressão 3D, com aplicações terapêuticas e para criar ensaios mais robustos que simulem testes *in vivo*, reduzindo a necessidade de experimentação animal. Os principais resultados esperados incluem a criação de modelos de pele e curativos para medicina regenerativa, além do desenvolvimento de modelos, incluindo culturas 3D, para *screening* de fármacos. No último ano, o grupo também se dedicou a projetos voltados para o fortalecimento e expansão do biobanco institucional.

#### Desenvolvimento de curativos dermatológicos utilizando tecidos biofabricados

Modelos *in vitro* de pele têm sido cada vez mais utilizados como alternativa ao uso de animais em pesquisas, permitindo a avaliação da segurança e eficácia de cosméticos, medicamentos e produtos químicos, além de possibilitar o estudo e a modelagem de doenças de pele. Apesar da reconhecida importância fisiológica da hipoderme para a funcionalidade da pele, os modelos atuais, em sua maioria, recapitulam apenas a epiderme ou “epiderme+derme”. Dentro deste contexto, a linha de pesquisa de desenvolvimento de curativos dermatológicos, foi desenvolvido um modelo *in vitro* de pele 3D bioimpresso contendo três camadas: epiderme, derme e hipoderme.

O pioneirismo na inclusão da hipoderme em modelos de pele, foi descrito no artigo "Unveiling the impact of hypodermis on gene expression for advancing bioprinted full-thickness 3D skin models", publicado na revista *Communications Biology* da Nature<sup>44</sup>. Por meio da análise transcriptômica, foi possível a elucidação do impacto da hipoderme na funcionalidade de modelos de pele. O Equivalente de Pele Humana com Hipoderme (HSEH) desenvolvido neste estudo não apenas replicou fielmente as camadas arquitetônicas da pele nativa, mas também aumentou marcadores específicos associados ao tecido adiposo, diferenciação da pele e hidratação, que estão envolvidos em processos biológicos importantes (Figura 225). O trabalho

---

<sup>44</sup> <https://doi.org/10.1038/s42003-024-07106-4>

desenvolvido contou também com uma extensa caracterização estrutural, mecânica, e reológica do material, fundamental para a biofabricação do modelo de pele. O desenvolvimento de modelos cada vez mais fisiológicos surge como uma ferramenta promissora e eticamente responsável para o avanço da pesquisa dermatológica e redução da necessidade de experimentação animal.

Simultaneamente, foram realizados ensaios *in vivo* utilizando camundongos imunossuprimidos em um modelo de excisão cutânea para avaliar a regeneração da pele com o uso do equivalente de pele produzido *in vitro*. Nos experimentos, foi testado um modelo com duas camadas (epiderme e derme), e os resultados mostraram um fechamento acelerado das feridas com o enxerto de pele, quando comparado ao controle sem enxerto. Análises histológicas confirmaram a formação de tecido epitelial, evidenciando a eficácia do equivalente de pele na aceleração da regeneração dérmica e epitelial. Atualmente, medidas de espectrometria de massas estão sendo realizadas para aprofundar a análise dos processos moleculares envolvidos no processo de cicatrização. Além disso, uma análise bioestatística com os dados já obtidos por sequenciamento de RNA (RNA-seq) do modelo de duas camadas será realizada para correlacionar o perfil do equivalente de pele com a pele humana.

O grupo de pesquisa também investigou melhorias na composição da matriz extracelular do modelo de pele para reduzir a contração e melhorar a adesão da epiderme à derme. O modelo atual utiliza colágeno para a construção da derme, mas apresenta a limitação da contração do material e baixa adesão entre a epiderme e a derme ao longo do tempo. Para resolver essas questões, foram testados diversos componentes da matriz extracelular, como matriz extracelular descélularizada, laminina, colágeno IV, GelMA, ácido hialurônico (HA), elastina, e espuma de colágeno reticulada. A adição desses componentes resultou em melhorias substanciais, incluindo uma redução na contração da derme e uma adesão mais forte da epiderme à derme, promovendo uma estrutura de pele mais estável e funcional. Esses avanços no desenvolvimento de modelos de pele bioimpresso e na melhoria de suas características estruturais e funcionais abrem novas perspectivas para a pesquisa dermatológica, incluindo a possibilidade de criar modelos mais precisos para o estudo de doenças de pele e testes de produtos, além de reduzir a dependência de modelos animais em experimentos científicos.



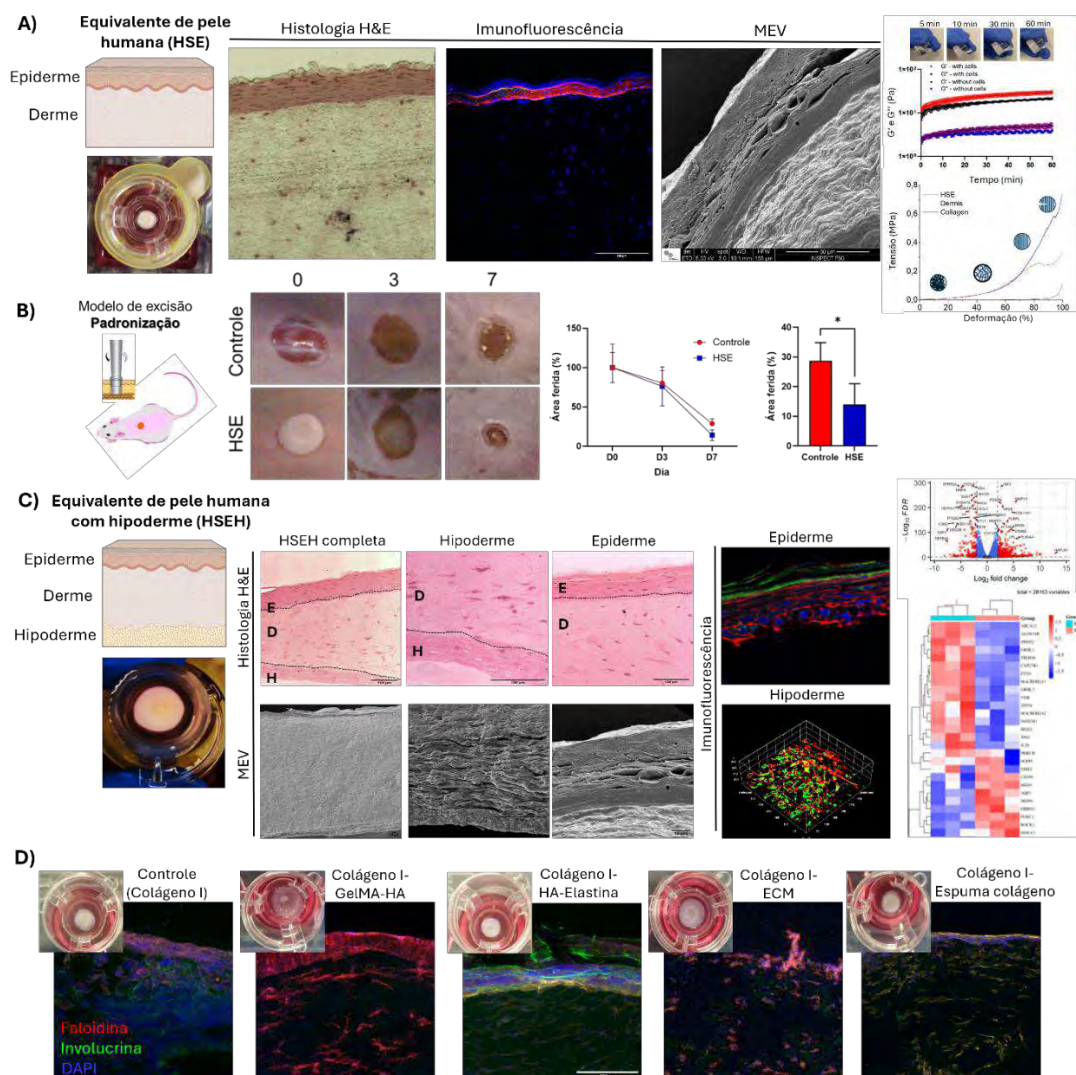


Figura 225. Modelos de equivalente de pele humana. A. Desenvolvimento de um equivalente de pele humana (HSE) contendo derme e epiderme; foto, histologia, imunofluorescência, microscopia eletrônica de varredura (MEV), reologia, e ensaio mecânico de compressão do modelo HSE. B. Ensaio in vivo para avaliação da regeneração da pele usando o equivalente de pele humana (HSE) contendo derme e epiderme: fotos e medida da área da ferida durante os 7 dias de ensaio. C. Desenvolvimento de um equivalente de pele humana contendo hipoderme, derme e epiderme (HSEH): foto, histologia, imunofluorescência, microscopia eletrônica de varredura (MEV), e RNA-seq. D. Fotos e imunofluorescência de HSE com composições variadas.

### Desenvolvimento de curativos cardíacos utilizando tecidos biofabricados

No contexto do desenvolvimento de curativos cardíacos utilizando tecidos biofabricados, foram realizadas atividades importantes com foco na otimização de protocolos para diferenciação celular e desenvolvimento de biocurativos para regeneração cardíaca, com avanços significativos em ambas as frentes. Em relação à diferenciação de células iPSCs em cardiomiócitos, foram realizadas melhorias no protocolo, envolvendo a aquisição de uma nova linhagem de células, variação na concentração celular, e a utilização de diferentes materiais de suporte, como GelMA-ECM e Geltrex. A análise comparativa desses diferentes parâmetros revelou que a utilização de Geltrex, juntamente com uma baixa densidade celular, proporcionou as melhores condições para a diferenciação das iPSCs em cardiomiócitos. As células resultantes foram analisadas por

imunofluorescência, citometria de fluxo e microscopia ótica, técnicas que confirmaram a formação de cardiomiócitos pulsantes e células endoteliais, com forte expressão de marcadores específicos para essas linhagens celulares (Figura 226A). Este avanço na diferenciação celular representa um passo importante para o uso terapêutico de cardiomiócitos derivados de iPSCs, e para biofabricação de modelos cardíacos *in vitro*.

Paralelamente, o desenvolvimento de biocurativos para regeneração do tecido cardíaco avançou de maneira significativa. A bioimpressão 3D permitiu a fabricação de curativos cardíacos com arquitetura complexa, o que facilita a integração celular e potencializa as respostas biológicas desejadas. Uma extensa gama de hidrogéis à base de GelMA (gelatina metacrilada) foi explorada, incluindo a modificação com fibrina, matriz extracelular (ECM), Fibronectina-Elastina-Laminina (FEL), plasma rico em plaqueta (PRP), e plasma rico em fator de crescimento (PRFC). Foram avaliadas as propriedades estruturais (microscopia eletrônica de varredura), reológicas, mecânicas (ensaio de compressão), degradabilidade (com e sem colagenase), printabilidade, e respostas biológicas (CellTiter, imunofluorescência e *live/dead*). O material composto por GelMA-FEL apresentou os melhores resultados, oferecendo um suporte eficaz para o crescimento de células-tronco mesenquimais e células endoteliais, essenciais para a regeneração do tecido cardíaco (Figura 226B). Esta formulação foi impressa na forma de curativos utilizando a recém adquirida bioimpressora Cellink BioX6. Os curativos mantiveram-se vivos por 30 dias, sendo que foram coletadas amostras para análises mais detalhadas, e avaliamos a viabilidade celular por ensaio de viabilidade e a microestrutura dos curativos por microscopia eletrônica (Figura 226C).

O desenvolvimento do biocurativo cardíaco se encontra em uma fase de análise da sua funcionalidade em termos de regeneração cardiovascular, através de ensaios de arranjo de anticorpos, PCR quantitativa (qPCR), e espectrometria de massas, sendo realizada em colaboração com o ICC da Fiocruz-Paraná. Para a validação pré-clínica do curativo, serão conduzidos ensaios *ex vivo* em parceria com o cardiologista Dr. José Eduardo Krieger, do InCor-HC-FMUSP. Este trabalho está sendo compilado na forma de um artigo científico que deverá ser submetido em breve.

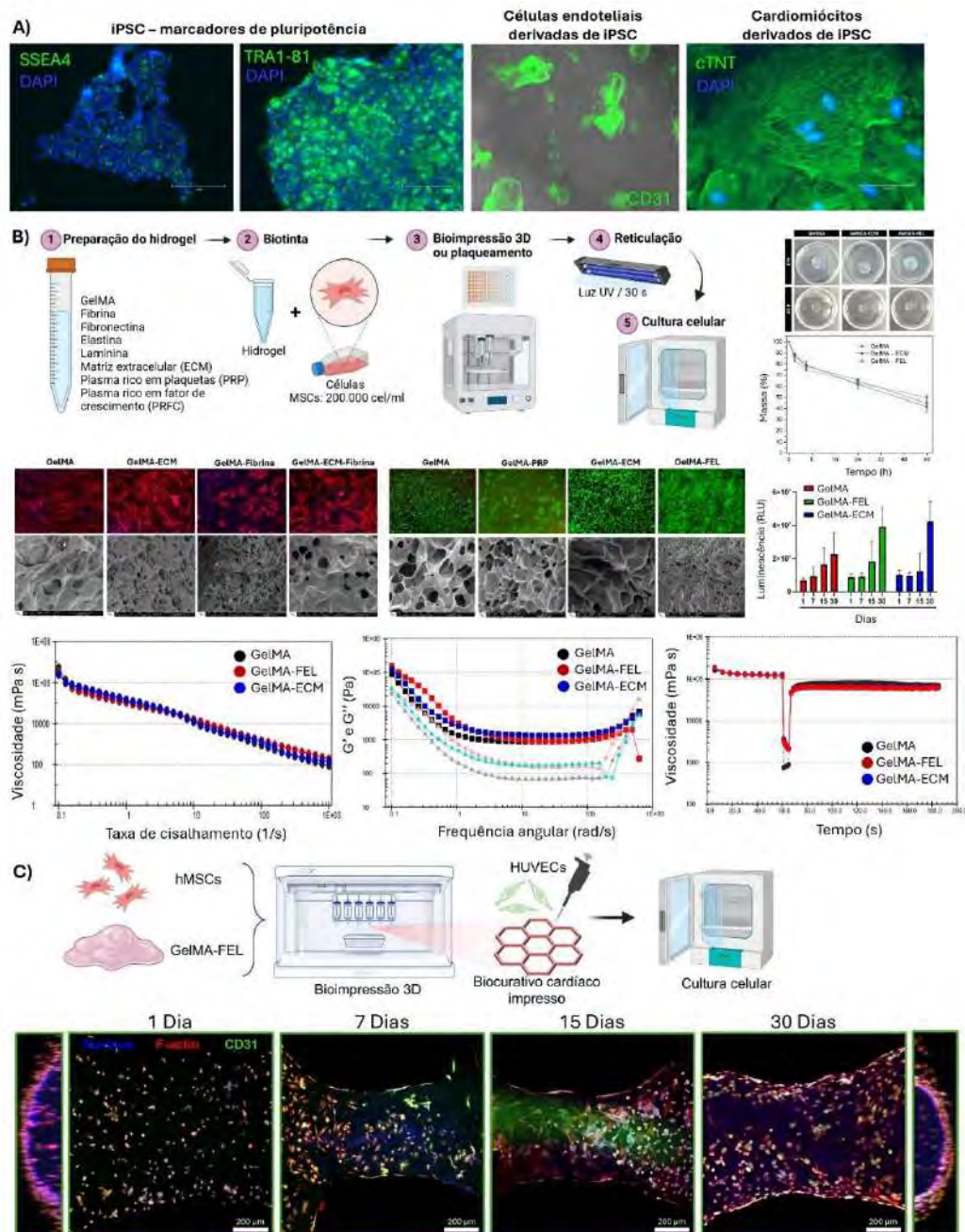


Figura 226. Diferenciação de células iPSCs. A) Imunofluorescência para marcação das células pluripotentes e diferenciadas em cardiomiócitos e endoteliais. B) Esquema da preparação das biotintas e resultados de degradação, live/dead, faloidina/DAPI, microscopia eletrônica de varredura (MEV), CellTiter 3D, e reologia. C) Bioimpressão 3D de curativos cardíacos a base de GelMA-FEL contendo células MSCs embebidas e HUVECs semeadas, e avaliação por imunofluorescência em função do tempo de cultivo por 30 dias.

### Desenvolvimento de modelos de culturas 3D para screening de fármacos

No ano de 2024, o grupo de Engenharia de Tecidos desenvolveu vários modelos de cultura 3D para *screening* de fármacos, modelos de doença e incorporação em chips. Incluindo dois modelos iniciais de rim que foram desenvolvidos em placas *Transwell*. O modelo 1 foi obtido apenas com células RPTec:HUVEC, enquanto modelo 2 além das células RPTec:HUVEC também foi formado por componentes essenciais da matriz extracelular renal. Esses modelos estão em

fase de caracterização quanto à maturação e resposta à cisplatina (Figura 227A). Para 2025, prevê-se a incorporação de podócitos glomerulares em colaboração com a UNIFESP e a integração com outros tecidos, como fígado, intestino e pele, utilizando o chip microfluídico da Tissuse® para ensaios ADMETox.

Durante esse período, foram desenvolvidos modelos de barreira intestinal 3D com diferentes níveis de complexidade e forma de biofabricação, que foram submetidos a ensaios de validação com o fármaco Ibuprofeno. Caracterizações das microvilosidades intestinais por microscopia eletrônica de varredura (MEV), histologia e imunofluorescência confirmaram a efetividade dos modelos desenvolvidos para avaliação do potencial de fármacos na destruição do epitélio intestinal (Figura 227B). Os dados destes experimentos foram aceitos para publicação na revista internacional *Tissue Engineering and Regenerative Medicine* e está em fase de revisão final.

Foram estabelecidos protocolos para obtenção de esferoides de fígado (C3A:HHSTec) com o objetivo de obter um modelo para estudo da ação do vírus da febre amarela vacinal, em colaboração com o grupo de virologia do LNBio. Imagens dos esferoides infectados foram obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) no LNNano, em diferentes linhas do Sirius como Mogno e Cateretê, e, em colaboração com o Laboratório de Imagens Biológico (LIB) do LNBio, sendo possível visualizar as partículas virais no interior dos esferoides com alta resolução. A presença do vírus causou um severo dano celular e diminuição do tamanho do esferoide (Figura 227C). Dados de espectrometria de massas confirmaram ativação de genes relacionados à resposta imune. No momento, o modelo encontra-se fase final de validação, por meio de ensaios com fármacos que demonstraram ser importantes nas vias de modulação da infecção do vírus.

Com relação ao tecido adiposo, foram finalizados os estudos de modulação da obesidade e resistência à insulina em tecido adiposo branco. Neste trabalho, organóides de tecido adiposo foram desenvolvidos, e em seguida, foram realizadas modulações para promover inflamação. Os resultados demonstraram um fenótipo de obesidade e resistência à insulina, que foi validado por meio da comparação com o tecido adiposo de camundongos obesos por análise de proteômica. Este trabalho foi publicado na revista *Plos One*, com o título “*Improving obesity research: Unveiling metabolic pathways through a 3D In vitro model of adipocytes using 3T3-L1 cells*”<sup>45</sup>.

Já o modelo de sistema microfisiológico desenvolvido pelo grupo para testar toxicidade sistêmica de ingredientes cosméticos foi adaptado para avaliar os efeitos tóxicos de substâncias químicas<sup>46</sup>. Essa adaptação permitiu a realização de testes e comparações dos efeitos de toxicidade sistêmica, disfunção endócrina e potencial carcinogênico das substâncias bisfenol A (BPA) e bisfenol S (BPS), simulando tanto a absorção oral quanto tópica dessas substâncias. Foi possível demonstrar que o BPS, em menor escala que o BPA, também possui efeitos de carcinogênese e toxicidade, principalmente quando associado à absorção tópica (Figura 227D). Sugerindo que a substituição deste composto em materiais plásticos é de grande valor. Este

---

<sup>45</sup> <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0303612>

<sup>46</sup> doi: 10.1039/d3lc00546a

trabalho foi publicado na *Toxicol In Vitro*, com o título “*Unveiling the intricacies of BPA and BPS: comprehensive insights into its toxic effects using a cutting-edge microphysiological system*”<sup>47</sup>.

Em seguida, em parceria com a Prof. Lucimara Gaziola de la Torre, da UNICAMP, está sendo desenvolvido um chip de baixo custo contendo intestino e fígado para toxicidade de fármacos. Hidrogéis, como GelMA3%-PEG1%, foram testados, fornecendo barreira eficaz e ambiente favorável para células Caco-2, HT-29 e fibroblastos. Esferoides HepaRG encapsulados no hidrogel mantiveram viabilidade e estabilidade, permitindo sua integração ao chip. Uma revisão sobre sistemas microfluídicos foi submetida à revista *Small*, com o título “*Microfluidic hydrogel-based delivery systems for therapeutic applications: An overview from micro to macroscale scaffolds and bioinks*”.

Também está sendo desenvolvido um dispositivo microfluídico que permite o cultivo de modelos 3D vascularizados, em colaboração com a Prof. Suélia Rosa, da Universidade de Brasília (UNB), chamado Chip Eny (Figura 227E); que está em processo de patente e ganhou o Prêmio de Inovação Darcy Ribeiro, concedido pelo Decanato de Pesquisa e Inovação da Universidade de Brasília. Vários parâmetros do chip foram otimizados, como tamanho, altura, tipo de fundo, tamanho e geometria de canais, e material do dispositivo. Além disso, foram explorados diversos hidrogéis no poço do chip para crescimento celular e formação de tubo. A utilização de GelMA-Geltrex forneceu os melhores resultados em termo de formação de estruturas tubulares estáveis, essenciais para a criação de microvasculatura em modelos *in vitro*, e demonstrou uma ótima adesão para células endoteliais. A continuidade deste trabalho permitirá avanços na engenharia de tecidos, contribuindo para o desenvolvimento de modelos mais precisos e eficientes para estudos biológicos e aplicações clínicas.

---

<sup>47</sup> doi: 10.1016/j.tiv.2024.105849

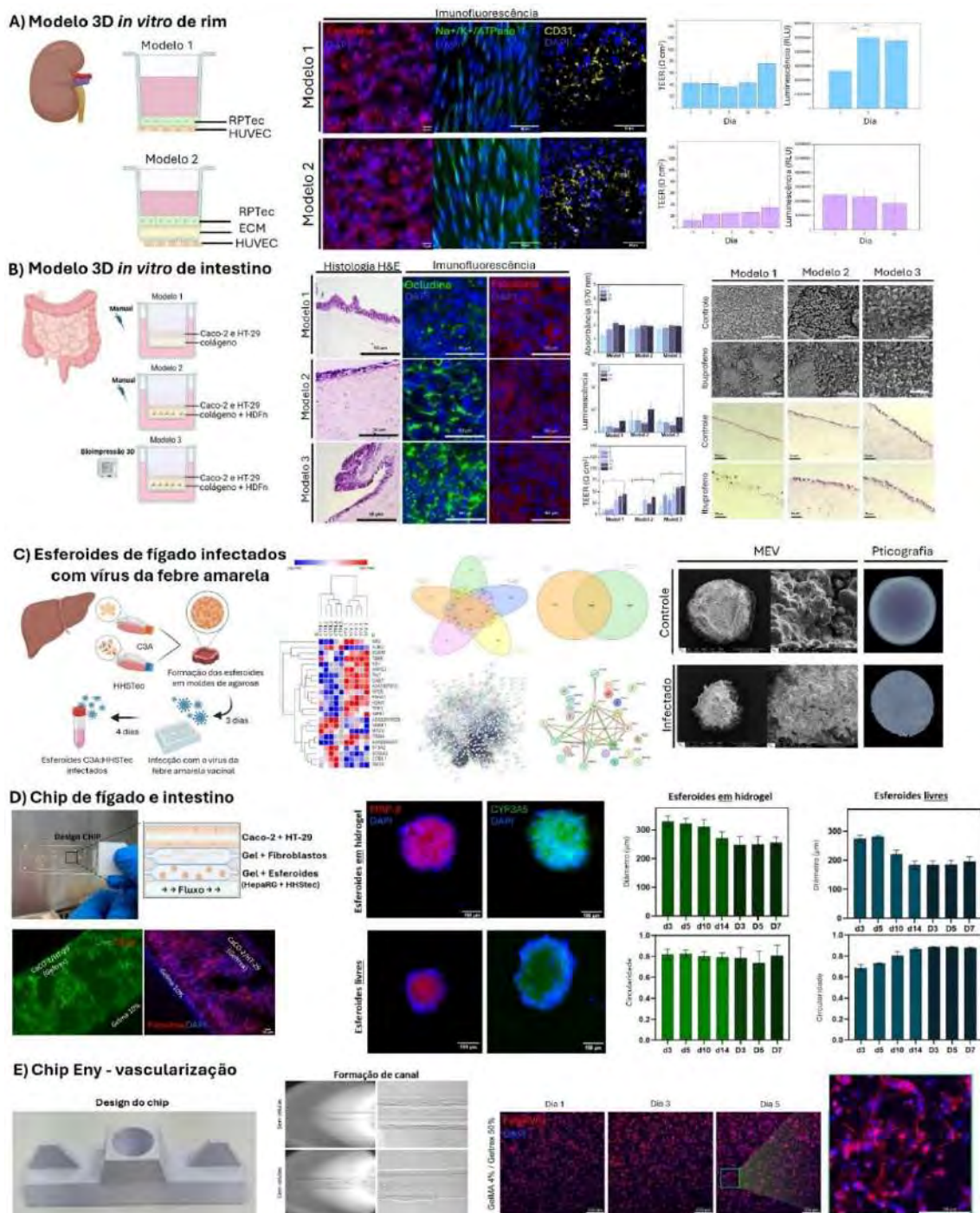


Figura 227. Desenvolvimento de modelos de culturas 3D para screening de fármacos. A. Modelos de rim 3D: imunofluorescência, TEER e CellTiter 3D. B. Modelos de barreira intestinal 3D: caracterização dos modelos desenvolvidos por histologia H&E, imunofluorescência, MTT, CellTiter 3D, e TEER, e avaliação do efeito do fármaco Ibuprofeno nas vilosidades do intestino por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e histologia H&E. C. Infecção de esferoides de fígado (C3A:HHSTec) com o vírus da febre amarela vacinal e caracterização por espectrometria de massas, MEV e pticografia. D. Desenvolvimento de modelos de fígado (HepaRG:HHSTec) e barreira intestinal (Caco-2:HT-29:fibroblasto) para sistemas microfluídicos: live/dead, faloidina/DAPI, imunofluorescência, e medidas de circularidade e diâmetro dos esferoides. E. Desenvolvimento do Chip Eny: otimização do design do dispositivo, teste de formação de canal utilizando hidrogel no canal central, avaliação da aderência de células HUVECs no hidrogel, e da sua proliferação dentro do hidrogel por faloidina/DAPI.

### Desenvolvimento do Biobanco

No ano de 2024, o grupo de pesquisa esteve envolvido na escrita e submissão de projetos de pesquisas que pretendem utilizar material biológico humano armazenado no Biobanco LNBio/CNPEM para a submissão dos sistemas dos Comitês de Ética em Pesquisa (CEP/CONEP). Dentre eles estão: i. “Desenvolvimento de biossensores eletroquímicos do tipo *point-of-care* para diagnóstico da COVID-19” a ser desenvolvido no LNNano, que visa a utilização de saliva humana de pacientes que tiveram o teste diagnóstico positivo para COVID-19 para criação de um novo método de diagnóstico; ii. “Materiais Biológicos Humanos aplicados à Engenharia de Tecidos” a ser desenvolvido pelo Grupo de Engenharia de Tecidos que tem como objetivo a utilização de diversos tipos de materiais biológicos humanos para aplicação no desenvolvimento e caracterização de modelos de cultura celular e biomateriais e no desenvolvimento de novas técnicas de bioimagens a partir de material biológico humano; iii. “Análise do perfil de proteômica e metabólica de pacientes com patologias oculares” a ser desenvolvido pela parceria entre o Grupo de Engenharia de Tecidos e a Dra. Monica Alves, Hospital de Clínicas da UNICAMP, que pretende utilizar lágrima, sangue, humor vítreo e humor aquoso para investigação de novos marcadores para possíveis diagnósticos e estratificação de doenças oculares; e iv. “Padronização de novos protocolos operacionais padrão (POP’s) a serem incorporados pelo Biobanco (B-111) LNBio/CNPEM”, que será desenvolvido no Biobanco do LNBio, com objetivo de estabelecer novos protocolos para incorporação do escopo de processamento de material biológico.

Durante o ano de 2024, a equipe do Biobanco LNBio/CNPEM realizou coletadas de amostras de córnea e esclera de pacientes que realizaram transplantes de córnea (Ceratoptia) e padronizaram protocolo de desinfecção e de extração e isolamento de células tronco límbicas. Além disso, amostras de sangue de colaboradores do CNPEM foram coletadas (Figura 228A) para a padronização de protocolos para obtenção de plasma rico em plaquetas (PRP) e plasma rico em fatores de crescimento (PRFC), e coletas de humor vítreo e humor aquoso foram feitas para padronização de protocolos de proteômica e metabólica (Figura 228B-D). Por fim, foi possível avançar na colaboração com o Hospital e Maternidade Madre Theodora de Campinas, sendo realizado treinamento da equipe e padronização de protocolo de coleta de amostras de fragmentos de placenta humana, incluindo membrana amniótica, placa coriônica, decídua basal e cordão umbilical (Figura 228E) e de sangue de cordão umbilical. Estas amostras foram utilizadas para a padronização de protocolos de extração e isolamento de células mesenquimais, além da realização de análises de histologia dos materiais. Com os novos protocolos estabelecidos e com as parcerias definidas, a equipe do Biobanco planeja, para sua próxima etapa, o aumento do número de amostras estocadas.

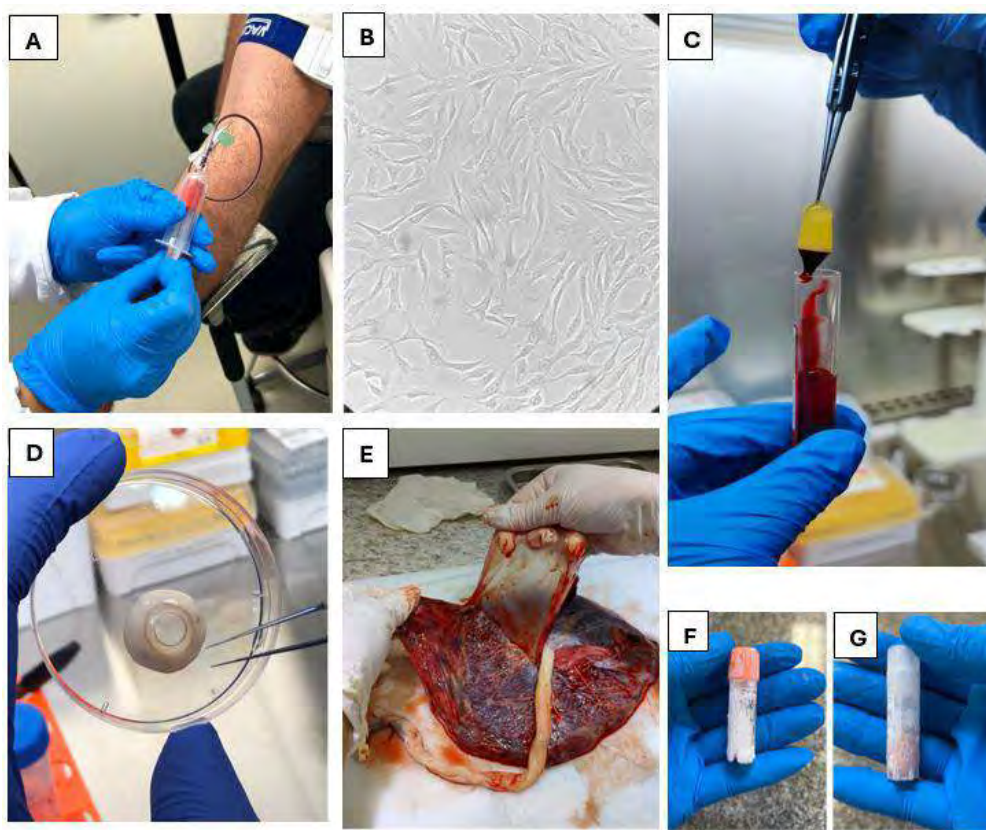


Figura 228. Materiais coletados, processados e armazenados no Biobanco LNBio/CNPEM para pesquisas futuras. A) Coleta de sangue para processamento B) Células Tronco Límicas extraídas a partir do anel corneoescleral C) Gel de plasma rico em fibrina (PRF) D) Anel corneoescleral E) Placenta humana F) Humor aquoso e G) Humor vítreo.

#### 2.1.4. Subprograma de Terapia gênica

O subprograma de Terapia gênica do LNBio/CNPEM visa o estabelecimento de uma plataforma de terapias avançadas baseadas em métodos modernos de edição gênica, como o sistema *CRISPR/Cas9*, para o tratamento de doenças ainda sem cura, ou para as quais os tratamentos tradicionais são pouco eficazes e/ou apresentam diversos efeitos colaterais associados. Durante o ano de 2024, importantes avanços foram alcançados nos projetos de terapia gênica com o objetivo de corrigir a mutação causadora da Mucopolissacaridose do tipo I grave, também conhecida como Síndrome de Hurler (MPS I-H). Foram realizadas caracterizações dos modelos de MPS I-H celular e animal (Figura 229) por meio de ensaios de cinética enzimática de  $\alpha$ -L-iduronidase (IDUA) e quantificação de glicosaminoglicanos (GAGs), por espectrometria de massas. Observou-se que os clones de células mutantes em homozigose não apresentaram atividade de IDUA, enquanto o clone em heterozigose possuía atividade parcial em relação às células selvagens, com a mesma afinidade pelo substrato. Além disso, na análise de GAGs, os clones mutantes exibiram um acúmulo dos substratos de IDUA, heparan e dermatan sulfato, e os camundongos, portadores da mutação análoga em homozigose, apresentaram aumento na quantidade de GAGs em diversos órgãos, tais como fígado, pulmão, baço e rim. Também, foi observado um alargamento do focinho, característico de anormalidade ósseas observadas em animais modelos de MPS I-H. Outros ensaios estão em curso para uma caracterização completa, contudo, estes resultados trazem evidências relevantes de que os nossos modelos são fidedignos com os dados fisiopatológicos da doença.





Figura 229. Fluxo de produção dos modelos geneticamente modificados. A linhagem celular modelo de MPS I-H seguiu todo o fluxo de produção de modelos geneticamente modificados, desde o desenvolvimento da maquinaria de edição até a etapa de caracterização. As etapas que já foram executadas estão marcadas com sinal de visto em verde. A etapa de caracterização será concluída nos próximos 3 meses. O modelo animal entrou no fluxo de produção na etapa de genotipagem de animais em heterozigose. Foram obtidos animais homozigotos, os quais se encontram na etapa de caracterização, com resultados bastante promissores.

Simultaneamente às caracterizações dos modelos de doença, o grupo trabalhou nas otimizações do protocolo de terapia gênica, utilizando a tecnologia avançada *CRISPR Prime Editing*. Sucintamente, este sistema é composto por uma enzima *Cas9 nickase*, fusionada a uma transcriptase reversa e um RNA guia de *Prime Editing (pegRNA)*. Neste ano foram testadas 20 variações *pegRNAs* em linhagens de células humanas e comparados com os três melhores *pegRNAs* obtidos nos primeiros testes do sistema. Três novos *pegRNAs* apresentaram frequências de edição semelhantes aos *pegRNAs* anteriores. Por este motivo, visando obter taxas de correção da mutação alvo maiores e compatíveis a uma terapia gênica eficaz e segura, no próximo ano serão realizadas otimizações na enzima *Cas9* e na transcriptase reversa.

Neste ano, o grupo também iniciou a execução de um novo projeto da plataforma de terapia gênica para MPS I-H, denominado: “Desenvolvimento de Terapia de Edição Gênica *in vivo* para Mucopolissacaridose tipo I grave: abordagem pré-clínica em modelos murinos *HIDUA-MPS I-H* utilizando nanopartículas lipídicas”. O projeto consiste em obter uma terapia gênica *in vivo*, administrada por via intravenosa, que trará diversas vantagens em relação ao transplante alogênico ou autólogo, dentre elas a isenção da mobilização das células tronco hematopoiéticas e do regime de condicionamento do paciente com altas doses de quimioterápicos. Estes dois protocolos para o transplante elevam o custo da terapia gênica por necessitar de salas limpas com ambiente de boas práticas de fabricação, adequadas para manipulação e edição das células tronco, de maior número de profissionais habilitados, de maior tempo de hospitalização do paciente, além de todas as reações adversas inerentes ao uso dos quimioterápicos.

O início deste projeto contou com a colaboração da Professora Dra. Luciana Gaziola de La Torre da UNICAMP e produção de dispositivos de microfluídica com a colaboração do pesquisador Angelo Luiz Gobbi, do Departamento de Microfabricação e Microfluídica do LNNano (Figura 230). Os mRNAs da proteína verde fluorescente (GFP) estão sendo produzidos, por transcrição *in vitro*,

para formular as diversas composições de nanopartículas lipídicas. Além disso, como neste projeto será necessário ter um modelo animal humanizado contendo a mutação da MPS I-H, embriões foram eletroporados com o sistema *CRISPR/Cas9* e a ativação da recombinação homóloga com oligonucleotídeos de DNA (ssODNs). A produção deste modelo encontra-se na etapa de genotipagem para identificação dos animais contendo a mutação alvo.

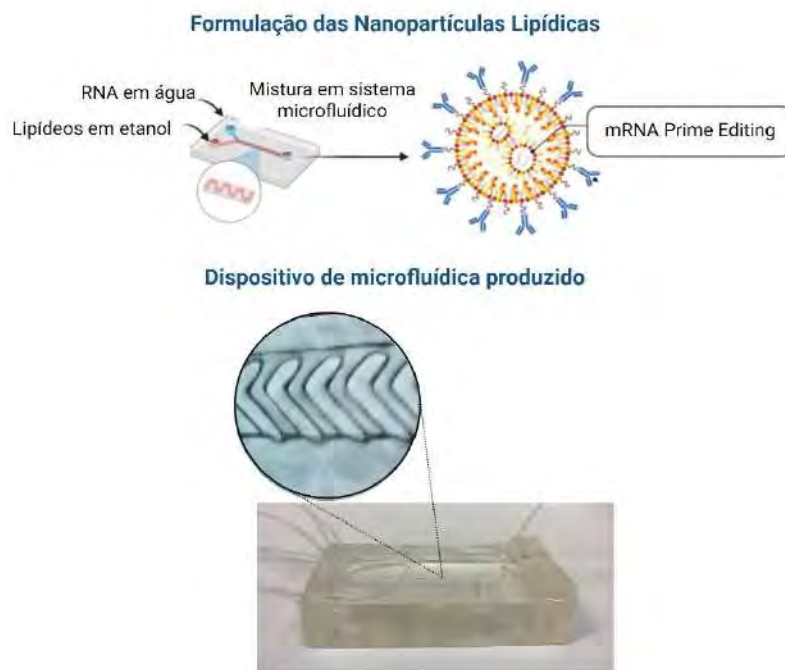


Figura 230. Formulação de Nanopartículas lipídicas. As Nanopartículas Lipídicas (LNPs) são produzidas utilizando um dispositivo microfluídico, onde são adicionados os lipídeos em fase alcoólica e os RNAs (como os mRNAs do sistema Prime Editing) em fase aquosa. O modelo de dispositivo escolhido foi o herringbone, no qual é possível produzir nanopartículas lipídicas num fluxo de 100  $\mu\text{l}/\text{minuto}$ .

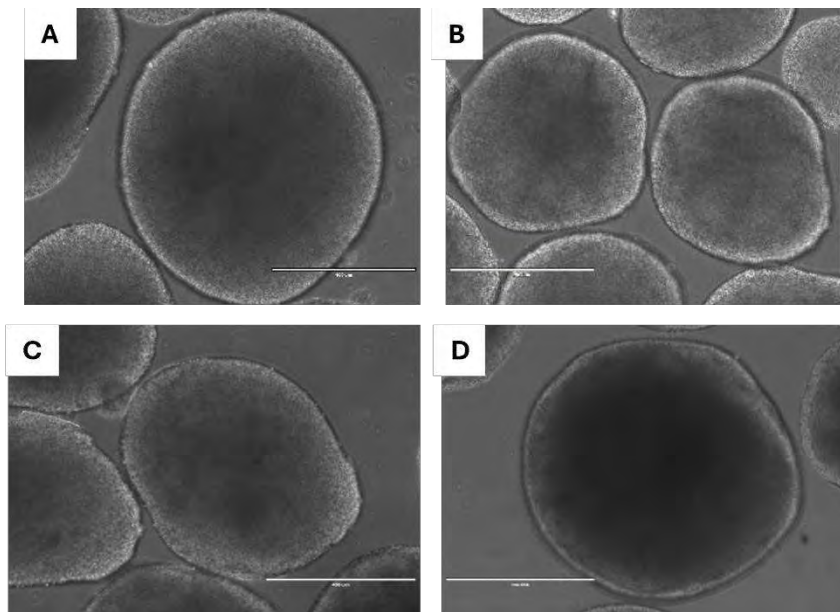
### 3. Programa de Tecnologias Habilitadoras

#### 3.1. Bioimagens

##### 3.1.1. Desenvolvimento de bioimagem em modelos *in vitro* e *in vivo* 2D e 3D no contexto de doenças neurodegenerativas

Durante o ano de 2024, a linha de pesquisa de “Desenvolvimento de bioimagem em modelos *in vitro* e *in vivo* no contexto de doenças neurodegenerativas” consolidou e validou a produção de modelos neurais a partir de células-tronco de pluripotência induzida para utilização em estudos que visem recapitular a formação da rede de conexões e maturação neural. Atualmente o laboratório possui toda competência para a geração de modelos neurais 2D e 3D, assim como caracterizar organoides neurais de regiões específicas, como o prosencéfalo dorsal e ventral, e o tálamo dorsal e ventral. (Figura 231A-D). A caracterização morfológica dos organoides de regiões específicas foi realizada por meio de imageamento tridimensional utilizando microscopia confocal, clareamento e imunofluorescência. Para identificar os diferentes tipos neuronais presentes nos quatro organoides, foi empregado o anticorpo anti-MAP-2, que marca o citoesqueleto de neurônios maduros. A análise das imagens obtidas tem sido conduzida por

meio de reconstrução tridimensional dos neurônios com morfologias únicas, utilizando o *software* Neutube (**Figura 232A-D**).



*Figura 231. Imagens em campo claro de organoides neurais de regiões específicas com 30 dias de vida: (A) prosencéfalo dorsal; (B) prosencéfalo ventral; (C) talâmico dorsal; (D) talâmico ventral.*

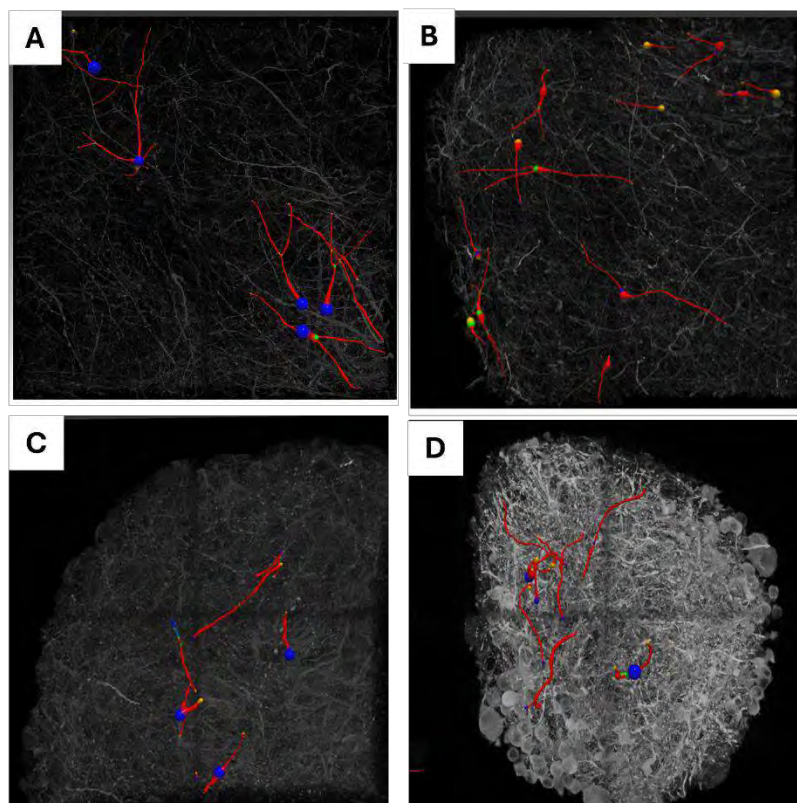


Figura 232. Representação tridimensional da morfologia de neurônios únicos identificados em (A) prosencéfalo dorsal; (B) prosencéfalo ventral; (C) talâmico dorsal; (D) talâmico ventral.

Com o propósito de alcançar um nível mais avançado na formação da circuitaria elétrica, foi utilizada a estratégia de junção dos tipos específicos de organoides neurais, procedimento conhecido como assemloides. O grupo de pesquisa tem competência para gerar assemloides duplos (Figura 233A), triplos (Figura 233C) e quádruplos. Assemloides quádruplos ocorrem com a função de quatro diferentes organoides de regiões específicas. Para avaliar as projeções axonais estruturais e funcionais dos assemloides tem sido estabelecido a estratégia de traceamento neural utilizando vetores virais recombinantes e, um dos primeiros resultados pode ser encontrado na Figura 233B. Com o objetivo de capturar a atividade elétrica extracelular nesse modelo humano do cérebro ensaios de comissionamento de obtenção de dados eletrofisiológicos com estimulação optogenética têm sido realizados (Figura 234).

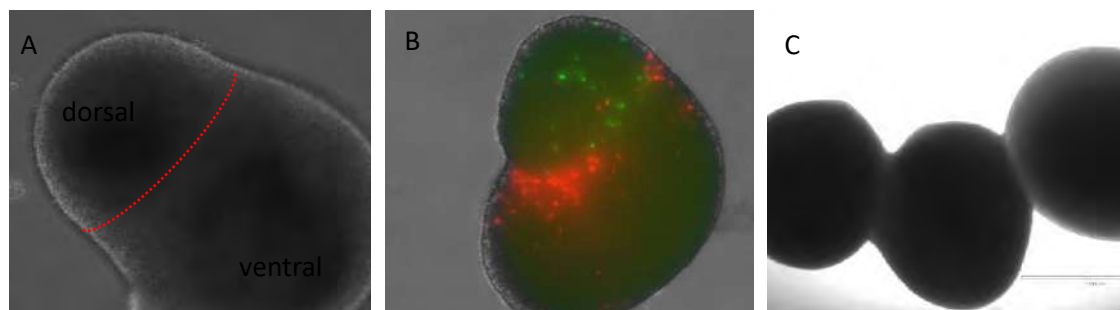


Figura 233. Imagens representativas de assemloides gerados a partir de organoides neurais de regiões específicas. (A) Imagem em campo claro de um assemloide resultante da junção das regiões dorsal e ventral do prosencéfalo. (B) Primeiros resultados obtidos da caracterização estrutural das projeções axonais de assemloides do prosencefalo dorsal (marcados em vermelho):ventral (em verde). (C) Imagem em campo claro de um assemloide triplo resultante da junção das regiões dorsal e ventral do prosencéfalo com o tálamo dorsal.

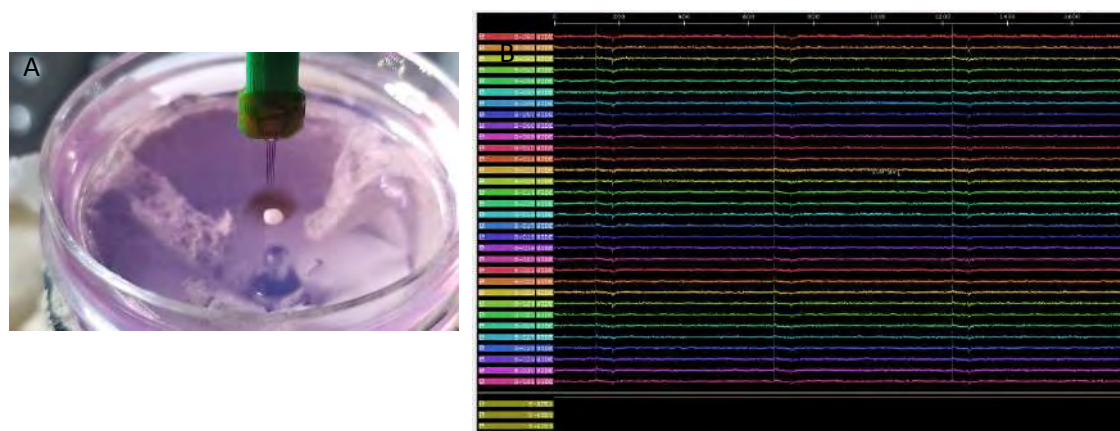


Figura 234. Setup de eletrofisiologia para registro de atividade elétrica extracelular em organoides neurais, utilizando estimulação optogenética e sonda de múltiplos eletrodos. (A) Detalhe da montagem para captura do registro elétrico de um organoide neural (placa de Petri) com a sonda de múltiplos eletrodos (em verde). (B) Registro elétrico obtido de um organoide neural expressando canalrodopsina, após estimulação com luz de 473 nm.

## 3.2. Biologia Computacional

O Laboratório de Biologia Computacional (LBC) tem como principal linha de pesquisa o desenvolvimento de modelos teóricos computacionais acurados utilizando dados experimentais de macromoléculas biológicas aliados ao processamento de alto desempenho, permitindo aos pesquisadores compreenderem 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.

### 3.2.1. Predição estrutural e funcional de macromoléculas

No contexto de predição funcional e planejamento de macromoléculas, o grupo de Biologia Computacional, em colaboração internacional com o Dr. Brian Pierce (Universidade de Maryland, EUA), contribuiu neste ano para o desenvolvimento de um servidor web denominado Proscan, voltado para o planejamento de prolinas em estruturas proteicas. O artigo sobre essa ferramenta foi publicado no periódico internacional *Nucleic Acids Research*<sup>48</sup>. Além disso, em colaboração com o mesmo grupo, os pesquisadores realizaram a caracterização estrutural computacional de receptores de células T (TCR) que reconhecem um antígeno tumoral específico da proteína NRAS, utilizando o *AlphaFold* e suas modificações. Este trabalho está em revisão em um periódico internacional e encontra-se disponível na forma de *preprint* no bioRxiv<sup>49</sup>.

### 3.2.2. Aplicação de métodos de aprendizado profundo no planejamento de receptores de células T (TCR)

Durante o ano de 2024, o LBC explorou o uso de métodos de aprendizado profundo (DL), como o *ProteinMPNN* e o *ESM-IF1*, treinados em estruturas de proteínas, para planejar computacionalmente receptores de células T (TCR) com afinidade por um determinado peptídeo antigênico (Figura 235A). Além dos métodos baseados em aprendizado profundo, foram empregadas abordagens baseadas em simulações de dinâmica molecular e cálculos de energia livre para avaliar computacionalmente os TCR planejados. Em alguns casos de teste, foi possível obter TCR com melhor afinidade ao alvo em comparação ao TCR natural correspondente (Figura 235B). Este trabalho, intitulado “*Exploring the potential of structure-based deep learning approaches for T cell receptor design*,” foi publicado no periódico internacional *PLOS Computational Biology*<sup>50</sup>.

---

<sup>48</sup> doi: 10.1093/nar/gkae408

<sup>49</sup> doi: 10.1101/2024.05.21.595215

<sup>50</sup> doi: 10.1371/journal.pcbi.1012489

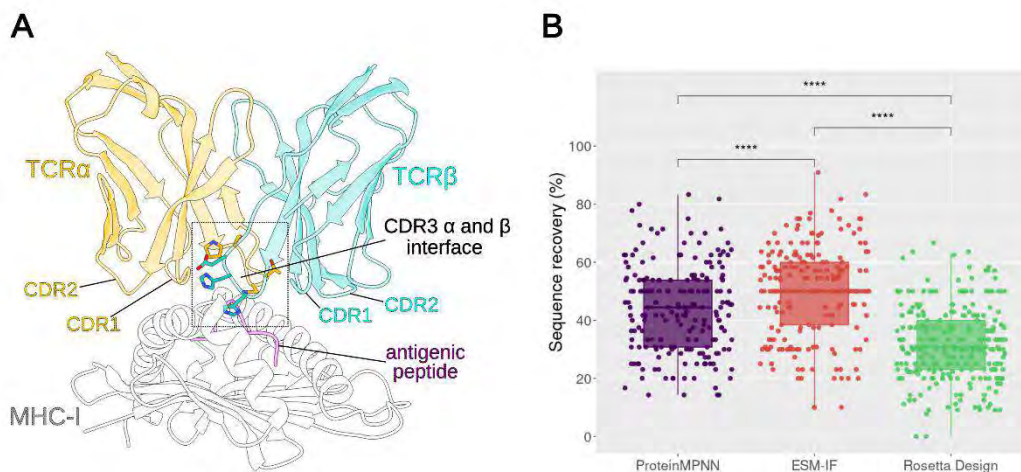


Figura 235. Análise da capacidade de métodos baseados em estrutura 3D em gerar seqüências de TCR para se ligarem a determinado antígeno. (A) estrutura 3D representativa de um complexo entre TCR e peptídeo antigênico apresentado pela molécula de MHC. (B) Percentual de recuperação da seqüência de aminoácidos dos TCRs nativos pelos métodos de design testados. Maior percentual de recuperação indica maior capacidade dos métodos em gerar seqüências similares aos naturais

### 3.2.3. Estudo dos efeitos das modificações pós-traducionais do PPAR $\gamma$ na interação com SIRT1 e CDK5 através de modelagem e dinâmica molecular

Em um trabalho foram utilizados ensaios celulares e biofísicos com simulações computacionais para examinar a influência de fosforilações e acetilações em resíduos do PPAR $\gamma$  na ligação a SIRT1 (desacetilase) e CDK5 (quinase) e sobre efeitos enzimáticos. O receptor ativado por proliferadores de peroxissomos gama (PPAR $\gamma$ ) é um fator de transcrição que regula a expressão gênica de proteína-chaves do metabolismo, sendo modulado por várias modificações pós-traducionais (PTM).

No LBC, foram modelados seis complexos CDK5-PPAR $\gamma$  e SIRT1-PPAR $\gamma$ , avaliando diferentes PTM do PPAR $\gamma$  (Figura 236A). As interações dos diferentes PTM de PPAR $\gamma$  com CDK5 ou SIRT1 foram estudadas por meio de simulações de dinâmica molecular longas e cálculos de energia livre de ligação usando MM/PBSA (Figura 236B). Além disso, mapas de contatos guiaram a geração de mutantes para avaliar experimentalmente a importância dos resíduos selecionados (Figura 236C). Os resultados computacionais de SIRT1-PPAR $\gamma$  resultaram em um artigo em revisão na revista *Biochemistry da American Chemical Society* e dos CDK5-PPAR $\gamma$  em preparação para submissão a um periódico científico.

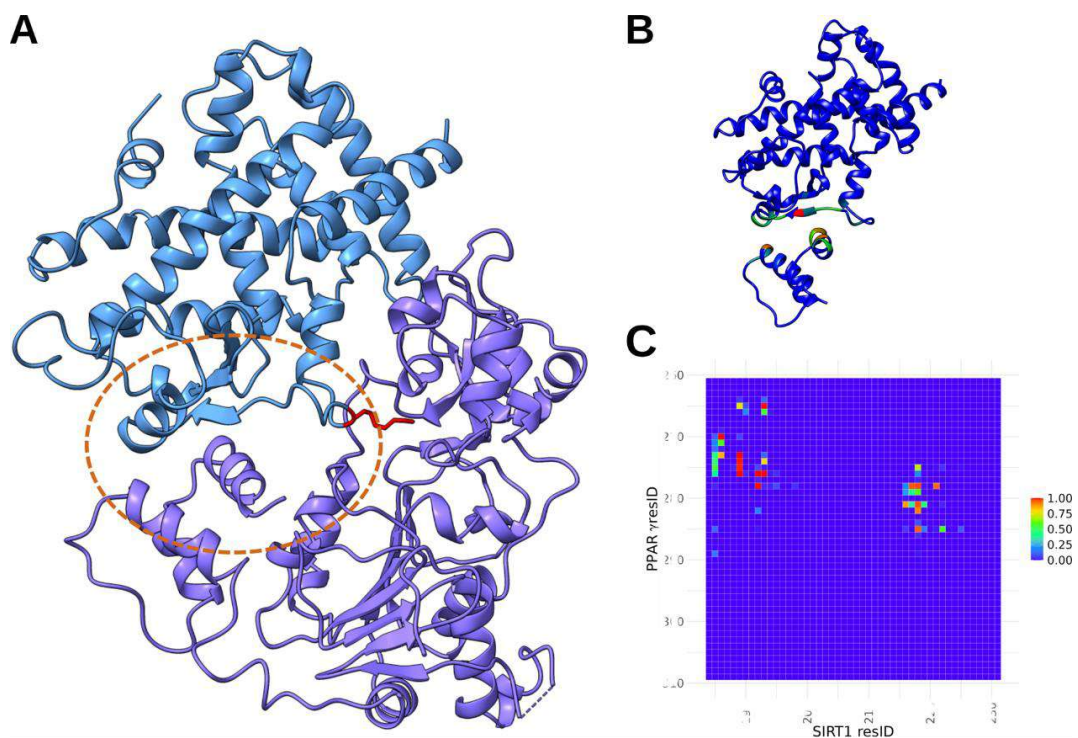


Figura 236. Modelagem do complexo SIRT1-PPAR $\gamma$  e descrição dos resíduos que interagem na interface entre as duas proteínas. A. Estrutura de um dos modelos SIRT1 (cartoon roxo) - PPAR $\gamma$  (cartoon azul), com a lisina acetilada em licorice vermelho e destacado com um círculo pontilhado a principal interface de interação PPAR $\gamma$ -SIRT1. B. Estrutura de PPAR $\gamma$  e o domínio NTD de SIRT1 (potencial região de reconhecimento de substratos). A estrutura está colorida por resíduos segundo sua persistência na interação ao longo da dinâmica molecular, sendo uma escala de arco-íris, de azul a vermelho (muito persistente). C. Mapa de contatos entre PPAR $\gamma$  e o NTD da SIRT1, colorida por resíduos segundo sua persistência na interação. A escala de cor para (B) e (C) é a mesma.

### 3.2.4. Modelagem molecular do complexo PPP2CA-B56-CDC20 e estudo da estabilidade e contatos de interface.

Em uma colaboração entre o LNBio e o Instituto de Biologia da USP para descrever a interação proteína-proteína no complexo PPP2CA-B56-CDC20. PPP2CA é uma fosfatase, sendo a B56 seria uma proteína auxiliar que reconhece os substratos, neste caso, a CDC20. O complexo foi modelado usando o servidor *AlphaFold3*, já que o complexo não tem estrutura determinada experimentalmente. Na modelagem, foram incluídos dois íons  $Mn^{2+}$  e uma fosforilação em uma treonina alvo. A estabilidade do complexo foi avaliada por meio de três réplicas de dinâmica molecular de 1  $\mu s$  cada, mostrando-se estável nesse intervalo de tempo. O RMSD das réplicas foi de 4 Å, mostrando que não houve grandes mudanças conformacionais. Além disso, a análise do mapa de contatos permitiu identificar as principais interações entre PPP2CA-CDC20 e CDC20-B56. O trabalho está em revisão na revista *Kinases and Phosphatases*, da MDPI.

### 3.2.5. Planejamento racional de anticorpos monoclonais contra câncer

Neste ano, foi desenvolvida e implementada uma estratégia para planejar anticorpos monoclonais computacionalmente a partir de uma estrutura 3D de um complexo antígeno-anticorpo (Figura 237). O objetivo é planejar regiões-chaves e aprimorar a especificidade e afinidade, ao mesmo tempo em que se mantém sua estabilidade. O primeiro passo é selecionar

os resíduos *hot-spots*, que serão mutados (planejando um novo anticorpo). Uma primeira aproximação foi planejar anticorpos modificando as regiões CDR3s, pois elas estão mais próximas do antígeno. A criação de novas sequências de aminoácidos do anticorpo (planejamento) foi realizada usando diferentes métodos de aprendizado profundo, por exemplo, *ProteinMPNN* ou *LigandMPNN*. A partir das sequências obtidas, foram criados modelos antígeno-anticorpo usando a estrutura cristalográfica como referência. Esses modelos foram submetidos a um protocolo que combina dinâmica molecular e cálculos de energia livre de ligação dos novos anticorpos. Em todo esse processo, são testados diferentes *hot-spots* e diferentes métodos disponíveis. Ao final, foram obtidos anticorpos candidatos com afinidade pelo antígeno maior ou igual à do anticorpo de sequência natural. As sequências desses candidatos serão entregues ao grupo de pesquisa do Dr. Márcio Bajgelman para sua produção e avaliação da afinidade dos anticorpos *in vitro*.

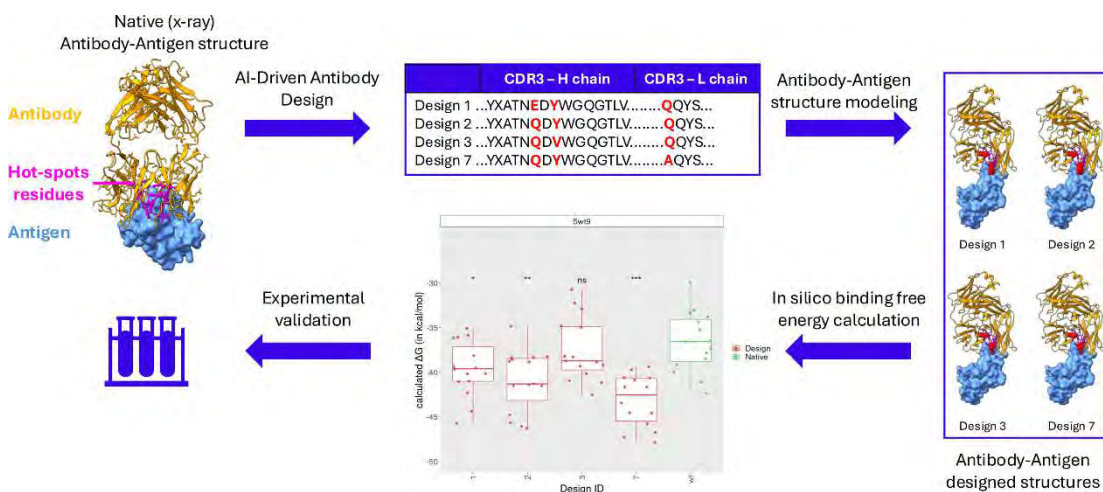


Figura 237. Sequência de passos para o planejamento de anticorpos a partir de uma estrutura anticorpo-antígeno conhecida.

### 3.2.6. Desenvolvimento de algoritmos em Biologia Computacional

Na linha de pesquisa focada no desenvolvimento de algoritmos em Biologia Computacional, o software KVFinder, criado pela equipe de Biologia Computacional, foi integrado ao amplamente utilizado ChimeraX (Figura 238), uma ferramenta de visualização de biomoléculas (<https://www.cgl.ucsf.edu/chimerax/>). Essa integração, realizada espontaneamente pela equipe de desenvolvedores do ChimeraX, juntamente com o serviço web já disponível em <https://kvfinder-web.cnpem.br/>, possibilitará uma expansão de uso pela comunidade científica, destacando a importância e o interesse no software desenvolvido pelo grupo de Biologia Computacional. É notável que o módulo em Python “pykvfinder” atingiu 13.390 acessos apenas no último mês, impulsionado pela inclusão em ChimeraX (<https://pypi.org/packages/pykvfinder/>).



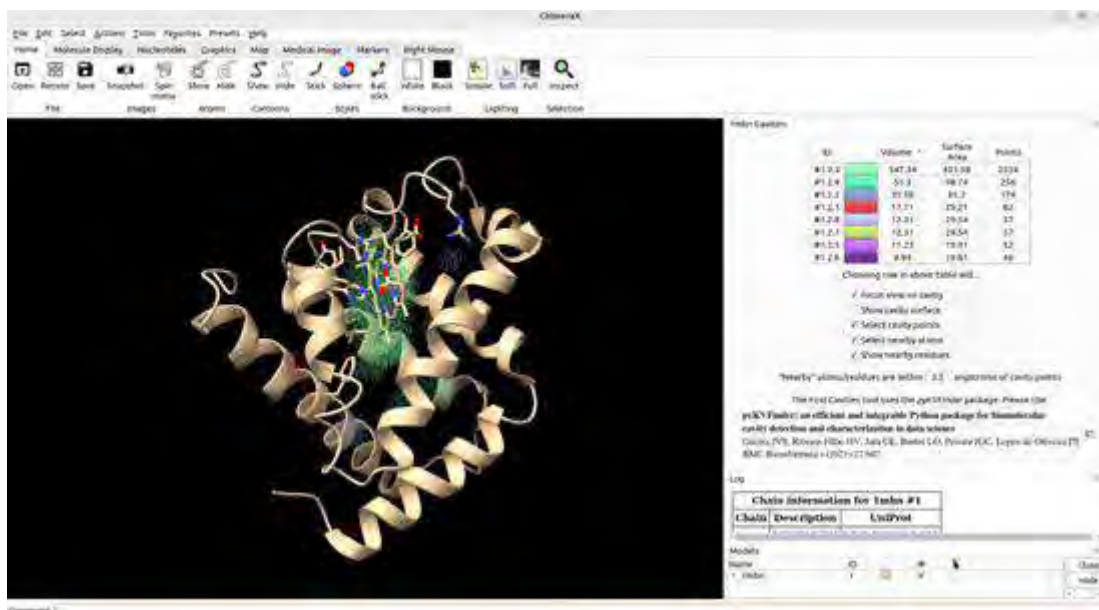


Figura 238. Interface gráfica do software ChimeraX. A imagem destaca o uso do KVFinder como uma ferramenta do ChimeraX para a detecção de cavidades. As cavidades detectadas são visualmente representadas por pontos na estrutura 3D da proteína, e algumas das características dessas cavidades, como volume e área, são apresentadas à direita.

## 4. Projetos Estruturantes

### 4.1. Plataforma de Combate a Víruses Emergentes (PCVE)

O Projeto de Plataformas de Combate à Víruses Emergentes vem sendo executado na proposta de estruturar novas unidades laboratoriais, além da construção de um Laboratório de Nível de Biossegurança 3, dedicados ao desenvolvimento de antivirais e métodos diagnósticos para o combate a víruses emergentes. 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.

#### 4.1.1. Laboratório de nível de biossegurança 3 (NB3)

O laboratório de Nível de Biossegurança 3 (NB3) instalado no CNPEM visa promover o estudo de agentes patogênicos (como vírus, fungos e bactérias) da classe 3 de risco biológico, como são classificados, por exemplo, os vírus Rocio e o SARS-CoV-2. Os projetos foram delineados no primeiro trimestre de 2023 e as obras iniciaram-se no segundo trimestre do mesmo ano. Em 2024, as obras de infraestrutura, a instalação de equipamentos e a certificação internacional do laboratório foram concluídas, permitindo seu comissionamento e operação assistida.

A área laboratorial (Figura 239), com 104 m<sup>2</sup>, possui um laboratório de cultura de células (Figura 239A), biotério (Figura 239B), sala de experimentação animal (Figura 239C), área de armazenamento, salas de entrada/saída de equipamentos, paramentação (Figura 239D), remoção da paramentação (Figura 239E) e autoclave de barreira (Figura 239F). As diferenças de pressão destes ambientes são negativas em relação ao corredor externo, promovendo um fluxo de ar unidirecional para o interior do laboratório.

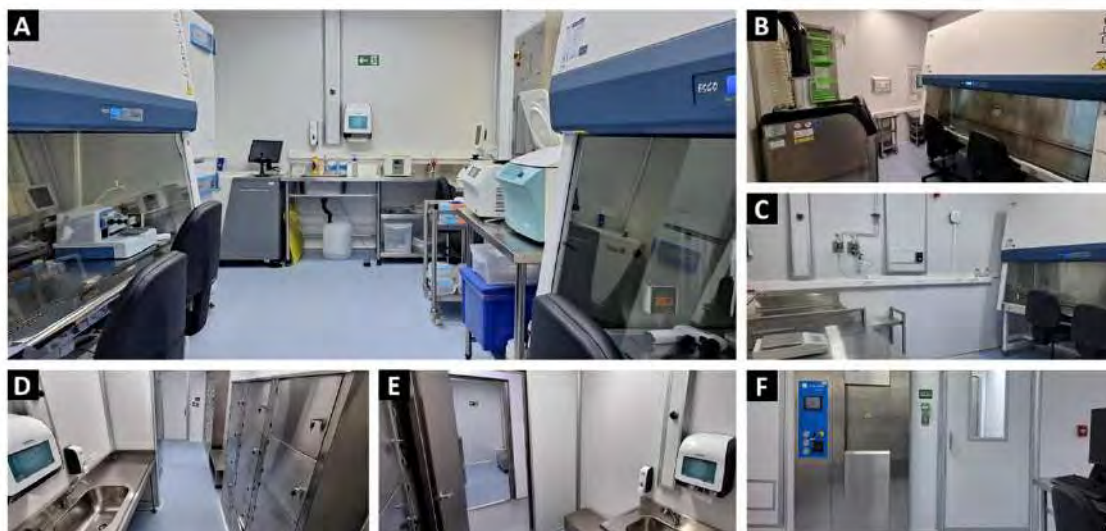


Figura 239. Área laboratorial do NB3. A) cultura de células, B) biotério, C) experimentação animal, D) paramentação e entrada, E) remoção da paramentação e saída e F) autoclave de barreira.

A área técnica (Figura 240), com 260 m<sup>2</sup> e que também abriga a área técnica de um laboratório NB2, possui uma série de equipamentos de HVAC (*Heat, Ventilation and Air Conditioning*) que promove a filtragem do ar e a manutenção dos diferenciais de pressão.



Figura 240. Área Técnica do NB3. Área com as tubulações, filtros e ventiladores para filtrar o ar e manter as pressões nos ambientes laboratoriais.

A eficiência da infraestrutura e operação foi chancelada por certificação internacional, conferida pela *World BioHazTec*. Esta certificação atesta que o NB3 atende tanto as diretrizes do “Centers for Disease Control (CDC)” e do “National Institute of Health (NIH)” expressas na sexta edição da publicação “*Biosafety in Microbiological and Biomedical Laboratories*”, quanto ao documento “*NIH BSL-3 Certification Checklist*”. No escopo do processo de certificação, diversos cenários de falha foram testados sem que houvesse reversão do fluxo de ar e perda da biocontenção,

contribuindo para operação segura do laboratório em conjunto com os programas de treinamento.

## 4.2. 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, contribuindo ativamente para o fortalecimento do Sistema Único de Saúde (SUS). 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.

### 4.2.1. Fase I- Projeto executivo dos laboratórios de Biofármacos e Engenharia de Tecidos (Entrega dos laboratórios e fechamento)

No primeiro trimestre de 2024, foi concluída a execução do *checklist* e comissionamento dos laboratórios do Setor A1 (Figura 241; Figura 242); liberando para a instalação dos equipamentos laboratoriais. Com a conclusão das atividades, foi realizada a atualização da base dos projetos com a emissão dos *as-builts* de todas as disciplinas. Por fim, foram realizados os treinamentos técnicos e de operação de todos os sistemas empregados na implantação do Setor A1. Estes treinamentos contaram com a participação da empresa construtora, da fabricante do equipamento, e das equipes de operação e manutenção do laboratório/CNPEM. Com a infraestrutura preparada, as equipes treinadas, e equipamentos instalados, no segundo trimestre de 2024, se deu início aos trabalhos nos laboratórios.



Figura 241. Corredor central da área laboratorial A1.



Figura 242. Área de circulação da área laboratorial A1.

No Setor A1 estão localizados os laboratórios de vetores virais (LVV) e biológicos. Na área analítica do LVV foram instalados freezer  $-80^{\circ}\text{C}$ , autoclave vertical, e um citômetro novocyte 2000 (Figura 243A); já a área de cultura recebeu cabines de segurança, incubadoras de  $\text{CO}_2$  das marcas Thermo e Panasonic, duas centrífugas clínicas, sendo uma refrigerada e outra temperatura ambiente, uma microcentrífuga, um microscópio invertido e um freezer  $-20^{\circ}\text{C}$  (Figura 243B). Enquanto o Laboratório de Biológicos teve sua sala analítica equipada com Biacore 1K+; Labchip; Vantastar; AKTA (Sistema de Cromatografia em Escala Laboratorial); centrífugas, um sistema de água miliQ e uma máquina de gelo (Figura 244). A sala de cultura foi aparelhada com uma Plataforma Clonepix2; cabines de segurança (Figura 245A); incubadoras das marcas Caron e Panasonic (Figura 245B), tanques de nitrogênio líquido, um microscópio invertido (Figura 245C) e uma centrífuga. Recentemente, na sala de expansão de clones, foi instalada uma plataforma Hamilton integrada com fotodocumentador Cloneselect e uma incubadora cytomat10. Enquanto na sala de lavagem foram instalados uma lavadora, uma estufa de secagem e uma autoclave vertical (Figura 245D).



Figura 243. Laboratório de Vetores Virais (LVV). A. Área analítica. B. área de cultivo de células.



Figura 244. Área analítica do laboratório de Biológicos.

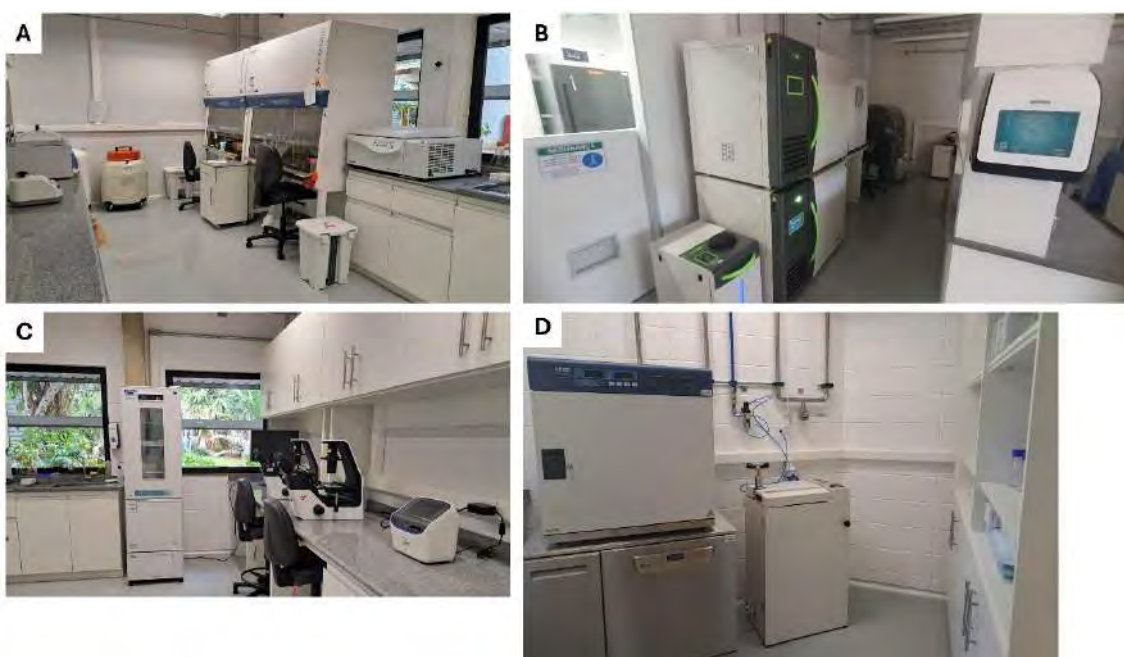


Figura 245. Laboratório de Biológicos. Área para cultura de células. A. Cabines de segurança. B. Incubadoras. C. Microscópios invertidos. D. Sala de lavagem.

O setor A1 também é composto pelo biobanco, o laboratório de engenharia de tecidos e o laboratório de expressão gênica. O biobanco apresenta duas salas, sendo a primeira para o processamento de amostras (Figura 246A) e a segunda dedicada ao armazenamento (Figura 246B). Recentemente, o setor de armazenamento foi equipado com dois tanques de nitrogênio nos modelos Fusion MVE e Haier YDS-140-216-F; uma estufa VWR; uma centrífuga de tubos Rotina 380R Hettich; um microscópio Basic Binocular Olen; e uma balança analítica BEL.

O laboratório de engenharia de tecidos é composto por sala para paramentação (Figura 247A), sala de preparo de soluções (Figura 247B), sala para cultivo de células primárias (Figura 247C),

microfluídica e bioimpressão 3D (Figura 247D), sala para cultivo 3D (Figura 247E) e sala dedicada para cultivo de iPSCs (*Induced Pluripotent Stem Cells*). A sala para bioimpressão 3D foi recentemente equipada com três bioimpressoras dos modelos BioX6 (Cellink); BIONOVA (Cellink) e uma bioimpressora manual BioPen-X (AdBioink); também recebeu um reômetro compacto modular, modelo MCR 702e (Anton Paar); um liofilizador modelo LJH02 (JJ Científica); uma estufa com agitação, modelo New Brunswick S41i (Eppendorf); e uma bomba peristáltica da marca Iasmatec.

No laboratório de expressão gênica foram instalados uma microcentrífuga PURISPIN18 R (Cryste); um sistema de PCR digital Droplet QX600 e um sistema de detecção Glomax Multi (Figura 248).

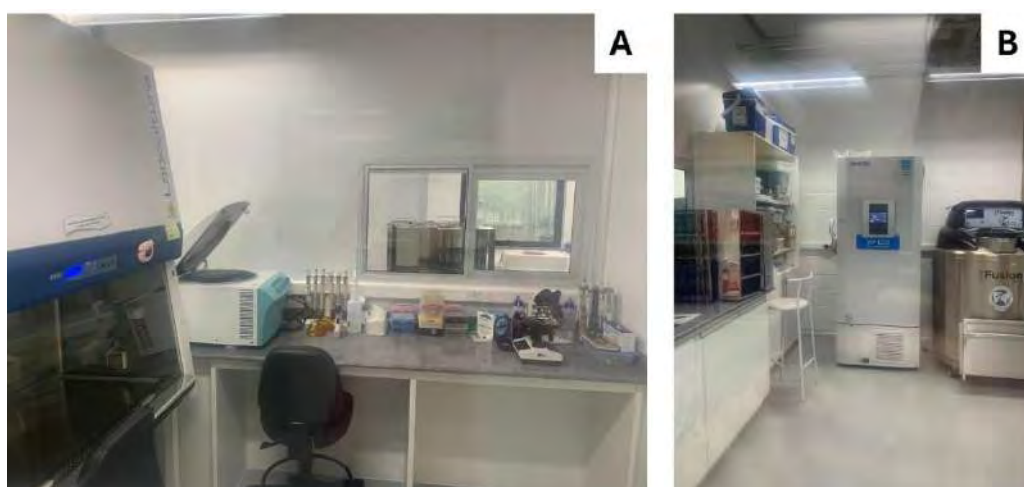


Figura 246. Estrutura do biobanco. A. Sala para processamento de amostras. B. Sala para armazenamento das amostras.

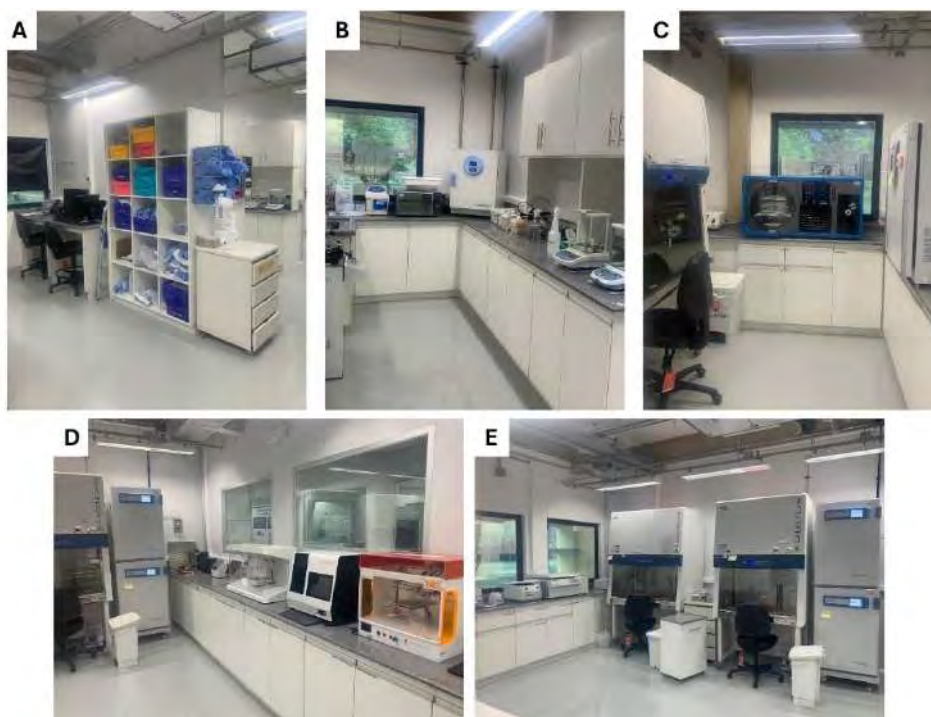


Figura 247. Laboratório de Engenharia de tecidos. A. Sala para paramentação. B. Sala para preparo de soluções. C. Sala para cultivo de células primárias. D. Bioimpressão 3D e microfluídica. E. Sala para cultivo 3D.

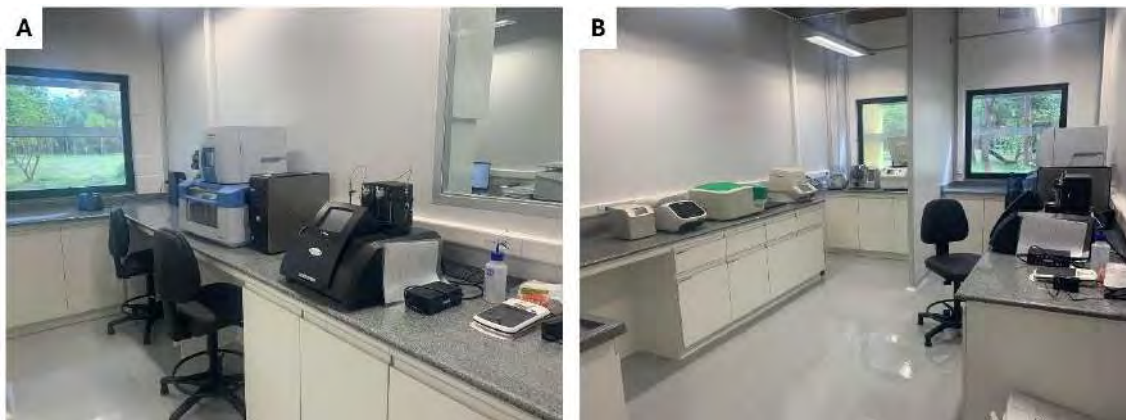


Figura 248. Laboratório de Expressão Gênica

### 4.3. Projeto ORION

Laboratórios de máxima biossegurança (NB4) são fundamentais para que países latinos, incluindo o Brasil, possam conduzir pesquisas com agentes patogênicos de alto risco biológico. O Orion surge como uma resposta inadiável aos iminentes desafios de saúde da atualidade, que irá possibilitar realizar experimentos inéditos no mundo, devido sua conexão com três estações de pesquisa do Sirius: SIBIPIRUNA, TIMBÓ e HIBISCO. A infraestrutura contará com laboratórios de pesquisa básica, técnicas analíticas e competências avançadas para imagens biológicas, como microscopia. Atualmente, o LNBio está envolvido com o desenvolvimento de dois subprogramas do projeto Orion: desenvolvimento de métodos e processos para imageamento de órgãos com luz síncrotron e o estudo da biologia molecular do Sabiá Arenavírus (SABV ou Brazilian mammarenavirus).

#### 4.3.1. Desenvolvimento de métodos e processos para imageamento de órgãos com luz síncrotron

A microtomografia de raios-X com luz síncrotron permite a visualização tridimensional de órgãos e tecidos com alta resolução espacial. A linha MOGNO, de tomografia do Sirius, foi projetada para realizar microtomografia com magnificação contínua, analisando amostras desde micrômetros até milímetros. Semelhante a MOGNO, a TIMBÓ será uma linha luz para microtomografia em ambiente de contenção NB4. A TIMBÓ possibilitará estudos de patógenos de alto risco e suas interações com tecidos humanos e animais. Diante do desafio de realizar microtomografias de órgãos inteiros em ambiente de contenção, este trabalho teve como objetivo testar os métodos de preparo de amostras de órgãos de camundongos neonatos para microtomografia, visando padronizar os parâmetros experimentais para a TIMBÓ, futura linha

de micro tomografia em ambiente de contenção NB4. Para realizar a microtomografia, foram cuidadosamente coletados os seguintes órgãos de camundongos: coração, pulmão, timo, rim, baço, fígado e testículo. A Tabela 5 apresenta a relação de tecidos e as contrastações a que foram submetidos para obtenção das amostras analisadas na MOGNO.

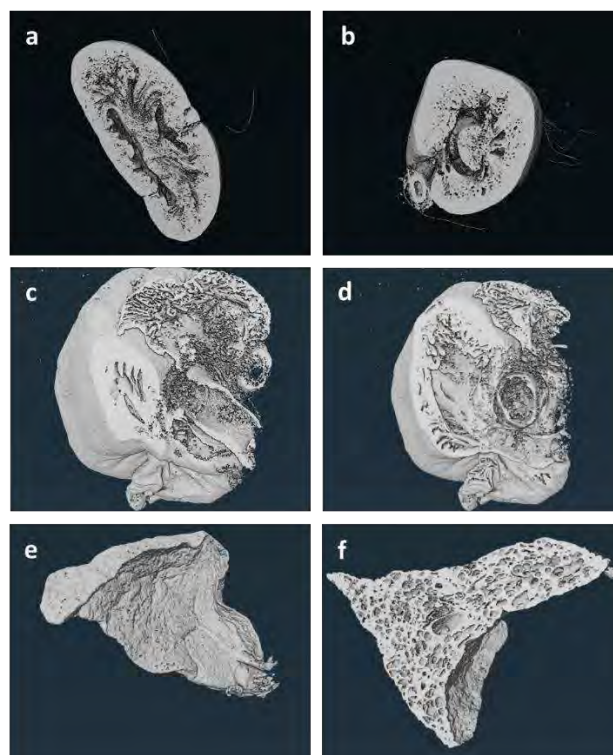
*Tabela 5. Relação de tecidos e preparos utilizados*

<b>Tecido/ Órgão</b>	<b>Sem Contraste</b>	<b>Ósmio</b>	<b>PTA (Ácido fosfotúngs tico)</b>	<b>Iodo</b>	<b>Lugol (em Sorensen)</b>	<b>Lugol (em PBS)</b>
<b>Baço</b>		X				X
<b>Fígado</b>						X
<b>Coração</b>			X		X	
<b>Rim</b>			X		X	
<b>Cerebelo</b>	X					X
<b>Testículo</b>	X			X	X	
<b>Timo</b>						X
<b>Lóbulo Pulmonar</b>			X		X	
<b>Cervical</b>	X			X		X

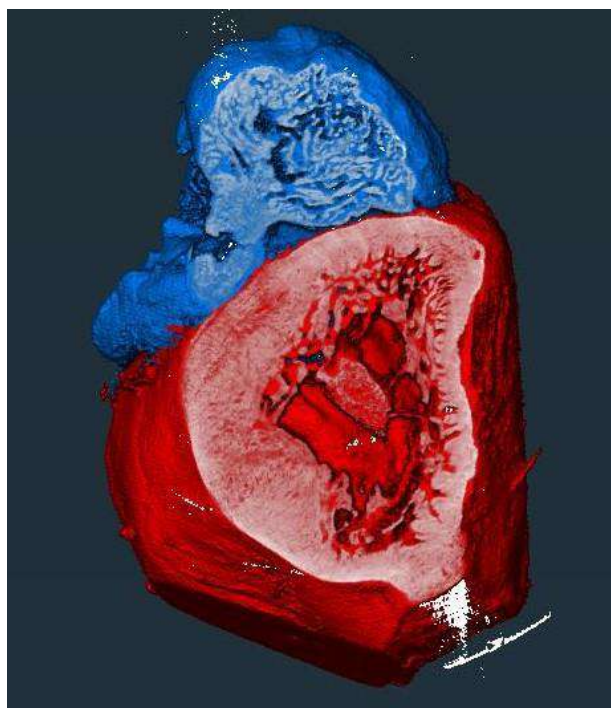
Os tecidos e órgãos foram condicionados em porta amostras e, após sua montagem, foram ajustados nos suportes da linha MOGNO. Ao todo 18 amostras foram imageadas, conforme a descrição da Tabela 5. Após os imageamentos, os dados foram reconstituídos usando os algoritmos de reconstrução da linha MOGNO e posteriormente segmentados no software Avizo.

Nos experimentos realizados, os melhores resultados de imageamento foram obtidos com amostras contrastadas por ácido fosfotúngstico (PTA), permitindo a segmentação detalhada de órgãos como rim (Figura 249A,B), coração (Figura 249C, D) e pulmão (Figura 249E,F). Dentre esses, o melhor resultado foi obtido na amostra de rim com uso de PTA (Figura 249A, B) e coração (Figura 250). Esse tipo de contrastação apresentou-se como a melhor opção para uma segmentação mais precisa, mostrando detalhes em nível celular. Em virtude desse resultado as micro tomografias do rim e do coração passarão por segmentação e processamento adicionais a fim de separar as sessões específicas do tecido.





*Figura 249. Microtomografia de órgãos. A. Corte vertical do rim; B. Corte longitudinal de rim de camundongo; C e D. Cortes mostrando o interior do coração; E. Imageamento de um lobo inteiro de pulmão; F. Corte transversal do pulmão.*



*Figura 250. Imagem Renderizada de Micro tomografia de Coração de Camundongo. Corte vertical da microtomografia de coração, no qual a porção em vermelho destaca a região ventricular enquanto a porção segmentada em azul destaca a região arterial.*

Em contrapartida, as amostras sem contrastação e aquelas preparadas com solução de Lugol+Sorensen não proporcionaram imagens satisfatórias para a identificação de estruturas específicas. As amostras contrastadas com ósmio também apresentaram qualidade razoável, porém inferior àquelas preparadas com PTA. Esta etapa descrita destaca a eficácia do PTA como contrastante no imageamento por microtomografia e aponta as imagens do rim como modelo promissor para estudos mais aprofundados no que diz respeito ao processamento dos dados de imagem. As próximas etapas desse projeto, se concentrarão no aprimoramento dos métodos de preparo para órgãos densos, como o fígado, onde a segmentação é desafiadora devido à alta compactação e composição celular do tecido, dificultando a separação de estruturas e aprimorar e automatizar os processos de segmentação das imagens.

#### 4.3.2. Biologia Molecular do Sabiá Arenavírus (SABV ou Brazilian mammarenavirus)

Dentro do objetivo de investigar doenças virais causadas por agentes infecciosos de risco 4, o Projeto Orion inclui o subprograma de Estudo da Biologia Molecular do Sabiá Arenavírus (SABV ou *Brazilian mammarenavirus*). Entre os objetivos dessa linha de pesquisa estão a expressão e a purificação de subunidades de proteínas do vírus, atividades que podem ser realizadas em ambiente laboratorial com nível de biossegurança 2 (NB2), sem oferecer risco aos manipuladores.

Dentre as atividades propostas, foi iniciada a purificação da proteína Z de SABV, conhecida também como proteína de matriz, devido ao seu papel crucial na montagem e liberação de novas partículas virais, tornando-a um alvo de interesse para estudos estruturais e funcionais. As construções da proteína Z foram desenhadas com o objetivo de contemplar as principais regiões de interação com seus parceiros de interação e sua caracterização estrutural. Os resultados obtidos demonstram que a meta de purificação da proteína Z do SABV foi atingida com sucesso, e que a expressão em *Escherichia coli* (*E. coli*) resultou em uma quantidade suficiente de proteína solúvel. A purificação foi eficiente, produzindo uma Proteína Z de alta pureza, adequada para estudos estruturais e funcionais posteriores. Estes avanços contribuirão significativamente para investigações futuras, auxiliando na criação de intervenções eficazes contra o SABV.

A glicoproteína GPC é essencial no processo de infecção, mediando a ligação ao receptor celular e a fusão do envelope viral com a célula hospedeira. Foram realizadas a clonagem, expressão e purificação da GPC e seus subdomínios, viabilizando estudos estruturais e bioquímicos que permitam entender sua função molecular e identificar potenciais alvos terapêuticos. A clonagem dos genes correspondentes à GPC (complexo da glicoproteína) completa e ao domínio GP1 (ectodomínio) foi inicialmente realizada para expressão em *E. coli*. No entanto, essas construções resultaram em proteínas insolúveis, indicando dificuldades associadas ao dobramento correto da glicoproteína em sistemas bacterianos.

Uma versão modificada, denominada GP1-short, que contempla apenas o domínio estruturado, apresentou solubilidade parcial, mas mostrou significativa degradação. Para superar essas limitações, foi implementada a expressão em células de inseto, utilizando o sistema de baculovírus. Nesse contexto, a construção de GP1-short para a expressão em sistema em célula de inseto foi clonada com sucesso para seu seguinte passo de expressão em forma solúvel e adequadamente dobrada e apta para purificação, representando um avanço significativo no processo de caracterização estrutural e funcional.

## 5. Apoio à geração de inovação

O LNBio segue atuando como um importante catalisador da inovação industrial, fomentando projetos de cooperação com diversas empresas. Em 2024, foram estabelecidas três novas parcerias voltadas à descoberta de fármacos, incluindo uma iniciativa contemplada com o modelo de cofinanciamento Basic Funding Alliance (BFA) da Embrapii, recentemente lançado no âmbito da rede de Bioeconomia. Esse formato exige a consolidação de uma aliança estratégica composta por duas empresas, uma *startup* e duas Unidades Embrapii.

Além das novas parcerias empresariais firmadas no período, cujos detalhes são apresentados a seguir, em 2024 o Laboratório também avançou na proteção de tecnologias resultantes de suas atividades. Entre elas, destacam-se: um novo software desenvolvido para aplicação no processo de descoberta de fármacos e o depósito de um pedido de patente junto ao United States Patent and Trademark Office (USPTO), reforçando o compromisso do LNBio com a geração de propriedade intelectual e a consolidação de rotas inovadoras para o desenvolvimento de novas terapias.

### 5.1. Saúde

#### 5.1.1. Desenvolvimento de nova geração de moléculas com ação anticâncer a partir de produtos naturais

Este projeto pioneiro do CNPEM em parceria com Aché e Phytobios visa o desenvolvimento de nova geração de fármacos para o tratamento de câncer, inspirado por moléculas da biodiversidade brasileira. O projeto avançou para a segunda fase de execução no final de 2022, obtendo cofinanciamento da EMBRAPII e do BNDES. Ele tem como foco a etapa *hit2lead*, tendo como marco de conclusão a prova de conceito em modelo animal, com previsão de execução em trinta meses. Nos últimos doze meses, as equipes de química medicinal do Aché e do CNPEM trabalharam no planejamento racional e síntese de moléculas, visando otimizar as propriedades de fármaco das séries químicas priorizadas. Foram realizadas baterias de ensaios celulares, ensaios ADME-Tox, além dos ensaios primários de bioquímica e biologia estrutural com as novas moléculas geradas. Duas séries químicas foram priorizadas até aqui, com o objetivo final do desenvolvimento de uma nova geração de fármacos para o tratamento de cânceres de difícil intervenção farmacológica, inspiradas em moléculas da biodiversidade brasileira.

#### 5.1.2. Desenvolvimento de analgésico para o tratamento de dor neuropática a partir da biodiversidade brasileira

O projeto intitulado “Aliança Dor” iniciou no final de 2023 e conta com financiamento EMBRAPII/BNDES, no âmbito do novo modelo Basic Funding Alliance de Bioeconomia. Esse projeto é realizado em consórcio formado com uma segunda Unidade EMBRAPII, a Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FMRP-USP) – Unidade Integrada de Descoberta e Desenvolvimento de Fármacos, com a *startup* Nintx e com as empresas Phytobios (pertencente ao Grupo Centroflora) e o Laboratório Farmacêutico Cristália.

Essa aliança estratégica de ICTs, *startups* e empresas privadas está voltada para o combate da dor crônica neuropática, uma necessidade médica ainda não atendida que afeta mais de 10% da população mundial.

O projeto tem como objetivo o desenvolvimento de novos analgésicos não opioides a partir de moléculas da biodiversidade brasileira, reunidas nas bibliotecas químicas Cristália-Dor e a biblioteca MPH (*Molecular Power House*) construídas pelo CNPEM, através de extratos microbianos da biblioteca de microrganismos raros do Laboratório Cristália, e de extratos vegetais da Phytobios, respectivamente. A Nintx, com seu *know-how* em P&D, agrega ainda as tecnologias proprietárias no campo do microbioma humano, e a FMRP-USP com sua expertise em dor crônica e modelos animais, sinergizando perfeitamente com os métodos avançados em Drug Discovery implementados na Plataforma de Descoberta de Fármacos do CNPEM para o desenvolvimento bem-sucedido de terapias inovadoras nesta área terapêutica.

Além da fonte química inovadora e *know how* complementar da equipe, a estratégia do projeto foca em novos mecanismos de ação para o tratamento da dor neuropática e considera a possibilidade da modulação da microbiota no contexto dessa doença crônica. O primeiro protótipo a ser gerado terá alto valor agregado e inserção no mercado mundial. Além disso, os resultados a serem derivados do projeto têm potencial de agregar valor aos biomas brasileiros, alavancando cadeias sustentáveis para a bioeconomia e/ou biotecnologia e inovação em fármacos no Brasil.

No ano de 2024, foram realizados grandes avanços, com a identificação de novas amostras de plantas e microrganismos com ação nos alvos do projeto. Além disso, foram obtidas estruturas cristalográficas que apoiam o desenvolvimento de fármacos atuando tanto nos sítios catalíticos quanto novos sítios alostéricos de um dos alvos do projeto. Os *hits* selecionados avançaram para testes em ensaios celulares e otimização por química medicinal (etapa *hit2lead*), usando as informações químicas e estruturais obtidas. Os modelos animais para testes no projeto também foram estabelecidos e validados.

### 5.1.3. Descoberta de Fármacos para Doença de Chagas a partir de produtos naturais

Em 2024, foi iniciado o projeto com a DNDi (*Drugs for Neglected Diseases initiative*), contando com financiamento EMBRAPII, com objetivo de prospectar a biblioteca MPH (*Molecular Power House*) quanto à presença de inibidores do parasita *T. cruzi* que não sejam citotóxicos para células de mamíferos e que representem novos esqueletos químicos dentro da diversidade de produtos naturais da biblioteca.

Essa iniciativa é uma colaboração entre a DNDi, a Unidade Embrapii CNPEM, a Unidade Embrapii CEINFAR e a empresa Phytobios, com o objetivo final de desenvolver fármacos eficazes para o tratamento da doença de Chagas. Este projeto tem potencial social e de impacto nacional significativo, por se tratar do desenvolvimento de um possível fármaco para o tratamento de uma doença negligenciada com base na biodiversidade brasileira.

Apesar da DNDi e outros grupos de investigação ao redor do mundo seguirem avaliando o desenvolvimento de pequenas moléculas sintéticas, ainda persiste uma grande dificuldade na descoberta de entidades químicas capazes de superar os desafios relacionados aos diferentes estágios do parasita e sua complexa biologia. Dessa forma, os produtos naturais, em particular da biodiversidade brasileira, podem representar novas fontes de moléculas para superar os gargalos no desenvolvimento de fármacos para essa doença.

Em 2024, foram acertadas as condições experimentais e a logística para realização das campanhas de triagem com a equipe do ICB-USP, e já foram identificadas amostras bioativas dentre alguns extratos de plantas brasileiras. As próximas etapas do projeto envolvem validações dos hits, a desreplicação dos hits por espectrometria de massas, e o isolamento e a caracterização química dos produtos naturais bioativos priorizados.

#### 5.1.4. Candidatos a fármacos alvo dirigidos para o tratamento de infecções virais por Coronavírus

Em parceria com a *deeptech* NinTX e cofinanciamento da EMBRAPII, este projeto teve por objetivo o desenvolvimento de fármacos candidatos alvo dirigidos para o tratamento de infecções virais por Coronavírus, a partir de produtos naturais da biodiversidade brasileira (biblioteca química MPH). O projeto partiu de protocolos desenvolvidos pela equipe do CNPEM na plataforma de Descoberta de Fármacos. O projeto será realizado em fases, estando a primeira já concluída este ano, com a identificação de *hits* da biodiversidade brasileira para inibir as proteínas virais selecionadas, com potência adequada e sem toxicidade a células humanas. A próxima etapa do projeto constituirá o teste das moléculas selecionadas em ensaios antivirais *in vitro* (ambiente NB3) e otimização delas para sua ação como fármaco de via oral.

#### 5.1.5. Candidatos a fármacos alvo dirigidos à potencializadores de imunoterapia para tratamento oncológico

Outra parceria também desenvolvida com a *startup* NinTX e com cofinanciamento da EMBRAPII/BNDES tem como foco o desenvolvimento de novos fármacos potencializadores de imunoterapia para o tratamento de cânceres de difícil tratamento, com acesso a biblioteca MPH em modelos celulares complexos de resposta a imunoterapia. A primeira etapa do processo de *drug discovery* que foi escopo do primeiro projeto foi concluída com sucesso em 2024, resultando na seleção de 5 plantas da biodiversidade brasileira com a ação desejada. O desenvolvimento seguirá para a segunda fase, com um próximo projeto visando a validação das assinaturas químicas e da ação biológica em modelos celulares ortogonais e, posteriormente em modelos animais para conclusão final da etapa de descoberta.

## 6. Treinamento, Educação e Extensão

Os pesquisadores e especialistas do LNBio têm uma demanda constante por atualização científica e tecnológica. Dessa forma, as equipes de pesquisa participam ativamente de eventos e cursos científicos relevantes, e promovem capacitações para profissionais e pesquisadores de diversas instituições. Além disso, esses pesquisadores supervisionam alunos de iniciação científica, mestrado e doutorado, e frequentemente integram bancas examinadoras de qualificação, defesas de teses e dissertações. A seguir, são destacadas as principais realizações deste ano em treinamento, educação e extensão.

## 6.1. Seminários e Palestras

Em 2024, os pesquisadores do LNBio destacaram-se em eventos científicos nacionais e internacionais, compartilhando avanços em diversas áreas, dentre os quais pode-se destacar:

### 6.1.1. Biologia Estrutural e Funcional:

Silvana Rocco ministrou a palestra ADME no LNBio no Instituto de Biologia da UNICAMP, explorando metabolismo e excreção em biologia molecular. Juliana Ferreira apresentou *Dynamics and regulation of DDX3X protein condensation* no *48th Annual Meeting of the Brazilian Biophysical Society*, discutindo a regulação de proteínas em condensados biomoleculares.

### 6.1.2. Biologia Integrativa:

Sandra Dias participou de eventos como o 53rd Annual Meeting of the Brazilian Society for Biochemistry and Molecular Biology em Águas de Lindóia, com a palestra *Adapting to starvation: enzymes quinary structure shapes the cell*, e o 22nd Congresso Brasileiro de Biologia Celular em São Paulo, abordando modelos preditivos para câncer de mama em *Advancing Predictive Models for Breast Cancer in Drug Testing and Discovery*.

### 6.1.3. Engenharia de Tecidos:

Ana Carolina Figueira apresentou sobre “Modelos In Vitro a Curativos Regenerativos Bioimpressos,” no 1º Workshop de Bioimpressão 3D do IQSC USP São Carlos. Em eventos internacionais, apresentou *Sub3DSkin no Kick-off Advanced Healthcare Materials 2024* em Eindhoven, Holanda, e *Integrating Metabolic Pathways: Bridging Diabetes Research with Tissue Engineering and Organ-on-chip Assays no SkinTerm da ETRS European Tissue Repair Society*, em Amersfoort.

### 6.1.4. Proteômica e Medicina de Precisão:

Adriana Paes Leme abordou temas relacionados à proteômica e impacto do álcool no câncer oral, com a palestra *Alcohol shapes multiple microenvironments in oral cancer* no 6º Congresso da Sociedade Brasileira de Proteômica em São Paulo. No *23º Human Proteome Organization World Congress* em Dresden, Alemanha, ela discutiu a importância da saúde mental no ambiente científico e estratégias para aprimorar a medicina de precisão.

### 6.1.5. Edição Gênica e Terapias Avançadas:

Ângela Saito ministrou palestras aos estudantes da Ilum sobre Edição do genoma CRISPR/Cas9: da pesquisa biomédica às terapias avançadas. Ela também liderou atividades práticas em CRISPR, fornecendo protocolos experimentais e proteínas Cas9 produzidas no LNBio.

### 6.1.6. Inovação Terapêutica e Doenças Negligenciadas:

Arthur Torres Cordeiro apresentou *Development of chemical tools to investigate Trypanosomes metabolism* no Encontro Anual de Pesquisa Básica em Doença de Chagas durante a XXXIX Reunião da Sociedade Brasileira de Protozoologia em Caxambu, MG. Ele também explorou novos alvos terapêuticos na palestra *explorando novos alvos para o desenvolvimento de fármacos contra a doença de Chagas* em um evento comemorativo na UEG, Anápolis, GO.

### 6.1.7. Imunologia e Biossegurança:

Rafael Elias contribuiu com temas como biossegurança e imunologia. Ele participou de seminários nos laboratórios NB4 PHAS, na Suécia, e NB4 VNL, na Hungria, além de apresentar palestras no congresso da Sociedade Brasileira de Imunologia. Em eventos nacionais, Rafael esteve no 1º Simpósio de Biossegurança e Bioproteção e no 1º Simpósio de Microscopia Eletrônica Aplicada à Virologia, ambos realizados na Fiocruz, abordando questões emergentes em bioproteção e técnicas avançadas de microscopia. Já o pesquisador Márcio Bajgelman atuou compartilhando seus conhecimentos durante o XXXI Simpósio Internacional de Hemoterapia e Terapia Celular e no VI Fórum Internacional de Terapia Celular Einstein, além de palestrar no Simpósio Internacional "*Nucleic Acids and Nanobiosystems in Cancer Theranostics*", organizado pelo ICESP, com a apresentação "*Switching the Balance between Immune Tolerance and Surveillance to Enhance Antitumor Response*".

### 6.1.8. Biologia Computacional e Neurodesenvolvimento:

Paulo Sergio Lopes discutiu Biologia Computacional aplicada à Caracterização de sítios de ligação de alvos farmacológicos na Faculdade de Ciências Farmacêuticas da UNICAMP. Ivan Rosa apresentou Biocondensados da proteína DDX3X no neurodesenvolvimento no Departamento de Bioquímica da UNICAMP, conectando neurodesenvolvimento e condensados biomoleculares.

## 6.2. Ações de Capacitação

Os pesquisadores e especialistas do LNBio têm se dedicado a diversas ações de capacitação, com o objetivo de expandir os conhecimentos nas áreas de pesquisa para promover avanços científicos, incentivar a inovação tecnológica e fortalecer a colaboração entre diferentes instituições e setores.

### 6.2.1. Facilities e Serviços:

A líder da divisão de *Facilities e Serviços* Juliana Ferreira de Oliveira integrou o curso "*Global Bioluminescence facility management course in Brazil*", no Centro Nacional de Biologia Estrutural e Bioimagem (CENABIO), que ocorreu no Rio de Janeiro. Juliana também organizou as "Oficinas Didáticas" durante a 6ª Escola Sirius Para Professores do Ensino Médio (ESPEM), CNPEM e Sociedade Brasileira de Física (SBF), realizadas em Campinas, entre 15 e 19 de janeiro de 2024.

### 6.2.2. Engenharia de Tecidos:

A pesquisadora Ana Carolina Figueira também esteve envolvida em ações de capacitação. No dia 9 de junho de 2024, Ana Carolina participou do *Workshop for Advancing Standards and Regulatory Science for MPS and Microfluidic-based Medical Products*. Enquanto entre os dias 17 e 22 de novembro de 2024, Ana Carolina integrou a equipe de treinamento do curso "*Organoid Models: Basics to Applications*", promovido pela Wellcome Connecting Science Courses, realizado no Institut Pasteur de Montevideo.

### 6.2.3. Imunologia e Biossegurança:

O pesquisador Rafael Elias participou do Treinamento teórico-prático em NB3 realizado pela UCI e treinamento teórico-prático em NB4 realizado pela UTMB, ambos no CNPEM. Já o pesquisador Márcio Bajgelman foi responsável pela disciplina CF046 na Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas da UNICAMP, durante o segundo semestre de 2024.

#### 6.2.4. Edição Gênica e Terapias Avançadas:

A pesquisadora Angela Saito coordenou a equipe do Grupo de Sistemas Geneticamente Modificados para organizar e ministrar o curso de capacitação “Tecnologia de edição genômica CRISPR/Cas9: da pesquisa biomédica às terapias avançadas” na XXXVIII Reunião Anual da FeSBE, que ocorreu entre os dias 2 e 5 de julho de 2024, na UNICAMP em Campinas. Foram ministradas duas aulas teóricas, intituladas “Introdução à edição do genoma em modelos murinos para o estudo de doenças humanas” e “Aplicações de tecnologias CRISPR no desenvolvimento de modelos animais e de novas estratégias de terapia gênica”, além de uma aula prática “Desenho de estratégias de edição gênica por CRISPR/Cas9”. Por fim, o curso contou com uma visita aos laboratórios nacionais do CNPEM, SIRIUS/LNLS, LNNano e LNBio (Figura 251).



*Figura 251. Foto do grupo do Curso de Capacitação: “Tecnologia de edição genômica CRISPR/Cas9: da pesquisa biomédica às terapias avançadas”. O curso ocorreu em julho de 2024 no XXXVIII Reunião Anual da FeSBE.*

### 6.3. Eventos Científicos

A participação em eventos científicos permite a integração com pesquisadores de diferentes instituições e países, promovendo a troca de conhecimentos, o fortalecimento de colaborações internacionais e o enriquecimento das perspectivas acadêmicas e profissionais. Sendo assim, os pesquisadores do LNBio estiveram presentes em diversos eventos durante o ano de 2024.



### 6.3.1. Facilities e Serviços:

Juliana Ferreira de Oliveira representou a Divisão de Facilities e Serviços em eventos de destaque. No *48th Annual Meeting of the Brazilian Biophysical Society (SBBf)*, realizado no IFUSP/USP, apresentou os pôsteres *Probing dynamic properties of ddx3x condensates using x-ray photon correlation spectroscopy* e *Spectroscopy and calorimetry facility at LNBio/CNPEM - an open access laboratory for biomolecules characterization*. Juliana também marcou presença no *LABI Meeting (Latin America Bioimaging Meeting)*, realizado na Fundação Coppetec, no Rio de Janeiro, reforçando a colaboração entre instalações de bioimagem na América Latina.

### 6.3.2. Laboratório de Imagens Biológicas

A pesquisadora Thayná Avelino, participou de três cursos voltados a bioimagem e microscopia ótica em 2024; o primeiro deles foi o *Train the Trainer Light Microscopy Fundamentals course* ministrado no Instituto Leloir em Buenos Aires - Argentina no período de 3 a 7 de junho de 2024. O objetivo foi estreitar as relações com a comunidade de bioimagem da América do Sul e África em um curso com foco na administração de *facilities* de microscopia ótica. Os outros dois cursos foram ministrados pelo European Molecular Biology Laboratory – EMBL; o primeiro foi um evento virtual focado na análise de dados de imagem por *machine learning: Microscopy data analysis: machine learning and the bioimage archive* no período de 22 a 26 de abril de 2024, minha participação foi integralmente financiada pelo *BioImaging North America (BINA) Program funded by the Chan Zuckerberg Initiative (CZI)*. O segundo curso intitulado como: *Time-resolved STED nanoscopy in life sciences*, foi ministrado de 8 a 13 de julho de 2024 no centro de excelência em imagens do EMBL em Heidelberg na Alemanha. O curso teve como objetivo atualização nas técnicas mais modernas de microscopia de super resolução STED e teve a participação majoritariamente financiada pela instituição *Global Bioimaging*.

### 6.3.3. Engenharia de Tecidos:

Ana Carolina Figueira participou de eventos como o *3rd MPS World Summit* (Seattle, EUA), apresentando trabalhos sobre modelos avançados, incluindo *Development of a microfluidic gut-on-a-chip* e *3D bioprinting of mesenchymal stem cells containing hydrogels*. Ana Carolina também esteve no *SkinTerm da ETRS European Tissue Repair Society* (Amersfoort, Holanda), contribuindo com *Integrating Metabolic Pathways: Bridging Diabetes Research with Tissue Engineering and Organ-on-chip Assays*, e no 1º Workshop de Bioimpressão 3D do IQSC USP São Carlos, discutindo curativos bioimpressos e regeneração tecidual.

### 6.3.4. Proteômica e Saúde de Precisão:

Adriana Paes Leme coordenou o *XIII Proteomics Workshop*, realizado virtualmente, com 22 palestras nacionais e internacionais, abrangendo desde proteômica espacial até proteômica de células únicas. O evento atraiu 465 inscritos de diversos países, reforçando o papel do LNBio como referência em proteômica baseada em espectrometria de massas.

### 6.3.5. Difração e Estudos Estruturais:

Daniel Maragno Trindade apresentou avanços no 34th RAU e no 3rd SMX Workshop realizados no CNPEM. Silvana Rocco e Maurício Luís Sforça foram homenageados no Prêmio Inventores 2024 pela patente de um nematocida produzido a partir de resíduos de sisal, com aplicação na agricultura sustentável.

#### 6.3.6. Virologia e Bioproteção:

Rafael Elias participou do Congresso da Sociedade Brasileira de Virologia, além de coordenar atividades ligadas ao Projeto Orion. Ele também organizou visitas a instalações de biossegurança e promoveu discussões sobre bioproteção e técnicas avançadas de microscopia.

#### 6.3.7. Biologia Computacional e Neurodesenvolvimento:

Ivan Rosa e Silva apresentou os pôsteres Probing dynamic properties of DDX3X condensates using x-ray photon correlation spectroscopy e Development of a microfluidic device for the study of neurological disorder-related proteins phase separation no 48th Annual Meeting of the Brazilian Biophysical Society. Este último trabalho foi premiado com menção honrosa, destacando a relevância de suas contribuições para o estudo de transtornos neurológicos.

#### 6.3.8. Descoberta de Fármacos e Biodiversidade:

Daniela Trivella liderou iniciativas como a apresentação sobre o Banco de Moléculas no *Biobank Summit* e representou o Brasil na *BioConvention 2024* em San Diego. Também participou do evento Abiquifi IFA (março de 2024, CNPEM), que reuniu os principais atores da inovação farmacêutica radical no Brasil, como ICTs, governo, empresas, startups e agências reguladoras. Daniela também esteve na Cúpula Brasileira de Inovação em Saúde, promovendo projetos para o SUS, e colaborou com especialistas internacionais no *Fragment Screening Workshop* no CNPEM.

#### 6.3.9. Pesquisa Cardiovascular e Metabolismo:

Alisson Cardoso coordenou o *1º Simpósio em Pesquisa Cardiovascular* no CNPEM, onde apresentou a palestra “Modulando o metabolismo mitocondrial para o remodelamento e a regeneração cardíaca”. Ele também participou do *Cell Symposia: Multifaceted mitochondria* (Sitges, Espanha), explorando o papel multifacetado das mitocôndrias na biologia celular.

#### 6.3.10. Doenças Negligenciadas:

Arthur Torres Cordeiro participou do *XXXIX Annual Meeting of the Brazilian Society of Protozoology*, apresentando temas como Lisil-tRNA Sintetase: um novo alvo proteico para o desenvolvimento de tratamentos para a doença de Chagas. O trabalho foi financiado pela FINEP e recebeu destaque no evento.

#### 6.3.11. Grantees Serrapilheira

Os pesquisadores Helder Ribeiro e Talita Hanchuk participaram do 8º Encontro do Serrapilheira em Tibau do Sul (RN) em novembro de 2024, promovido pelo Instituto Serrapilheira, do qual são *grantees*. Na ocasião, os pesquisadores apresentaram seus projetos de pesquisa, que serão executados ao longo dos próximos cinco anos (Figura 252).



Figura 252. Foto da equipe dos grantees da 7ª Chamada de Apoio a Ciência do Instituto Serrapilheira que apresentaram seus trabalhos no 8º Encontro do Serrapilheira.

### 6.3.12. Projeto Orion

Ana Paula Wasilewska Sampaio, coordenadora de projetos, participou do Congresso de Medicina Tropical promovido pela Sociedade Brasileira de Medicina Tropical, visando aprofundar seu conhecimento sobre pesquisas relacionadas a infecções por vírus, bactérias, fungos, parasitas e outras questões de saúde pública. Entre os dias 8 e 16 de novembro de 2024, Ana Paula realizou uma viagem internacional aos Estados Unidos e Canadá para visitar centros de primatas e laboratórios de alta e máxima contenção. No *Tulane National Primate Research Center*, EUA, ela explorou áreas de alta contenção e apresentou o CNPEM para a comunidade local. No *Integrated Research Facility*, Fort Detrick, EUA, Ana Paula conheceu a área NB4 e os procedimentos de segurança do laboratório. Em Saskatoon, Canadá, ela visitou o *VIDO - Vaccine and Infectious Disease Organization*, focando nas tecnologias e equipamentos NB3+ utilizados, semelhantes aos que serão implementados no ORION, como microscopia confocal *in vivo* e intravital.

Além disso, as pesquisadoras Maria Carolina Pedro Athié e Elayne Vieira Dias participaram do XV Simpósio da SBMM de Ciências da Vida em Belo Horizonte, MG, para aprendizado de técnicas de alta-resolução em microscopia e estreitamento de contatos com a comunidade científica. Camila Canateli, especialista, participou do 1º Simpósio de Biossegurança e Bioproteção na Fiocruz, no Rio de Janeiro, onde adquiriu conhecimentos sobre a operação e manutenção de laboratórios de alta contenção biológica, promovendo intercâmbio de conhecimento e aplicando essas experiências ao projeto Órion.

### 6.3.13. Estratégia e Desenvolvimento em Pesquisa

Em 2024, Juliana Felix participou de diversos eventos científicos com o objetivo de estabelecer conexões estratégicas, fortalecer colaborações e ampliar oportunidades de pesquisa. Esteve presente no 8th International Symposium of Immunobiologicals, organizado pela Fiocruz no Rio de Janeiro, no 53rd Annual Meeting of SBBq, em Águas de Lindóia, e, junto com Marcos Alborghetti, participou da 76ª Reunião Anual da SBPC, realizada na Universidade Federal do Pará, em Belém.

Além disso, na primeira quinzena de dezembro, uma comitiva composta por Juliana Oliveira, Celisa Tonoli, Daniel Trindade, Adriana Paes Leme, Juliana Felix e a Diretora do LNBio, Maria Augusta Arruda, visitou o National Physical Laboratory (NPL), em Teddington, Reino Unido. O objetivo da visita foi conhecer as instalações, metodologias e pesquisadores do NPL, promovendo um contato mais próximo entre os cientistas. Essa interação foi fundamental para identificar sinergias e explorar oportunidades concretas de parceria.

## 6.4. Orientação e Supervisão

O LNBio dedica-se continuamente à formação de pesquisadores e jovens cientistas, promovendo o desenvolvimento acadêmico e profissional. Esse compromisso inclui o credenciamento de seus pesquisadores como orientadores em programas de pós-graduação de instituições de ensino e pesquisa, fortalecendo a integração entre o laboratório e a formação de novos talentos.

Atualmente, a equipe de pesquisadores está orientando estudantes e profissionais em diversas etapas de sua formação acadêmica e científica. As orientações incluem alunos de Iniciação Científica, estudantes da Ilum Escola de Ciência, mestrandos, doutorandos e pós-doutorandos. Dentro deste contexto, destaca-se o compromisso contínuo dos pesquisadores com a formação e desenvolvimento de novos talentos na área científica.

Das teses defendidas podemos destacar as alunas de doutorado Lais D. Coimbra e Ana Carolina de Carvalho, orientadas pelo pesquisador Rafael Elias.

Na área de Engenharia de Tecidos destacamos as defesas de doutorado de Nathalia de Carvalho Indolfo, que apresentou o trabalho intitulado "Desenvolvimento de novas abordagens metodológicas com aplicação de sistemas microfisiológicos e toxicogenômica para avaliação de desfechos toxicológicos em cosméticos" na Unicamp em 26 de janeiro de 2024, e de Melissa Dibbern Ganzerla, que defendeu sua pesquisa sobre "Ensaio de absorção oral e tópica in vitro de BPA e BPS usando cultura de células 3D e sistemas microfluídicos para predição de toxicidade e carcinogenicidade" na Unicamp em 27 de fevereiro de 2024, ambas orientadas pela pesquisadora Ana Carolina Figueira.

## 6.5. Outros eventos

A pesquisadora líder da Divisão de Facilities e Serviços Juliana Ferreira de Oliveira participou como membro integrante da banca de doutorado de Irene Layane de Sousa, que defendeu a tese intitulada "Adenosina Quinase como novo alvo terapêutico para tratamento de transtornos do espectro autista", realizada na Unicamp (Programa de Pós-Graduação em Fisiopatologia Médica), em 27 de maio de 2024.

A pesquisadora Ana Carolina Figueira esteve presente na XXIII Reunião dos Laboratórios Associados à Rede Nacional de Métodos Alternativos (RENAMA), de 15 a 18 de maio,

representando o LNBio como Laboratório Central. Além disso, participou de workshops importantes, como o realizado em colaboração entre o CNPEM, FIOCRUZ e Instituto de Biologia Molecular do Paraná (IBMP), nos dias 11 e 12 de março, e o Workshop OOC em 30 de agosto. Ana Carolina também contribuiu para a divulgação de suas pesquisas, participando do podcast da Revista Pesquisa FAPESP, em 17 de fevereiro de 2024<sup>51</sup>; e foi entrevistada pela Folha de São Paulo<sup>52</sup>, em fevereiro, sobre alternativas para testes de cosméticos sem o uso de animais, e sua pesquisa foi destaque em reportagens como o Modelo de Pele Completa na Revista FAPESP, em novembro, e no Modelo de Pele de 3 Camadas, exibido pela Rede Record no mesmo mês. Essas participações demonstram o impacto de seu trabalho nas áreas de biotecnologia, engenharia de tecidos e alternativas para testes toxicológicos.

## 7. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas

### 7.1. Ampliações e melhorias estruturais de laboratórios do LNBio

Adequações civis, elétricas e de HVAC (*Heating, ventilation and air conditioning*) foram realizadas em diversas áreas do LNBio, com o objetivo de viabilizar o início da operação de um novo laboratório, ampliar laboratórios existentes e otimizar o espaço de armazenamento compartilhado (Figura 253). Uma das áreas laboratoriais foi reestruturada para receber o novo Laboratório de Ômicas Avançadas (LOA), que conta com um conjunto de equipamentos de ponta dedicados à caracterização celular e preparo de amostras de células únicas para experimentos de ômicas. Entre os equipamentos instalados, destacam-se os sistemas com capacidade de realizar preparações e análises de células únicas, como o FACSDiscover S8 e o CellenONE® (Figura 253A). O FACSDiscover S8 é um citômetro de fluxo espectral Cell Sorter com 78 parâmetros de fluorescência e imageamento capaz de realizar a caracterização celular morfológica e espacial detalhada em tempo real. Além disso, seu sistema automatizado permite a manipulação, a seleção e dispensação precisa de células individuais.

O CellenONE® foi adquirido no Programa de Equipamentos Multiusuários da Fapesp (EMU), Processo Número 2022/11476-5, intitulado “Aquisição de plataforma para análise proteômica de células únicas. Esse equipamento realiza manipulação de células individuais e preparação de amostras, sendo ideal para *workflows* de biologia celular, genômica e proteômica. Suas principais funções incluem: isolamento de células únicas ou partículas biológicas, dispensação precisa em placas de múltiplos poços ou outros suportes, preparação de amostras para análises de célula única. As proteínas podem ser extraídas e digeridas enzimaticamente (por exemplo, usando tripsina) diretamente na placa, otimizando o preparo para análise proteômica por espectrometria de massas. Com o objetivo de operar no mesmo fluxo de trabalho que o CellenONE®, o LNBio adquiriu o espectrômetro de massas Orbitrap Astral, equipamento de última geração que, devido à sua alta resolução, sensibilidade e precisão permite a análise proteômica de amostras com pouco material, como as células únicas. O CellenONE também foi adquirido com recursos FAPESP na modalidade EMU, processo Processo Número 2022/11476-5.

---

<sup>51</sup> <https://revistapesquisa.fapesp.br/impressao-3d-de-tecidos-humanos/>

<sup>52</sup> <https://www1.folha.uol.com.br/ciencia/2024/02/pele-figado-e-intestinos-artificiais-viram-alternativa-para-teste-de-cosmeticos-em-animais.shtml> - entrevista folha de São Paulo

Para a instalação deste equipamento, obras civis, elétricas e de HVAC permitiram a ampliação do laboratório de proteômica (Figura 253B). No escopo do mesmo projeto, destaca-se também a instalação do Cromatógrafo Líquido Vanquish Neo UHPLC System, duas workstations para processamento de dados, aquisição do software para análises Spectronaut e implementação da plataforma Ardia, para gerenciamento de dados além de 03 bolsas de treinamento técnico nível V.



Figura 253. Ampliações e adequações laboratoriais. A) Laboratório de Ômicas Avançadas, B) Laboratório de Espectrometria de Massas, C) Laboratório de Gestão de Compostos e D) área de armazenamento.

No caso do Laboratório de Gestão de Compostos (LGC), a mudança para uma nova área reformada possibilitou sua expansão e recebimento de novos equipamentos, como a estação automatizada de pipetagem JANUS G3 e o freezer automatizado Verso Q20. Esses equipamentos, em conjunto com outros já existentes no LGC, são empregados no preparo e armazenamento de bibliotecas de compostos sintéticos ou derivados da biodiversidade brasileira, atendendo as campanhas para descoberta de fármacos (Figura 253C). Por fim, uma nova área de armazenagem foi implementada (Figura 253D), com uma área de 80m<sup>2</sup>, este espaço é equipado com armários deslizantes e atende às demandas das diversas *facilities* e grupos de pesquisa do LNBio.

## Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano)

---

### 1. Programa de Usuários Externos

#### 1.1. Laboratório de Espalhamento de Raios X e Espectroscopia (EE)

O Laboratório de Espalhamento de Raios X e Espectroscopia (EE) possui a técnica de espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS) e é aberta a usuários externos, com a possibilidade de atuar com dois equipamentos: o modelo K-Alpha da Thermo Scientific, um equipamento versátil que pode analisar até nove amostras na mesma sessão, e o XPS/UPS, da SPECS. A técnica de espectroscopia de fotoelétrons excitados por ultravioleta (UPS) foi comissionada no ano de 2024 e estará aberta para submissão de propostas a partir de 2025. Ela aumenta a capacidade da instalação para a realização de análises da função trabalho e estrutura das bandas de valência próximas a Energia de Fermi dos materiais. Trata-se de informações importantes sobre a estrutura eletrônica da matéria que, aliada aos resultados de XPS que revelam a composição química e o ambiente químico dos elementos, ajudarão a comunidade científica na elucidação de problemas importantes em áreas estratégicas como energia, materiais quânticos, saúde e meio ambiente.

Com relação a nova técnica comissionada, destaca-se a publicação do Grupo de Recursos Energéticos e Nanomateriais (GREEN Group) do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Amazonas, em Manaus. O grupo explorou a técnica de XPS para entender a superfície de catalisadores de óxidos de molibdênio utilizados em reações de esterificação do ácido oleico para produção de oleato de metila, um éster de ácido graxo com potencial aplicação como biodiesel<sup>53</sup>.

#### 1.1. Laboratório de Microscopia de Força Atômica (AFM)

A instalação aberta de Microscopia de Força Atômica (AFM) disponibiliza cinco diferentes plataformas experimentais de microscópios de varredura por sonda equipadas com um amplo leque de aplicações relacionados às áreas de física, química, biologia e engenharias. Além da execução dos projetos de pesquisas, este laboratório atua no treinamento de nível básico ao nível avançado de usuários, colaborando na divulgação e disseminação das técnicas de microscopia de varredura por sonda no cenário nacional. Com o objetivo de atualizar e ampliar os recursos instrumentais do laboratório, destaca-se a aquisição em 2024 de um novo microscópio de força atômica, modelo *DriveAFM*, do fabricante suíço Nanosurf. As novas tecnologias deste instrumento propiciam experimentos com grande resolução espacial em menores tempos de varredura, além de possibilitar análises de amostras com dimensões maiores.

#### 1.2. Laboratório de Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)

O Laboratório de Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM) atendeu em 2024 três propostas de longa duração ou BAG (*Block Allocation Group*), nova modalidade extraordinária do

---

<sup>53</sup> MEDEIROS LEÃO, G. S. et al. The Synergic Effect of h-MoO<sub>3</sub>, α-MoO<sub>3</sub>, and β-MoO<sub>3</sub> Phase Mixture as a Solid Catalyst to Obtain Methyl Oleate. *ACS Applied Materials & Interfaces*, v. 16, n. 44, p. 60103–60121, 6 nov. 2024.

atendimento de usuários externos da instalação. As propostas BAG visam atender diferentes grupos de pesquisa nacionais, que participam sinergicamente de projetos científicos de grande porte, como projetos temáticos, CEPID, CPE, CPA, INCT etc., e que possuam alta demanda por microscopia eletrônica. As propostas desta modalidade terão uma validade de dois anos, sendo obrigatória a demonstração de resultados obtidos no final do primeiro ano para a renovação para o segundo ano. A capacitação especializada de recursos humanos é também um dos focos principais dessa modalidade, pois permitirá aos usuários realizarem seus próprios experimentos de forma segura em horários noturnos e finais de semana, sem o acompanhamento da equipe da microscopia eletrônica do CNPEM.

A equipe de microscopia eletrônica de transmissão do CNPEM também proporcionou todo o apoio técnico e científico e a facilidade instrumental para ajudar os pesquisadores brasileiros e de fora do Brasil a resolverem vários problemas científicos que exigiam a observação de fenômenos dinâmicos que acontecem com os materiais submetidos às condições mais próximas das suas finalidades, como elevadas temperaturas ou em ambientes líquidos, em tempo real e em escala nanométrica. Técnicas avançadas como *in situ* de aquecimento e de célula líquida foram aplicadas para registrar mudanças morfológicas e estruturais (ver Figura 254, Figura 255 e Figura 256), assim como nucleação e crescimento de cristais em sínteses em fases aquosas (ver Figura 257). A execução dessas técnicas potencializa a correlação mais precisa entre a estrutura cristalográfica dos materiais e suas aplicações, assim como abrir novos campos de pesquisa e realizar avanços científicos significativos.

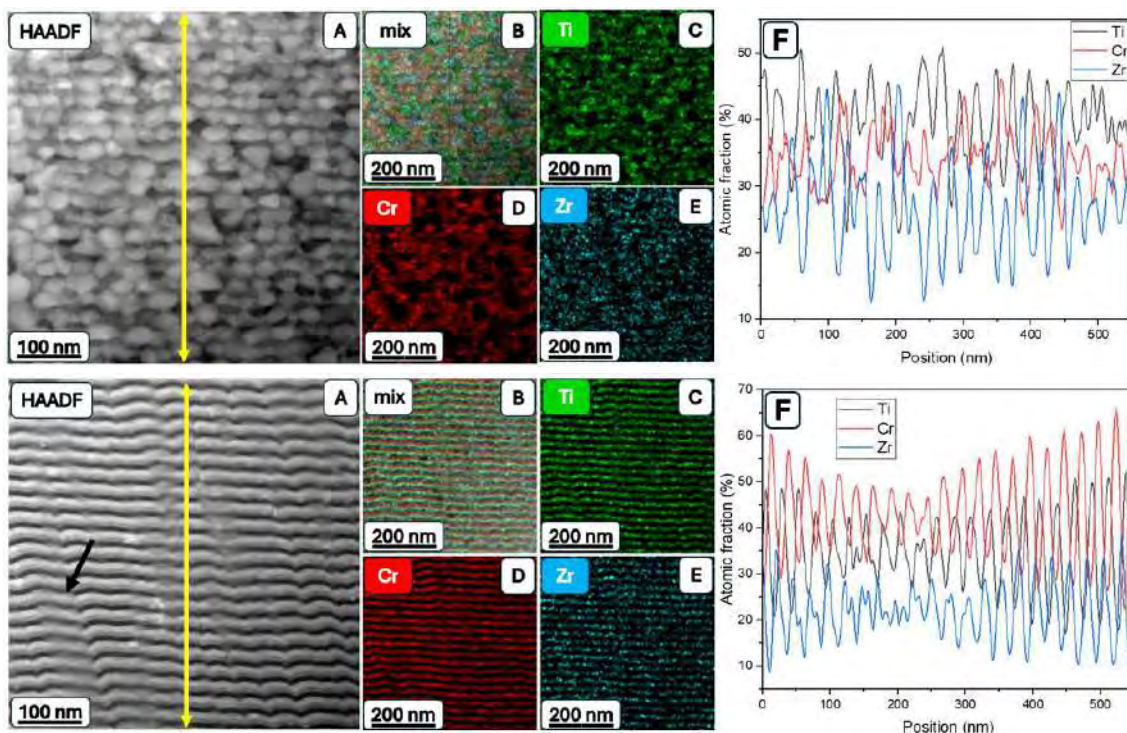


Figura 254: Imagens de um revestimento de multicamadas nanocristalinas de TiCrZr, como depositado, a temperatura ambiente (painel de cima) e a 1100 °C (painel de baixo). Os mapeamentos dos elementos Ti (na cor verde), Cr (na cor vermelha) e Zr (na cor ciano) e os seus correspondentes perfis de intensidade mostram a distribuição elemental de acordo com a temperatura. Imagens reproduzidas com a permissão do proponente Prof. Dr. Haroldo Cavalcante Pinto, da Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo.



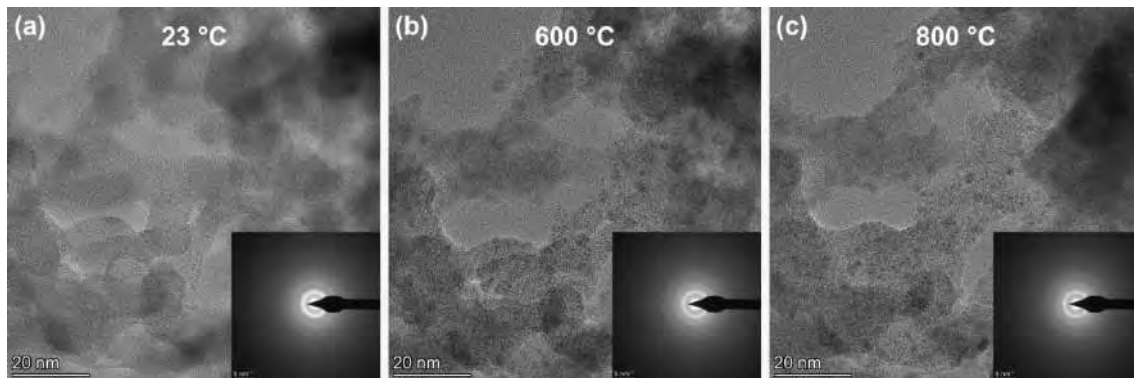


Figura 255: Observação por microscopia eletrônica de transmissão *in situ* do fenômeno de cristalização de  $\text{La}_2(\text{WO}_4)_3$ , utilizando porta-amostras de aquecimento, desde a temperatura ambiente (a), a 600 °C durante 120 min (b) e, posteriormente, mantida a 800 °C durante 30 min (c). Os insets correspondem a padrões de difração das amostras nas respectivas temperaturas, demonstrando a ocorrência da cristalização. Imagens reproduzidas com a permissão da proponente Profa. Dra. Içamira Costa Nogueira, da Universidade Federal do Amazonas.

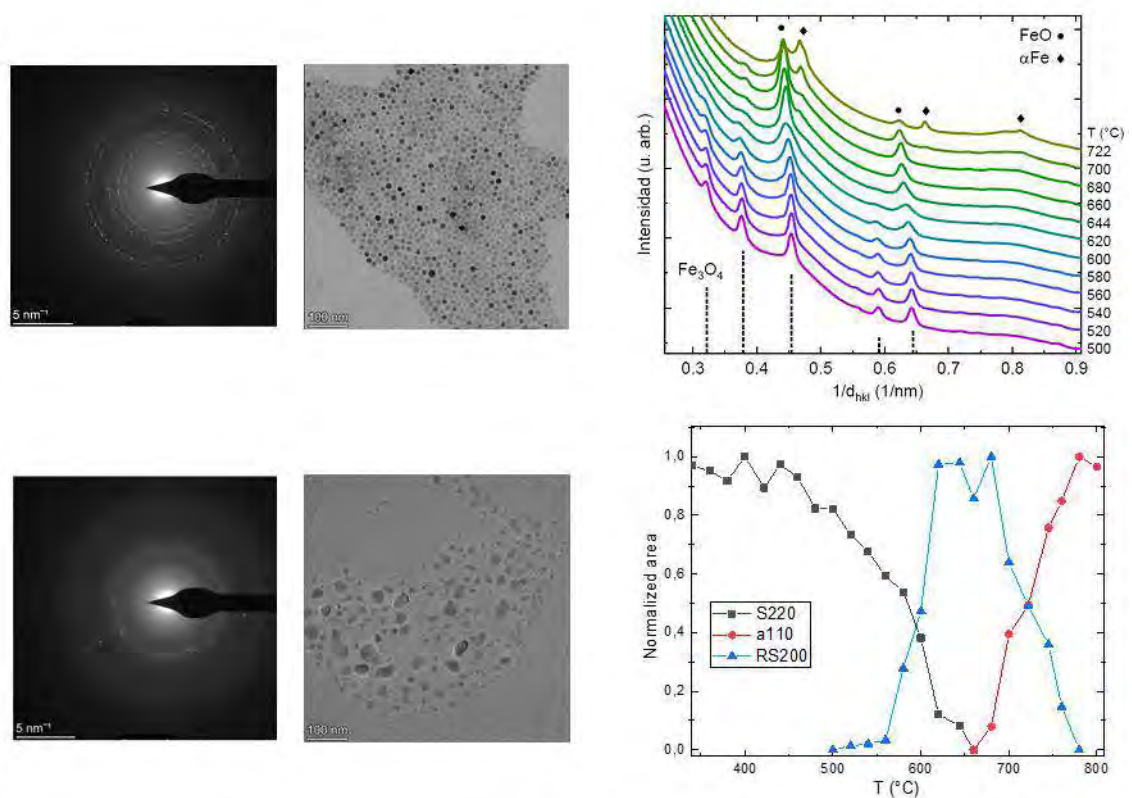


Figura 256: Padrões de difração de elétrons de área selecionada e imagens de microscopia eletrônica de transmissão de nanopartículas de  $\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  durante experimentos *in situ* adquiridas em temperatura ambiente (painel superior) e em 800 °C (painel inferior). Painel superior direito: padrões de difração integrados radialmente adquiridos em intervalos de 20 °C refletem as reações de redução de espinelho para sal-gema (FeO) e bcc-metal ( $\alpha\text{Fe}$ ). Painel inferior direito: área integrada normalizada para os anéis de difração selecionados (S = espinelho, RS = sal-gema, a = bcc-Fe) como uma função da temperatura evidencia a formação de FeO a 600 °C e  $\alpha\text{Fe}$  acima de 700 °C. A coalescência das partículas é observada

apenas na formação de Fe metálico. Imagens reproduzidas com a permissão do proponente Prof. Dr. Gabriel Lavorato, do Instituto de Investigaciones Fisicoquímicas Teóricas y Aplicadas, CONICET-Universidad de la Plata, Argentina.

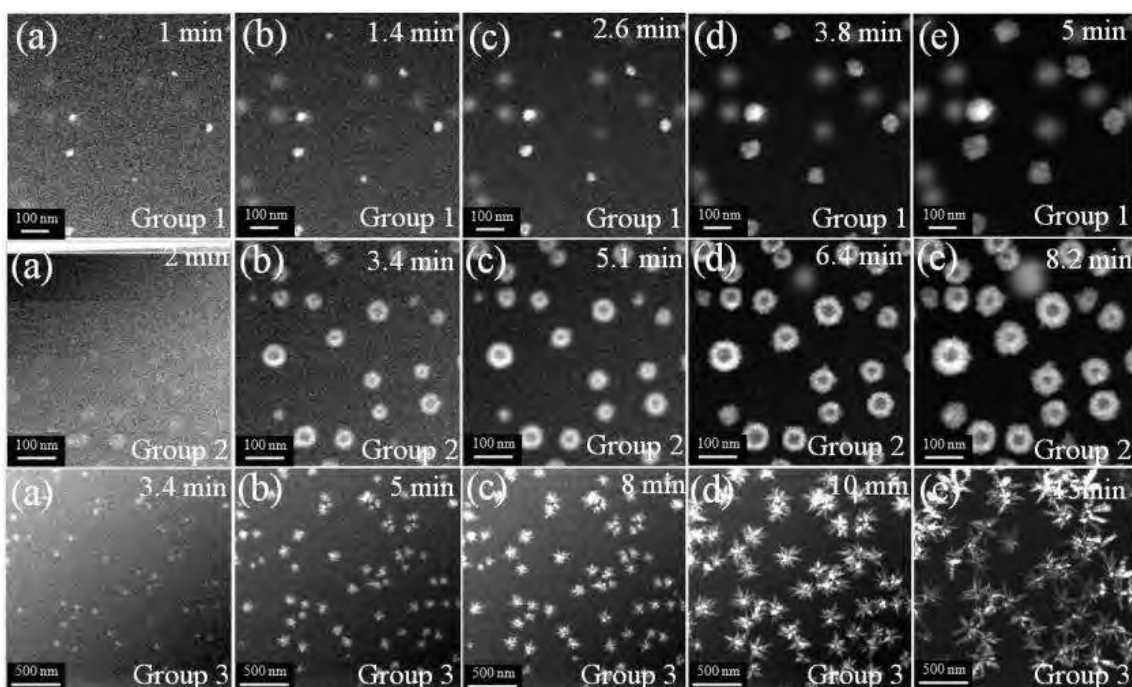
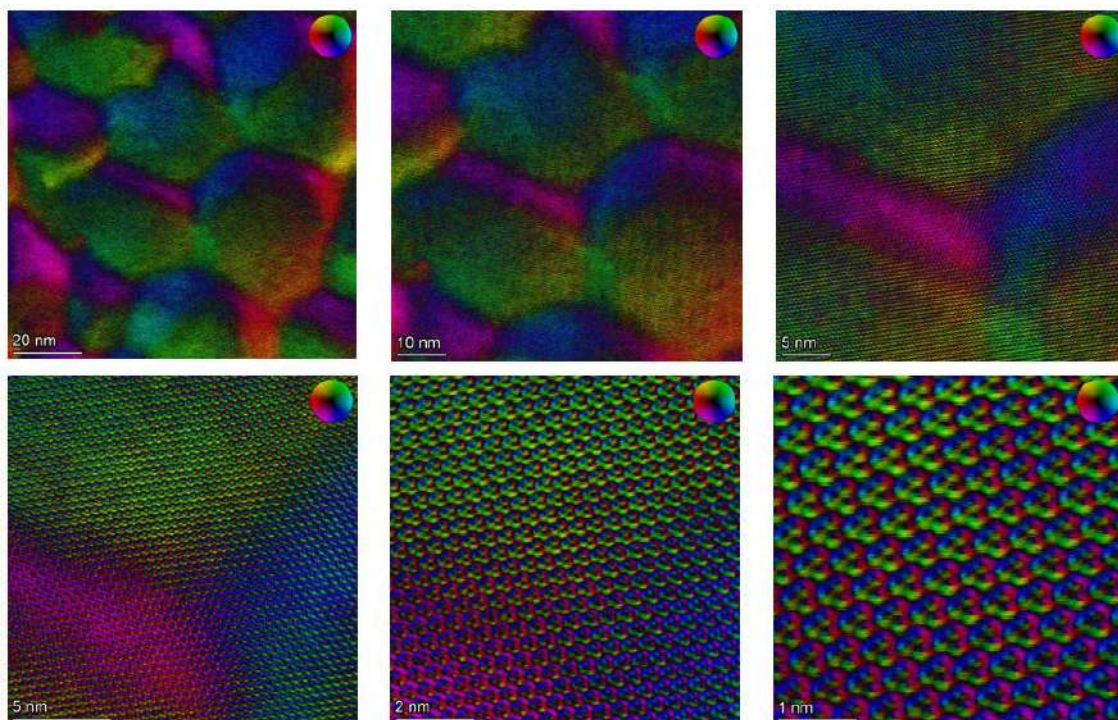


Figura 257: Imagens representativas da cinética de cristalização de três grupos diferentes de carbonatos de cálcio observadas usando uma célula líquida no microscópio eletrônico de transmissão Titan Cubed Themis. Imagens reproduzidas com a permissão da proponente Dra. Noemi Raquel Checca Huaman, do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas.

Resultados de ponta foram também obtidos por técnicas de imageamento pois revelaram os domínios magnéticos intrínsecos em amostras de Telúrio monocristalinas. O painel superior da Figura 258 mostra esses domínios magnéticos em diferentes magnificações, onde a direção e magnitude do campo são indicadas pelas cores e suas intensidades respectivamente. O painel inferior mostra os campos magnéticos de cada uma das colunas atômicas de telúrio.



*Figura 258: Mapeamento de domínios magnéticos intrínsecos em uma amostra monocristalina de Telúrio. Imagens reproduzidas com a permissão do proponente Prof. Dr. Marcello Barbosa da Silva Neto, do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio de Janeiro.*

### 1.3. Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura e Duplo Feixe (SEM)

As instalações do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura e Duplo feixe (SEM) fornece aos usuários externos uma infraestrutura composta por microscópios eletrônicos de varredura com canhão FEG (Field Emission Gun) e microscópios de duplo feixe com amplas capacidades analíticas.

Entre as diversas propostas de pesquisa de usuários externos que foram executadas ao longo do ano, destaca-se o projeto de pesquisadores da Universidade de São Paulo (USP). Neste trabalho, os pesquisadores realizaram a caracterização de diversos minerais presentes em fósseis de insetos para compreender os mecanismos de incorporação destes elementos e sua relação com a matéria orgânica preservada. A execução deste projeto demandou o desenvolvimento de metodologias apropriadas ao preparo de amostras fósseis para análise cristalográfica por EBSD (*Electron Backscattered Diffraction*), além de mapeamentos químicos da superfície do material por EDS (*Energy Dispersive X Ray Spectroscopy*) de maneira a definir regiões de potencial interesse para extração e preparo de lamelas ultrafinas por FIB (*Focused Ion Beam*). Estas lamelas foram então analisadas para aquisição de imagens de alta resolução, caracterização química por EDS e caracterização cristalográfica por TKD (*Transmission Kikuchi Diffraction*). A complexidade das diversas técnicas utilizadas em conjunto permitiu o aprimoramento de algumas metodologias do laboratório para o preparo e caracterização de amostras sensíveis. As análises foram realizadas nos microscópios de duplo feixe Thermo Fisher Helios NanoLab 660 e Thermo

Fisher SCIOS 2, e os resultados obtidos se encontram em processo de submissão em importantes periódicos científicos da área.

Outro projeto de usuário externo que teve destaque no uso das instalações de microscopia de varredura devido à complexidade das análises realizadas, foi o trabalho dos pesquisadores da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Neste projeto, os pesquisadores realizaram diversas caracterizações cristalográficas por EBSD em ligas eutéticas de alta entropia para estudar processos de solidificação direcional nesse material. Os resultados encontram-se publicados no *Journal of Materials Research and Technology*<sup>54</sup>.

#### 1.4. Laboratório de Crescimento *in situ* (LCIS)

Abertas em 2021, as instalações do Laboratório de Crescimento In Situ (LCIS) têm disponibilizado ferramentas de última geração para o crescimento e deposição de filmes finos e heteroestruturas, possibilitando avanços em estudos científicos de ponta.

No ano de 2024, o LCIS executou diversos projetos de pesquisa internos e externos. Entre os trabalhos realizados, destacam-se os projetos focados no crescimento de filmes finos de materiais supercondutores (como cupratos do tipo YBaCuO e ligas metálicas como Ni/Bi), manganitas multiferróicas, camadas de sacrifício, e ligas de Heusler magnéticas. Essas iniciativas não apenas ampliaram as capacidades técnicas do laboratório, como também atenderam às demandas de usuários internos e externos do CNPEM.

Alguns resultados notáveis também incluem crescimento de filmes de cupratos supercondutores para estudos de ondas de densidade de carga (CDW), em colaboração com o LNLS; projetos de litografia e estudos de eletromigração realizados em parceria com a UFSCar; o crescimento de manganitas magnéticas capazes de estabilizar fases cristalográficas específicas por meio de strain epitaxial; e o desenvolvimento de camadas de sacrifício para aplicações avançadas, em colaboração com a UNICAMP.

Além das atividades relacionadas ao crescimento de filmes, o ano de 2024 foi marcado pelo comissionamento do microscópio de varredura por tunelamento (STM), que passou a operar em temperatura ambiente e em condições de ultra-alto vácuo, acoplado ao túnel de transferência do laboratório. Os esforços concentraram-se na preparação de superfícies de materiais metálicos, na identificação e mitigação de ruídos elétricos e mecânicos que poderiam comprometer a aquisição de imagens, e na deposição e imageamento de moléculas de ftalocianina sobre substratos metálicos.

#### 1.5. Laboratório de Fotoeletroquímica (FEQ)

O Laboratório de Fotoeletroquímica (FEQ) foi aberto aos usuários externos em 2024, após o período de comissionamento, passando a receber propostas para o uso contínuo das instalações. As propostas dos usuários são avaliadas quanto à viabilidade de execução, levando em conta as competências técnicas da equipe e equipamentos disponíveis. Uma vez aprovadas, as propostas são agendadas e executadas conforme solicitado, com a presença do usuário ou, quando necessário, por meio do envio de amostras e acompanhamento remoto do procedimento. Entre

---

<sup>54</sup> CAMPO, K. N. et al. Directional solidification of the Al<sub>0.8</sub>CrFeNi<sub>2.2</sub> eutectic high-entropy alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 30, p. 8874–8881, 1 maio 2024.

as técnicas disponibilizadas, destacam-se a eletroquímica e a fotoeletroquímica acoplada ao analisador de gases, que permite quantificar os gases formados, especialmente hidrogênio e oxigênio, durante testes de estabilidade de longa duração. Outra técnica importante é a espectroscopia de impedância eletroquímica sob iluminação pulsada (IMPS), que pode ser realizada tanto em ambientes iluminados por simuladores solares quanto no escuro. Uma parte relevante do atendimento da FEQ foi auxiliar usuários nas demandas de respostas a artigos científicos, com destaque aos dois trabalhos publicados pelo grupo da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN)<sup>55</sup>.

### 1.6. Laboratório de Microfabricação e Microfluídica (LMF)

As instalações abertas do Laboratório de Microfabricação e Microfluídica (LMF) disponibilizam um conjunto de equipamentos e plataformas que permitem aos usuários fabricarem dispositivos para diversas aplicações, desde biologia até as engenharias. A instalação atua na execução de projetos de pesquisas e na formação de recursos humanos, treinando dezenas de novos usuários em técnicas de fabricação todos os anos.

Visando ampliar as capacidades instrumentais da instalação, em 2024 foi colocada à disposição dos usuários uma nova fotoalinhadora (SUSS MJB4), adquirida com recursos do programa SisNANO capaz de trabalhar com lâminas de até 4 polegadas e com linhas de até 1 micron. Também foi incorporado ao acervo do laboratório uma nova impressora 3D a base de resina (Profluidics 285), capaz de imprimir moldes e fabricar canais com dimensões da ordem de 100 micra. Ressalta-se que o número de propostas de usuários externos submetidas continua a aumentar, demonstrando a importância desta instalação para a comunidade nacional.

### 1.7. Laboratório de Nanofabricação (NFB)

O Laboratório de Nanofabricação (NFB) se dedica ao desenvolvimento de nanodispositivos. Suas instalações são abertas e oferecem uma infraestrutura avançada de salas-limpas (100 m<sup>2</sup>) com ambientes classes ISO 6 e ISO 7 dedicadas a processos de litografia por feixe de elétrons, *ion milling*, capelas para deposição de resinas, e instrumentação para metrologia e controle de qualidade dos processos. Os projetos desenvolvidos na NFB variam desde processos simples de limpeza e corte de substratos, deposição de uma ou mais camadas de elementos metálicos ou dielétricos, fabricação de estruturas simples como exemplo eletrodos interdigitados até estruturas mais complexas envolvendo mais de uma etapa de litografia, como a fabricação de transistores, barras Hall e estruturas tipo mesa para caracterização de materiais semicondutores.

A demanda por projetos de usuários externos envolvendo as técnicas de fotolitografia, *etching* e deposição de filmes finos destaca a diversidade de aplicações e a relevância da instalação. Um pesquisador UFSCar empregou 80 horas para desenvolver estruturas tipo barra Hall em filmes finos de YBCO depositados por *Pulsed Laser Deposition*, com otimização de fotolitografia e calibração de *ion beam milling*. A Figura 259a ilustra imagem de microscópio ótico das estruturas tipo barra Hall fabricadas em filme fino de YBCO depositado sob substrato de SrTiO<sub>3</sub> através da

---

<sup>55</sup> DO ROSÁRIO, L. O. et al. Direct Z-scheme SrMoO<sub>4</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> heterostructure with enhanced photocatalytic activity for decontamination in wastewater: UV and solar irradiation approach. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, v. 449, p. 115402, 1 abr. 2024.

técnica de deposição via laser pulsado. Resultados preliminares compartilhados pelos usuários comparam a mudança da temperatura de transição para o estado supercondutor do material antes e após a fabricação das estruturas, devido à efeitos de dimensionalidade. Em outra proposta executada na instalação NFB, um pesquisador da UFRGS dedicou cerca de 80 horas à fabricação de contatos elétricos para estruturas TLM em *flakes* de MoS<sub>2</sub> crescidos por CVD, exigindo alinhamento avançado em estruturas de  $\sim 250 \mu\text{m}^2$ . Os resultados encontram-se ilustrados na Figura 259b, que apresenta estruturas tipo TLM para caracterização elétrica da resistividade de *flakes* individuais de MoS<sub>2</sub> crescidos via CVD em substratos de Si/SiO<sub>2</sub>. Um exemplo de sucesso no uso das instalações também foi a proposta desenvolvida pela usuária externa Silvia Nista (CCS-Nano), que realizou a deposição de filmes metálicos para nanoestruturas tipo antenas, utilizando litografia por sonda térmica, com resultados publicados em setembro de 2024 na revista *Nanomanufacturing*<sup>56</sup>. A Figura 259c reproduz imagens de AFM das estruturas fabricadas com auxílio da deposição de filmes finos metálicos depositados enquanto a litografia foi realizada nos laboratórios de usuários externos utilizando o processo de sonda térmica.

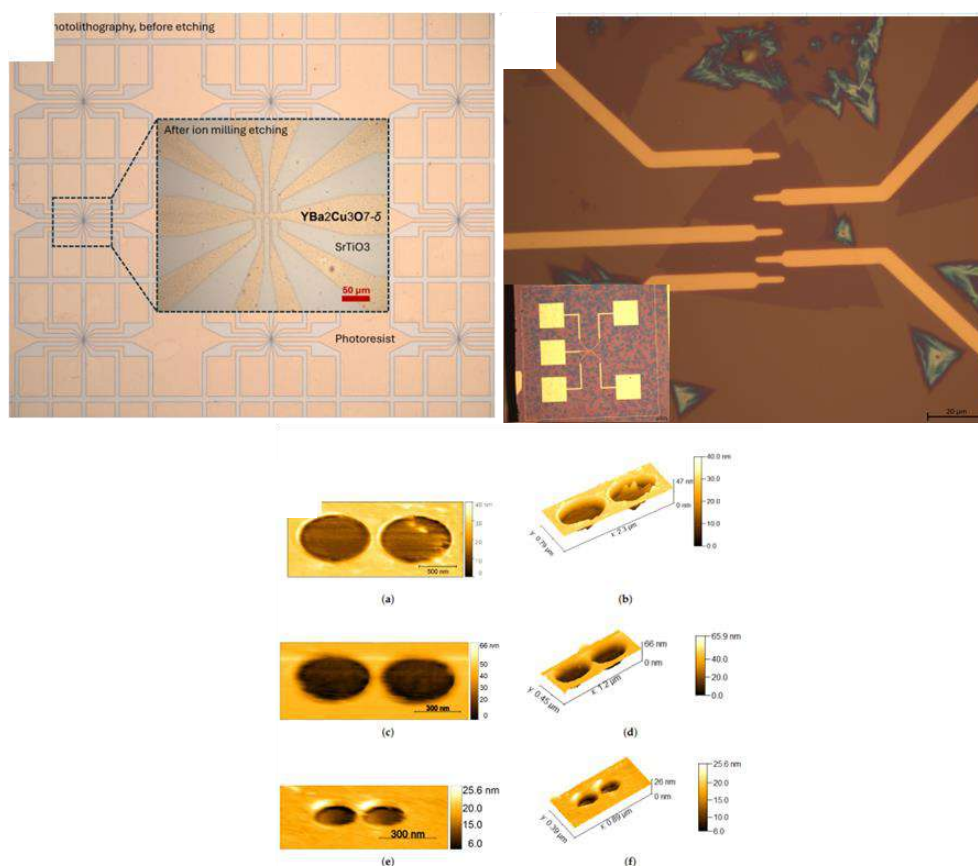


Figura 259: a) estruturas tipo barra Hall fabricadas sob filme finos de YBCO depositados via deposição de laser pulsado sobre substratos de SrTiO<sub>3</sub>; b) contatos elétricos fabricados via fotolitografia sobre flakes individuais de MoS<sub>2</sub> crescidos via CVD em substratos

<sup>56</sup> PELLEGRINI, P. E. S.; NISTA, S. V. G.; MOSHKALEV, S. Assembly and Bilayer Liftoff of Periodic Nanostructures with Sub-20 nm Resolution Using Thermal Scanning Probe Lithography. *Nanomanufacturing*, v. 4, n. 3, p. 173–186, set. 2024.

Outra técnica disponibilizada a usuários externos no Laboratório de Nanofabricação e com destaque é a litografia por feixe de elétrons. As propostas de usuários envolvendo essa técnica são desafiadoras e em geral demandam algum tipo de desenvolvimento e otimização dos processos de litografia para se obter as estruturas nas dimensões desejadas. Para isso, as atividades de desenvolvimento, otimização ou adaptação de processos são realizadas com contribuição majoritária da equipe da NFB, que possuem a experiência e o conhecimento avançado dos equipamentos e processos envolvidos, dando suporte a experiência dos usuários externos. Paralelamente ao atendimento presencial, as discussões e técnicas apresentadas aos usuários contribuem para sua capacitação, promovendo maior autonomia e produtividade.

O Laboratório de Nanofabricação também oferece à comunidade externa técnicas de *Electron Beam Lithography* (EBL), contribuindo para o desenvolvimento de dispositivos de alta tecnologia. Durante o ano de 2024, destacaram-se atendimentos envolvendo EBL, como a fabricação de dispositivos SERS (*Surface Enhanced Raman Spectroscopy*) sobre substratos de silício, utilizando Cr/Au como camadas metálicas, em uma colaboração liderada por um pesquisador da UFMG, que utilizou 60 horas da instalação. A Figura 260a mostra uma imagem de microscopia eletrônica de estruturas para SERS com arranjos periódicos fabricados por EBL e deposição de Cr/Au, após iterações para otimização dos parâmetros de litografia. Outro exemplo é projeto de um pesquisador da UNICAMP utilizou 180 horas da instalação para a microfabricação de dispositivos fotônicos em filmes finos de niobato de lítio ( $\text{LiNbO}_3$ ), voltados para aplicações em informação quântica. A Figura 260b apresenta uma imagem de microscópio óptico mostrando guias de ondas e ressonadores fabricados, destacando o desafio de refinar o alinhamento local durante a litografia para evitar descontinuidades nas estruturas de longa extensão. O próximo passo será otimizar os parâmetros de *etching* com ICP/RIE utilizando gás argônio, visando aprimorar a resposta fotônica dos dispositivos. Como último destaque, um pesquisador da UNICAMP desenvolveu regiões ativas de nanofios de silício tensionados mecanicamente para estudos de piezoresistência gigante, utilizando 60 horas do laboratório. A Figura 260c ilustra uma imagem MEV após a nanofabricação de nanofios de Si utilizando técnicas de EBL e *etching* de Si usando plasma de gás SF<sub>6</sub> e Argônio, onde foram necessárias calibrações da etapa de litografia e adaptações da receita de *etching*. Esses projetos exemplificam o impacto das técnicas de litografia disponíveis nas instalações da NFB, que têm atendido a demandas contínuas de desenvolvimento em diversas áreas da ciência e tecnologia.

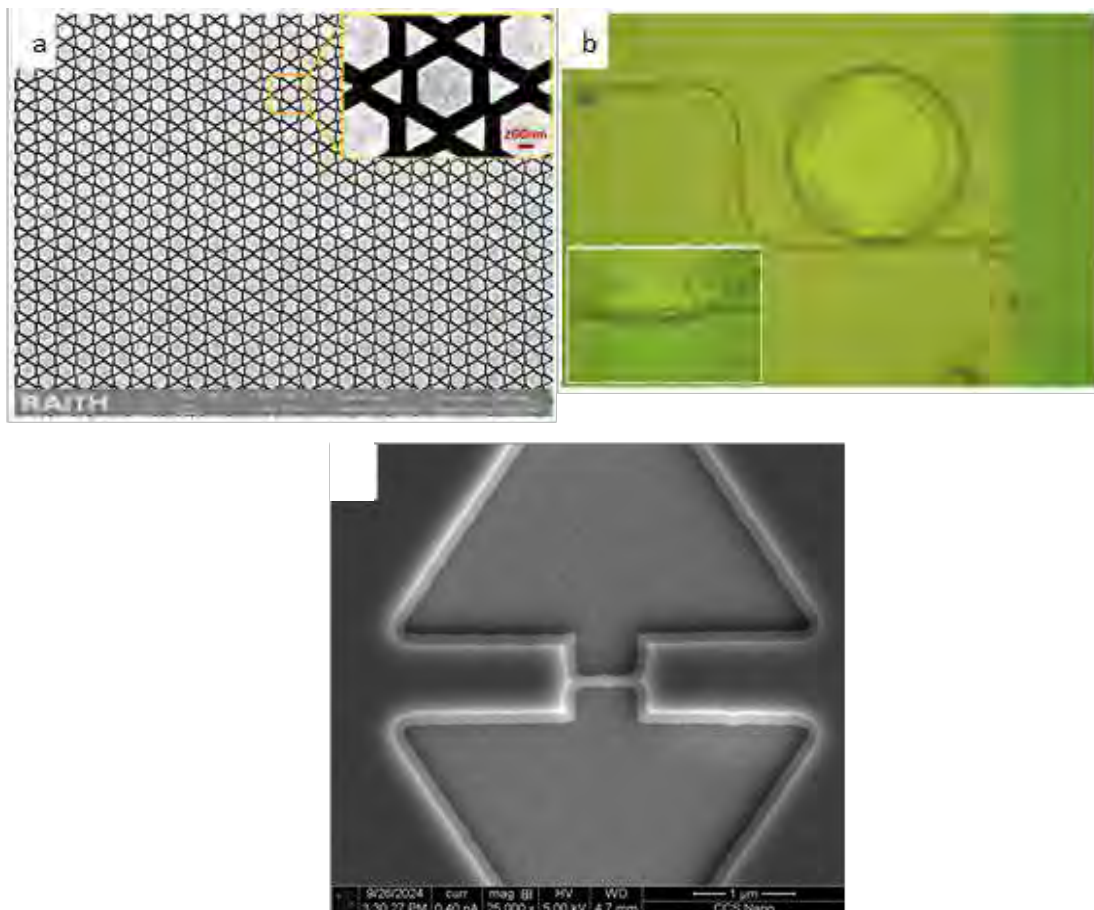


Figura 260: a) Nanoestruturas para aplicações em SERS, fabricadas sobre Silício utilizando litografia por feixe de elétrons e deposição de filmes finos metálicos; b) imagem de microscópio ótico de guias de onda e ressonadores fabricados em filmes de  $\text{LiNbO}_3$  através de litografia por feixe de elétrons e plasma etching usando Argônio; c) imagem MEV de nanofios de Si utilizando litografia por feixe de elétrons e etching de Si usando plasma de gás  $\text{SF}_6$  e Argônio.

### 1.1.1. Filmes Finos e Medidas Elétricas (FFME)

Dentro do Laboratório de Nanofabricação, a instalação de Filmes Finos e Medidas Elétricas (FFME) foca na produção de filmes finos, sua integração em dispositivos funcionais e caracterização elétrica. A infraestrutura disponível conta uma sala limpa ( $100 \text{ m}^2$ ) com sistemas de deposição de filmes finos por vapor físico (PVD) via *e-beam*, deposição de óxidos por ALD (*atomic layer deposition*), sistema de *etching* por íons reativos (RIE), e processos de fotolitografia. Também dispõe de técnicas como *dipcoating*, *spincoating*, *inkjet printing* e epitaxia por feixe molecular (MBE) para crescimento de compostos III-V e heteroestruturas. Para a caracterização elétrica, conta com um PPMS (*Physical Parameter Measurement System*) Dynacool (1.8 K – 400K), refrigerador de diluição (até 50 mK), campos magnéticos de até 14 T, *probe stations* criogênicas e *cryogen-free*, analisadores de semicondutores, potenciostatos, osciloscópios e amplificadores *lock-in*.

No ano de 2024, o FFME atuou no atendimento multiusuário com o atendimento de propostas. Diferentes tipos de amostras foram caracterizados por meio das técnicas de transporte eletrônico e calorimetria. Em especial, a execução de medições de resistência longitudinal e transversal (efeito Hall), e capacidade térmica em função da temperatura e do campo magnético incidente. Por meio do equipamento PPMS, é possível alcançar temperaturas tão baixas quanto



50 mK e campos magnéticos de até 14 T. Dentre as medições destacam-se as curvas apresentadas na de usuários internos e externos ao CNPEM. Os principais usuários atendidos em 2024 foram grupos de pesquisas vindos da USP, UNICAMP, UFABC e University of San Diego (EUA).

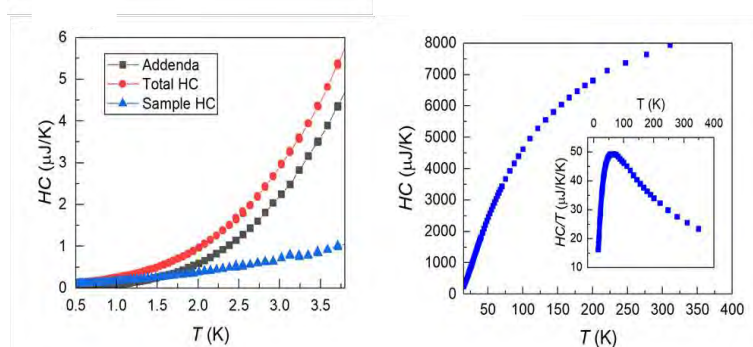


Figura 261: Medições de caracterizações elétricas e térmicas: (a) Capacidade térmica em função da temperatura medido em amostras de Ge dopadas com terras raras (UFABC). (b) Medição de calor específico em cristais de BaBiO<sub>3</sub> no qual pode-se observar uma transição de fase estrutural (USP).

## 1.8. Laboratório de Nanotoxicologia e Nanosseguurança (NN)

O Laboratório de Nanotoxicologia e Nanosseguurança (NN) desenvolve e emprega métodos alternativos ao uso de animais em experimentação científica - Princípio 3Rs (*Replacement, Reduction e Refinement*), oferecendo facilidades e apoio técnico-científico para o estudo integrado dos efeitos de nanomateriais sobre sistemas biológicos e ambiente, visando uma avaliação proativa da toxicidade/biocompatibilidade e riscos envolvidos durante o desenvolvimento destes materiais, incluindo seus derivados funcionalizados, subprodutos e resíduos (ciclo de vida).

Um dos destaques dos trabalhos realizados em 2024 foi o estudo conduzido pelo grupo de um pesquisador da UNIFESP, o qual publicado no periódico *Langmuir*<sup>57</sup>. Neste estudo, foi demonstrado o uso bem-sucedido de um derivado zwitteriônico comercial, prontamente disponível e biocompatível da glutathione (GSH), o éster monoetílico da glutathione (GSHzwt), na preparação de AuNPs coloidais de 5 nm. NPs inorgânicos dentro desta faixa de tamanho recentemente ganharam maior atenção em nanomedicina e tratamento de câncer devido aos seus comportamentos fisiológicos e funções biológicas exclusivas, incluindo depuração renal eficiente, penetração tumoral mais profunda e distribuição tumoral mais uniforme. Aqui, mostramos que esses novos AuNPs revestidos com GSHzwt exibem alta resistência contra agregação e adsorção de proteínas em meios biológicos. Além disso, por meio de uma série de

<sup>57</sup> GUIDO, V. S. et al. Stealth and Biocompatible Gold Nanoparticles through Surface Coating with a Zwitterionic Derivative of Glutathione. *Langmuir*, v. 40, n. 23, p. 12167–12178, 11 jun. 2024.

testes de biocompatibilidade, foi verificada sua compatibilidade sanguínea significativa e propriedades não citotóxicas.

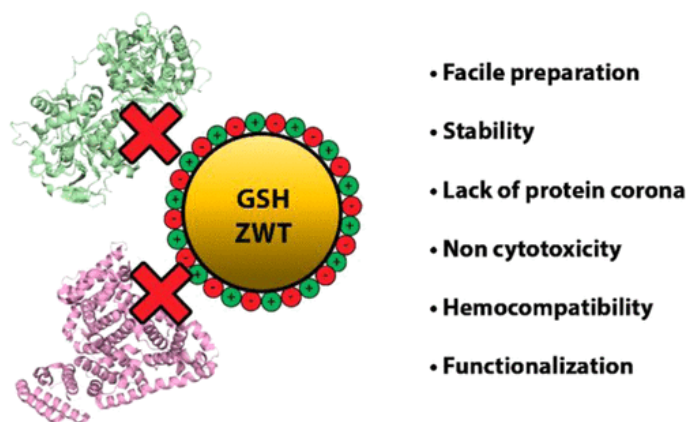


Figura 262: Nanopartículas de ouro biocompatíveis por meio de revestimento de superfície com um derivado zwitteriônico de glutatona

### 1.9. Laboratório de Criomicroscopia Eletrônica (CME)

A instalação aberta de Criomicroscopia realizou o atendimento de propostas de usuários de diferentes regiões do Brasil e de outros países, como Argentina, Chile e Cuba, todas na área de ciências da natureza. Como destaque para o ano de 2024, além das propostas nas modalidades regular e de acesso rápido (*fast-track*), foi o primeiro ano de operação para propostas de Grupo de Alocação em Bloco (*BAG – Block Allocation Group*), cuja chamada ocorreu no ano de 2023. Esta modalidade de uso é voltada para grupos de pesquisadores que trabalham em temas comuns de uma determinada área de pesquisa, e que necessitam de análises contínuas utilizando as instalações da Criomicroscopia Eletrônica. Neste ano, dentro dos projetos BAG, pesquisadores representantes de cada um dos grupos receberam treinamentos desde a preparação de amostras, por crio ou contrastação negativa, acesso da qualidade das amostras e até a coleta de dados nos crio microscópios, tornando-se capazes de produzir amostras de qualidade, que resultaram em diversas coletas de alta resolução.

Dentre os esforços de capacitação de usuários, além dos treinamentos oferecidos como parte do uso das instalações abertas, foram também oferecidos treinamentos em outras modalidades: *Job Shadowing*, *Short term visit* e *On-site training*. *Shadowing* é oferecido para que um membro de outra instalação aberta venha ser treinado na instalação aberta do LNNano, seguindo a rotina dos especialistas de criomicroscopia. *Short term visit* é oferecido para que usuários permaneçam por alguns dias ou semanas no laboratório para acompanhamento no preparo de amostras, treinamento, colaborações etc. *On-site training* visa atender a instalações abertas que tenham infraestrutura de entrada em microscopia eletrônica ou criomicroscopia eletrônica, e necessitem de capacitação para preparo de amostras e uso de microscópios eletrônicos. Nesse treinamento, a capacitação é feita nas instalações solicitantes, por especialistas do LNNano, capacitando-os a produzir análises preliminares de amostras de seus usuários.

A instalação aberta busca também incorporar novas técnicas na sua rotina de criomicroscopia eletrônica, para permitir o avanço de novos projetos de pesquisa. Atualmente, encontra-se em implementação a técnica de criotomografia eletrônica (*Cryo Electron Tomography - Cryo-ET*), com alguns trabalhos sendo desenvolvidos para comissionamento nessa área.

O Laboratório de Criomicroscopia Eletrônica também se destaca através de sua inserção em projetos e colaborações internacionais. Atualmente, participa de dois projetos apoiados pela Chan Zuckerberg Initiative (USA), sendo um desenvolvido integralmente no LNNano e outro ligado ao Centro de Biología Estructural del Mercosur (CEBEM). Além disso, também faz parte do projeto FAPESP/EU-LAC (2022/05088-2) Interest Group - "Ampliando o impacto de infraestruturas de pesquisa com uma perspectiva global: um modelo de centros regionais", com foco na criação/consolidação de Polos Regionais, especialmente nos países da América Latina e Caribe, com impacto na área de Saúde.



**Figura 263:** Equipe da criomicroscopia eletrônica do CNPEM em treinamentos durante o ano de 2024. A) especialista no CENABio, UFRJ-RJ; B) pesquisadora no CENABio, UFRJ-RJ; C) especialista no CNB-CSIC, Madrid, Espanha; D) analista no Centro de Microscopia da UFMG, Belo Horizonte-MG; E) treinamento teórico em ambientes de alta contenção biológica no laboratório de treinamento do CNPEM; F) equipes da criomicroscopia eletrônica e biossegurança após treinamento em ambientes de alta contenção biológica no laboratório de treinamento do CNPEM, membros da criomicroscopia com paramentação NB-4; G) equipe da criomicroscopia eletrônica do CNPEM com paramentação NB-3 para treinamento no laboratório de treinamento do CNPEM.

Na perspectiva de formação de recursos humanos especializados, em 2024 foi contratado um analista de desenvolvimento tecnológico para a área de biologia celular, com foco na ultracriomicrotomia e preparo de amostras para estudo de tecidos e dinâmicas celulares. Além disso, para viabilizar o comissionamento das técnicas a serem desenvolvidas no Orion, a equipe de criomicroscopia eletrônica do LNNano participou de diversos treinamentos e capacitações ao longo do ano (Figura 263). Com o objetivo de desenvolver a técnica de *focused ion beam* (FIB): uma especialista participou de um *job scheduling* no Centro Nacional de Bioimagens da UFRJ (CENABio-UFRJ) com financiamento CEBEM (Centro de Biologia Molecular do Mercosul) e; uma especialista – como parte de um projeto FAPESP/EU-LAC, participou de um *job scheduling* no Centro Nacional de Biotecnología (CNB-CSIC), Madri, Espanha. Além disso, houve a participação – no CENABio – de uma especialista e uma pesquisadora em um treinamento de biologia estrutural *in situ* financiado pela FAPESP; a participação em um treinamento em processamento de dados, com financiamento FAPESP/EU-LAC no CNB-CSIC em Madrid; a participação de um analista em um treinamento em *high-pressure freezing*, *plunge freezing* e *freeze substitution* no Centro de Microscopia da UFMG (Orion) e; a participação de um analista e uma especialista em um *workshop* de criotécnicas no Centro de Microscopia da UFMG (CZI). Diante do cenário de planejamento do projeto Orion, diversos dos treinamentos mencionados acima tem suma importância para capacitar a equipe de criomicroscopia e viabilizar o comissionamento de técnicas que serão empregadas futuramente no Orion, em particular técnicas de biologia estrutural em *in situ*.

## 2. Programas Estratégicos em Pesquisa e Desenvolvimento

### 2.1. Programa de P&D em Saúde

#### 2.1.1. Subprograma Diagnóstico

Os avanços obtidos no ano de 2024 no Subprograma Diagnóstico seguem as diretrizes do Programa de P&D em Saúde do CNPEM, que visa desenvolver dispositivos capazes de gerar análises clínicas rápidas e acuradas no ponto de necessidade (*point-of-care*, POC). Trata-se de plataformas que devem ser portáteis, simples e rápidas, além de gerar sensibilidade e especificidade altas (acurácia clínica) e ter compatibilidade de produção em larga escala, de maneira a permitir a sua utilização em massa pelo sistema de saúde e a população. As análises POC possibilitam a descentralização e a simplificação de toda a cadeia de diagnósticos clínicos, diminuindo tempos e custos e, assim, beneficiando o poder público em sua tarefa de endereçar ações estratégicas para a saúde. Os avanços obtidos ao longo de 2024 seguem discutidos abaixo.

#### Chips eletroquímicos ultradensos: uma nova plataforma para diagnósticos clínicos POC

A equipe do CNPEM desenvolveu em 2024 um novo tipo de dispositivo que visou satisfazer três requisitos, a dizer: (i) aplicabilidade na prática clínica a um custo reduzido; (ii) capacidade de testagem e; (iii) a acurácia clínica elevadas. Métodos analíticos com alta capacidade de testagem não apenas contribuem apenas para a testagem em massa, mas são também uma solução para aumentar a acurácia clínica e permitir a análise de doenças coexistentes, pois podem ser empregados para detectar múltiplos biomarcadores em um curto intervalo de tempo. Em relação aos sistemas com alta sensibilidade, eles contribuem para aumentar a acurácia clínica (redução de falsos positivos e negativos) uma vez que passam a permitir uma maior diluição das

amostras biológicas. Com isso, os riscos de passivação (contaminação) dos eletrodos e reatividade cruzada são reduzidos devido à diluição dos interferentes presentes nos fluidos.

Em linhas gerais, este dispositivo permitiu o desenvolvimento de sensores eletroquímicos escalonáveis, reprodutíveis, de resolução elevada e de baixo custo. Adicionalmente, ele pôde ser acoplado com a microfluídica e se mostrou uma solução atrativa para gerar capacidade de testagem e sensibilidade elevadas de maneira simples, rápida e escalonável. Vale destacar que a microfluídica reduz o consumo de reagentes, tem compatibilidade de automação e possibilita uma manipulação controlada dos fluidos (da ordem de  $\mu\text{L}$  a  $\text{pL}$ ), levando a uma capacidade de testagem e reprodutibilidade ainda maiores por inibir erros manuais e variações nas condições experimentais. Os resultados dos desenvolvimentos foram publicados, sendo destacados em capas nos seus respectivos volumes (Figura 264). Ademais, um pedido de patente relacionado à sua fabricação foi depositado junto ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI)<sup>58</sup>. A seguir, apresentam-se os principais resultados alcançados com esse novo tipo de dispositivo.

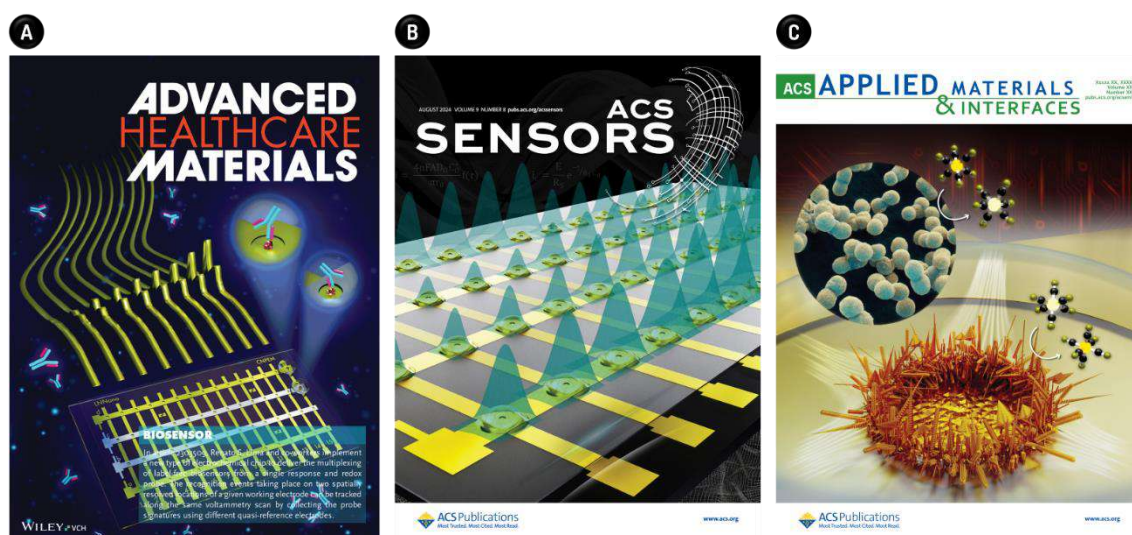


Figura 264: Capas referentes aos artigos publicados nas revistas (A) *Advanced Healthcare Materials*; (B) *ACS Sensors*; e (C) *ACS Applied Materials & Interfaces*.

### Dispositivo

Visando satisfazer os três requisitos supracitados, quais sejam, (i) aplicabilidade na prática clínica a um custo baixo, e (ii) capacidade de testagem e (iii) acurácia altas, foi desenvolvido um novo tipo de dispositivo eletroquímico cuja fabricação é baseada em técnicas tradicionais de micro e nanofabricação (fotolitografia e deposição de filmes finos) e engenharia de filmes finos verticais. Esse método possibilita a construção de sensores eletroquímicos escalonáveis, reprodutíveis, de resolução alta, rápidos e de baixo custo uma vez que ele gera *chips* totalmente integrados (não requerem eletrodos externos) e com uma alta densidade de sensores verticais (33 a 870 em uma

<sup>58</sup> LIMA, RENATO S.; GOBBI, A. L. ; Maria H. O. Piazzetta ; COSTA, JULIANA N. Y. ; PIMENTEL, GABRIEL J. C. Dispositivo eletroquímico, Processo de produção de Dispositivo eletroquímico e Método de detecção eletroquímica de compostos. 2023, Brasil. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR1020230139299. Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 12/07/2023.

lâmina de vidro de 75 × 35 mm) de dois eletrodos enquanto ainda mantendo um baixo número de linhas condutoras e de *pads* (Figura 265).

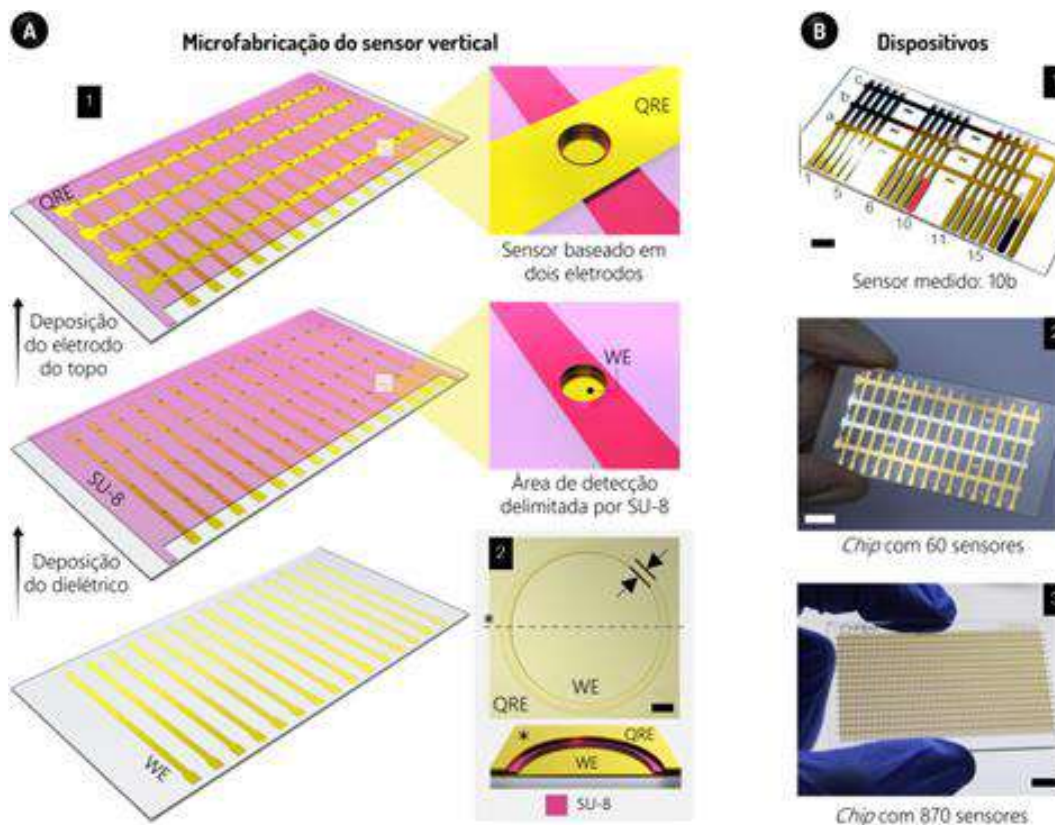


Figura 265: Fabricação do chip. (A) Esquemas das etapas de fabricação e do sensor (1). Em (2), são mostradas uma imagem de estereoscopia e uma ilustração 3D da seção transversal de um sensor, com as retas paralelas indicando a região do SU-8. Barra de dimensão: 80  $\mu\text{m}$  (2). (B) Fotos do MEC com 45 (1), 60 (2) e 870 (3) sensores. Os WEs e QREs são identificados por números (1-15) e letras (a-c), respectivamente (1). Em (1), é mostrada uma gota sobre o sensor 10b, com os seus eletrodos destacados por círculos em vermelho (WE) e preto (QRE). Barras de dimensão: 10 mm.

Os eletrodos de trabalho (WE) e quase-referência (QRE) são dispostos em forma de malha (ver Figura 265), sendo separados verticalmente entre si por uma camada de SU-8 (4  $\mu\text{m}$ ) que também define as áreas de detecção dos WEs (800  $\mu\text{m}$ ). Na prática, cada intersecção entre os *fingers* dessa estrutura em malha forma um sensor. O baixo número de linhas condutoras e *pads* de contato dos *chips* eletroquímicos em malha (MEC, *meshed electrochemical chips*) resultou na possibilidade de integrar vários sensores em um único dispositivo compacto em função de uma maior área disponível para a fabricação dos sensores e da baixa capacitância parasita formada. Assim, o MEC combina (1) resolução e (2) reprodutibilidade altas com (3) custo reduzido devido à grande quantidade de sensores por área; o custo unitário foi estimado em R\$2,90 para 60 sensores por *wafer* de vidro. Além disso, o dispositivo proporciona outras três vantagens: (4) é compatível com o uso da microfluídica devido ao seu tamanho compacto; (5) é uma alternativa promissora para aumentar a capacidade de testagem, o que se deve ao seu *design* único e também ao número de sensores alto que ele integra; e (6) oferece uma solução simples, rápida e escalonável para aumentar a sensibilidade de biossensores eletroquímicos via eletrodeposição de microeletrodos nanoestruturados (NMEs, *nanostructured microelectrodes*) de Au sobre microeletrodos de trabalho de recesso, conforme discutido a seguir.

### Aumentando a capacidade de testagem

Para aumentar a capacidade de testagem, o design único do MEC permitiu implementar, de maneira inédita, análises multiplexadas a partir de uma única resposta em biossensores *label-free*. Os eventos de biorreconhecimento sobre duas regiões espacialmente separadas de um mesmo WE puderam ser monitorados ao longo de uma mesma medida de voltametria de onda quadrada (SWV, *square wave voltammetry*) de uma única sonda, que foi o par  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$  mediante o uso de QREs constituídos de diferentes materiais, Au e Ag/AgCl, e conectados eletricamente. Assim, os eventos de ligação biorreceptor/alvo puderam ser eletroquimicamente monitorados em potenciais distintos ao longo do voltamograma, quais sejam, 0 (Au) e +0,2 V (Ag/AgCl como QRE). Um mérito desse sistema é a possibilidade de usar um potenciostato portátil de um único canal. Ademais, o isolamento espacial proporcionado por essa estratégia permite a modificação individual dos WEs e evita interferências entre as sondas redox, o que representa uma vantagem sobre as estratégias *multiplex* de resposta única existentes (não resolvidas espacialmente). Empregando um peptídeo como elemento de reconhecimento para a detecção de anticorpos IgG da COVID-19, o MEC foi capaz de garantir a triagem multiplexada de amostras de soro em saudáveis e com a COVID-19. Como fruto deste trabalho, foi publicado um artigo científico na revista *Advanced Healthcare Materials*<sup>59</sup> (ver Figura 264a).

Utilizando o método de análise multiplexada a partir de uma única resposta, foram obtidos LDs de 8,0 (Au como QRE) e 83,1 ng mL<sup>-1</sup> (Ag/AgCl como QRE) para a determinação de IgG da COVID-19. Foi também possível duplicar a capacidade de testagem e alcançar 100% de acurácia para a triagem de 18 amostras reais de soro em 2 grupos, quais sejam, saudáveis e com a COVID-19 (Figura 266). Uma outra estratégia desenvolvida para o aumento da capacidade de testagem foi baseada em três fatores: (i) o emprego do MEC para acomodar simultaneamente diversas amostras; (ii) baixo tempo de detecção de modo a gerar análises individuais rápidas; e (iii) a realização de análises em série de modo prático e sem *cross-talk* (interferência entre sensores). Tais análises rápidas em série foram obtidas pelos métodos de transdução SWV e amperometria. Os resultados alcançados neste trabalho foram publicados recentemente na revista *ACS Sensors*<sup>60</sup> (ver Figura 264b).

Atualmente, os *chips* ultradensos têm sido usados para detectar biomarcadores da infecção gerada pelo vírus da dengue (VDEN) e dos cânceres de cabeça e pescoço. Usando WEs de filmes de Au (800 μm) modificados com um anticorpo para o reconhecimento de proteínas, o limite de detecção (LD) foi igual a 1,6 ng mL<sup>-1</sup> (cânceres de cabeça e pescoço). Nesses casos, a combinação das estratégias de análise multiplexada a partir de uma única resposta e análises em série é promissora visando um aumento real da capacidade de testagem. Enquanto análises em batelada vêm sendo realizadas pela adição de gotas sobre os sensores, um sistema microfluídico vem sendo empregado a partir da selagem reversível do MEC com um substrato de polidimetilsiloxano (PDMS), que contém canais para o bombeamento de fluidos.

---

<sup>59</sup> COSTA, J. N. Y. et al. Single-Response Duplexing of Electrochemical Label-Free Biosensor from the Same Tag. *Advanced Healthcare Materials*, v. 13, n. 11, p. e2303509, abr. 2024.

<sup>60</sup> AYRES, L. B. et al. Ultradense Array of On-Chip Sensors for High-Throughput Electrochemical Analyses. *ACS Sensors*, v. 9, n. 8, p. 4089–4097, 23 ago. 2024.

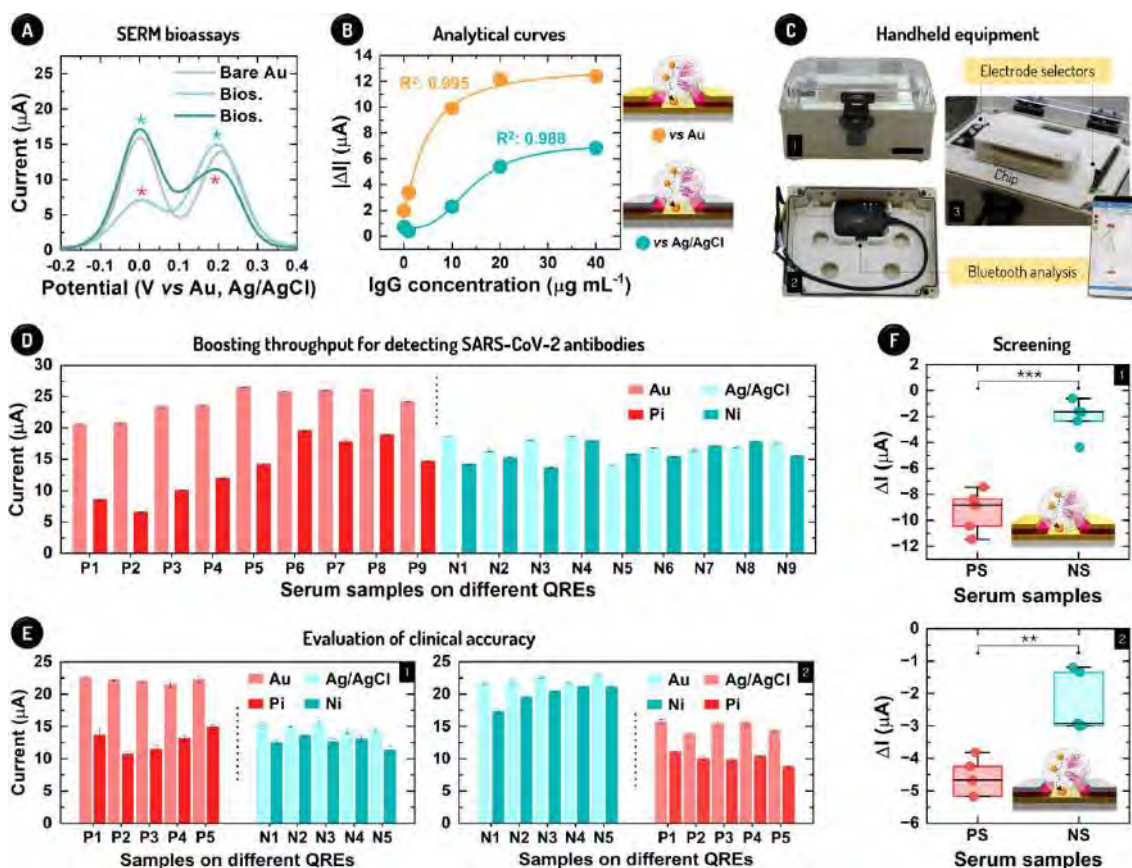


Figura 266: Bioensaios multiplexados para a detecção de IgG da COVID-19 e triagem de amostras de soro. (A) Teste de especificidade para a análise simultânea usando QREs de Au e Ag/AgCl de amostras de IgG ( $10,0 \mu\text{g mL}^{-1}$ ) positiva e negativa. Foi avaliada a variação de corrente ( $\Delta I$ ) de ambos os sensores para amostras negativas (NS; asteriscos vermelhos) e positivas (PS; asteriscos verdes). (B) Sinais para padrões de IgG utilizando QREs de Au e Ag/AgCl com fittings da isoterma de Langmuir. (C) Protótipo para análises eletroquímicas (1), integrando um potenciostato portátil comercial (2) e seletores manuais dos sensores do chip (3). (D) Correntes para WEs lisos em relação aos dois QREs (Au e Ag/AgCl) e após incubação em soros positivos (Pi; em relação a Au QRE) e negativos (Ni; em relação a Ag/AgCl QRE). (E) Correntes para WEs lisos (em relação a Au e Ag/AgCl) e após exposição a amostras Pi e Ni em experimentos independentes, ou seja, Pi em Au QRE e Ni em Ag/AgCl QRE (1) e a situação oposta (2). (F) Valores de  $\Delta I$  resultantes para PS e NS usando QREs de Au (1) e Ag/AgCl (2).

### Microeletrodos nanoestruturados para aumento da sensibilidade

Visando o desenvolvimento de biossensores eletroquímicos ultrasensíveis, NMEs de Au foram eletrodepositados sobre os WEs. NMEs livres de nanoporos foram eletrodepositados a partir de microaberturas (diâmetro de  $45 \mu\text{m}$ ) em SU-8 sobre os WEs de recesso (baseados em filmes finos de Au) no MEC. Esses NMEs exibiram microagulhas nanoestruturadas na superfície do WE, enquanto estruturas pontiagudas e interconectadas em forma de coroa foram formadas ao redor do topo da cavidade em SU-8. Os resultados obtidos neste trabalho foram publicados recentemente na revista *ACS Applied Materials & Interfaces*<sup>61</sup> (ver Figura 264c).

<sup>61</sup> PIMENTEL, G. J. C. et al. Ultradense Electrochemical Chips with Arrays of Nanostructured Microelectrodes to Enable Sensitive Diffusion-Limited Bioassays. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 27 mar. 2024.



Os NMEs se mostraram reprodutíveis, com desvio padrão relativo de 7% após uma simples normalização da corrente de pico de SWV (resposta analítica para o par redox  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$ ) pela carga de redução obtida ao final do processo de eletrodeposição. Essas estruturas forneceram uma sensibilidade para a sonda  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$  5,5× superior àquela gerada por eletrodos lisos (Figura 267), enquanto ainda resultaram em uma propriedade anti-passivação moderada após incubação em plasma humano não diluído. Após a exposição a plasma por 30 e 90 min, os NMEs foram capazes de manter 64 e 60%, respectivamente, do valor de pico de corrente de SWV para 2,0 mmol L<sup>-1</sup> de  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$ . Em comparação com os NMEs, os WEs não modificados sofreram uma forte biopassivação, mantendo apenas 40 e 32% do valor de pico após 30 e 90 min de incubação, respectivamente. Atualmente, esses NMEs vêm sendo aplicados para a detecção ultrasensível de uma proteína indicadora de H1N1. Um LD de 1,4 fg mL<sup>-1</sup> foi obtido, o menor obtido até então, para o nosso conhecimento. Esse resultado confirma a capacidade das NMEs em aumentar efetivamente a sensibilidade de biossensores eletroquímicos *label-free*.

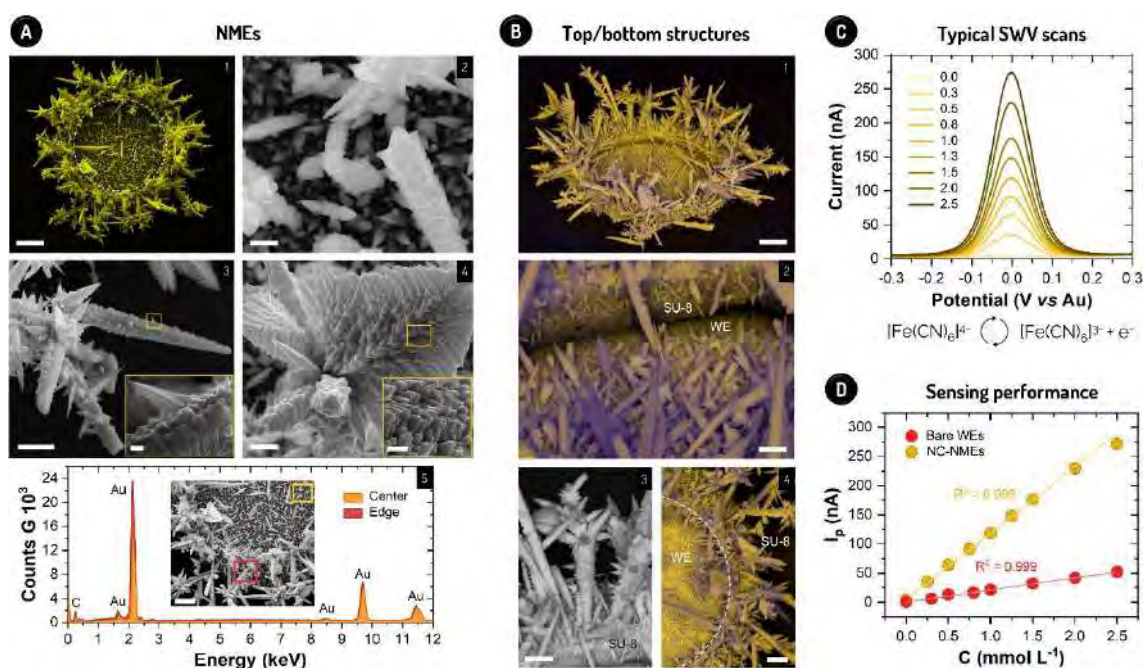


Figura 267: Morfologia dos NMEs e desempenho analítico para determinação de  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$ . (A) Imagens de MEV de todo o microeletrodo (1), agulhas sobre o WE (2) e na borda da cavidade (3), e estrutura similar à folha nessa borda (4), bem como dados de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) do Au depositado sobre o centro do WE e na borda da cavidade de SU-8 (5). O círculo branco pontilhado em (1) separa o WE do SU-8. Barras de escala: 20  $\mu\text{m}$  (1), 500 nm (2–4), 300 nm (3 e 4, insets) e 5  $\mu\text{m}$  (5, inset). (B) Imagens de MEV de todo o microeletrodo (1) e regiões de interface entre WE e SU-8 (2–4) com inclinação de 65°. Imagens sobrepostas de elétrons secundários e retroespalhados são exibidas (1, 2 e 4). Barras de escala: 20  $\mu\text{m}$  (1), 500 nm (2 e 3) e 10  $\mu\text{m}$  (4). (C) Sinais de SWV para diferentes concentrações (mmol L<sup>-1</sup>) da sonda  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$  usando NMEs. As reações redox envolvendo a sonda são ilustradas. (D) Curvas analíticas ( $n = 4$ ) para determinação da sonda redox sem (Bare WEs) e com NMEs (NC-NMEs).

### Chips ultradensos para testes *in vitro* da susceptibilidade de células a quimioterápicos

O MEC também foi empregado em testes *in vitro* de susceptibilidade de células tumorais 2D objetivando acelerar o desenvolvimento de novos quimioterápicos. A fase pré-clínica é crítica para o sucesso do desenvolvimento de medicamentos, levando de 5 a 7 anos e durante a qual a

viabilidade de culturas de células (número de células viáveis) é determinada para predição da eficácia *in vivo* dos fármacos. Nesses testes de susceptibilidade, os métodos de determinação da viabilidade costumam ser laboriosos, demorados e invasivos, não sendo, assim, capazes de gerar análises farmacocinéticas (em tempo real) e com alta capacidade de testagem. Por outro lado, embora os dispositivos eletroquímicos sejam uma alternativa promissora para análises contínuas por não serem invasivos, gerar esses testes de susceptibilidade com (1) alta capacidade de testagem, (2) simplicidade e (3) acurácia (para a quantificação da viabilidade celular) é ainda um desafio. Logo, foi proposto o acoplamento do MEC com microfluídica e *machine learning* (ML) para garantir testes de susceptibilidade a quimioterápicos com tais atributos, sejam a partir de medidas finais ou em tempo real o que irá possibilitar testes farmacocinéticos. Ademais, visa-se evitar a necessidade de calibrar os sensores para novas determinações da viabilidade celular e de um outro parâmetro farmacológico relevante, a meia concentração letal do fármaco ( $LC_{50}$ ; Figura 268A). Em 2024, os primeiros resultados obtidos nessa área de pesquisa foram publicados na revista *ACS Sensors*<sup>62</sup>, com o artigo destacado na capa (Figura 268B).

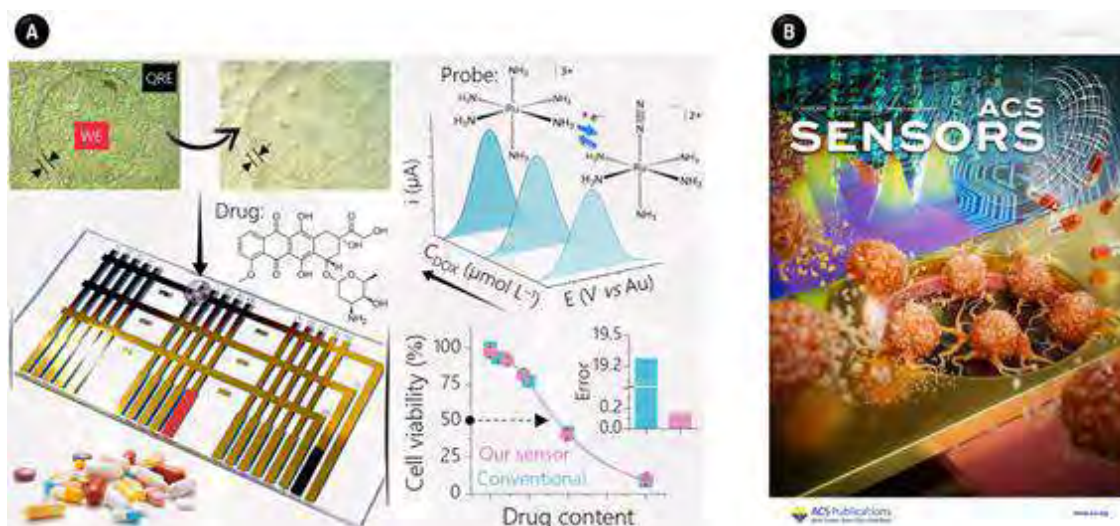


Figura 268: Uso dos nossos chips para análises *in vitro* da susceptibilidade de células 2D a quimioterápicos. (A) Imagem esquemática que ilustra o trabalho. (B) Capa destacando o artigo publicado na revista *ACS Sensors*.

Em virtude do seu tamanho compacto, o *chip* é compatível com o uso da microfluídica, algo que reduz o consumo de reagentes e eleva a reprodutibilidade, dentre outros méritos. Neste projeto, *chips* microfluídicos vêm sendo obtidos via selagem reversível com canais em PDMS. Os dispositivos têm 9 canais, com 5 sensores em cada um deles (total de 45 sensores). Portanto, até 9 amostras podem ser analisadas em um único *chip*, com medidas em quintuplicada para cada caso. O *chip* permite análises em série pela simples troca do contato de um eletrodo. Assim, análises rápidas da sonda redox  $Ru(NH_3)_6^{3+}$  por SWV podem ser realizadas em série usando um potenciostato portátil de um único canal, permitindo testes de susceptibilidade a fármacos com capacidade de testagem alta e de maneira simples. Uma vez que cada medida de SWV dura 3s, as análises de todos os 45 sensores no *chip* são finalizadas em apenas 135s. A SWV tem uma

<sup>62</sup> DORETTO, D. S. et al. Ultradense Electrochemical Chip and Machine Learning for High-Throughput, Accurate Anticancer Drug Screening. *ACS Sensors*, 29 nov. 2024.

função importante não apenas na obtenção de análises individuais rápidas, como também na disponibilização de um voltamograma multivariado. Esse dado vem sendo explorado de maneira a garantir a determinação da viabilidade com acurácia através de ML. Vale destacar que os dados de viabilidade celular preditos são usados para o cálculo da  $LC_{50}$ . Especificamente, as acurácias para predição da viabilidade de células tumorais de mama após exposição ao quimioterápico doxorrubicina (DOX) variaram de 98 a 104%.

A próxima etapa da pesquisa envolve a aplicação de diferentes células tumorais e fármacos. Com isso, ML será também adotado para geração de uma equação única de predição da viabilidade celular. Com isso, visa-se permitir a determinação da viabilidade sem a necessidade de calibrar o MEC para cada nova célula ou fármaco analisado. Garantir o uso do método sem esse requerimento será essencial para a sua aplicabilidade. Em suma, as soluções abordadas neste projeto poderão acelerar a análise da eficácia/toxicidade de quimioterápicos na prática pré-clínica, contribuindo para transição de fármacos eficazes e seguros desde os estudos *in silico* até o seu uso pelos pacientes. Outras etapas futuras envolvem (i) aplicações a modelos celulares mais complexos e de maior acurácia de predição dos resultados *in vivo* (como células tumorais 3D e organoides) e (ii) aplicação em oncologia personalizada.

#### Determinação de ácido hipúrico combinando transistores eletrolíticos baseados em materiais 2D, polímeros de impressão molecular e aprendizado de máquina

O ácido hipúrico (AH) é um metabólico excretado na urina, o qual está relacionado com intoxicações por solventes orgânicos e doenças renais, gastrointestinais, aterosclerose e infecções por parasitas. Diante disso, foi desenvolvido um transistor eletrolítico fabricado com óxido de grafeno reduzido (rGO) para a detecção de AH visando o diagnóstico dessas doenças. Para isso, o dispositivo foi modificado com polímero molecularmente impresso (MIP) sintetizado para a interação seletiva com AH (Figura 269).

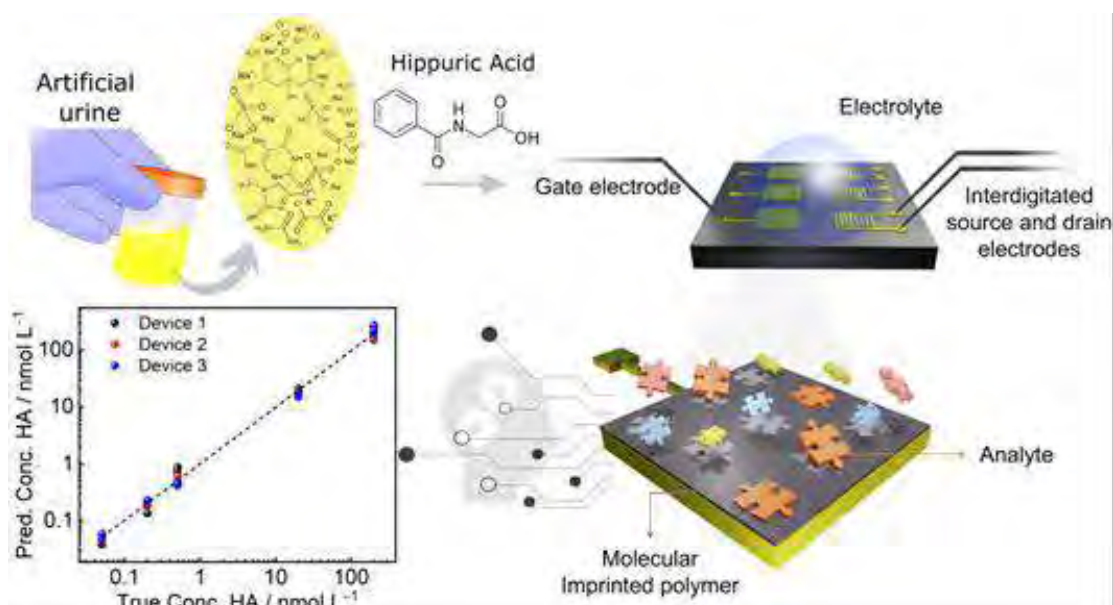


Figura 269: Diagrama esquemático para detecção de AH em urina artificial utilizando transistores eletrolíticos baseados em rGO.

Com base nas curvas de corrente-tensão  $I-V$  do transistor para diferentes concentrações de AH em urina artificial (Figura 270A), a curva com o dispositivo modificado com MIP apresentou uma diminuição na corrente ( $I_{DS}$ ) no potencial  $V_{CNP}$ , indicando que a modificação do dispositivo foi realizada com sucesso. O sensor desenvolvido com MIP foi empregado para detecção de padrões de AH em concentrações de 0,05 a 200 nM. O sinal analítico do AH ( $I_{DS}$ ) foi subtraído pelo sinal obtido na sua ausência ( $\Delta I_{DS}$ ) para a construção de curvas analíticas. A curva analítica obtida com o dispositivo modificado com o MIP apresenta uma resposta linear enquanto o dispositivo modificado com polímero não molecularmente impresso (NIP) corroborou a eficiência do método (Figura 270B). A utilização de ML nos possibilitou uma análise multivariada, com foco específico nas curvas de transferência do dispositivo, eliminando escolhas arbitrárias de sinais do sensor. O modelo de ML previu com precisão os valores de concentração de HA em amostras de urina artificial (Figura 270C). Ademais, uma nova curva de calibração foi estabelecida para a resposta do dispositivo (Figura 270D). O processamento por ML alcançou uma sensibilidade de  $1,007 \mu\text{A nmol}^{-1} \text{L}$  a qual é 2,5 vezes maior do que a análise humana ( $0,388 \mu\text{A nmol}^{-1} \text{L}$ ). Esses resultados demonstram que o sensor desenvolvido com MIP é promissor para a detecção rápida e acurada de AH em urina visando o diagnóstico de doenças de forma simples, rápida, com baixo custo, pouco consumo de amostra e sem a geração de resíduos tóxicos. Os resultados desse estudo foram publicados na forma de artigo científico na revista *ACS Applied Materials & Interfaces*<sup>63</sup>.

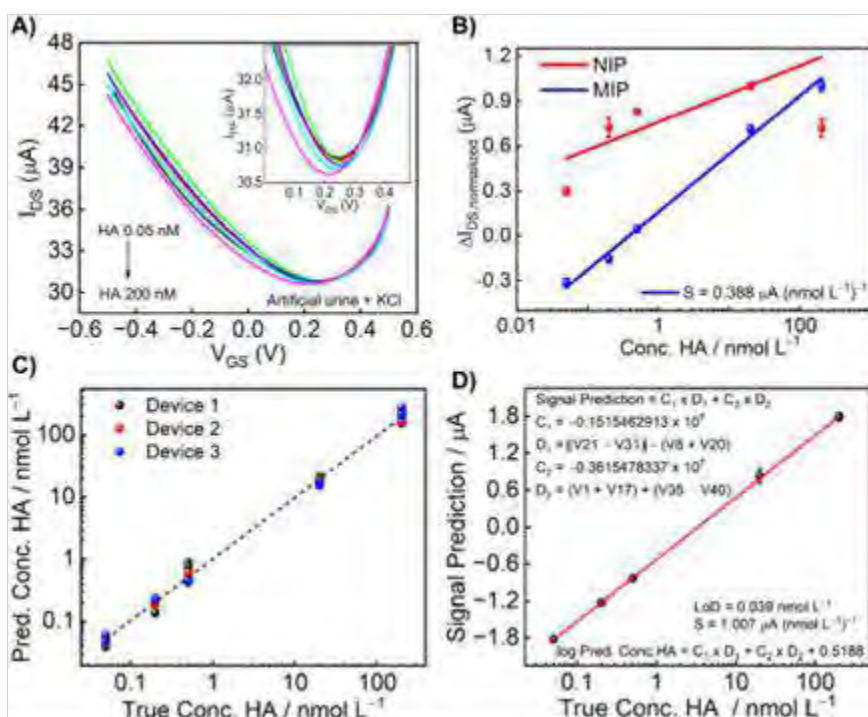


Figura 270: (A) Curva de transferência do dispositivo  $I_{DS}-V_{GS}$  com  $V_{DS} = 200 \text{ mV}$  para diferentes concentrações de AH. (B)  $\Delta I_{DS,normalized}$  em função da concentração de AH para os dispositivos modificados com MIP e com NIP (non-imprinted molecular polymer). (C) Relação entre os valores reais de

<sup>63</sup> LELIS, G. C. et al. Harnessing Small-Molecule Analyte Detection in Complex Media: Combining Molecularly Imprinted Polymers, Electrolytic Transistors, and Machine Learning. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 22 dez. 2023.

concentração de AH na urina artificial utilizada nos experimentos e as concentrações de AH encontradas pela análise multivariada de ML. (D) Curva de calibração após análise multivariada para a detecção de AH.

### Dispositivos elétricos de óxido de grafeno reduzido modificados com DNA para o diagnóstico de marcadores de estresse

O óxido de grafeno reduzido (rGO) é um material condutor bidimensional que apresenta condução ambipolar quando utilizado em transistores de filmes finos, possibilitando sua aplicação em dispositivos ao explorar correntes de elétrons e de lacunas. Particularmente, a utilização desse material em transistores eletrolíticos (EGTs) possibilita o desenvolvimento de biossensores multiparamétricos altamente sensíveis e de baixa tensão (<1 V) ao funcionalizar os seus grupos oxigenados com bioreceptores seletivos. Devido ao crescente reconhecimento global das doenças que afetam humanos e animais, estão sendo desenvolvidos biossensores funcionalizados com DNA de fita simples (ssDNA) usado como sonda de captura (DNAcP) para detectar o biomarcador de estresse miR-34a. Os eletrodos interdigitados de fonte e dreno foram revestidos com uma solução de poli(cloreto de dialildimetilamônio) para deposição de óxido de grafeno (GO), utilizando métodos térmicos e eletroquímicos para sua redução. A redução térmica foi realizada em ultra-alto vácuo ( $10^{-10}$  mbar) a 350 °C por 10 min, enquanto a redução eletroquímica foi conduzida por meio da técnica de voltametria cíclica (Figura 271). Dois métodos foram considerados para imobilização de DNAcP: (i) éster N-hidroxissuccinimida do ácido 1-pirenobutírico (PBASE) e (ii) cloridrato de 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida (EDC)/N-hidroxissuccinimida (NHS), ambos usando etanolamina como agente bloqueador (Figura 272).

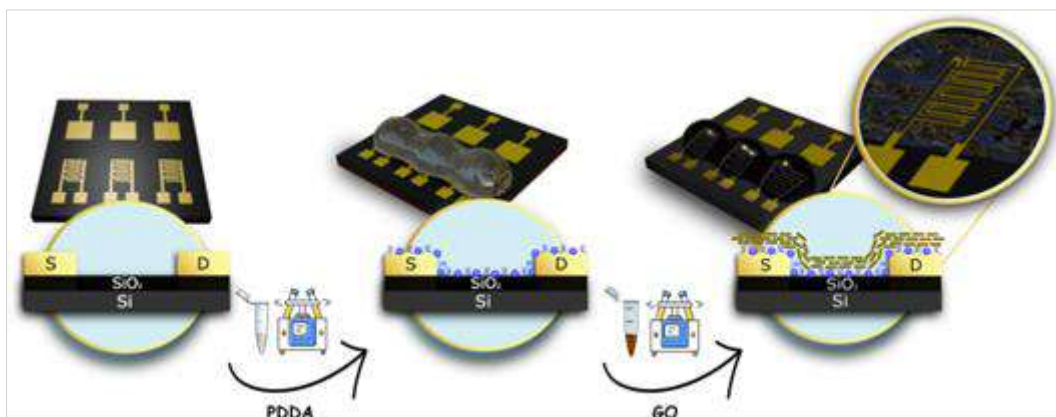


Figura 271: Procedimento de deposição do GO. Fonte do autor.

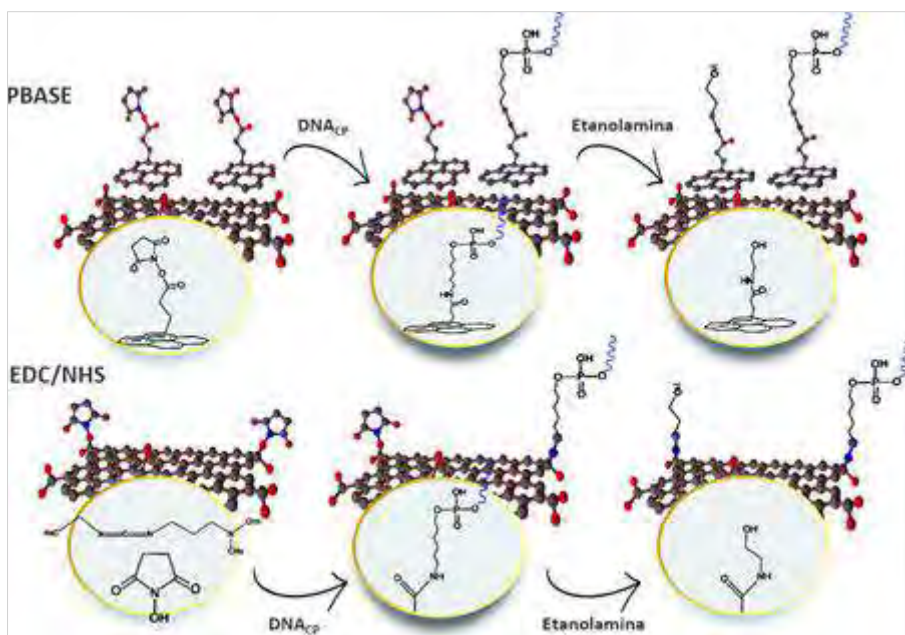


Figura 272: Procedimento de funcionalização com PBASE e EDC/NHS. Fonte do autor.

As curvas de transferência foram obtidas registrando a corrente fonte-dreno em função da variação da tensão gate-fonte de +0,5 a -0,5 V, com uma tensão fonte-dreno constante de 0,2 V. ssDNA com uma sequência similar ao complemento do biomarcador à sequência de DN<sub>Acp</sub> foi utilizado em diferentes tempos de incubação e concentrações. Curvas analíticas foram obtidas de 0,01 a 500 fmol L<sup>-1</sup> em solução tampão fosfato (10 mmol L<sup>-1</sup>, pH 7,4). Os resultados preliminares mostraram que o rGO reduzido termicamente e funcionalizado com PBASE teve os melhores resultados para o intervalo linear de 0,01 a 500 fmol L<sup>-1</sup>, com R<sup>2</sup> = 0,996 e sensibilidade em nível de atômico (limite de detecção = 9,0 amol L<sup>-1</sup>; Figura 273).

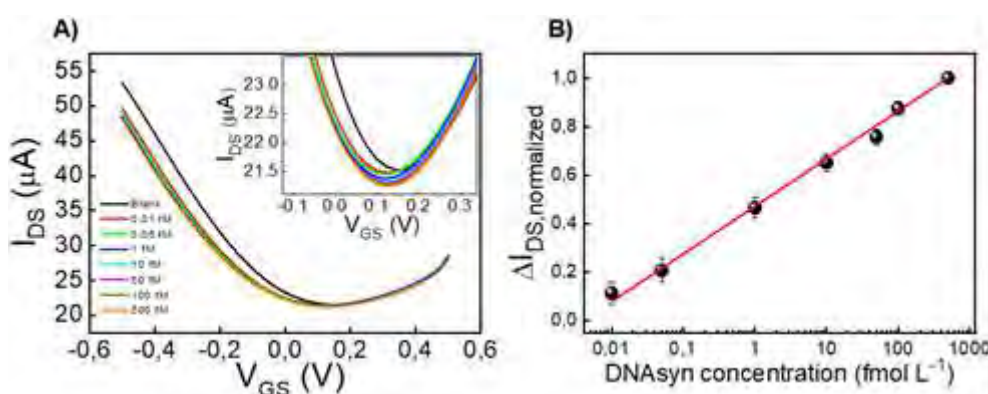


Figura 273: (A) Curva de transferência do dispositivo para uma variação de tensão gate-fonte de +0,5 a -0,5 V, com  $V_{DS}$  de 200 mV, para concentrações de 0,01 a 500 fmol L<sup>-1</sup> (B) Curva analítica para concentrações de 0,01 a 500 fmol L<sup>-1</sup>.

Novos estudos estão sendo realizados com a deposição de duas amostras diferentes de óxido de grafeno nos EGTs. Estão sendo também avaliados diferentes tempos de incubação do ssDNA complementar ao biomarcador em relação à sequência de DN<sub>Acp</sub>, buscando determinar o tempo ótimo para hibridização entre o ssDNA complementar e o DN<sub>Acp</sub>. Posteriormente, serão obtidas curvas de transferência e curvas analíticas com os mesmos intervalos e concentrações

utilizados anteriormente a fim de comparar o desempenho dos diferentes rGO na detecção do miR-34a.

### Dispositivos eletroquímicos nanoestruturados à base de papel pirolisado

Dispositivos eletroquímicos baseados em papel são muito promissores para análises de alta sensibilidade, verdes, baixo custo, acessíveis, miniaturizadas, fáceis de usar e descentralizadas para aplicações na área da saúde. Eletrodos de carbono porosos têm sido amplamente utilizados e a funcionalização química desempenha um papel fundamental para ajustar a sensibilidade e seletividade dos eletrodos. No entanto, controlar diferentes propriedades interfaciais dos eletrodos usando uma única rota de funcionalização ainda é um desafio. No trabalho publicado recentemente na revista *ACS Measurement Science Au*<sup>64</sup>, ajustou-se a molhabilidade, a composição química e a área eletroativa de dispositivos à base de papel carbono, tratando termicamente a polidopamina (PDA) em diferentes temperaturas. Os filmes de PDA foram depositados em eletrodos de papel pirolisado (PP) e tratados termicamente na faixa de 300 a 1000°C. Após a deposição do PDA, a superfície é rica em nitrogênio e oxigênio, é superhidrofílica e apresenta uma alta área eletroativa. À medida que a temperatura aumenta, a superfície torna-se hidrofóbica e a área eletroativa diminui. As modificações de superfície foram acompanhadas por Raman, microscopia fotoeletrônica de raios X, microscopia confocal de varredura a laser, ângulo de contato, microscopia eletrônica de varredura, medidas elétricas, microscopia eletrônica de transmissão e experimentos eletroquímicos. Ademais, a composição química das espécies de nitrogênio pode ser ajustada na superfície. Como prova de conceito, superfícies tratadas com PDA foram empregadas para ancorar íons  $[\text{AuCl}_4]^-$ . Após a redução eletroquímica desse precursor, notou-se que é possível controlar o tamanho das nanopartículas de ouro formadas na superfície do eletrodo. A rota abre um novo caminho para adicionar versatilidade às interfaces eletroquímicas no campo de biossensores eletroquímicos baseados em papel. O artigo publicado foi capa da edição de abril (Figura 274) e o trabalho fez parte de uma edição especial dedicada a pesquisadores de destaque em início de carreira (*Rising Star in Measurement Science*).

---

<sup>64</sup> ROCHA, J. F. et al. Tuning the Chemical and Electrochemical Properties of Paper-Based Carbon Electrodes by Pyrolysis of Polydopamine. *ACS Measurement Science Au*, v. 4, n. 2, p. 188–200, 17 abr. 2024.

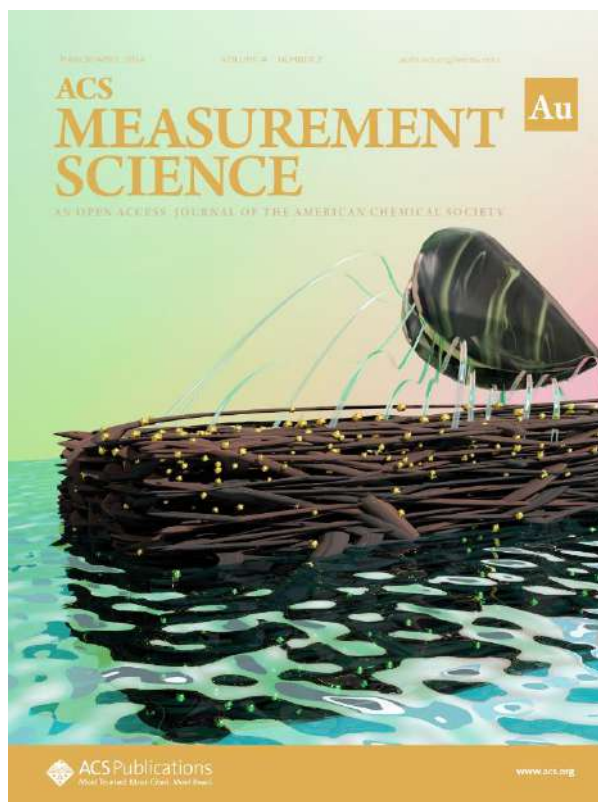


Figura 274: Capa publicada na edição de abril da revista ACS Au Measurement Science. A ilustração destaca nossa inspiração no material adesivo liberado pelos mexilhões, a polidopamina, que foi empregada para funcionalizar eletrodos de carbono porosos. A química da superfície da polidopamina foi ajustada por pirólise, permitindo muitas características interessantes. Por exemplo, o tamanho e a concentração das nanopartículas de ouro preparadas por redução eletroquímica podem ser ajustados na superfície.

### Sensores eletroquímicos alongáveis e nanoestruturados à base de papel pirolisado

Um dos desafios da área de dispositivos flexíveis se concentra no desenvolvimento de células eletroquímicas alongáveis, onde a preservação das propriedades mecânicas acaba sendo um gargalo adicional. Ao superar esse desafio, será possível integrar células eletroquímicas em diferentes superfícies e aumentar a estabilidade mecânica. Neste estudo, foram fabricadas células eletroquímicas alongáveis de papel pirolisado funcionalizado com nanofilmes de polidopamina (PDA). Por meio da incorporação seletiva de polímeros via tratamento térmico, foi possível agregar robustez mecânica aos dispositivos fabricados. Outra questão fundamental envolve a funcionalização com nanofilmes de PDA para modular atividade electrocatalítica dos dispositivos. Neste contexto, foi proposto um novo método que propicia a formação de células eletroquímicas durante o processo de alongamento das trilhas (Figura 275a), possibilitando o preparo de uma série de eletrodos com tamanho ajustável. Múltiplas células eletroquímicas podem ser fabricadas, favorecendo a obtenção de várias medidas eletroquímicas usando o mesmo dispositivo. Uma série de voltamogramas cíclicos podem ser obtidos em diferentes células eletroquímicas a partir de uma única trilha de carbono (Figura 275b). A pequena variação de corrente entre as células indica que o método é promissor para aplicações eletroanalíticas.



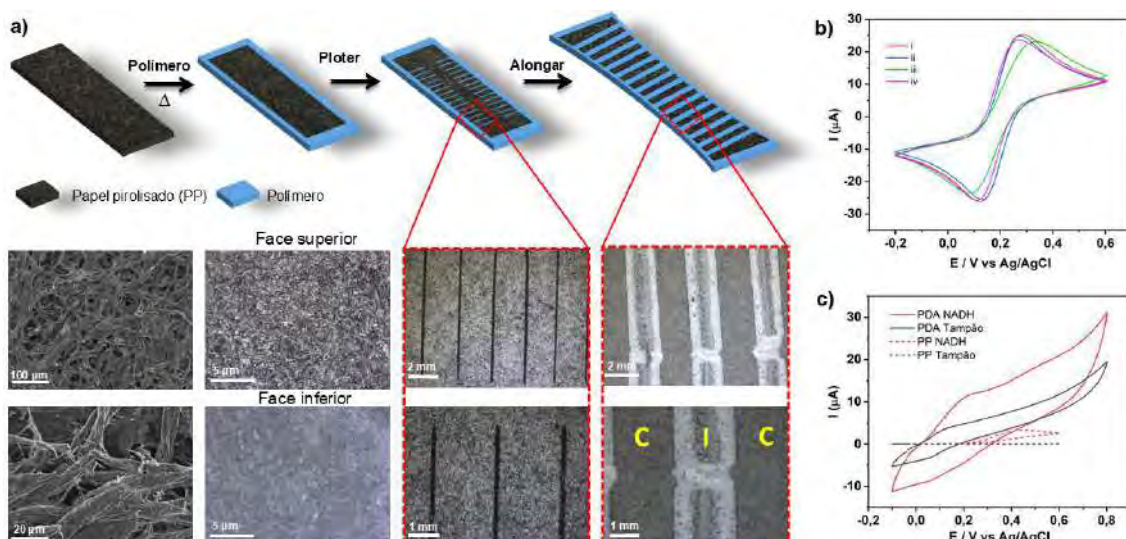


Figura 275: a) Figura esquemática ilustrando o processo de fabricação dos dispositivos eletroquímicos. As imagens destacam o material poroso, a incorporação com polímero e as marcas de corte. As letras “C” e “I” indicam a formação de regiões condutoras e isolantes, respectivamente. b) Voltamogramas cíclicos obtidos usando a sonda redox de ferro. c) Voltamogramas cíclicos na presença e ausência de NADH.

A detecção eletroquímica da forma reduzida do cofator nicotinamida adenina dinucleotídeo (NADH) é relevante no desenvolvimento de biossensores eletroquímicos. Esse cofator participa de mais de 300 processos biológicos, possibilitando o desenvolvimento de uma gama de biossensores que dependam do processo redox do NADH. A oxidação direta do NADH em eletrodos de carbono convencionais possui alto sobrepotencial e baixa corrente, dificultando o preparo de dispositivos com alta sensibilidade e seletividade. A funcionalização com nanofilmes de PDA tem papel importante nesse processo, introduzindo grupos funcionais que diminuem o sobrepotencial e geram o aumento da corrente devido ao ganho de área. De fato, nos sensores desenvolvidos, foi possível observar um aumento de corrente e decréscimo do potencial de oxidação para detecção eletroquímica de NADH na presença de PDA, indicando um ganho notável devido ao processo de funcionalização (Figura 275c).

## 2.2. Programa de P&D em Energia Renovável

### 2.2.1. Subprograma Hidrogênio de Baixo Carbono

O CNPEM vem dedicando esforços nos últimos anos no desenvolvimento de componentes com intuito de viabilizar a criação da próxima geração de eletrolisadores: os fotoeletrolisadores. Esta nova tecnologia, também popularmente conhecida como “fotossíntese artificial”, consiste em quebrar a molécula da água apenas na presença de luz solar e materiais abundantes, gerando o gás hidrogênio de alta pureza e livre de carbono e, como subproduto, o gás oxigênio. Os esforços se resumem no desenvolvimento de uma tecnologia 100% nacional, em que componentes e rotas de fabricação deste dispositivo são de domínio nacional.

O principal desafio científico que se coloca neste desenvolvimento é o de encontrar materiais que preencham uma extensa e complexa lista de requisitos, pois demandam: i) aptidão de absorver luz na região do visível (luz solar); ii) estabilidade em ambiente de operação (água do mar, eletrólito básico, entre outras); iii) capacidade de separar e transportar carga entre as interfaces até sua injeção na interface com o líquido; iv) capacidade de utilizar as cargas para

promover a quebra da molécula da água (reação redox) e; v) abundância na natureza o que tornará seu desenvolvimento competitivo.

Nesse sentido, o CNPEM tem trabalhado em solucionar os problemas citados acima, encontrados nos principais candidatos a este tipo de aplicação. Os materiais adotados para aplicação como eletrodos (cátodo e anodo) são a base de óxidos de metais de transição, mais especificamente óxidos de ferro e cobre. Após identificação dos problemas que apresentam estes materiais, os esforços de pesquisa foram direcionados ao desenvolvimento de uma nova rota química de fabricação de materiais óxidos, na forma de filmes finos, capaz de permitir a manipulação dessas deficiências a partir da incorporação seletiva de aditivos ou dopantes na estrutura da matriz (ferro e cobre). Esta rota foi chamada de solução precursora polimérica, PPS, e um pedido de patente relacionado a ela foi depositado junto ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI)<sup>65</sup>. Posteriormente, com melhorias realizadas e com os resultados de eficiência dos materiais alcançando os principais recordes da literatura o pedido de patente original foi revisado e enviado para proteção internacional<sup>66</sup>.

Os nanomateriais obtidos como resultado desta nova metodologia tiveram dois impactos importantes na área de fotoeletrolise. O primeiro se relaciona aos desenvolvimentos científicos da tecnologia. O primeiro impacto possibilitou a manipulação experimental da mobilidade do elétron induzindo ao aumento na condutividade do material e, quando combinado a um segundo dopante responsável por facilitar esse mesmo elétron a viajar entre os cristais de óxido de ferro (redução da barreira de energia entre os cristais), foi observado um aumento significativo na produção de H<sub>2</sub>. O domínio deste método possibilitou compreender e controlar as limitações inerentes dos materiais, induzindo a melhora em sua eficiência. Os avanços científicos foram publicados em diversos periódicos nacionais e internacionais, com destaque para o artigo publicado na *Journal of Materials Chemistry A*<sup>67</sup>. Neste trabalho, foram apresentados os novos recordes de conversão de luz solar em H<sub>2</sub>, além de uma demonstração de como as limitações anteriormente relacionadas foram superadas.

A Figura 276 (topo esquerda) ilustra de forma esquemática o procedimento de fabricação da solução precursora, com e sem a adição de modificantes, destacando seu potencial e versatilidade para produzir materiais em diversas escalas, tanto em número quanto em dimensões (Figura 276). Vale ressaltar que a solução precursora pode ser depositada em

---

<sup>65</sup> SOUZA, FLAVIO L. BEDIN, K. C. Processo de produção de composição de óxidos a partir de soluções poliméricas contendo um ou mais cátions, composição de óxidos e processo de deposição de filme fino sobre substrato. 2023, Brasil. Número de registro: BR 1020230053726A2. Instituição de Registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 23/03/2023.

<sup>66</sup> DE SOUZA, F. L.; BEDIN, K. C. Process for Producing Oxide Compositions from Polymeric Solutions Containing One or More Cations, Oxide Composition and Process for Thin Film Deposition on Substrates. Nº de Aplicação Internacional: PCT/BR2024/050111. Data de Publicação: 26/09/2024. Disponível em: <<https://patentscope.wipo.int/search/en/detail.jsf?docId=WO2024192494&cid=P11-M4MQF5-71015-1>>. Acesso em: 13 dez. 2024

<sup>67</sup> VERISSIMO, N. C. et al. Dual modification on hematite to minimize small polaron effects and charge recombination for sustainable solar water splitting. *Journal of Materials Chemistry A*, v. 12, n. 11, p. 6280–6293, 12 mar. 2024. DOI: 10.1039/D3TA07721G.

diferentes superfícies utilizando técnicas de imersão (*dip-coating*), rotação (*spin-coating*) e *spray*, permitindo a fabricação de fotoeletrodos com áreas superiores a um metro quadrado. A expectativa de desenvolvimento futuro é possibilitar ajustes na formulação para que a tinta possa ser utilizada em impressoras 3D, com potencial para modernizar o sistema e ampliar a versatilidade do método.

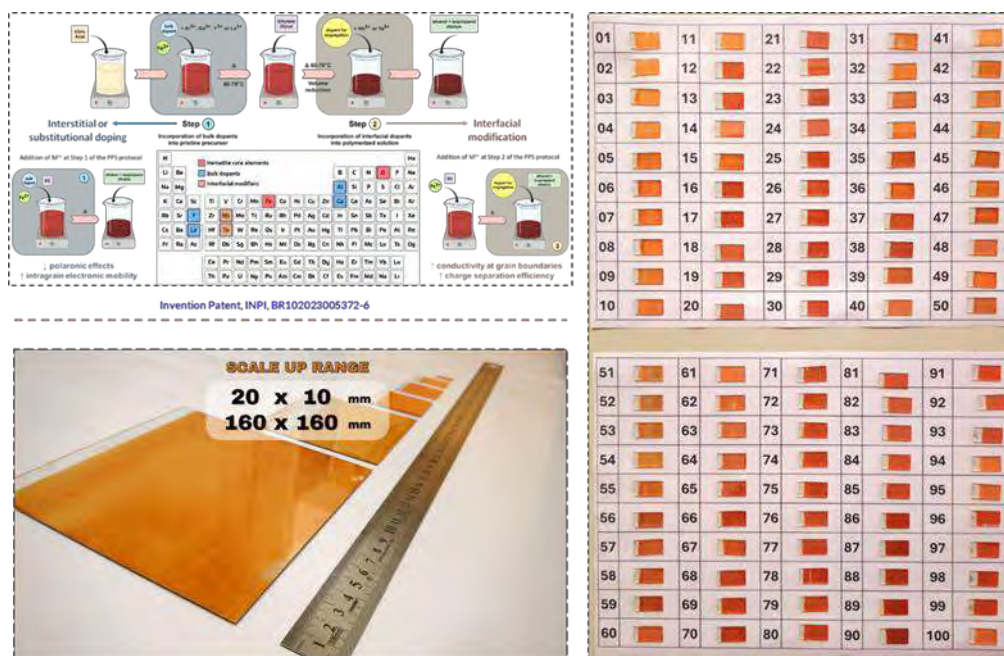


Figura 276: À esquerda – topo: ilustra a metodologia desenvolvida, com as etapas para a fabricação e modificação dos materiais de interesse; À esquerda – abaixo: foto dos filmes finos de óxido de ferro produzidos pela metodologia, com diferentes dimensões. Ela ilustra a versatilidade do método na produção de materiais com diferentes dimensões e em quantidades variadas, confirmando assim seu grande potencial para aplicações em fabricação em larga escala; À direita: foto com 100 filmes finos ou fotoeletrodos fabricados a partir de óxido de ferro modificado com alumínio e zircônio.

O segundo avanço alcançado com esses novos nanomateriais está ligado aos desenvolvimentos tecnológicos, permitindo o início dos estudos para aumentar a área ativa, bem como a construção de protótipos para avaliar a eficiência desses sistemas em condições que simulam o ambiente real de aplicação. A Figura 277 ilustra o primeiro protótipo do fotoreator para geração de hidrogênio de baixo carbono a partir da quebra da molécula da água induzida pela luz solar e utilizando componentes 100% nacionais. Da direita para esquerda, ela mostra desde o protótipo de um único eletrodo, com área de 1 cm<sup>2</sup>, até o módulo com vários fotoreatores, contendo 10 eletrodos cada. Os textos descrevendo o desenvolvimento dos componentes e do fotoreator foram recentemente depositados junto ao INPI<sup>68</sup>

<sup>68</sup> SOUZA, FLAVIO L.; RODRIGUEZ-GUTIERREZ, I.; MORAIS, G. H.; PEREGRINO, L. R. P. Dispositivo fotoeletroquímico para produção de hidrogênio e fotoeletrolisador modular compreendendo múltiplos dispositivos. 2024, Brasil. Número do registro: BR102024014810. Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 19/07/2024.

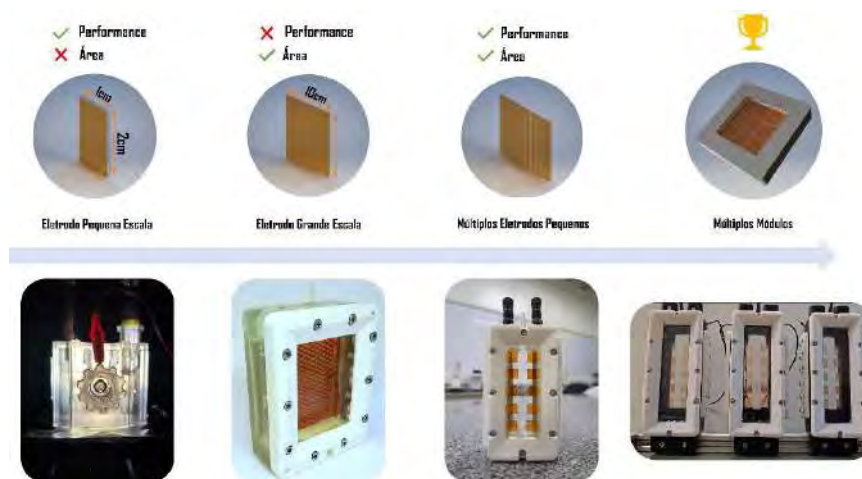


Figura 277: Imagem Superior: evolução de área ativa dos eletrodos revelando que a construção de módulos com vários eletrodos com pequenas dimensões limitadas a 5 cm<sup>2</sup> garante o melhor desempenho na conversão de luz em H<sub>2</sub> via fotoeletrolise da água. Imagem Inferior: concomitante a evolução dos eletrodos em desempenho e área ativa, protótipos foram desenvolvidos para auxiliar no monitoramento e quantificação dos gases gerados.

A incorporação seletiva de dopantes na rede da hematita possibilitou a fabricação de materiais com reduzida perda ôhmica devido aos contatos e interfaces resistivas. Com isso, ao longo de 2024 foram realizados inúmeros testes em eletrodos com dimensões variadas e, também, a construção de protótipos para iniciar os estudos de compreensão dos desafios de engenharia que se colocam ao desenvolvimento desta tecnologia. Os dados foram publicados no *International Journal of Hydrogen Energy*<sup>69</sup>. A conclusão parcial dos estudos aponta que a melhor solução para construção do primeiro protótipo em escala de laboratório é na versão de módulo com 10 eletrodos cada, com área ativa entre 1 e 5 cm<sup>2</sup>.

No próximo ano, os estudos serão direcionados ao desenvolvimento e monitoramento de parâmetros físico-químicos desses módulos e à otimização da transferência de eficiência para essa nova escala de desenvolvimento de múltiplos eletrodos acoplados. Ainda assim, do ponto de vista científico, há desafios bastante complexos a serem superados, como melhorar a superfície dos semicondutores para aumentar a eficiência de quebra da molécula da água, a compreensão o papel dos dopantes na estrutura eletrônica dos óxidos de ferro e cobre, obstáculos para se conseguir aumentar a espessura dos materiais, visando amplificar o intervalo de absorção da luz do sol (melhor aproveitamento de todo o espectro), entre outros aspectos a serem discutidos e explorados.

#### *Subprograma Engenharia de defeitos em cristais de MoS<sub>2</sub>*

Os trabalhos em andamento estão concentrados no uso do dissulfeto de molibdênio (MoS<sub>2</sub>) como eletrocatalisador para geração de hidrogênio. O MoS<sub>2</sub> é um material lamelar de baixo custo e abundante que vem sendo apontado como excelente alternativa para substituir

<sup>69</sup> RODRÍGUEZ-GUTIÉRREZ, I. et al. Overcoming scale-up challenges for nanostructured photoelectrodes via one-step interface engineering. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 58, p. 1138–1148, 8 mar. 2024. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2024.01.221.

eletrocatalisadores feitos com metais nobres, como a platina. No entanto, o MoS<sub>2</sub> extraído da natureza possui baixa atividade eletrocatalítica para o desprendimento de H<sub>2</sub>, 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. Para contornar esse problema, diferentes métodos têm sido utilizados para gerar sítios catalíticos no plano basal do MoS<sub>2</sub> e potencializar a geração de H<sub>2</sub>.

Um dos trabalhos publicados consistiu na formação controlada de fissuras em monocamadas de MoS<sub>2</sub> utilizando eletrodos de ouro alongáveis. Um dos desafios iniciais consistiu na obtenção de eletrodos alongáveis que suportam níveis de alongamento de até 20% em relação ao tamanho inicial. Para superar esse desafio filmes finos de Ti e Au foram depositados sobre elastômeros previamente alongados, assim como ilustrado na Figura 278. A condutividade dos eletrodos é preservada até um nível de tensão mecânica de 20%. Ao esticar os eletrodos acima do limite suportado por uma monocamada (~10 %) foi possível gerar defeitos do tipo borda de maneira controlada. Arranjos de bordas foram obtidos usando esse método inovador para geração eletroquímica de hidrogênio. Essa rota abre uma nova possibilidade para gerar defeitos do tipo borda em monocamadas de MoS<sub>2</sub> simplesmente alongando os eletrodos. O método de fabricação proposto é escalonável e a área dos eletrodos pode ser ainda ajustada para futuras aplicações. A atividade eletrocatalítica dos eletrodos foi avaliada isolando apenas o plano basal, e uma notável diminuição do sobrepotencial para 352 mV foi observado quando medido a 10 mA cm<sup>-2</sup>. Além disso, os eletrodos são estáveis após sucessivos ensaios eletroquímicos. O trabalho foi publicado na revista *Journal of Materials Chemistry A*<sup>70</sup> e foi inserido em uma edição especial “*Design and characterization of flexible electrode materials*”.

---

<sup>70</sup> HASIMOTO, L. H. et al. Strain and defect-engineering on the basal plane of ultra-large MoS<sub>2</sub> monolayers attached onto stretchable gold electrodes. *Journal of Materials Chemistry A*, v. 12, n. 28, p. 17338–17349, 16 jul. 2024.

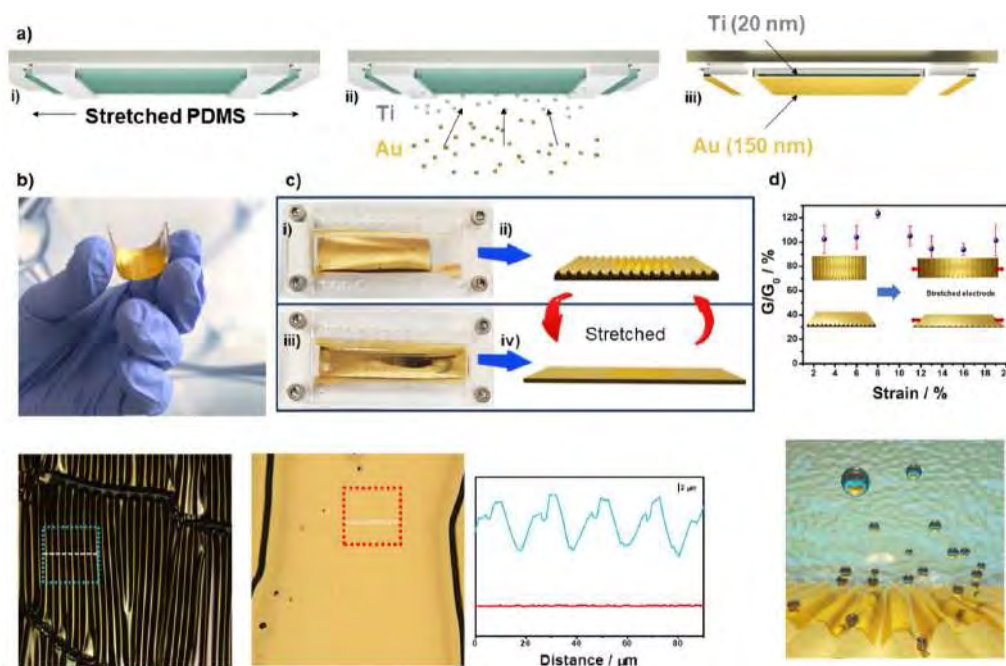


Figura 278: a) Figura esquemática do processo de fabricação. b) foto do dispositivo flexível. c) dispositivo eletroquímico alongável e formação do filme corrugado. d) Caracterização elétrica. e) Ajuste da rugosidade dos dispositivos por meio do alongamento do substrato. f) Desprendimento de hidrogênio nos defeitos produzidos.

Além da monocamada, foi demonstrado em outro trabalho a fabricação de arranjo de pilares no plano basal no MoS<sub>2</sub> empregando feixe de íons Ga<sup>+</sup> para geração eletroquímica de hidrogênio. Um dos desafios da área se concentra no controle da posição e distância dos sítios catalíticos preparados no plano basal. No artigo recentemente publicado<sup>71</sup>, equipe envolvida nesses desenvolvimentos superou esse desafio fabricando pilares com 100 nm de altura para modular a atividade eletrocatalítica do material, assim como ilustrado na Figura 279. O feixe de íons Ga<sup>+</sup> altera diretamente a química da superfície e promove um processo de amorfização nos pilares de MoS<sub>2</sub>, confirmado por várias técnicas de caracterização. Quando as dimensões laterais dos pilares diminuem de 15×15 μm para 500×500 nm, a região amorfizada se propaga para todo o plano basal e impacta diretamente na estabilidade dos pilares MoS<sub>2</sub>. Além disso, a primeira evidência de degradação heterogênea de pilares de MoS<sub>2</sub> foi demonstrada pela observação de que o processo de amorfização também depende da direção no plano. Nas condições experimentais para geração de hidrogênio, as bordas dos pilares são preservadas quando as dimensões laterais são superiores a 2×2 μm, indicando uma correlação direta entre estabilidade e tamanho dos pilares. Para confirmar que a composição química dos pilares tem papel fundamental nesse processo de degradação, foi utilizada a infraestrutura do Sirius. Assim, o trabalho contribuiu de forma fundamental para entender a preparação de sítios catalíticos estáveis voltados à geração eletroquímica de hidrogênio.

<sup>71</sup> LOURENÇO, C. DE et al. Size-dependent electrocatalytic hydrogen evolution activity of arrays of edge-like defects in MoS<sub>2</sub> crystals patterned by focused ion beam. *Journal of Materials Chemistry A*, 11 nov. 2024.

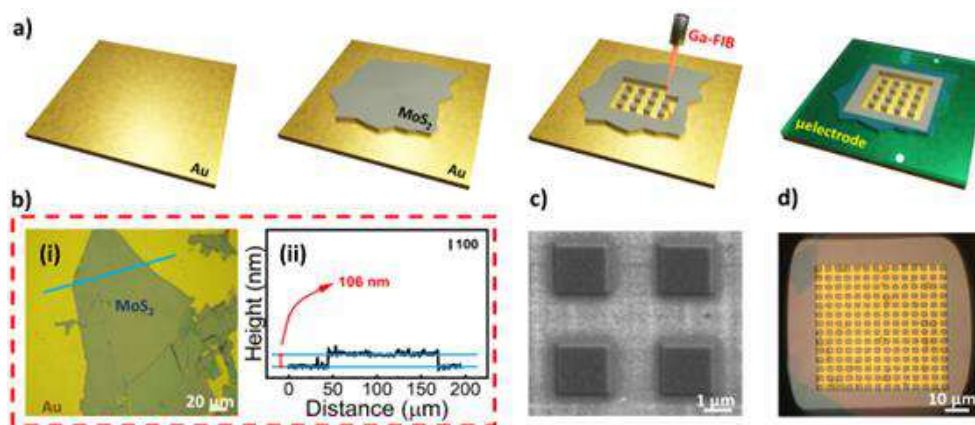


Figura 279: a) Figura esquemática do processo de fabricação. b) Microscopia ótica e confocal à laser. c) Imagem de MEV dos pilares. d) Microeletrodo utilizado nas medidas eletroquímicas.

## 2.3. Programa de P&D em Materiais para Sustentabilidade

### 2.3.1. Subprograma Ecomateriais

#### Ecotoxicidade

Como produzir novos materiais em bases seguras e sustentáveis considerando aspectos de fabricação, uso e descarte? Essa é principal questão que move os esforços do grupo de pesquisa ligado ao Subprograma Ecomateriais – Ecotoxicidade, do CNPEM. Trata-se de desenvolvimento científicos essenciais para gestão de riscos, manejo de futuros problemas de contaminação e capazes de mitigar potenciais impactos de novos materiais sobre a saúde humana, animal e ambiental. Nestes estudos, são gerados conhecimentos científicos fundamentais para subsidiar tomadores de decisão, empresas inovadoras, indústrias, e agências reguladoras visando a comercialização de novos produtos e tecnologias.

Os avanços no Subprograma Ecomateriais – Ecotoxicidade em 2024 apresentam importantes contribuições para a harmonização de protocolos para preparação, separação, identificação e caracterização de biocoronas associadas a nanomateriais. Um revestimento biomolecular, ou biocorona, se forma na superfície de nanomateriais imediatamente quando eles entram em contato com sistemas biológicos ou ambientais, definindo sua identidade biológica-ecológica e influenciando seu destino e dinâmica no meio ambiente. Este revestimento biomolecular inclui proteínas (a corona de proteínas) e outras biomoléculas, como ácidos nucleicos e metabólitos. Para garantir uma análise significativa e reprodutível da biocorona associada aos nanomateriais, é essencial harmonizar procedimentos para sua preparação, separação, identificação e caracterização, a fim de que estudos em diferentes laboratórios possam ser facilmente reproduzidos e comparados, e as informações coletadas possam ser usadas para prever a composição, dinâmica e propriedades de biocoronas adquiridas por outros nanomateriais.

Assim, os esforços do grupo dedicado às pesquisas de Ecotoxicidade avançaram em descrever métodos de preparo e caracterização reprodutíveis de nanomateriais revestidos de biomoléculas, observando especialmente as etapas que precisam de otimização para diferentes tipos de nanomateriais. Neles, a estrutura e composição das biocoronas foram caracterizadas usando métodos gerais (microscopia eletrônica de transmissão, espalhamento dinâmico de luz, eletroforese capilar, espectrometria de massas, dicroísmo circular), bem como técnicas

avançadas, como criomicroscopia eletrônica de transmissão, absorção de raios X baseada em luz síncrotron.

Também se discutiu como usar simulação computacional por dinâmica molecular para estudar e prever a interação entre nanomateriais e biomoléculas e a composição resultante da biocorona. A aplicação deste protocolo tem potencial de fornecer insights mecanicistas sobre a formação, composição e evolução da biocoronas, facilitando aplicações biomédicas e agroambientais de nanomateriais e uma melhor compreensão de seu impacto no ambiente e reflexos ecotoxicológicos (Figura 280). O trabalho foi realizado em colaboração no âmbito do projeto CompSafeNano, com os grupos de pesquisas liderados pela pesquisadora Iseult Lynch (University of Birmingham, UK) e o pesquisador Chunying Chen (National Center for Nanoscience and Technology of China, Beijing) e foi publicado no periódico *Nature Protocols*<sup>72</sup>.

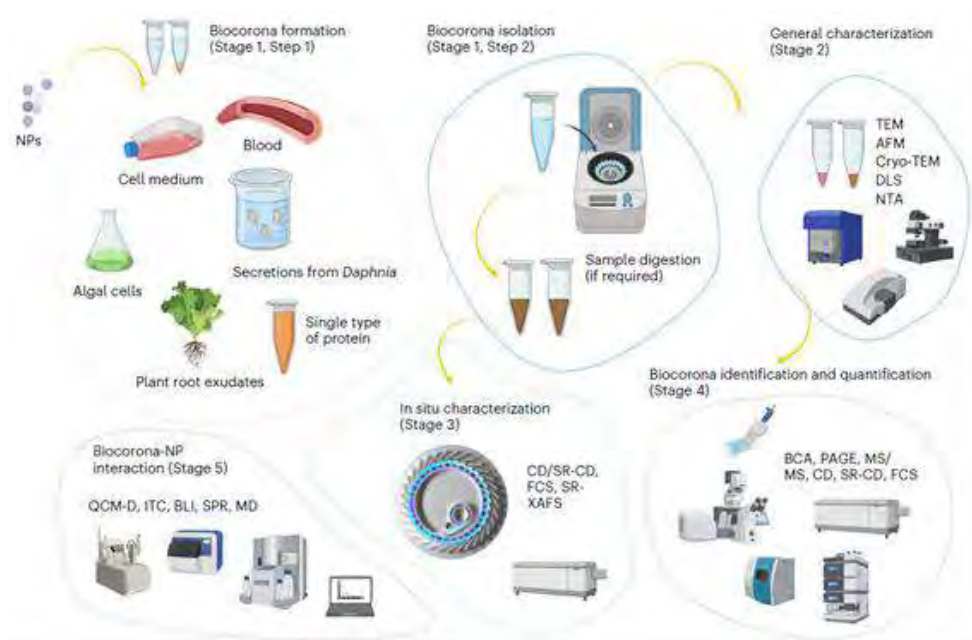


Figura 280: Principais etapas de preparação e técnicas para caracterização integrada de biocoronas.

### 2.3.2. Remediação e Monitoramento Ambiental

As preocupações emergentes com as questões climáticas e poluição ambiental têm se tornado um tema de enorme relevância nos âmbitos científico, tecnológico e socioeconômico. O Subprograma Ecomateriais – Remediação e Monitoramento Ambiental do CNPEM se insere nesse contexto, direcionando os esforços de pesquisa para a produção de nanocompósitos à base de materiais renováveis, considerados como estratégia vital para o progresso econômico, ao mesmo tempo em que contribuem para os desafios de sustentabilidade que se colocam ao Brasil e ao mundo no século XXI.

<sup>72</sup> ZHANG, P. et al. Analysis of nanomaterial biocoronas in biological and environmental surroundings. *Nature Protocols*, v. 19, n. 10, p. 3000–3047, out. 2024.



Em 2024, a equipe dedicada a essas investigações trabalhou na produção de nanocompósitos altamente porosos, elaborados a partir de nanofibrilas de celulose (CNFs) extraídas do bagaço da cana-de-açúcar e combinados com látex de borracha natural (LBN). Esses materiais foram estruturados em *templates* tridimensionais (3D), conhecidos como criogéis, com foco em aprimorar suas propriedades mecânicas e aumentar a capacidade de reuso na captura de contaminantes ambientais. Os ensaios mecânicos iniciais demandaram a criação de um setup de compressão acoplado à tomografia de raios X, conforme ilustrado na Figura 281. Em uma segunda etapa, análises de tomografia *in situ* dos criogéis acoplados à luz síncrotron foram essenciais para melhor compreender a cinética de absorção do contaminante na estrutura porosa dos criogéis, baseado nas características de uso dessa técnica<sup>73</sup>. Para a análise *in situ*, os criogéis foram produzidos em um tubo polimérico especialmente desenvolvido pelo grupo para essa finalidade (Figura 281e). O setup foi desenvolvido com o menor diâmetro possível, possibilitando assim o maior ganho em resolução temporal e espacial. Além disso, o óleo foi introduzido pela base do tubo, um protocolo inovador que possibilitou a observação do preenchimento gradual dos poros. Durante o processo, foi possível notar o surgimento e desaparecimento de bolhas de ar ao longo da estrutura porosa, ilustrando a dinâmica de ocupação dos poros pelo óleo (Figura 281f). A falta de contraste entre o óleo, as paredes do criogel e as bolhas de ar dificultou a aplicação do protocolo computacional proposto para o  $\mu$ CT de bancada. Isso trouxe novos desafios para esse desenvolvimento e para a linha MOGNO do Sirius, como o desenvolvimento de técnicas de reconstrução de imagem baseadas em recuperação de contraste de fase. Dessa forma, os avanços do Subprograma Ecomateriais – Remediação e Monitoramento Ambiental contribuíram significativamente para área de criogéis para remediação ambiental e na otimização de métodos computacionais para análise de dados tomográficos de baixo contraste.

---

<sup>73</sup> CLARO, P. I. C. et al. From micro- to nano- and time-resolved x-ray computed tomography: Bio-based applications, synchrotron capabilities, and data-driven processing. *Applied Physics Reviews*, v. 10, n. 2, p. 021302, 5 abr. 2023.

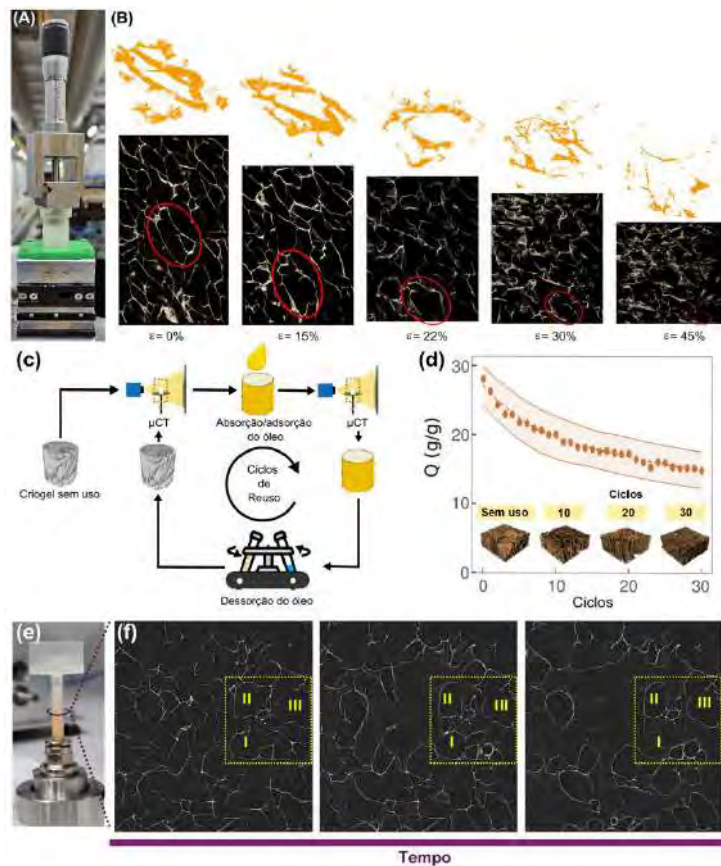


Figura 281: Micromecânica de deformação *ex situ* em criogéis de CNF/LBN sob regime de compressão mecânica. (a) Configuração do setup de compressão mecânica que inclui o criogel dentro de um recipiente polimérico acoplado a um micrômetro. (b) Evolução da microestrutura interna do criogel durante a compressão mecânica, com ênfase em um poro renderizado em 3D, oriundo da região circular vermelha, ilustrando os efeitos da compressão sobre a forma do poro. Caracterização *in situ* da dinâmica de absorção de óleo em criogel de CNF/LBN. (c) Esquemático do ensaio de reuso dos criogéis de CNF/LBN utilizando tomografia de raios X. (d) Capacidade absorptiva ( $Q$ ) em que a região das linhas superior e inferior representam o desvio padrão de cada uma das medidas, destaque para a renderização 3D dos volumes de interesse (VOIs) ( $35 \text{ mm}^3$ ) correspondente aos criogéis ao longo dos ciclos de reuso. (e) Configuração do setup tubular contendo o criogel de CNF/LBN 80/20 com o óleo sendo injetado na parte inferior, indicado pela coloração alaranjada. (f) Sequência de tomogramas temporais ilustrando a absorção do óleo: destaque para um poro sendo completamente preenchido (indicado pelo número I) e poros sendo parcialmente preenchidos contendo bolhas de ar (indicados pelos números II e III), demarcados pelo quadrado amarelo tracejado.

### 2.3.3. Funcionalização de Biopolímeros

Nos últimos anos, a busca por alternativas sustentáveis para a produção de plásticos tem atraído a atenção de pesquisadores e indústrias. Nesse contexto, a biomassa lignocelulósica surge como uma opção promissora para reduzir a dependência de combustíveis fósseis, por ser um recurso biodegradável e renovável. A biomassa lignocelulósica é constituída principalmente por feixes alinhados de fibrilas de celulose parcialmente cristalinas, embebidas em uma matriz amorfa de lignina e hemicelulose<sup>74</sup>. Esses componentes estão distribuídos em uma estrutura heterogênea

<sup>74</sup> CHAFFEY, N. Microfibril orientation in wood cells: new angles on an old topic. *Trends in Plant Science*, v. 5, n. 9, p. 360–362, set. 2000.

e complexa, cuja organização resulta na resistência inerente da biomassa à ação de tratamentos químicos ou mecânicos, fenômeno conhecido como "recalcitrância da biomassa"<sup>75</sup>. Diante disso, compreender os mecanismos de interação entre celulose e lignina em escala nanométrica e molecular é essencial. Ademais, a elucidação desses mecanismos pode levar ao desenvolvimento de métodos mais eficientes de isolamento, e posterior modificação, das nanoceluloses, aumentando o rendimento e reduzindo os custos de produção.

Neste sentido, nos anos 2024, os esforços da equipe dedicada ao Subprograma Ecomateriais – Funcionalização de Biopolímeros estiveram voltados à investigação da interação entre lignina e celulose em diferentes solventes, dando continuidade às iniciativas em quantificar essa interação em meios líquidos<sup>76</sup>. Para mensurar a força de adesão em nanoescala, foram utilizadas curvas de força-distância (F-d) obtidas por espectroscopia de força por microscopia de força atômica (AFM-FS) (Figura 282a). Essa técnica permite quantificar, com resolução nanométrica, as forças de interface entre uma sonda de AFM recoberta com lignina (Figura 282b) e um substrato fino de microfibrilas de celulose (MFCs, Figura 282c). Através das curvas resultantes da aproximação e retração da ponta do AFM em relação ao substrato, pode-se obter informações sólidas sobre a adesão entre as superfícies.

Além dos avanços feitos no estado da arte para a realização de experimentos AFM-FS, esse tipo de estudo requer ferramentas de análise de dados. A interpretação dos resultados de AFM-FS é complexa devido às diversas facetas da celulose e aos grupos funcionais da lignina que participam da interação celulose-lignina. A classificação manual das curvas pode levar a imprecisões, especialmente com grandes conjuntos de dados. Portanto, utilizou-se uma abordagem baseada em aprendizado de máquina para a classificação automática dos perfis das curvas de força. A estratégia empregada incluiu: (1) redução da variância usando análise de componentes principais (PCA); (2) agrupamento por similaridade e remoção de *outliers* com *dynamic time warping* (DTW) e *local outlier factor* (LOF); (3) análise das métricas de agrupamento em função do número de grupos; e (4) cálculo das forças de adesão a partir das curvas centroides. A Figura 282d apresenta a visualização dos resultados do agrupamento no espaço *uniform manifold approximation and projection* (UMAP). Embora haja separação espacial dos grupos, as fronteiras entre eles são difusas. A análise da inércia e do score de silhueta não indicou um número ideal de grupos. Observamos mudanças significativas na força de adesão entre as diferentes concentrações de etanol, independentemente do número de grupos.

As simulações de dinâmica molecular revelaram diferenças significativas na afinidade da lignina pelas diferentes faces da celulose, dependendo do solvente (Figura 282e). Observamos

---

ROWELL, R. M. (ED.). *Handbook of wood chemistry and wood composites*. 2. ed. Florida, USA: CRC Press, 2005.

<sup>75</sup> HIMMEL, M. E. et al. Biomass recalcitrance: engineering plants and enzymes for biofuels production. *Science (New York, N.Y.)*, v. 315, n. 5813, p. 804–807, 9 fev. 2007.

GROSS, A. S.; CHU, J.-W. On the Molecular Origins of Biomass Recalcitrance: The Interaction Network and Solvation Structures of Cellulose Microfibrils. *The Journal of Physical Chemistry B*, v. 114, n. 42, p. 13333–13341, 28 out. 2010.

<sup>76</sup> NASCIMENTO, D. M. et al. How lignin sticks to cellulose—insights from atomic force microscopy enhanced by machine-learning analysis and molecular dynamics simulations. *Nanoscale*, v. 14, n. 47, p. 17561–17570, 8 dez. 2022.

diferenças significativas na força de adesão para as facetas da celulose: (i) na face 100, as forças foram similares em 0% e 100% de etanol; (ii) na face 010, em 100% de etanol; (iii) na face 110, as forças foram similares em 0% e 50% de etanol; e (iv) na face 1-10, a maior força ocorreu em 100% de etanol. Análises adicionais serão realizadas para elucidar os detalhes atômicos das interações celulose-lignina-solvente em cada sistema. Também estão em andamento simulações considerando a aproximação de diferentes porções da lignina à celulose.

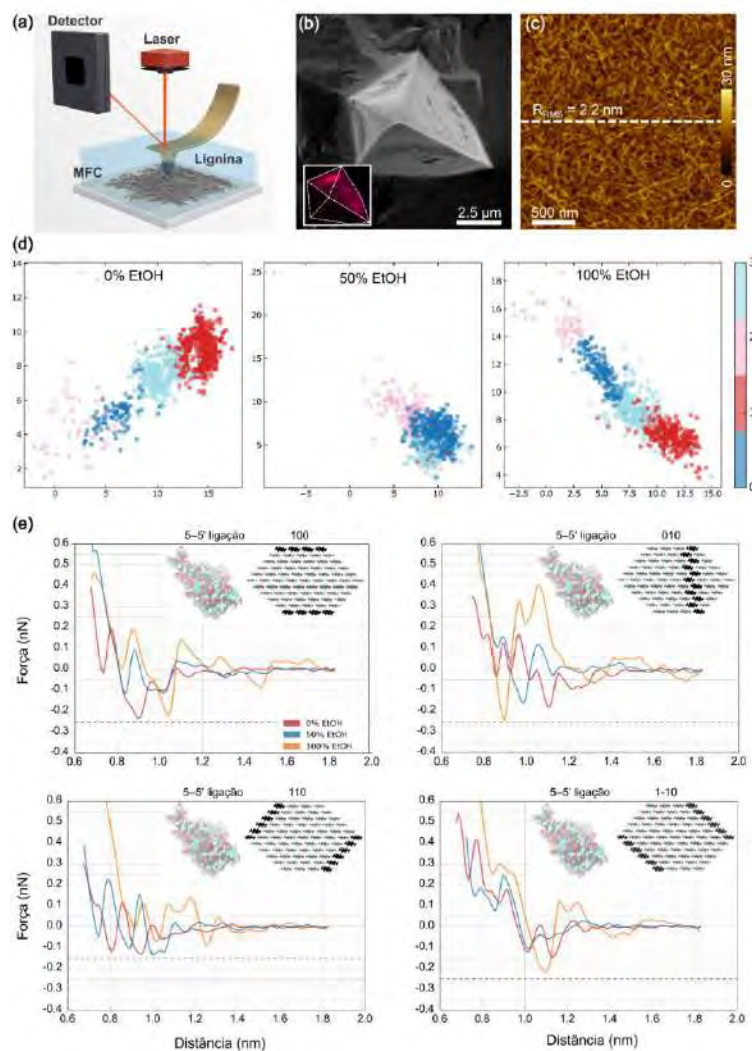


Figura 282: (a) ilustração esquemática do sistema experimental utilizado para as medidas de AFM-FS; (b) Imagem de microscopia eletrônica de varredura (SEM) da sonda de AFM após o recobrimento com lignina; (c) Imagem de AFM do substrato de MFCs preparado por spin-coating; (d) Representação utilizando UMAP para o conjunto de dados com grupos designados pelo agrupamento por *k*-médias com quatro grupos; (e) Valores de força de adesão da lignina às diferentes facetas de celulose em diferentes concentrações de etanol (EtOH).

A análise das forças de adesão fornece informações detalhadas sobre as interações intermoleculares entre a ponta recoberta com lignina e o substrato de celulose, considerando

também os efeitos locais do meio líquido<sup>77</sup>. As facetas do plano cristalino da celulose podem ser classificadas como hidrofílicas ou hidrofóbicas, e sua interação com o meio aquoso desempenha um papel crucial na adesão à lignina. Facetas hidrofílicas estabelecem interações repulsivas com a lignina devido às forças de hidratação, enquanto facetas hidrofóbicas favorecem a interação hidrofóbica. A substituição de moléculas de água por solventes orgânicos, como o etanol, pode desestabilizar o efeito hidrofóbico. A presença do solvente orgânico influencia a solvatação dos solutos apolares, alterando a variação da entropia do sistema<sup>78</sup>. Esse efeito explica a redução da força de adesão observada na mistura 50% etanol. Já o aumento da força de interação em 100% etanol, possivelmente pode estar relacionada a maior interação com a faceta 100 e 1-10 (Figura 282e), quando comparado ao solvente 0% etanol. Além disso, a maior frequência de eventos de adesão em 100% etanol observado nas medidas de AFM-FS sugere uma maior disponibilidade das facetas 1-10 acessíveis para a sonda recoberta com lignina. Estudos futuros aprofundarão a análise dos mecanismos de interação e explorarão diferentes porções da lignina, visando otimizar o uso desses recursos renováveis.

A partir da biomassa vegetal, nanoestruturas de alto valor agregado podem ser obtidas, como as nanofibrilas de celulose (CNFs), que são nanopartículas unidimensionais com diâmetro de 5 a 50 nm e comprimento maior que 1  $\mu\text{m}$ <sup>79</sup>. As CNFs oxidadas (OCNFs) são tipicamente isoladas por meio de quatro etapas (Figura 283a). Primeiro, o material lignocelulósico bruto é deslignificado por métodos de polpação alcalina, Kraft ou organossolve. Em seguida, as etapas de branqueamento são empregadas para remover a lignina residual das fibras, gerando uma polpa rica em celulose (>90%). A polpa é encaminhada a uma nova etapa de tratamentos químicos ou enzimáticos, para facilitar a desfibrilação, e, finalmente, as nanoceluloses são isoladas por ação mecânica<sup>80</sup>. Apesar de amplamente utilizada em escala laboratorial, essa abordagem possui muitas barreiras de escalonamento, incluindo baixo rendimento, alto custo de produção e alto impacto ambiental<sup>81</sup>. Com o objetivo de viabilizar a produção de OCNFs em escala industrial, este projeto propôs uma nova rota com menos etapas para o isolamento de OCNFs do bagaço de cana-de-açúcar (BCA). Para tal, um processo de oxidação direta foi aplicado às fibras de BCA, visando superar sua recalcitrância. Este processo combina as etapas de deslignificação, branqueamento e oxidação catalisada por TEMPO em uma única etapa, produzindo OCNFs de forma eficaz (Figura 283a).

---

<sup>77</sup> KIM, K. et al. Molecular Features of Hydration Layers: Insights from Simulation, Microscopy, and Spectroscopy. *The Journal of Physical Chemistry C*, v. 126, n. 21, p. 8967–8977, 2 jun. 2022.

ZHANG, Z. et al. Molecular features of hydration layers probed by atomic force microscopy. *Physical Chemistry Chemical Physics*, v. 20, n. 48, p. 30492–30501, 12 dez. 2018.

<sup>78</sup> VAN DER VEGT, N. F. A.; NAYAR, D. The Hydrophobic Effect and the Role of Cosolvents. *The Journal of Physical Chemistry B*, v. 121, n. 43, p. 9986–9998, 2 nov. 2017.

<sup>79</sup> NECHYPORCHUK, O.; BELGACEM, M. N.; BRAS, J. Production of cellulose nanofibrils: A review of recent advances. *Industrial Crops and Products*, Nanocellulose: production, functionalisation and applications. v. 93, p. 2–25, 25 dez. 2016.

<sup>80</sup> SPENCE, K. L. et al. A comparative study of energy consumption and physical properties of microfibrillated cellulose produced by different processing methods. *Cellulose*, v. 18, n. 4, p. 1097–1111, 1 ago. 2011.

DUFRESNE, A. Nanocellulose: From Nature to High Performance Tailored Materials. De Gruyter, 2012.

<sup>81</sup> RUDIE, A. Commercialization of Cellulose Nanofibril (CNF) and Cellulose Nanocrystal (CNC): Pathway and Challenges. In: DUFRESNE, A. (ED.). *Nanocellulose: From Nature to High Performance Tailored Materials*. De Gruyter, 2012, pp 761–797.

O processo de oxidação direta foi baseado no método de oxidação de madeira proposto por Kaffashsaie et al.<sup>82</sup>. Para as fibras de BCA, a reação foi replicada em dois conjuntos de amostras: (I) fracionadas (*in natura*, desmeduladas e da medula) e (II) com diferentes condições de moagem (sem moagem, moagem em moinho de facas e moagem em moinho de corte/impacto). Nestes ensaios, a utilização do BCA desmedulado ou apenas de sua medula não apresentou vantagens significativas em relação ao BCA *in natura*, não justificando a adição de etapas de separação dos componentes do BCA ao processo. Por outro lado, os testes com diferentes condições de moagem revelaram maior eficiência das reações de oxidação para tamanhos menores de partículas de bagaço. Dessa forma, os ensaios de isolamento de OCNFs foram realizados com o BCA *in natura* moído em moinho de facas industrial.

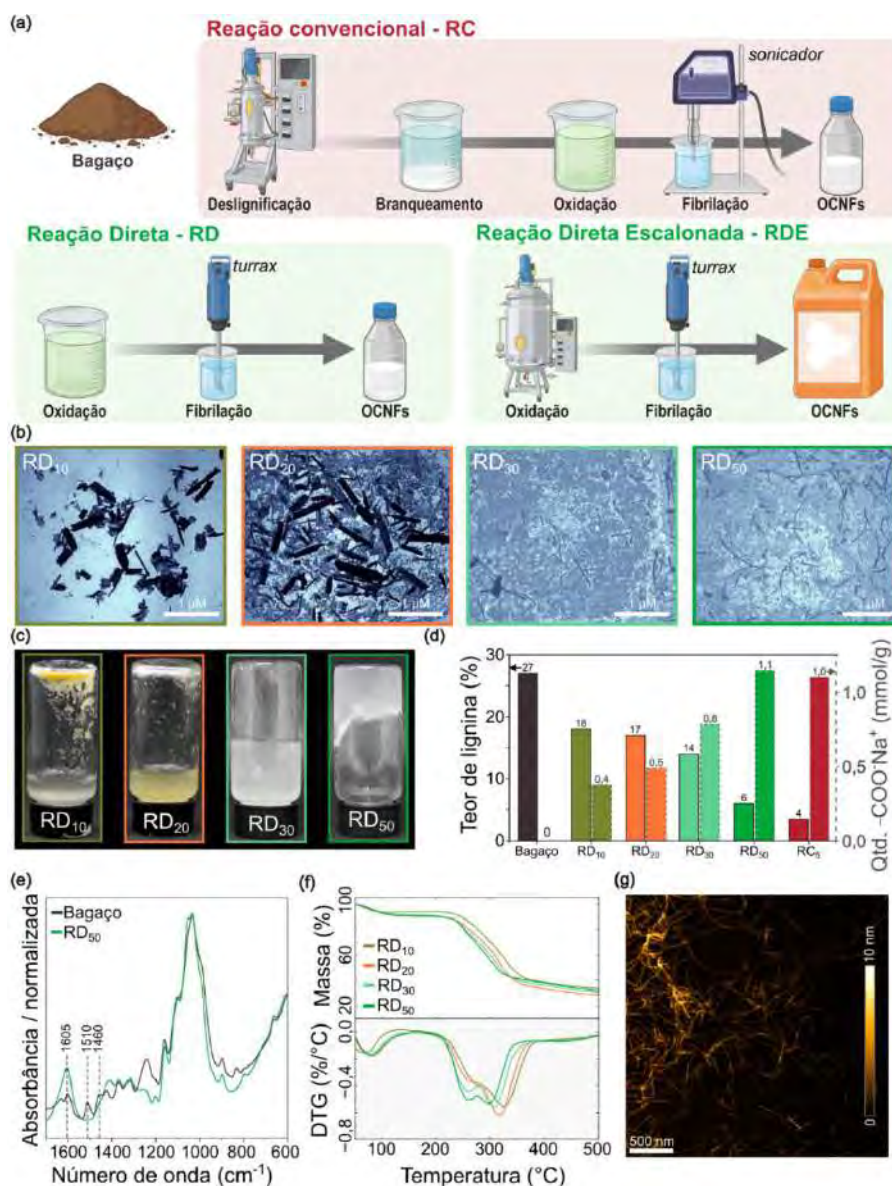


Figura 283: (a) Esquema ilustrativo dos processos de obtenção de OCNFs usando a reação convencional (RC) (Pinto et al. 2019) e a reação direta nos testes de bancada (RD) e planta-piloto (RDE). As reações foram abreviadas como RD<sub>n</sub> e RC<sub>n</sub>, onde “n” refere-se a proporção de NaClO em mmol por massa de

<sup>82</sup> KAFFASHSAIE, E. et al. Direct conversion of raw wood to TEMPO-oxidized cellulose nanofibers. *Carbohydrate Polymers*, v. 262, p. 117938, 15 jun. 2021.

*fibras (em gramas) usada na reação. (b) Microscopias ópticas (OM), (c) fotografias, (d) teor de lignina e quantidade de grupos carboxilato, (e) Espectros de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e (f) Análise termogravimétrica (TGA) das dispersões obtidas nos testes em bancada. (g) Imagem de AFM das OCNFs obtidas da RD<sub>50</sub>.*

Após a definição desses parâmetros iniciais, variou-se a quantidade de NaClO por massa de fibras (10, 20, 30 e 50 mmol/g), mantendo-se os demais parâmetros constantes. As imagens de OM mostraram que o aumento da concentração de NaClO reduziu o diâmetro e a quantidade de fibras presentes nas suspensões após a fibrilação (Figura 283b). Visualmente, somente os produtos das RD<sub>30</sub> e RD<sub>50</sub> apresentaram fase gel, com coloração azulada característica de dispersões de OCNFs e ausência de fibras macroscópicas (Figura 283c), corroborando as observações obtidas nas imagens de OM. A presença de grupos carregados nas OCNFs foi verificada por titulações condutimétricas (Figura 2d). Como esperado, o produto da reação RD<sub>5</sub> (realizada com maior concentração de NaClO) apresentou a maior quantidade de grupos de ácido carboxílico (1,1 mmol g<sup>-1</sup>).

A remoção da lignina das fibras foi avaliada por FTIR, TGA e espectroscopia UV-Vis pelo método de Lignina Solúvel em Brometo de Acetila (ABSL). A análise por FTIR mostrou que a extensão do processo de oxidação foi influenciada pela concentração de NaClO. Com o aumento da concentração desse oxidante, houve a diminuição da intensidade das bandas de absorção de lignina (1460 e 1510 cm<sup>-1</sup>) e a formação de grupos carboxilato (1605 cm<sup>-1</sup>), que indicam a remoção da lignina e maior grau de oxidação na biomassa, respectivamente (Figura 283e). Na mesma tendência, nas análises por TGA, as amostras oxidadas com maior concentração de NaClO apresentaram menores temperaturas de decomposição. Esse efeito pode ser atribuído à remoção da lignina, que possui anéis aromáticos e ligações duplas, que proporcionam maior estabilidade térmica ao material<sup>83</sup>. Os resultados do método ABSL mostraram que a RD<sub>50</sub> reduziu o teor de lignina no BCA de 27 para até 6%, atingindo valor similar ao de fibras após etapas de deslignificação e branqueamento (Figura 283d). Além disso, as OCNFs obtidas via RD<sub>50</sub> possuem uma quantidade de grupos carboxilato e teor de lignina similares às OCNFs obtidas para a RC<sub>5</sub> (Pinto et al. 2019). Por fim, a análise por AFM revelou a presença de nanofibrilas bem isoladas para a RD<sub>50</sub> (Figura 283g), enquanto as outras amostras apresentam estruturas mais agregadas. Estes resultados mostram que no processo de oxidação direta, a fibrilação é um resultado da quebra de coesão da parede celular por dois principais fatores: (I) inserção de cargas eletrostáticas na celulose pela conversão de grupos hidroxilas do carbono C6 em grupos carboxilatos; (II) remoção parcial da lignina por oxidação<sup>84</sup>.

A produção das OCNFs foi escalonada de 200 mL para 300 L, permitindo a preparação de 20 L de OCNFs com teor de sólidos de 8% m/m. A Figura 284a apresenta o fluxograma do processo de escalonamento, realizado a partir de 2,8 kg de BCA e gerando cerca de 1,6 kg de fibras oxidadas. Do ponto de vista cinético, a velocidade das reações de oxidação e deslignificação é maior em pH entre 9 e 11,5. Durante o processo, um reajuste simultâneo do pH foi realizado buscando manter o meio reacional nessa faixa ótima de pH, de forma que os eventos de oxidação

<sup>83</sup> ROSA, M. F. et al. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydrate Polymers*, v. 81, n. 1, p. 83–92, 23 maio 2010.

<sup>84</sup> KAFFASHAIE, E. et al. Direct conversion of raw wood to TEMPO-oxidized cellulose nanofibers. *Carbohydrate Polymers*, v. 262, p. 117938, 15 jun. 2021.

ocorresse mais rapidamente que as reações de degradação da celulose pelo NaClO. O monitoramento do pH da reação na planta-piloto mostrou que ocorreram quedas mais acentuadas de pH nas duas primeiras horas, quando o reajuste de pH foi realizado com adição de NaOH 2 M (Figura 284b). Após esse período, o controle foi realizado com adição de NaOH 4 M, tornando o sistema mais estável. A diferença entre as curvas foi atribuída ao fato do pH e à adição de NaOH ter sido feita por controle manual, de forma que, em uma aplicação industrial, é recomendado o uso de um sistema automatizado de controle de pH.

Ao final da reação, as fibras oxidadas (Figura 284e) foram lavadas e submetidas à fibrilação mecânica em agitador mecânico, formando suspensões estáveis de OCNFs (Figura 284f). As propriedades das OCNFs obtidas em escala piloto foram comparadas às OCNFs obtidas nos testes em bancada. Na análise viscosimétrica, as OCNFs obtidas na planta piloto (RD<sub>50E</sub>) apresentaram um perfil de afinamento com cisalhamento (*shear thinning*) similar ao das OCNFs obtidas em bancada (RD<sub>50</sub>) (Figura 284c). Além disso, a quantidade de grupos carboxilato, o comprimento e o potencial zeta de ambas OCNFs apresentaram valores semelhantes (Figura 284d). Por fim, as imagens de AFM mostraram fibrilas isoladas com alta razão de aspecto, característica de OCNFs (Figura 284g). Dessa forma, as propriedades da OCNFs apontam que o isolamento realizado em escala piloto foi equivalente ao de escala laboratorial, indicando a viabilidade do método em condições de maior escala.



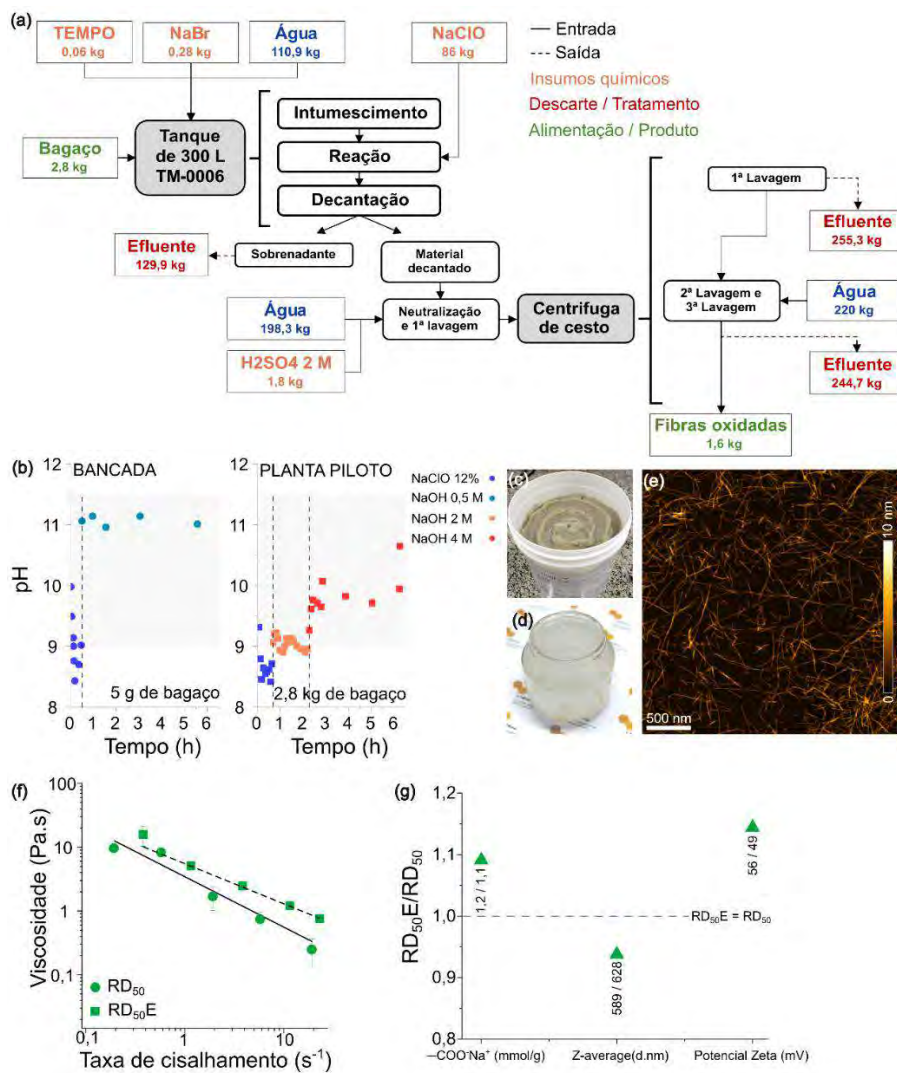


Figura 284: (a) Fluxograma de processamento para o isolamento das OCNFs do teste na planta piloto. (b) Variação do pH em função do tempo para os testes em bancada e planta piloto. Fotografias do produto obtido na planta-piloto após (c) centrifugação e (d) após a lavagem e fibrilação. (e) Imagem de AFM das OCNFs obtidas da RD<sub>50</sub>E. Comparação das propriedades de OCNFs isoladas em bancada (RD<sub>50</sub>) e planta piloto (RD<sub>50</sub>E): (f) viscosidade em função da taxa de cisalhamento e (g) Razão entre a quantidade de grupos carboxilato, tamanho (z-average) e potencial zeta.

A obtenção de nanomateriais celulósicos com propriedades termoplásticas tem atraído a atenção nos últimos anos, por ser uma alternativa ecologicamente amigável aos polímeros de fonte fóssil e com a possibilidade de aplicação em processos já estabelecidos na indústria de plásticos convencionais. Contudo, esses nanomateriais, em geral, apresentam baixa extrudabilidade ou termoplaticidade na janela de processamento comumente utilizada (120-350°C). Ou seja, tendem a degradar antes de fundir, o que inviabiliza seu processamento por rotas termoplásticas. Para contornar esse desafio, foi utilizada uma rota química de oxidação e redução da celulose para incorporar propriedades termoplásticas<sup>85</sup>. Essas modificações podem

<sup>85</sup> SIMON, J. et al. Towards Tailored Dialdehyde Cellulose Derivatives: A Strategy for Tuning the Glass Transition Temperature. *ChemSusChem*, v. 17, n. 5, p. e202300791, 2024.

LO RE, G. et al. Melt processable cellulose fibres engineered for replacing oil-based thermoplastics. *Chemical Engineering Journal*, v. 458, p. 141372, 15 fev. 2023.

reduzir interações intermoleculares e, como consequência, diminuir a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), aumentando sua janela de processamento. Aqui, essa estratégia foi aplicada para celulose isolada do BCA (Figura 285a).

O BCA foi submetido ao processo de branqueamento e deslignificação, e posteriormente, submetido a uma reação oxidação com metaperiodato de sódio, investigando-se o efeito do tempo de reação (24 e 48 h) na estrutura química da celulose. Essa oxidação promove a abertura na unidade de anidroglicose pela clivagem da ligação dos átomos de carbono C2 e C3, introduzindo grupos carbonila nesses dois carbonos. O grau de substituição (GS), obtido por titulação com hidrocloreto de hidroxilamina, apresentou diferenças com o aumento no tempo de reação. Neste caso, o GS aumentou de 48,4 para 65,7% com o aumento do tempo de reação de 24 para 48 h. Estes valores indicam que a reação ocorreu de forma semelhante à obtida com polpa Kraft de celulose<sup>86</sup>. Todavia, o rendimento da reação diminuiu de 98 para 84%, para 24 e 48h, respectivamente, indicando que o valor de GS aumenta em detrimento da diminuição do rendimento. Em seguida, a polpa oxidada, denominada dialdeído-celulose (B24DAC e D48DAC), foi submetida a uma reação de redução com borohidreto de sódio, convertendo as carbonilas do C2 e C3 da unidade de anidroglicose em grupos álcoois (Figura 285a). A polpa de celulose branqueada (BCA), a oxidada (DAC) e reduzida (DIOL) foram caracterizadas por FTIR (Figura 285b) e DSC (Figura 285c-f), de forma a evidenciar a modificação química e a diminuição da  $T_g$ .

---

<sup>86</sup> SIMON, J. et al. Towards Tailored Dialdehyde Cellulose Derivatives: A Strategy for Tuning the Glass Transition Temperature. *ChemSusChem*, v. 17, n. 5, p. e202300791, 2024.

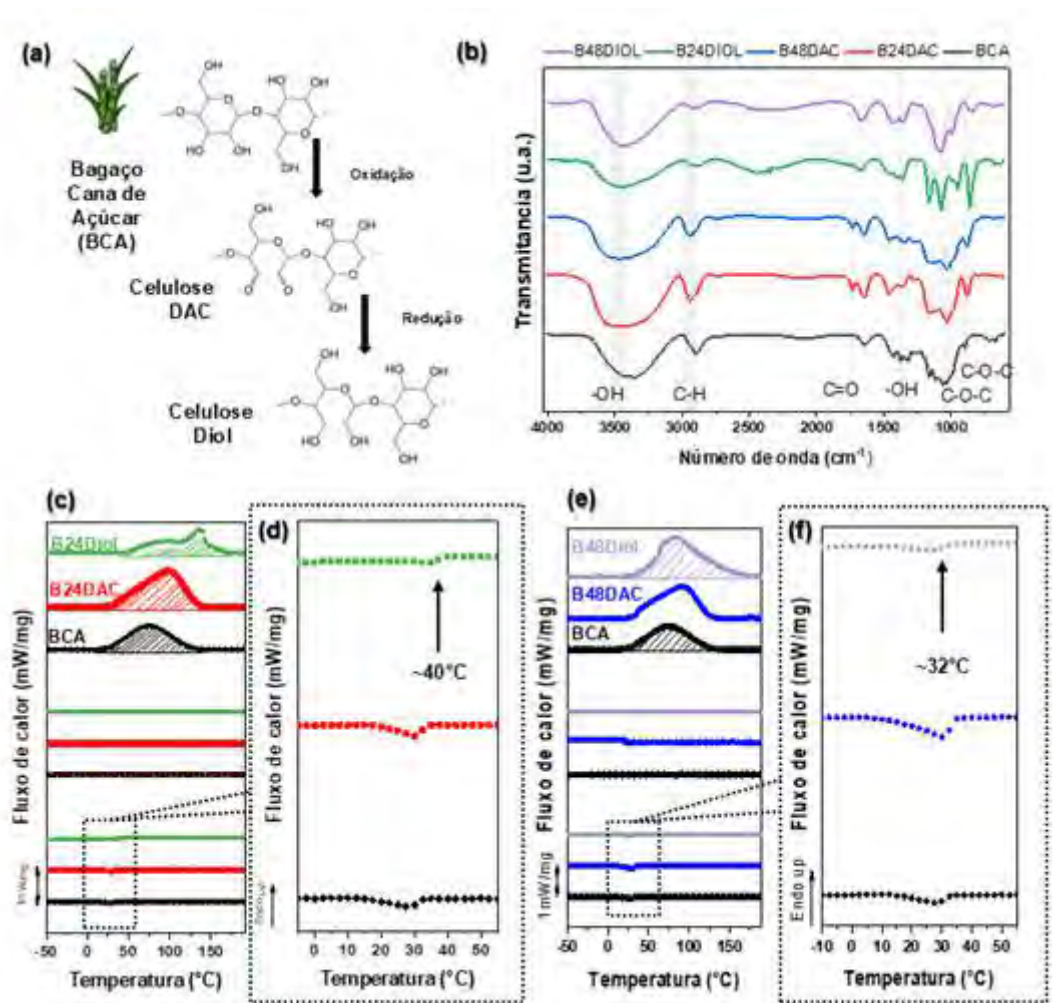


Figura 285: (a) protocolo aplicado para modificação química da celulose isolada do BCA. (b) espectros de FTIR e (c-f) calorimetria diferencial exploratória (DSC) do BCA, da celulose DAC e da celulose Diol.

Na polpa BCA, estiramentos O-H em  $3338\text{ cm}^{-1}$  e  $1316\text{ cm}^{-1}$  diminuíram com a oxidação com periodato (Figura 285b). A inserção de grupos aldeído e seus derivados ficaram evidentes pelas bandas em  $1730$  e  $880\text{ cm}^{-1}$  relacionadas ao estiramento de C=O e de hemiacetal (O-C-O), respectivamente, as quais não aparecem no espectro do BCA. Adicionalmente, as bandas em  $2901$  e  $1026\text{ cm}^{-1}$ , relacionadas aos estiramentos C-H e C-O-C podem ser observados tanto para o espectro de BCA quanto de DAC. No caso da celulose DIOL, a redução dos grupos carbonilas em grupos hidroxilas foi revelada pelo aumento da absorção em  $3325\text{ cm}^{-1}$  (-O-H) e  $2933\text{ cm}^{-1}$  (C-H) e ausência do sinal em  $875\text{ cm}^{-1}$ . Indicando assim a completa redução da celulose DAC para celulose DIOL<sup>87</sup>.

A modificação química, ou seja, a abertura na unidade de glucose pela clivagem da ligação dos átomos do carbono C2 e C3 (Figura 285a) promoveu mudanças nas propriedades térmicas da celulose DIOL. Nos dados de DSC (Figura 285c-f), o primeiro aquecimento mostra picos endotérmicos relacionados à água de hidratação e ligação em todas as amostras. No segundo

<sup>87</sup> SIMON, J. et al. A fast method to measure the degree of oxidation of dialdehyde celluloses using multivariate calibration and infrared spectroscopy. *Carbohydrate Polymers*, v. 278, p. 118887, 15 fev. 2022.

aquecimento, diferentemente da BCA e DAC, observou-se que na celulose DIOL (B24Diol e B48Diol) houve uma mudança na linha base, evento característico do processo de transição de um estado rígido, vítreo, para um estado flexível, emborrachado. Os valores de  $T_g$  foram de 40 e 32 °C, respectivamente ao menor e maior tempo de reação. Estes valores foram inferiores ao da celulose BCA que usualmente apresenta valores acima de 200 °C.

A diminuição da  $T_g$  com o aumento no tempo de reação está relacionada ao aumento no GS de 48,4 para 65,7 % e pode ser explicada por dois mecanismos de oxidação da celulose (*core-shell* e/ou *peeling*). No primeiro caso, a oxidação pode ocorrer na superfície das fibras, e à medida que o grau de oxidação aumenta, mais camadas vão sendo oxidadas. No segundo caso, a oxidação de unidades de anidroglicose ocorre de forma aleatória, diminuindo as interações supramoleculares das cadeias de celulose, destacando-as umas das outras e assim permitindo uma maior mobilidade a temperaturas abaixo dos 100 °C<sup>88</sup>. Em ambos os casos, há uma relação linear entre o GS e a  $T_g$ <sup>89</sup>, como foi observado no processo com a celulose de BCA. Além disso, esses valores obtidos foram comparáveis a de polímeros convencionais como PLA (55 °C), PET (~75 °C) e poliestireno (~100 °C)<sup>90</sup>, indicando que essa abordagem tem grande potencial para produção de termoplásticos de biopolímeros funcionalizados provenientes da biomassa vegetal.

As celuloses funcionalizadas estão sendo aplicadas no desenvolvimento de materiais renováveis funcionais, com o objetivo de substituir materiais de origem não-renovável. Neste contexto, a aplicação de nanoceluloses em materiais leves e porosos surge como uma alternativa às espumas plásticas e estruturas de polímeros expandidos<sup>91</sup>. Os criogéis de OCNFs são obtidos pela liofilização de hidrogéis de OCNFs, caracterizando-se por alta área superficial, alta porosidade e baixa densidade. Entretanto, a aplicação de materiais leves de OCNFs é ainda limitada pela sua baixa resistência à água e propriedades mecânicas inferiores aos materiais derivados do petróleo. Para o melhor entendimento dos efeitos da umidade na morfologia desses materiais, experimentos de variação de umidade foram realizados *in situ* à microtomografia por raios X com radiação síncrotron (SR- $\mu$ CT), na linha de luz MOGNO do Sirius. Para essa análise, foi desenvolvido um porta-amostra com atmosfera controlada com misturas de N<sub>2</sub> seco e N<sub>2</sub> umedecido por purga em água. Esse sistema permitiu a realização de medidas com RH entre 20 e 80%, monitorada por um sensor de RH e temperatura (Figura 286a). Além disso, o porta-amostra desenvolvido apresenta um acessório para a execução de ensaios de compressão de criogéis (Figura 286b), viabilizando a análise de mudanças morfológicas provocadas por ação mecânica. Durante os experimentos, os criogéis foram condicionados no porta-amostra e medidas *in situ* de SR- $\mu$ CT foram realizadas em ciclos de RH (20, 50, 80 e 20%).

---

<sup>88</sup> ELF, P. et al. Molecular Dynamics Simulations of Cellulose and Dialcohol Cellulose under Dry and Moist Conditions. **Biomacromolecules**, v. 24, n. 6, p. 2706–2720, 12 jun. 2023.

<sup>89</sup> SIMON, J. et al. Towards Tailored Dialdehyde Cellulose Derivatives: A Strategy for Tuning the Glass Transition Temperature. **ChemSusChem**, v. 17, n. 5, p. e202300791, 2024.

<sup>90</sup> MEHANDZHIYSKI, A. Y. et al. Microscopic Insight into the Structure–Processing–Property Relationships of Core–Shell Structured Dialcohol Cellulose Nanoparticles. **ACS Applied Bio Materials**, v. 5, n. 10, p. 4793–4802, 17 out. 2022.

<sup>91</sup> FERREIRA, E. S.; REZENDE, C. A.; CRANSTON, E. D. Fundamentals of cellulose lightweight materials: bio-based assemblies with tailored properties. **Green Chemistry**, v. 23, n. 10, p. 3542–3568, 24 maio 2021.

Foram obtidas cerca de 50 imagens 3D reconstruídas de criogéis de OCNFs em diferentes RH e deformações, com resolução de  $1263 \times 1263 \times 1263 \text{ nm}^3$ . O processo de segmentação de imagens é desafiador para materiais poliméricos, como a celulose, devido ao baixo contraste entre o material e o fundo, causado pelo baixo coeficiente de atenuação de raios X do carbono<sup>92</sup>. Além do baixo contraste, as imagens reconstruídas apresentaram artefatos de ruído e de anel, que devem ser removidos por filtros antes da etapa de segmentação. Dessa forma, um protocolo para o tratamento e segmentação das imagens reconstruídas foi desenvolvido utilizando o software Amira-Avizo. Inicialmente, porções cúbicas das imagens reconstruídas foram recortadas e filtradas (Figura 286c). Após isso, as imagens filtradas foram segmentadas, resultando em imagens binárias (Figura 286). A partir das imagens segmentadas, análises quantitativas foram realizadas para obter medidas de parâmetros morfológicos dos criogéis, como a distribuição de espessura das paredes celulares e a distribuição do diâmetro de poros equivalentes.

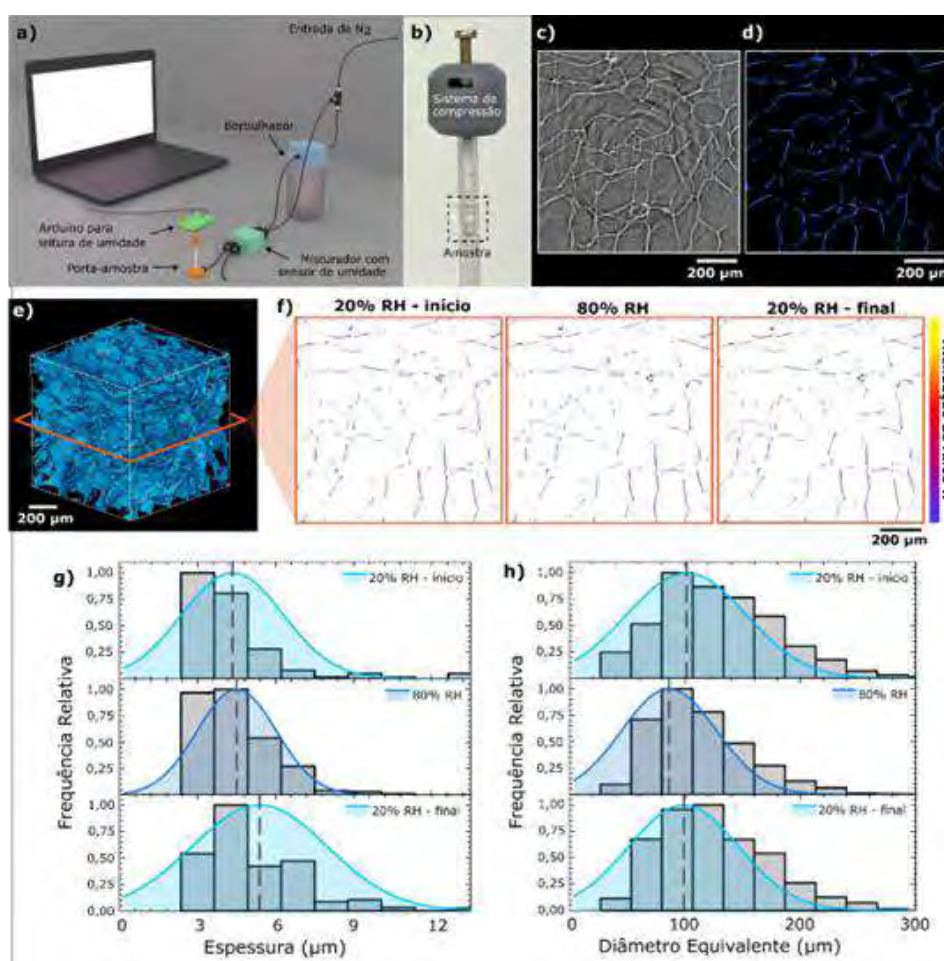


Figura 286: Análise de SR- $\mu$ CT *in situ* com controle de umidade e deformação: (a) montagem experimental; (b) porta-amostra para compressão de criogéis. (c) Imagem reconstruída de seção transversal do criogel de OCNFs em 20% RH. (d) Imagem binária de seção transversal do criogel em 20%

<sup>92</sup> HUBBELL, J. H.; SELTZER, S. M. Tables of X-ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients 1 keV to 20 MeV for Elements Z = 1 to 92 and 48 Additional Substances of Dosimetric Interest. National Inst. of Standards and Technology (PL), Gaithersburg, MD. Ionizing Radiation Div., 1995.

*RH obtida por segmentação. (e) Representação do 3D do criogel. (f) Mapas de espessura e distribuições de (g) espessura e (h) diâmetro de poros equivalentes para o criogel em um ciclo de umidade com intumescimento de 20 a 80% RH e secagem com redução para 20% RH.*

As imagens segmentadas dos criogéis de OCNFs exibiram estruturas celulares abertas em todas as umidades testadas, como mostra a Figura 286e. Essa morfologia é característica de materiais com baixa densidade aparente, obtidos por liofilização de géis. Os mapas de espessura de parede celular foram calculados para uma fatia dos criogéis nas diferentes umidades (Figura 286f). Os valores de espessura foram representados em histogramas, considerando paredes com espessuras superiores a 3  $\mu\text{m}$  (Figura 286g). Observou-se que, ao umedecer e secar os criogéis, a parede celular foi intumescida, aumentando seu valor médio de espessura de 4,3 para 5,4  $\mu\text{m}$ , aproximadamente. Como essa diferença está próxima da resolução experimental (1,2  $\mu\text{m}$ ), a variação de espessura não foi significativa nas condições analisadas, indicando que os criogéis de OCNFs apresentam resistência de forma quando expostos ao vapor de água. Esta estabilidade também foi evidenciada na análise de diâmetro de poros, que indicou pequenas variações em um ciclo de RH. Inicialmente (RH 20%), os criogéis exibiram uma distribuição de diâmetro de poros variando entre algumas a várias centenas de micrômetros (Figura 286h). Ao umedecer o material, observou-se um deslocamento dessa distribuição para tamanhos menores, enquanto a secagem provocou um leve aumento dos poros.

A análise de SR- $\mu\text{CT}$  4D na linha de luz MOGNO permitiu a observação *in situ* de materiais porosos em ambientes úmidos, oferecendo informações relevantes sobre a adesão de compostos lignocelulósicos em microescala. Nas etapas seguintes, as imagens segmentadas dos criogéis submetidos a ciclos de compressão serão analisadas para inferir os mecanismos de deformação em condições secas e úmidas. Dessa forma, esse estudo deverá contribuir para a compreensão dos efeitos plastificantes da água nesses sistemas e fomentar o desenvolvimento de materiais renováveis mais robustos.

No desenvolvimento de materiais renováveis, sistemas coloidais contendo látex de borracha natural (LBN) e OCNFs foram explorados para a produção de criogéis. O sistema OCNF-LBN apresentou estabilidade coloidal ao combinar componentes com cargas negativas, formando suspensões sem agregação (Figura 287a). A secagem desses sistemas permitiu a obtenção de criogéis porosos (90%), com alta área superficial ( $> 350 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ) e hidrofóbicos, em que o LBN atuou como um agente ancorador das aCNFs (Figura 287b). Além disso, os grupos COOH na superfície das OCNFs permitiram a adsorção de  $\text{Cu}^{2+}$  ( $420 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ) e capacidade de remover até 98% do contaminante após vários ciclos de reuso (Figura 287c-d). Esses criogéis baseados em OCNF-LBN são alternativas sustentáveis e promissoras para remediação de sistemas aquáticos.

Em outro sistema, os criogéis de OCNF-LBN (Figura 287e-f) foram funcionalizados com óxido de cobre (CuO) para aplicação na remediação de sistemas contendo contaminantes emergentes, como, por exemplo, bactérias e vírus. Tal funcionalização não alterou a estrutura interna dos criogéis. Essas nanoestruturas de CuO apresentaram morfologia similar a “nanowiskers” da ordem de 50 nm (Figura 287g) com alta razão de aspecto, auto-organizadas na superfície dos poros do criogel como micropartículas com formato de flores ( $\sim 50 \mu\text{m}$ ) (Figura 287h-i). Ainda, a composição das NPCuO foi evidenciada por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX). Almejando aplicações desses materiais, a atuação dos criogéis baseados em OCNF-LBN contendo NPCuO em culturas de *E. coli* está sendo avaliada, sendo que os dados preliminares

indicam uma alta efetividade na mortalidade de *E. coli*. Esses resultados indicam a aplicabilidade dos criogéis renováveis em sistemas de remediação contendo microrganismos, cuja produção e aplicação foram inseridas em um pedido de patente<sup>93</sup>.

Por fim, outro sistema de biocoloides, baseado na combinação entre LBN e nanocristais de celulose (CNC), está sendo investigado para o desenvolvimento de fotossensores. Para essa finalidade, criogéis CNC-LBN foram preparados e revestidos com ZnO (Figura 287j-k). O ZnO presente na estrutura porosa altamente orientada promoveu a criação do par elétron-buraco na banda de condução do ZnO, atuando como um fotossensor à radiação ultravioleta (UV) (Figura 287l), abrindo assim perspectivas encorajadoras na formação de dispositivos eletrônicos porosos renováveis<sup>94</sup>.

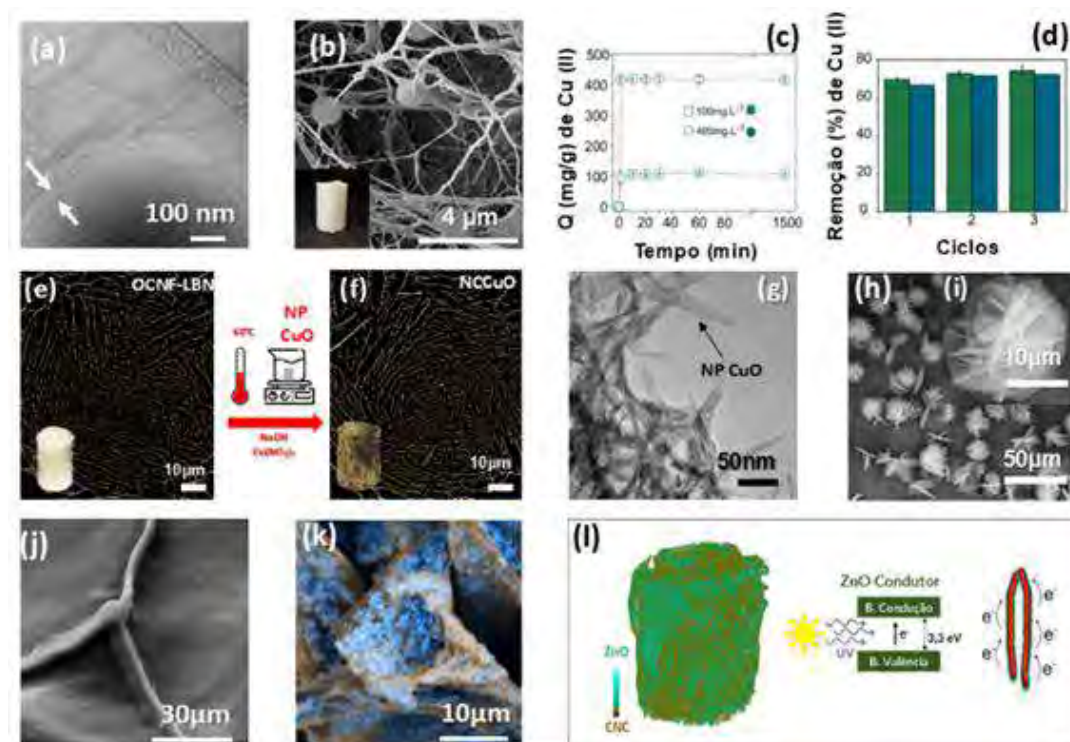


Figura 287: Nanocompósitos de biopolímeros formados para aplicação em remediação de águas e fotossensores. (a) Imagem de criomicroscopia eletrônica de transmissão (Cryo-TEM) da suspensão de OCNF e LBN. (b) Imagens dos criogéis de OCNF-LBN obtidas por SEM da estrutura interna do criogel. (c) Capacidade de adsorção de íon  $\text{Cu}^{2+}$  dos criogéis de OCNF-LBN para duas concentrações iniciais de  $\text{Cu}^{2+}$ : 100 e 400  $\text{mgL}^{-1}$ . (d) Reusabilidade dos criogéis aCNF-LBN na remoção de  $\text{Cu}^{2+}$  de meio aquoso. Imagens de  $\mu\text{CT}$  de criogéis de OCNF-LBN (e) e (f) OCNF-LBN incorporados com NPCuO. (g-h) Imagem de TEM das NPCuOs. Imagem de SEM da parede do criogel de OCNF-LBN incorporado com NPCuO. Imagens de SEM

<sup>93</sup> GOUVEIA, R. F.; CLARO, P. I. C., PRADO, J. B. G. Masterbatch, processo de formação de filme de polímeros hidrofóbicos com reforço nanoestruturado e filme de polímero hidrofóbico. 2024, Brasil. Número do registro: BR1020240155289. Instituição de Registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 29/07/2024.

<sup>94</sup> GOUVEIA, R.F.; CLARO, P. I. C. ; SOUZA, D. S. . Processo de produção de compósitos porosos e nanocelulose, látex de borracha natural e óxido de zinco, compósito e dispositivo para o fotossensoreamento de luz ultravioleta. 2023, Brasil. Número do registro: BR1020230263240. Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 14/12/2023.

de criogéis de (j) CNC-LBN e (k) CNC-LBN incorporado com ZnO. (l) Representação da aplicabilidade do criogel de CNC-LBN com a incidência de UV.

A busca de alternativas às embalagens plásticas à base de petróleo promove a pesquisa sobre nanocompósitos baseados em biopolímeros biodegradáveis e economicamente viáveis. No entanto, como mencionado anteriormente, ainda existem desafios relacionados às propriedades mecânicas e afinidade com a água dos biopolímeros. Para resolver essas questões, o LBN funcionalizados com CNCs foi explorado também como uma forma eficaz para ajustar as propriedades físicas e mecânicas de matrizes polissacarídicas<sup>95</sup>. A partir dos resultados obtidos com os particulados de CNC-LBN em matriz de amido, expandiu-se sua aplicação para a produção de nanocompósitos por rotas termoplásticas, conforme ilustrado na Figura 288.

Para garantir um elevado grau de dispersão e distribuição dos particulados nanoestruturados de CNC-LBN em matrizes poliméricas por esse tipo de rota, foi proposta, primeiramente, uma etapa de pré-processamento para o desenvolvimento de *masterbatches* utilizando um equipamento de alto cisalhamento mecânico, conhecido como DRAIS, pertencente ao Laboratório de Processamento de Nanocompósitos do CNPEM). Dessa forma, os particulados de CNC-LBN foram incorporados ao poli(butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT), com o intuito de investigar também sua compatibilização em matrizes poliméricas de caráter mais hidrofóbico. Para isso, variou-se a concentração dos particulados na matriz, assim como a própria nanoestruturação dos particulados de CNC-LBN. Após a formulação dos *masterbatches*, estes foram moídos, e os grânulos gerados foram processados em uma extrusora dupla rosca co-rotante contendo uma zona de cisalhamento por malaxagem e uma matriz planar acoplada para a formação de filmes. Os filmes baseados em PBAT foram estirados por rolos co-rotantes logo após sua saída da extrusora, investigando-se tanto suas propriedades mecânicas no sentido longitudinal quanto no sentido transversal de estiramento (Figura 288a), gerando filmes com aparente grau de transparência (Figura 288b).

A adição de particulados de CNC-LBN com elevada concentração de LBN aumentou a resistência à tração dos filmes de PBAT em até 67% tanto no sentido longitudinal, como transversal (Figura 288c,d, respectivamente). O mesmo fenômeno foi observado para a deformação de ruptura, tornando os filmes menos anisotrópicos (Figura 288e,f). Os particulados nanoestruturados não interferiram no elevado grau de barreira do PBAT (Figura 288g). Imagens de SEM da fratura criogênica dos filmes de PBAT revelaram que as formulações com maior quantidade de LBN não apresentaram nenhum tipo de aglomerado dos particulados, diferentemente do observado em formulações com menor quantidade de LBN, com agregados indicados pelas setas amarelas (Figura 288h,i, respectivamente). Isso indica um elevado grau de compatibilidade dos particulados, com o ajuste adequado na quantidade de LBN, favorecendo sua dispersão e distribuição a partir das rotas termoplásticas propostas. Esses resultados apresentados validaram a aplicação dos particulados de CNC-LBN em matrizes poliméricas por rotas termoplásticas, mediante a modulação da quantidade de LBN nos particulados. Além disso, essa metodologia demonstrou a viabilidade ecológica de melhorar as propriedades de

---

<sup>95</sup> P. FREITAS, G. et al. Starch-based films: Tuning physical properties driven by nanocellulose-natural rubber latex composites. *Industrial Crops and Products*, v. 221, p. 119375, 1 dez. 2024.



nanocompósitos por meio de particulados funcionalizados por rotas verdes, sem a utilização de solventes orgânicos ou reagentes<sup>96</sup>.

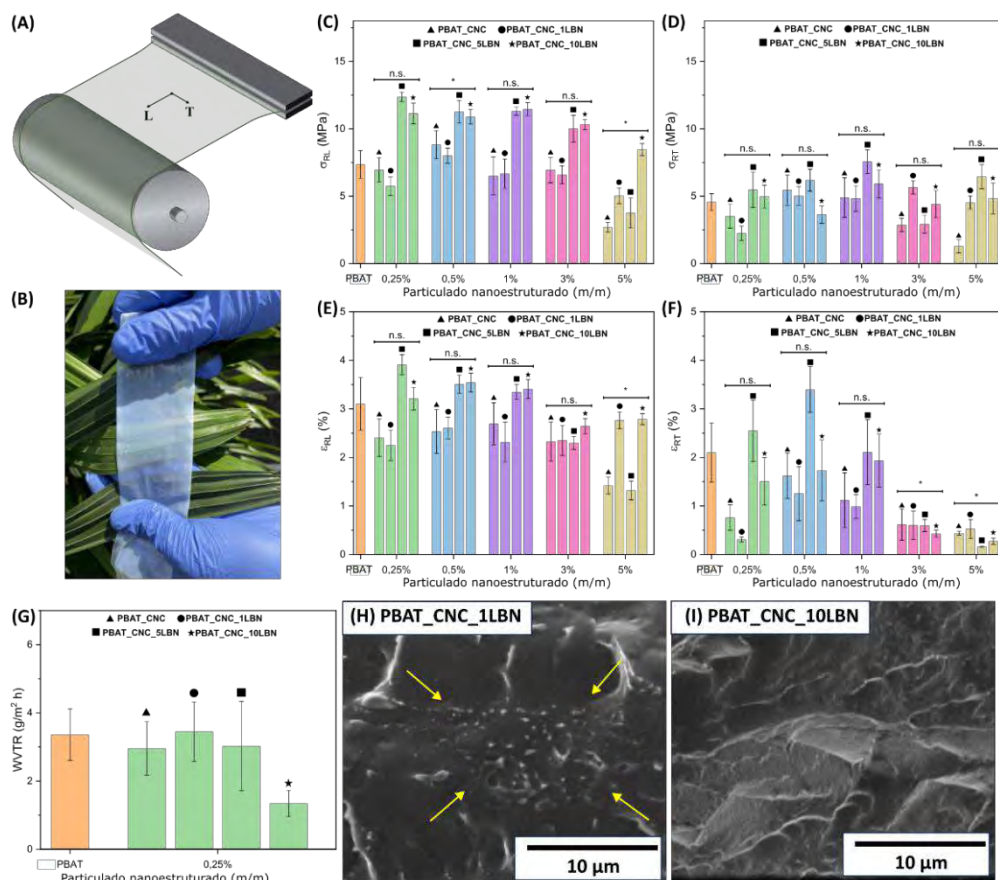


Figura 288: (a) Esquema ilustrativo que demonstra o eixo longitudinal (L) e transversal (T) de estiramento dos filmes baseados em PBAT após a saída da matriz planar. (b) Nanocompósito de PBAT produzido a partir do seu estiramento, demonstrando a sua homogeneidade e transparência. Tensão de ruptura no sentido: (c) longitudinal ( $\sigma_{RL}$ ) e (d) transversal ( $\sigma_{RT}$ ) em relação ao estiramento dos filmes de PBAT. Deformação específica na ruptura no sentido: (e) longitudinal ( $\epsilon_{RL}$ ) e (f) transversal ( $\epsilon_{RT}$ ) em relação ao estiramento dos filmes de PBAT. (g) WVTR dos filmes de PBAT. Morfologia da fratura criogênica das seguintes formulações: (h) PBAT\_CNC\_1LBN e (i) PBAT\_CNC\_10LBN. \* significa que há diferença estatística ANOVA Tukey two away ( $p > 0,05$ ) entre a concentração de nanoparticulado e o PBAT puro. O termo “n.s.” significa que não há significância estatística ANOVA “Tukey two away” ( $p > 0,05$ ) entre a concentração dos nanoparticulados e o PBAT puro.

<sup>96</sup> GOUVEIA, R.F.; CLARO, P. I. C. . Nanomateriais, compósitos, seus usos e seus processos de produção. 2022, Brasil. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR10202200645. Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 04/04/2022.

GOUVEIA, R. F.; CLARO, P. I. C., PRADO, J. B. G. Masterbatch, processo de formação de filme de polímeros hidrofóbicos com reforço nanoestruturado e filme de polímero hidrofóbico. 2024, Brasil. Número do registro: BR1020240155289. Instituição de Registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 29/07/2024.

## 2.4. Programa de P&D em Tecnologias Quânticas

### 2.4.1. Subprograma Dispositivos Quânticos

#### Fabricação e Caracterização Morfológica e Estrutural de Novos Materiais e Heteroestruturas 2D

Diferentes heteroestruturas do tipo van der Waals baseadas em materiais bidimensionais (2D) naturais e sintéticos foram confeccionadas e caracterizadas morfológica, óptica e eletricamente. As heteroestruturas híbridas 2D foram empilhadas de maneira artificial e arbitrária, contendo diferentes materiais 2D. Inicialmente, os materiais 2D naturais foram caracterizadas morfológicamente para identificar a existência de impurezas em sua estrutura cristalina, usando técnicas convencionais no LNNano, bem como espectroscopias avançadas na linha CARNAÚBA no Sirius e no Advanced Light Source em Berkeley-USA. O trabalho "*Ultrathin natural biotite crystals as a dielectric layer for van der Waals heterostructure applications*"<sup>97</sup> apresenta a esfoliação micromecânica de um mineral natural e abundante no Brasil, a biotita, até o limite de monocamadas. Para identificar e caracterizar o mineral, realizou-se análise multielementar da biotita usando mapeamento por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), Figura 289a. Além disso, utilizou-se fluorescência de raios X (XRF) de síncrotron (Figura 289b) e nanoespectroscopia de infravermelho (Figura 289c) para investigar seu teor de ferro e assinatura vibracional na forma 2D, respectivamente. Também se observou boa estabilidade morfológica e estrutural ao longo do tempo (até 12 meses) e nenhuma mudança significativa em suas propriedades físicas após processos de tratamento térmico em flocos ultrafinos de biotita. A microscopia de força atômica condutiva (Figura 289d) avaliou sua capacidade elétrica, revelando uma resistência dielétrica de  $\sim 1 \text{ V.nm}^{-1}$ . Finalmente, explorou-se o uso da biotita como substrato 2D e para o encapsulamento de heteroestruturas 2D. Para isso, realizou-se medições ópticas e magneto-ópticas em baixas temperaturas (Figura 289e), e verificou-se que flocos ultrafinos de biotita funcionam bem como substrato 2D para monocamadas de  $\text{MoSe}_2$ , comparável aos flocos de nitreto de boro hexagonal, porém induz uma pequena mudança nos valores do fator  $g$  das monocamadas de  $\text{MoSe}_2$ , provavelmente devido a impurezas naturais em sua estrutura cristalina. Além disso, os resultados mostraram que flocos de biotita são úteis para proteger materiais 2D sensíveis, como o fósforo negro, contra a degradação por até 60 dias em ambiente atmosférico (Figura 289f). Logo, o estudo apresenta a biotita como um material 2D promissor e econômico para o avanço de futuras nanotecnologias ultrafinas.

---

<sup>97</sup> OLIVEIRA, R. DE et al. Ultrathin natural biotite crystals as a dielectric layer for van der Waals heterostructure applications. *Nanotechnology*, v. 35, n. 50, p. 505703, out. 2024.

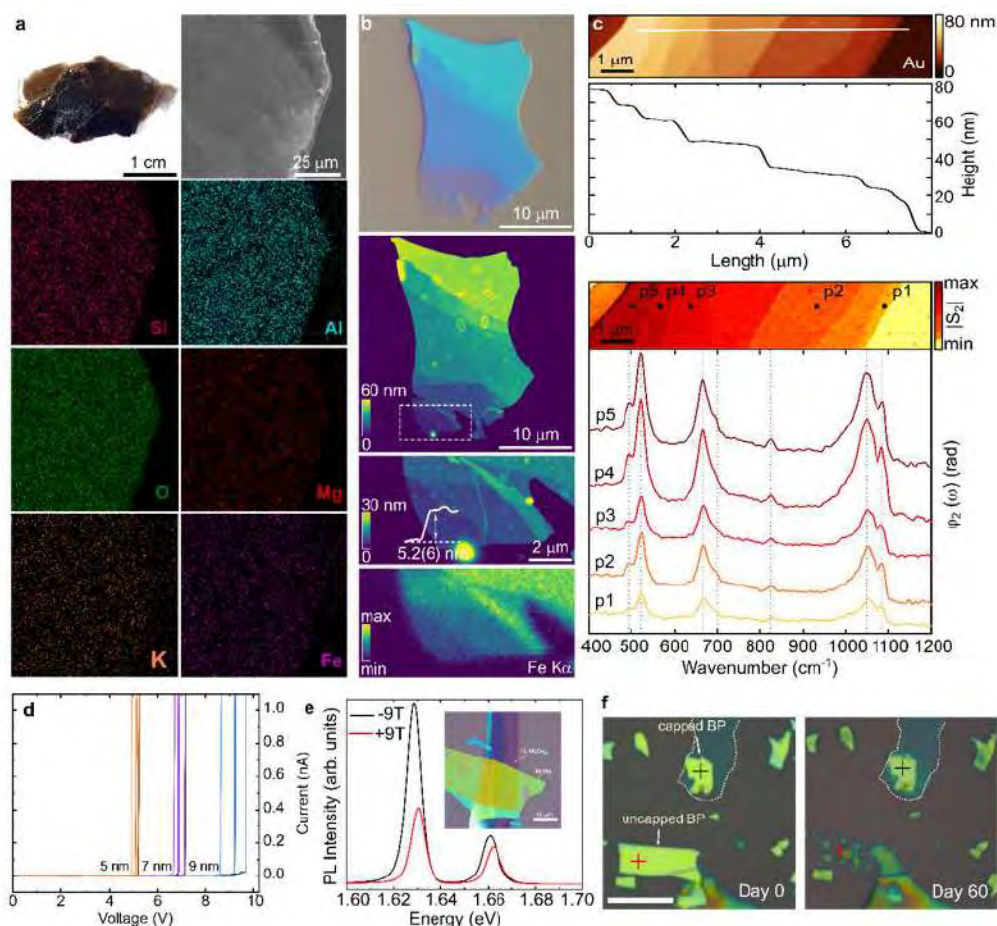


Figura 289: a) Imagem do cristal de biotita, seguido pela análise elemental por EDS de uma biotita 2D esfoliada. b) Imagem ótica e de XRF de um cristal de biotita esfoliado sobre substrato de SiO<sub>2</sub>/Si. c) Imagem de topografia e de infravermelho de um cristal de biotita esfoliado sobre substrato de ouro, além de espectros de infravermelho para diferentes espessuras de biotita. d) Curvas de corrente por tensão obtido por AFM condutivo em poucas camadas de biotita. e) Espectros de fotoluminescência em função do campo magnético. f) Imagens óticas de cristais de fósforo negro expostos e encapsulado por poucas camadas de biotita no dia zero e após 60 dias exposto ao ar, evidenciando a proteção do material recoberto.

### Dispositivos de Memória Opto-Elétricos “Mem-Emitters” em Heteroestruturas de van der Waals 2D

O advento dos memristores e da comutação resistiva transformou a física do estado sólido, viabilizando aplicações avançadas, como a computação neuromórfica. Inspirados por esses avanços, introduzimos o conceito de Mem-emissores, dispositivos que manipulam as propriedades de emissão de luz de semicondutores para alcançar funcionalidades de memória<sup>98</sup>. Os Mem-emissores, influenciados por exposições anteriores a estímulos, oferecem uma nova abordagem para a computação optoeletrônica, com potencial para maior velocidade, eficiência e integração. Este estudo explorou as propriedades únicas de heteroestruturas de van der Waals baseadas em dicalcogenetos de metais de transição (TMDs) como uma plataforma promissora para funcionalidades de Mem-emissores, devido a sua espessura em escala atômica,

<sup>98</sup> LOPEZ-RICHARD, V. et al. The Emergence of Mem-Emitters. *Nano Letters*, 6 dez. 2024.

propriedades eletrônicas ajustáveis e forte interação luz-matéria. Ao distinguirmos entre Mem-emissores baseados na população e na taxa de transição, destacamos seu potencial para diversas aplicações, incluindo interruptores optoeletrônicos, fontes de luz variáveis e sistemas avançados de comunicação.

### Dispositivos de Memória Elétrica em Heteroestruturas de van der Waals 2D

Dispositivos 2D foram fabricados em diferentes heteroestruturas de van der Waals utilizando técnicas avançadas de micro e nanofabricação para a confecção dos eletrodos metálicos (Figura 290a). Logo, caracterizou-se eletricamente esses dispositivos híbridos 2D para averiguação da sua condutividade eletrônica. Fabricou-se dispositivos de grafeno, como condutor, e diferentes isolantes 2D, e.g., nitreto de boro hexagonal (sintético) e biotita (natural), para entender a influência das impurezas no cristal no efeito de memória observado. A Figura 290a mostra um esquema dos dispositivos com nanoeletrodos metálicos fabricados nas heteroestruturas híbridas 2D. Já a Figura 290b apresenta as curvas de transferência de um dispositivo 2D medido antes e após a etapa de nanofabricação do eletrodo superior *top-gate*. As curvas de transferência mostram um comportamento histerético nas curvas de corrente à medida que se aumenta a tensão de porta na configuração *back-gate* (BGV). Isso indica a indução da janela de memória pela definição do eletrodo superior. Entretanto, caso a tensão de porta seja aplicada na configuração *top-gate* (TGV), o comportamento histerético não é observado. Assim, os resultados sugerem a criação de uma janela de memória nos dispositivos 2D pela fabricação do eletrodo TGV, que pode estar associado a penetração do feixe de elétrons durante uma das etapas de nanofabricação. Esse comportamento de memória é reversível e ocorre em diferentes janelas de tensão de BGV, como apresentado na Figura 290c. Aliás, o efeito de memória se mostrou independente da espessura do isolante 2D utilizado, Figura 290d, e pode ser modelado utilizando equações de condutividade do grafeno, aliado à existência de cargas presas no isolante 2D ou na interface isolante 2D/SiO<sub>2</sub>. Estudos em andamento tentam investigar a razão da indução da janela de memória nos dispositivos 2D e como ela pode ser modulada por estímulos externos. Logo, pretende-se variar as etapas de micro e nanofabricação do eletrodo superior e o substrato de SiO<sub>2</sub> onde as heteroestruturas 2D foram empilhadas, bem como estudar o efeito da velocidade de varredura e temperatura na amplitude da memória obtida.

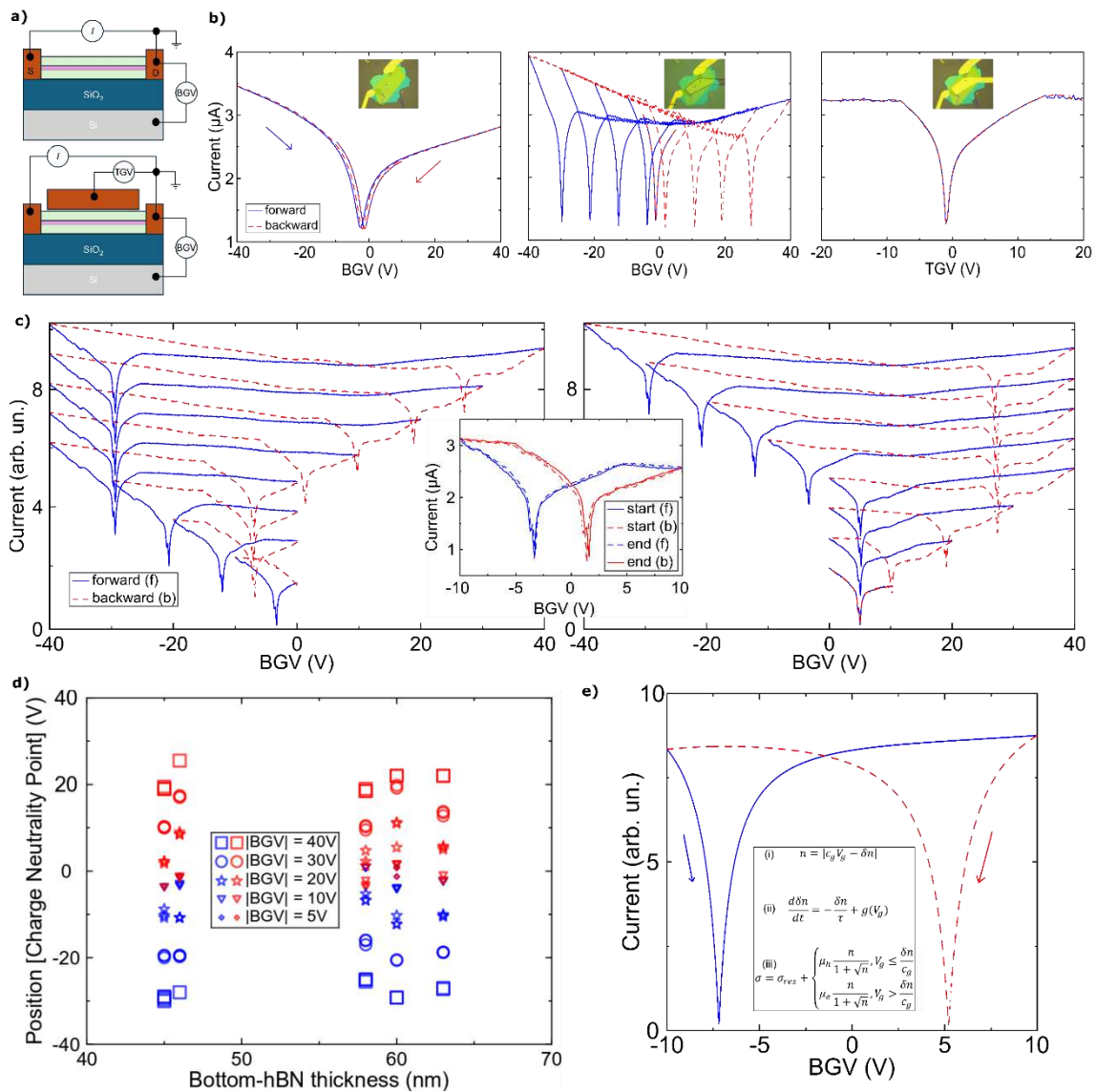


Figura 290: (a) Ilustração dos dispositivos 2D fabricados. (b) e (c) curvas de transferência (corrente versus tensão de porta) para nanodispositivos de grafeno encapsulados e medido na configuração “back-gate” (BGV) e “top-gate” (TGV). Após a fabricação do eletrodo superior (TGV), as curvas de corrente vs BGV apresentam uma clara curva de histerese à medida que a intensidade da tensão de porta aplicada aumenta, porém, mostrou-se totalmente reversível (c) e independente da espessura do substrato 2D em contato com o substrato de SiO<sub>2</sub> (d). (e) Modelamento teórico da condutividade do grafeno, levando em conta a existência de cargas extras no substrato ou interface (isolante/SiO<sub>2</sub>) que induzem a histerese na corrente.

### Investigando (anti)localização fraca e magnetoresistência em flakes multi-camada de óxido de grafeno reduzido

Desde o isolamento do grafeno em 2004 e a observação experimental de suas propriedades elétricas únicas, a área de pesquisa em materiais bidimensionais tem recebido interesse científico grande. Dentre a variedade de materiais 2D existentes, o óxido de grafeno (GO) tem surgido como material crucial para uma fabricação escalonável de grafeno para utilização em diversas aplicações. Todavia, sendo o GO um material isolante, é possível melhorar sua condutividade através de diferentes métodos de redução (eletroquímico, térmico etc.), obtendo como produto o óxido de grafeno reduzido (rGO). Já se sabe que no grafeno bidimensional a

natureza peculiar de seus estados eletrônicos acarreta em uma variedade de transportes anômalos característicos, como tunelamento de Klein, localização e antilocalização fracas, efeito Hall não convencional ou novas maneiras de guiar fluxos de carga. Portanto, neste estudo pretende-se investigar a influência dos métodos de redução nas propriedades de transporte elétrico de filmes finos multicamadas de rGO, que foram preparados por diferentes métodos, como redução eletroquímica e térmica. A partir de medidas de transporte elétrico com aplicação perpendicular de campo magnético de até 14T, acredita-se ter observado os fenômenos de magnetoresistência positiva, magnetoresistência negativa, localização fraca e antilocalização fraca em tais filmes (Figura 291). Estes últimos fenômenos característicos de transporte anômalo são típicos de sistemas altamente desordenados, sendo essencialmente causados pela interferência quântica dos portadores de carga presos nos defeitos da amostra. Neste trabalho, são analisados tais efeitos em filmes de rGO, considerando os fenômenos envolvidos e possíveis implicações no desempenho de dispositivos eletrônicos baseados em rGO.

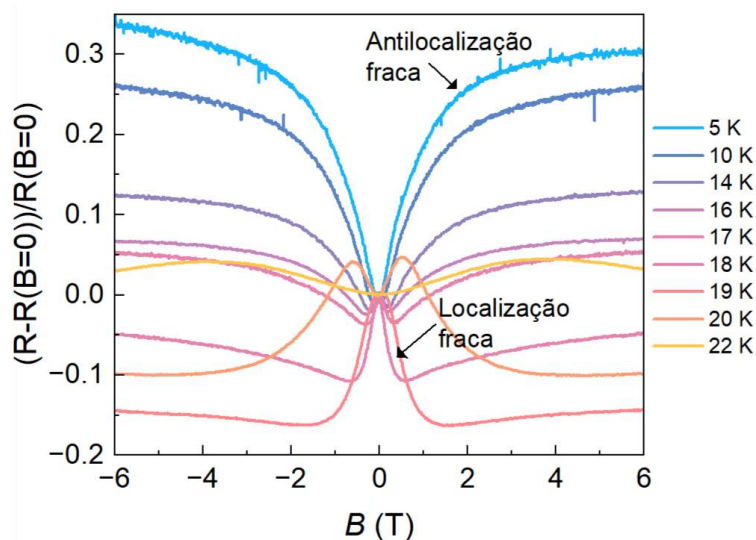


Figura 291: Magnetoresistência para diferentes temperaturas de um dispositivo à base de óxido de grafeno reduzido eletroquimicamente, apresentando diferentes mecanismos de transporte.

### Epitaxia por feixe molecular de pontos quânticos a base de gálio

O mecanismo de crescimento Volmer-Weber pode ser induzido quando materiais não similares são depositados pela técnica de Epitaxia por Feixe Molecular (MBE). Neste caso, os átomos adsorvidos ligam-se mais facilmente entre si do que com os átomos da superfície do substrato. Além disso, o descasamento dos parâmetros de rede também favorece a nucleação e, portanto, a formação de ilhas tridimensionais. Este cenário é desejável para a fabricação de pontos quânticos capazes de confinar os portadores de cargas.

Neste trabalho, a técnica de MBE vem sendo utilizada para produzir ilhas de gálio (Ga). Estas, devido a influência do substrato e ao processo de crescimento, podem aprestar uma fase semicondutora e, portanto, uma banda de energia proibida. A cristalinidade das ilhas é avaliada por microscopia de força atômica (AFM) e por espectroscopia Raman. A imagem de AFM (Figura 292a) mostra estruturas multifacetadas, sendo cada face um plano cristalino distinto. O perfil de altura (Figura 292c) mostra que as ilhas têm uma média de 40 nm da sua base até o seu topo. O

controle das dimensões pode alterar os níveis de energia que são gerados na estrutura dos pontos quânticos e dessa forma alterar o seu espectro de absorção e emissão. Além do tamanho dos aglomerados, a falta de ordenamento também pode mudar suas propriedades eletrônicas. O espectro Raman (Figura 292b) mostra picos bem definidos para a amostra cristalina enquanto para a amostra amorfa eles são ausentes.

Na continuação deste projeto, espera-se investigar a estrutura atômica por microscopia eletrônica de transmissão e avaliar o transporte elétrico em condições extremas de temperatura e campo magnético.

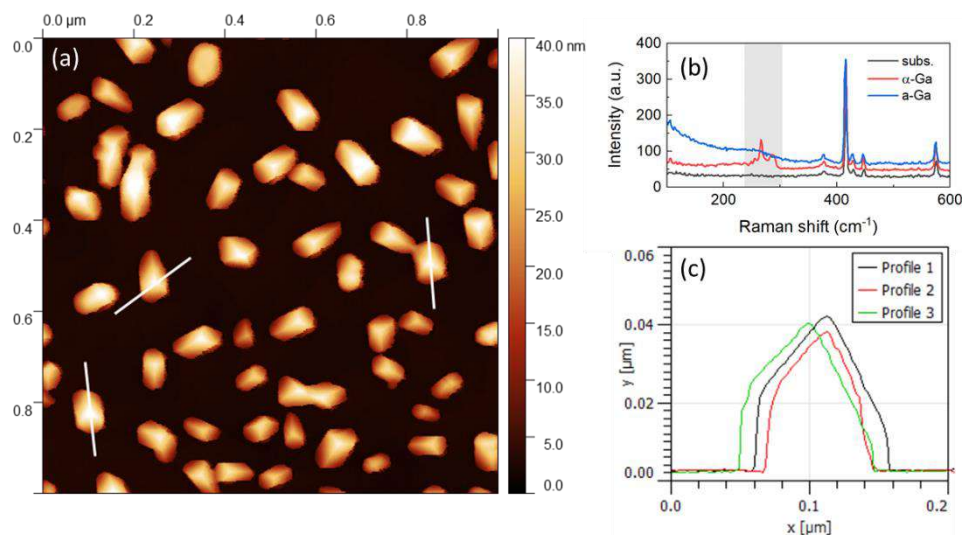


Figura 292: Caracterização estrutural de pontos quânticos de Ga: (a) imagem por AFM das ilhas multifacetadas. (b) Espectro Raman do substrato, amostra amorfa e amostra cristalina. (c) Perfil de altura das ilhas.

### Desenvolvimento de camada de sacrifício para crescimento de óxidos complexos *free-standing*

Filmes finos de óxidos complexos possuem propriedades que diferem significativamente de suas contrapartes em volume (*bulk*), tornando-os de grande interesse para várias áreas da ciência e tecnologia. Esses materiais apresentam uma ampla gama de propriedades funcionais, como supercondutividade, magnetismo, ferroelectricidade e efeitos multiferróicos, que podem ser ajustadas em escalas nanométricas. Quando esses filmes são liberados de seus substratos, na forma chamada *free-standing*, eles ganham um grau de liberdade adicional, permitindo explorar novas propriedades físicas e modificar seu comportamento estrutural e funcional. Sem o estresse mecânico imposto pela interface filme-substrato, a estrutura cristalina do filme pode relaxar ou adotar novas configurações, resultando em comportamentos inéditos.

A criação de filmes *free-standing* abre um leque de aplicações em dispositivos flexíveis e sensores, onde a deformabilidade mecânica pode ser uma vantagem. Além disso, essa abordagem viabiliza a integração de óxidos complexos com materiais que normalmente seriam incompatíveis devido a diferenças na estrutura cristalina ou nos coeficientes de expansão térmica. Ao liberar esses filmes do substrato, torna-se possível empilhá-los em heteroestruturas tridimensionais ou transferi-los para superfícies com geometrias variadas, o que é promissor para a fabricação de dispositivos eletrônicos flexíveis, optoeletrônicos e sensores de alta

sensibilidade. Outro ponto de interesse é o potencial de manipulação das propriedades de transporte elétrico e térmico dos filmes, que podem ser amplamente alteradas pela ausência do estresse da interface.

Para obter filmes *free-standing*, o material desejado é depositado sobre uma camada de sacrifício, que posteriormente é dissolvida para liberar o filme. O material escolhido para esta camada foi o  $(\text{Sr,Ca})_3\text{Al}_2\text{O}_6$  (SCAO), que possui boa solubilidade em água e é compatível com técnicas de deposição de óxidos complexos, como a deposição a laser pulsado (PLD).

A preparação do alvo de SCAO foi realizada via reação em estado sólido em colaboração com o Grupo de Propriedades Ópticas e Magnéticas de Sólidos (GPOMS) da UNICAMP. Após a prensagem e sinterização, foi obtida a pastilha mostrada na Figura 293. A análise de difração de raios X do pó e do alvo revelou uma única fase cristalográfica, conforme esperado.

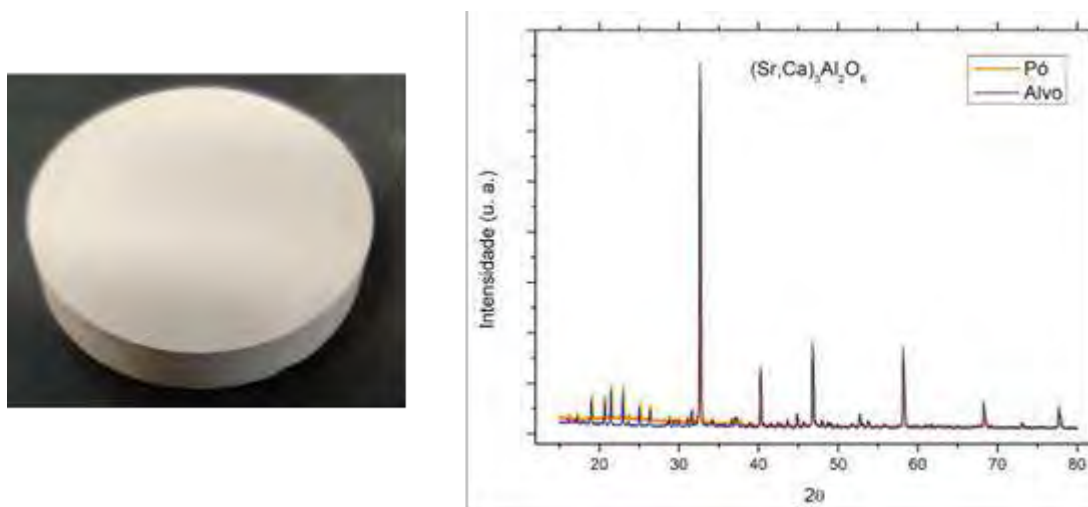


Figura 293: Alvo do material de sacrifício a esquerda e a direita difratometria de raios-X di alvo produzido comprovando fase única.

O alvo foi utilizado para o crescimento de filmes finos de SCAO, que apresentaram baixa rugosidade, permitindo uma boa resolução das oscilações de refletividade de raios X em ângulo baixo (Figura 294a). Além disso, as medições de microscopia de força atômica (AFM) mostradas na Figura 294b evidenciam uma superfície homogênea e lisa para a bicamada SCAO/SrIrO<sub>3</sub> (SIO). Como teste preliminar, foi realizado o crescimento de um filme de SrIrO<sub>3</sub> sobre SCAO e, após a dissolução da camada de sacrifício em água e com o auxílio de fita Kapton, o filme foi parcialmente removido do substrato (Figura 294c).



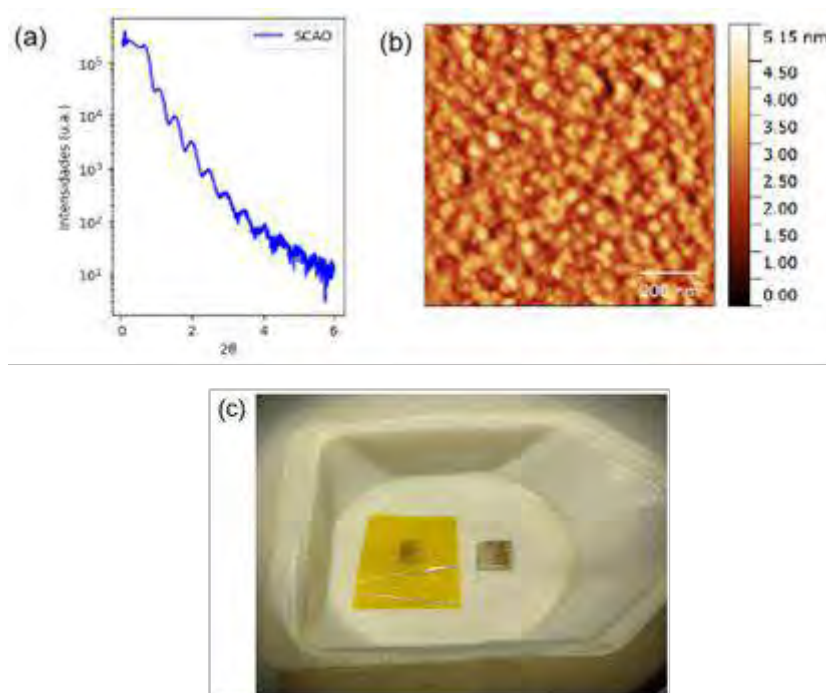


Figura 294: em (a) refletividade de raios-X para um filme de SCAO; em (b) AFM para uma bicamada de SCAO/SiO<sub>2</sub>; em (c) uma remoção de filme crescido em kapton após dissolução da camada de sacrifício.

O desenvolvimento dos filmes *free-standing* representa uma nova fronteira nas pesquisas com óxidos complexos, e os próximos passos envolvem a obtenção de um procedimento robusto para a manipulação desses filmes, garantindo a sua integridade e a viabilidade de aplicação em diversas áreas. Assim, a obtenção de um procedimento para a manipulação e transferência de filmes *stand-alone* a partir de camadas crescidas sobre a camada de sacrifício de SCAO será alvo de estudo no próximo início do ano. Os próximos desafios a serem abordados envolvem a otimização do processo de dissolução da camada de sacrifício, o aperfeiçoamento do uso de PDMS como suporte de transferência e a exploração de novas formas de integração e empilhamento desses filmes, com vistas a criar dispositivos inovadores e expandir as fronteiras das aplicações de filmes *free-standing*.

#### Procedimento para litografia micro e nano em filmes finos de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>

Em 2024, desenvolveu-se um procedimento de litografia em filmes de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> (YBCO) utilizando escrita direta para estruturas de até 2 micrômetros. O primeiro passo envolveu o estudo dos parâmetros de crescimento dos filmes via deposição a laser pulsado (PLD) no Laboratório de Crescimento *In Situ*, seguido pelo desenvolvimento do processo de litografia no Laboratório de Microfabricação e Microfluídica.

Para crescimento por PLD pulsos de um laser de UV de alta potência, são disparados em um alvo com a estequiometria desejada. A interação do laser com a superfície do alvo causa um grande aumento de temperatura local, dando origem a um plasma que se expande perpendicular a esta superfície. Os parâmetros como temperatura do substrato, número de tiros, taxa de repetição destes, potência e fluência do laser e pressão de gás na câmara do crescimento podem ser ajustadas para controle do crescimento. Para a obtenção de filmes de alta qualidade, foram utilizados substratos de SrTiO<sub>3</sub> (STO) e diferentes combinações de parâmetros de deposição

foram estudadas, buscando, principalmente, filmes epitaxiais (com orientação preferencial na direção do eixo cristalográfico  $c$ ) e com melhores propriedades supercondutoras.

Após o crescimento dos filmes de YBCO, estes passam por um processo de litografia que envolve várias etapas. Inicialmente, uma camada de resina é aplicada sobre a superfície do filme por meio de *spin-coating*, garantindo distribuição uniforme. Em seguida, a resina é sensibilizada com luz UV através de um sistema de escrita direta, moldando a geometria desejada. A resina exposta é removida com removedor, deixando áreas do filme protegidas pela resina e outras expostas. O filme, agora parcialmente coberto pela resina, é submetido a desbaste com feixe de íons de argônio, que remove o material nas regiões desprotegidas, resultando na geometria *bow-tie*. A resina restante é então retirada, e um novo molde é aplicado para a deposição de contatos elétricos, permitindo a caracterização elétrica da junção.

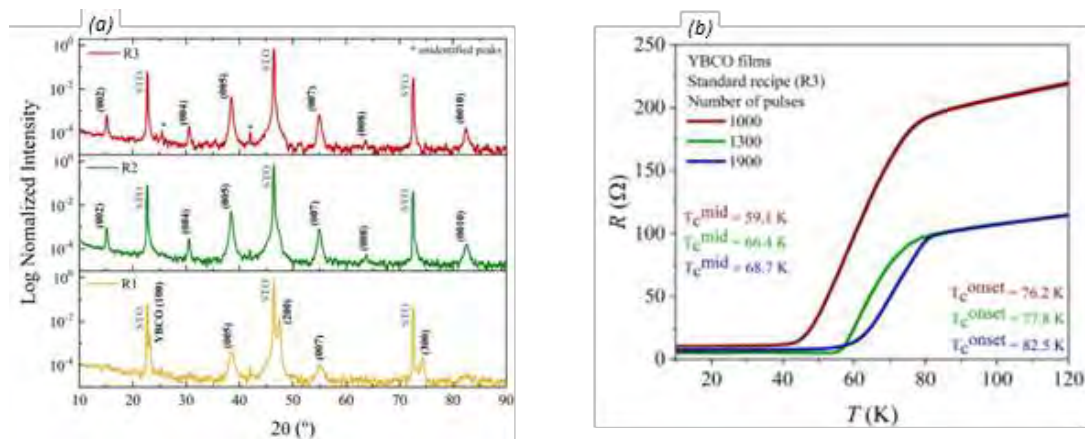


Figura 295: (a) Análise de DRX para filmes de YBCO crescidos com diferentes receitas; (b) Caracterização elétrica de YBCO para filmes finos com diferentes espessuras.

Na Figura 295<sup>a</sup>, difratogramas de raios X para diferentes receitas de crescimento são apresentados em que a amostra R1 apresenta picos das famílias (00l) e (h00) do YBCO, enquanto a amostra R3 apresenta apenas picos (00l), caracterizando crescimento epitaxial. A Figura 295<sup>b</sup> apresenta curvas de resistência pela temperatura para filmes de diferentes espessuras.

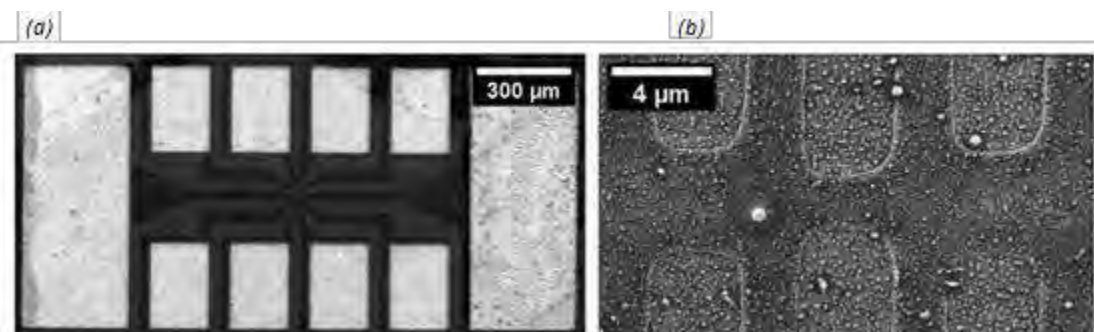


Figura 296: Dispositivo de YBCO após litografia. Em: (a) Imagem óptica de um dispositivo único; (b) Imagem de microscopia eletrônica de varredura e um zoom em uma constricção.

As imagens apresentadas na Figura 296 apresentam o progresso para preparação de estruturas de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ . Foram produzidos dispositivos do tipo *bow-tie* com espessuras entre 2 e 4 micrômetros, utilizando filmes de 50 a 100 nm de espessura crescidos com as receitas desenvolvidas, e realizados processos de corrosão com feixe de íons de argônio ( $\text{Ar}^+$ ). Na Figura 296<sup>a</sup>, é apresentada uma imagem de microscopia ótica de um dispositivo onde o substrato aparece em cinza claro, o YBCO em preto e eletrodos de  $\text{Ti}/\text{Au}$  em branco. Na Figura 296<sup>b</sup>, imagens de microscopia eletrônica de varredura com maior magnificação são apresentadas. Apesar do sucesso na fabricação das constrições, foram observados resíduos de YBCO em áreas fora da ponte, sugerindo a necessidade de ajustes no tempo de corrosão. Novos dispositivos já foram produzidos com maior tempo de desbaste iônico para corrigir essa etapa.

Os dispositivos microfabricados foram caracterizados através de medições de resistência dependentes da temperatura utilizando a sonda criogênica Lakeshore EMPX-H2, disponível nas instalações do LNNano. A Figura 297a apresenta as curvas de resistência para dois dispositivos diferentes: um considerado subdopado (curva vermelha - transição supercondutora mais ampla,  $T_c = 43$  K) e outro dopado quase ideal (curva verde - transição supercondutora mais estreita,  $T_c = 81,5$  K). Na Figura 297b, é comparada a transição supercondutora do mesmo filme fino de YBCO antes (curva preta -  $T_c = 87,8$  K) e depois (curva verde) do procedimento de litografia. A diferença da resistência no estado normal é atribuída à geometria da amostra, já que o dispositivo pós-litografia tem uma constrição consideravelmente mais estreita que o filme depositado. No entanto, ainda está sendo investigado se as variações nas propriedades supercondutoras (largura de transição e  $T_c$ ) estão relacionadas a potenciais heterogeneidades do filme ou ao próprio processo de microfabricação.

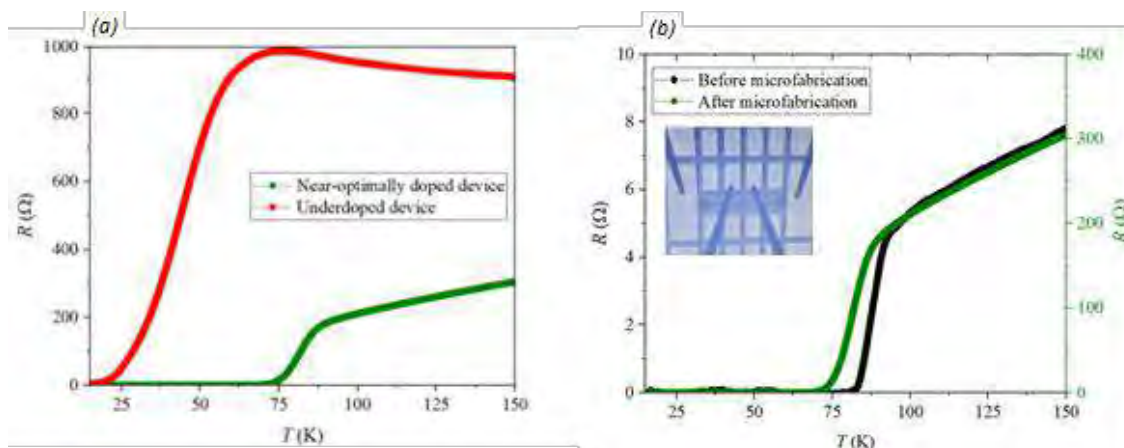


Figura 297: Caracterização elétrica em diferentes dispositivos após litografia. Em (a) comparação entre dois filmes com diferente estequiometria de oxigênio e em (b) comparação da mesma amostra antes e após a litografia. No detalhe, uma foto das pontas de prova no dispositivo como vista da probe-station.

Essas amostras com litografias da ordem de micrometros de filmes de supercondutores serão utilizadas para estudos de eletromigração nestes materiais. Além disso, o procedimento para litografia realizado pode ser expandido para outros materiais, habilitando estudos diversos em diferentes materiais e outros estudos além de eletro-migração

### Manganita Multiferróica de Estrutura Perovskita Quadrupla LaMn<sub>7</sub>O<sub>12</sub> Estabilizada Epitaxialmente na forma de Filmes Finos

Na busca por materiais multiferróicos com polarizações elétricas na ordem de  $1\mu\text{Ccm}^{-2}$  e robusto acoplamento magnetoelétrico, um pré-requisito para aplicações em computação de baixa energia, dispositivos spintrônicos e outras aplicações, a família de manganitas de estrutura perovskita quadruplas ( $\text{AMn}_7\text{O}_{12}$ ) tem se mostrado promissora. Multiferricidade e magnetoelétricidade foram detectadas em diferentes membros dessa família de materiais como  $\text{YMn}_7\text{O}_{12}$ ,  $\text{NaMn}_7\text{O}_{12}$  e  $\text{BiMn}_7\text{O}_{12}$ . Em particular,  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$  mostra ferroelétricidade simultânea a uma transição magnética com um valor particularmente robusto de polarização ( $\sim 0,56 \text{ 1 } \mu\text{C cm}^{-2}$ ). No entanto, suas condições de síntese (pressões na 4 GPa ordem de e temperaturas na ordem de  $1000^\circ\text{C}$ ) tornam particularmente difícil a obtenção de grandes quantidades de material e de monocristais de tamanho suficiente para a realização de muitos estudos avançados nesse material promissor.

Nesse cenário, o estudo desse material na forma de filmes finos apresenta diversos pontos positivos. Além de ser um pré-requisito para qualquer perspectiva de aplicação em dispositivos, os filmes podem ser produzidos com alta qualidade cristalina, o que deve corresponder a valores mais altos de polarização elétrica. A obtenção de amostras com dimensões na ordem de mm também é um fator facilitador para diversos experimentos. Ainda, o stress epitaxial oriundo do substrato pode ser estudado enquanto elemento de controle para as propriedades elétricas, magnéticas e multiferróicas do material.

As amostras foram depositadas pela técnica de deposição a laser pulsado no Laboratório de Crescimento In Situ do LNNano sob uma pressão de 0,5 mbar de  $\text{O}_2$ , com o substrato aquecido a  $900^\circ\text{C}$  sob uma frequência de 3 disparos por segundo. Foi variado número de tiros de laser no alvo (o que controla a espessura dos filmes obtidos) além da distância alvo-substrato. A seguir são mostrados alguns resultados, através de diferentes técnicas experimentais, que evidenciam a formação de  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$  na forma de filme fino.

Na Figura 298, é apresentado o difratômetro de raios X de alta resolução com espalhamento perpendicular ao plano do filme, com fonte de cátodo de cobre ( $\text{K}_\alpha$ ) de uma amostra. Além dos picos do substrato, os três picos da família  $[2h \ 0 \ 0]$  podem ser observados, indicando, como esperado nesse substrato, eixo  $a$  do  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$  perpendicular ao plano. Medidas em difratômetro de quatro círculos (não apresentado neste relatório) foram realizadas e diversos picos fracionários característicos da estrutura perovskita quádrupla puderam ser identificados.

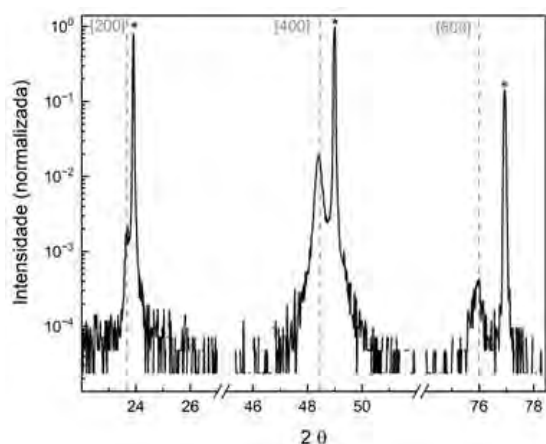


Figura 298: Difratograma de alta resolução com espalhamento perpendicular ao plano do filme. Asteriscos indicam picos do substrato (YAP 101)

A amostra foi preparada para microscopia eletrônica de transmissão através de feixe de íons focalizados (*Focused Ion Beam – FIB*). A imagem de campo escuro angular de alto ângulo (HAADF) mostra claramente o contraste entre colunas atômicas mais pesadas, que contém La, das mais leves que só contem Mn, conforme esperado para a estrutura do  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$ . A análise de espectroscopia dispersiva em energia (EDS) de alta resolução sobreposta a HAADF na Figura 299 corrobora esse resultado, mostrando de forma inequívoca a formação de  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$ .

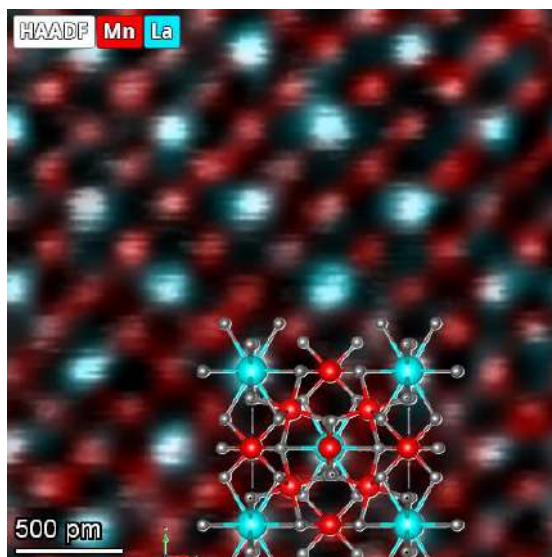


Figura 299: Imagem de campo escuro angular anular (HAADF) da lamela preparada por FIB a partir da amostra 2. Escala de cores indica espectroscopia dispersiva em energia para identificação elemental. Detalhe mostra a célula unitária do  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$

O  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$  é caracterizado por duas transições antiferromagnéticas distintas a 22 K o sítio A' se ordena, e 78 K o sítio B sofre a transição entre os estados antiferromagnético e paramagnético. A magnetização em função da temperatura das amostras foi medida através de magnetômetro VSM-SQUID e o resultado de magnetização para uma das amostras é apresentado na Figura 300. Corroborando os resultados da seção anterior, é possível ver ambas as transições magnéticas esperadas para o  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$ .

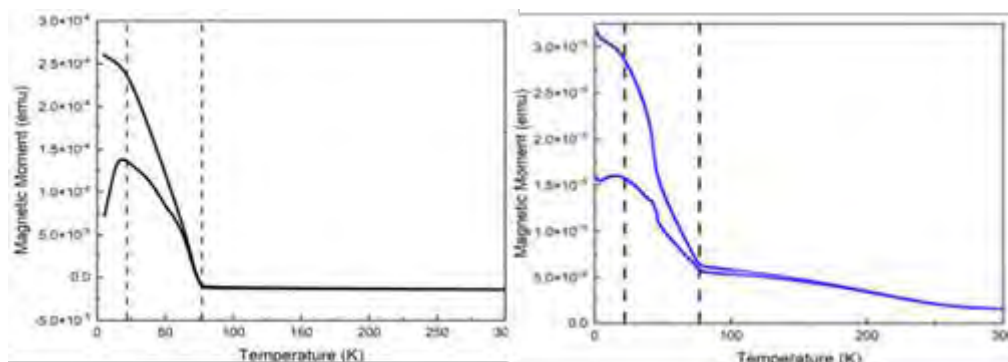


Figura 300: Magnetização em função da temperatura para um pellet policristalino de  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$ , (esquerda) e para a amostra (direita). Linhas tracejadas mostram as transições magnéticas da perovskita quadrupla.

Neste relatório, a obtenção inédita de  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$  é apresentado na forma de filmes com dezenas de nanômetros de espessura em substratos de  $\text{YAlO}_3$  (YAP) através do método de deposição por laser pulsado (PLD). Diversas condições de deposição foram exploradas para a obtenção da fase de alta pressão  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$  ao invés da fase mais estável à pressão ambiente,  $\text{LaMnO}_3$ , nas deposições via PLD nos substratos de  $\text{YAlO}_3$  (YAP) orientado na direção (101) para um bom casamento epitaxial com a fase perovskita quádrupla. A utilização do *strain* epitaxial para estabilização de fases cristalográficas que somente são obtidas a altas pressões representa uma nova fronteira nas pesquisas com óxidos complexos, e os próximos passos envolvem avançados das propriedades multiferróicas em diversas frentes distintas envolvendo a expectativa de altos valores de polarização, acoplamento magnetoelétrico. Espera-se a caracterização das propriedades elétricas e magnéticas dos filmes em função das diferentes direções cristalinas, estudos do acoplamento magnetoelétrico na transição multiferróico através de espectroscopia Raman, além do envio de propostas para o estudo de propriedades estruturais e magnéticas ainda desconhecidas do  $\text{LaMn}_7\text{O}_{12}$  com o uso de radiação síncrotron.

### Síntese e caracterização de minerais topológicos da família da Jacutingaita

A síntese do material Jacutingaita ( $\text{Pt}_2\text{HgSe}_3$ ) teve um avanço significativo neste ano com a utilização do método de síntese no estado sólido em ampolas de quartzo seladas sob vácuo. A fase  $\text{PtSe}_2$  conhecida como Sudovikovita é a estrutura base para formação da Jacutingaita onde um átomo de Hg ocupa uma posição estrutural específica de um átomo de Se. Os estudos indicam que, devido à elevada pressão de vapor do Hg e Se, o volume da ampola também é importante para manutenção da fase Jacutingaita bem como o controle da temperatura e tempo reacional. Após obtenção de microcristais de Jacutingaita, comprovado por Difratomia de Raios X (DRX) na Figura 301A-B, o desafio agora reside na determinação dos mecanismos de transporte eletrônico no material para explorar suas possíveis propriedades como isolante topológico. As medidas elétricas foram realizadas sobre um substrato de  $\text{Si/SiO}_2$  contendo microeletrodos de ouro onde um monocristal de  $\text{Pt}_2\text{HgSe}_3$  foi posicionado sobre os contatos elétricos com o auxílio de um equipamento de Microscopia Eletrônica de Varredura tipo Dual Beam, Figura 301C-D. Após a verificação da formação de um contato ôhmico com a amostra, as análises de Resistência Longitudinal ( $R_{xx}$ ) em função da temperatura (Figura 301E) indicam o comportamento metálico da amostra em temperatura ambiente com o decaimento da resistência em função da diminuição da temperatura. Curvas de magnetoresistência são positivas como esperado para materiais metálicos (Figura 301F) e resultados de Resistência Transversal ( $R_{xy}$ ), Resistência Hall, em baixas temperaturas (2 K) indicaram o transporte de elétrons como portador de carga com uma concentração de  $\sim 10^{24} \text{ cm}^{-3}$  (Figura 301G). Após o tratamento dos dados de magnetoresistência foram extraídas curvas de oscilações quânticas (Figura 301H), conhecidas como oscilações Shubnikov de Haas, que indicam o potencial para explorar o material em sistemas 2D no futuro em que efeitos de quantum spin Hall podem ser observados.

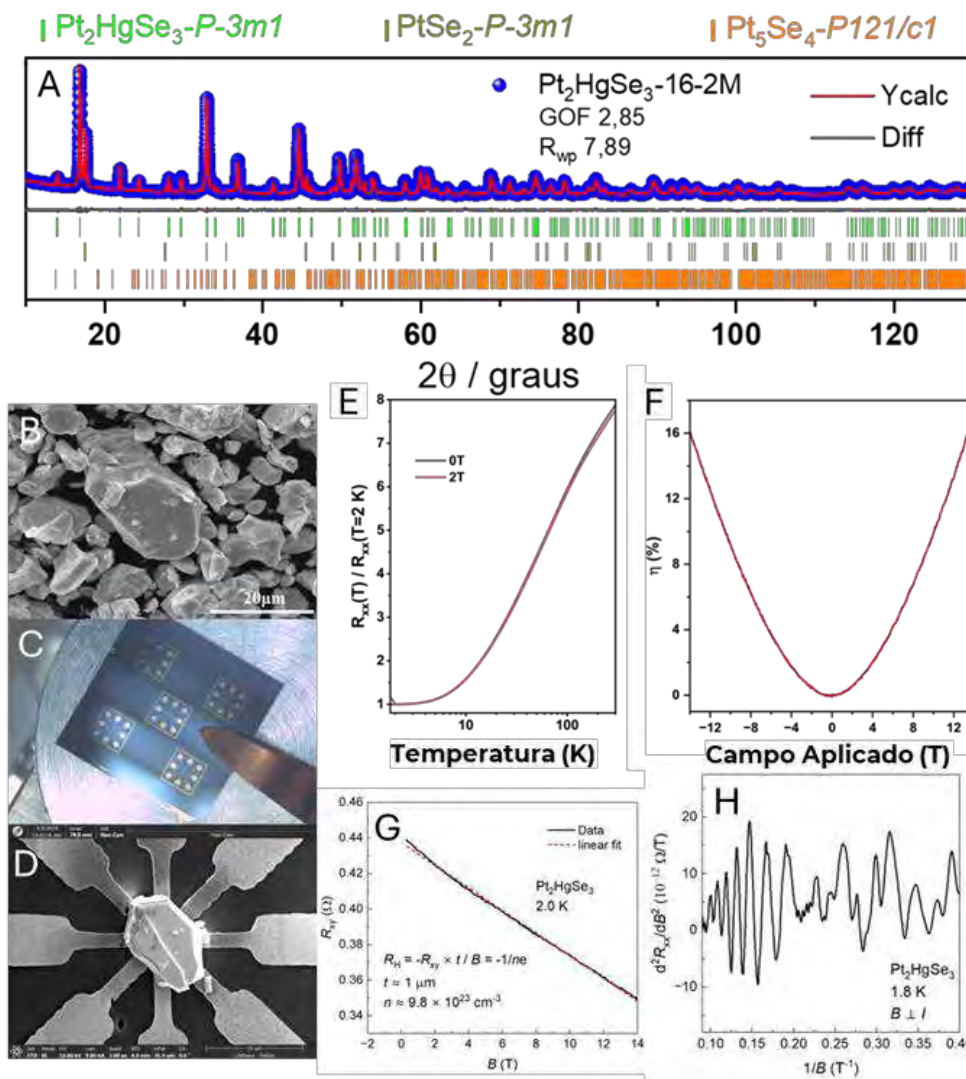


Figura 301: (A) Resultados Difração de Raios X indicando os picos de difração da fase  $\text{Pt}_2\text{HgSe}_3$ . (B) Imagens de SEM da Jacutingaíta e (C) do dispositivo de medidas elétricas onde (D) um monocristal de Jacutingaíta ( $\text{Pt}_2\text{HgSe}_3$ ) foi depositado. (E) Medidas de Resistência Longitudinal ( $R_{xx}$ ) em função da temperatura normalizada pela Resistência em 2 K ( $R_{xx}/R_{xx}(2\text{ K})$ ) na ausência e presença de um campo magnético externo (2 T). (F) Medidas de Magnetoresistência normalizadas pelo valor de  $R_{xx}$  (0 T) ( $\eta = R_{xx}/R_{xx}(0\text{ T})$ ) realizadas em 1.8 T. (G) Resultados de Resistência Transversal ( $R_{xy}$ ), Resistência Hall, em baixas temperaturas (2 K) juntamente com o fit linear do decaimento de resistência em função do campo magnético aplicado utilizado para extrair os dados de coeficiente Hall (concentração de carga). (H) Segunda derivada da curva de Magnetoresistência demonstrando as oscilações quânticas (Shubnikov-de Haas effect).

### Energia de formação de vacâncias de selênio e energia de adesão de oxigênio para a liga $\text{Mo}(1-x)\text{W}(x)\text{Se}_2$

Os computadores quânticos possuem um imenso potencial para revolucionar a computação, oferecendo a capacidade de resolver certos problemas exponencialmente mais rápido do que os computadores clássicos. No entanto, a realização de um computador quântico funcional continua a ser um desafio significativo devido à suscetibilidade dos *bits* quânticos (*qubits*) ao ruído e à decoerência. *Qubits* baseados em spin de estado sólido, particularmente aqueles hospedados em materiais bidimensionais, oferecem um caminho promissor para enfrentar esses

desafios, pois podem ser prontamente inicializados, controlados seletivamente e lidos com alta fidelidade, mesmo em temperatura ambiente. Entre os materiais 2D, os dicalcogenetos de metais de transição (TMDs) emergiram como uma plataforma líder para o processamento de informações quânticas devido ao seu acoplamento spin-órbita inerente e aos gaps de energia eletrônicos ajustáveis. Em particular, a liga de disseleneto de molibdênio-tungstênio ( $\text{Mo}(1-x)\text{W}(x)\text{Se}_2$ ) exibe interessantes propriedades magnéticas, ópticas e eletrônicas, tornando-a uma candidata para tecnologias quânticas. Neste projeto, investigamos a energia de formação de defeitos do tipo vacância e a energia de adesão de oxigênio na liga  $\text{Mo}(1-x)\text{W}(x)\text{Se}_2$  usando simulações computacionais *ab initio*. Os resultados das energias para diferentes concentrações e distribuição de metais serão analisados e comparados com as medidas experimentais no centro.

A Figura 302 abaixo apresenta as estruturas investigadas através de cálculos de primeiros princípios, juntamente com suas energias de formação de vacância, energias de adesão de oxigênio e energias totais. As energias de formação de vacância obtidas para as estruturas de  $\text{MoSe}_2$  (2.56 eV) e  $\text{WSe}_2$  (2.57 eV) são ligeiramente menores do que as das estruturas da liga  $\text{Mo}_{1-x}\text{W}_x\text{Se}_2$ , que variam de 2.62 a 2.67 eV. Em contraste, as energias de adesão de oxigênio exibem uma distinção significativa, com o  $\text{MoSe}_2$  mostrando um valor de  $-3.03$  eV, enquanto o  $\text{WSe}_2$  demonstra uma energia de adesão de  $-3.26$  eV. Os valores para as estruturas da liga caem dentro desse intervalo, preenchendo a lacuna entre os dois. Além disso, as energias de formação total (calculadas como a soma da energia de formação de vacância e da energia de adesão de oxigênio) revelam uma tendência: à medida que o número de átomos de tungstênio em proximidade ao oxigênio adsorvido aumenta, as energias de formação total diminuem. Esses achados apoiam evidências experimentais que sugerem uma preferência pela adesão do oxigênio em vacâncias de selênio que estão adjacentes aos átomos de tungstênio.

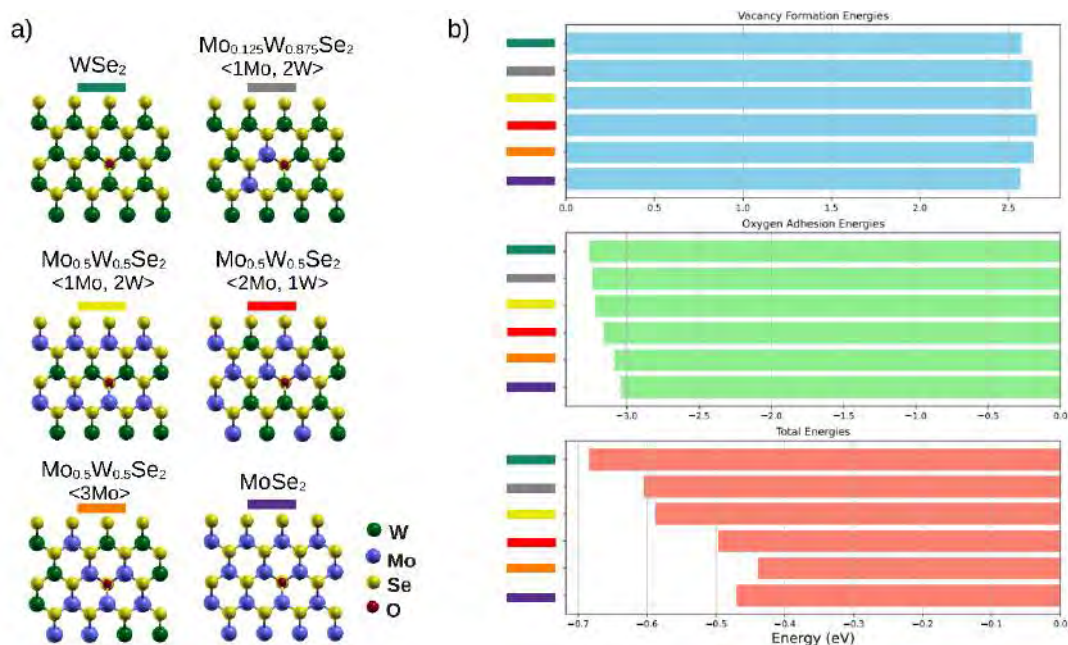


Figura 302: Representação esquemática das estruturas avaliadas nos cálculos *ab initio*: a) Representação esquemática das estruturas da liga  $\text{Mo}_{1-x}\text{W}_x\text{Se}_2$  com adesão do átomo de oxigênio. b) Diagrama ilustrativo dos valores de energia de formação de vacância, energia de adesão de oxigênio e valores de energia de formação total para as estruturas analisadas. Foi usada a nomenclatura " $\langle \rangle$ " para se referir aos átomos que fazem parte dos três primeiros vizinhos do oxigênio.



### 3. Programa de Tecnologias Habilitadoras

#### 3.1. Micro e Nanofabricação

##### 3.1.1. Instrumentação e Metodologias em Micro e Nanofabricação

As demandas de pesquisa atendidas nas instalações multiusuárias abertas é uma força motriz do desenvolvimento de novos processos no ambiente de Micro e Nanofabricação de Dispositivos do CNPEM. Essas instalações oferecem uma infraestrutura de acesso aberto, projetada para atender às necessidades da comunidade científica e industrial. Com uma combinação de equipamentos avançados, processos especializados e uma equipe técnica altamente capacitada, o CNPEM contribui para a superação de desafios científicos e tecnológicos, impulsionando a inovação e o progresso em diversas áreas.

Em 2024, um projeto específico ilustrou essa capacidade ao demandar a produção de estruturas micrométricas em resinas fotossensíveis significativamente mais espessas, alcançando dezenas de micrômetros. Essa solicitação contrastou com a resina fotossensível padrão das instalações de microfabricação, que foi otimizada para uma espessura de 1400 nm, demonstrando a flexibilidade e o compromisso das instalações em atender a requisitos técnicos desafiadores e personalizados. Para atender essa demanda e gerar estruturas do tipo lift-off de materiais não convencionais e espessos, foi escolhido o fotoresiste AZ40XT pela sua capacidade em reproduzir padrões de dimensões laterais micrométricas e com espessura entre 25-65  $\mu\text{m}$ , dependendo da velocidade de rotação utilizada durante a sua aplicação, como ilustrado na Figura 303(a).

A primeira etapa foi estabelecer uma curva de rotação em função da espessura do fotoresiste para o material já disponível na instalação, utilizando uma dose exagerada de exposição à luz UV no processo de fotolitografia, sem critérios de avaliar o formato das estruturas desejadas, e aferir a espessura do fotoresiste utilizando um perfilômetro de contato. A Figura 303(b) ilustra os dados de perfilometria de contato em função da velocidade de rotação do fotoresiste, evidenciando um contraste entre as espessuras medidas e os valores esperados com base no material fornecido pelo fabricante. A causa mais provável desse desvio é a degradação do fotoresiste ao longo do tempo, tratando-se de um insumo armazenado à longo prazo, entretanto a espessura de 20-35  $\mu\text{m}$ .

Na sequência, foram realizados testes para determinar a dose ideal de exposição à luz UV, avaliando a qualidade das estruturas obtidas. A Figura 303c e a Figura 303d mostram as estruturas resultantes, com destaque para a dose de 500  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  (Figura 303d), que produziu padrões de qualidade visual superior em comparação à dose de 400  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  (Figura 303c). Esses resultados validam o processo e sua capacidade de atender a exigências específicas para a fabricação de dispositivos com materiais não convencionais.

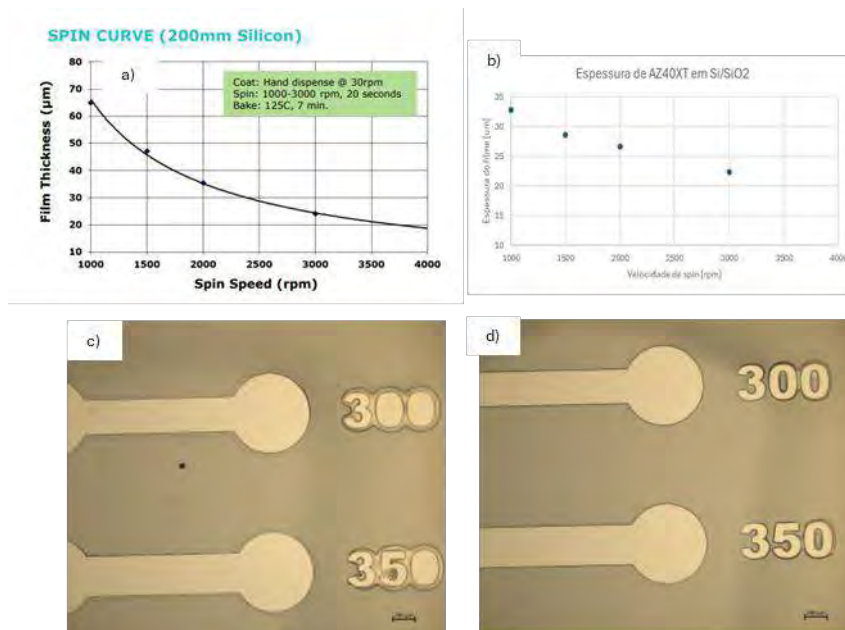


Figura 303: Curva de espessura do fotoresiste AZ40XT em função da velocidade de rotação durante a sua aplicação, (a) fornecida pelo fabricante e (b) elaborada nas instalações de microfabricação do LNNano. Imagem de microscópio óptico obtida de filme de AZ40XT exposto a uma dose UV de (c) 400 mJ/cm<sup>2</sup> e (d) 500 mJ/cm<sup>2</sup>.

## 3.2. Bioimagens

### 3.2.1. Instrumentação e Metodologias em Criomicroscopia Eletrônica (Cryo-EM)

#### Desenvolvimento de métodos de preparo de amostra para criomicroscopia eletrônica resolvida no tempo utilizando um dispositivo microfluídico

O Laboratório de Criomicroscopia Eletrônica (CME) desenvolve pesquisas na área de metodologias para a aquisição e processamento de dados, visando o avanço da técnica de criomicroscopia para a análise estrutural de macromoléculas. Além disso, também opera uma instalação aberta de criomicroscopia eletrônica de transmissão, disponível para a comunidade científica brasileira e da América Latina. Sendo assim, o laboratório atua de forma sinérgica, fazendo com que os avanços obtidos no desenvolvimento de metodologias viabilizem a introdução de novas áreas da criomicroscopia no LNNano, posteriormente disponibilizadas para os usuários.

Um dos projetos, realizado em conjunto com o Laboratório de Microfabricação e Microfluídica do LNNano (LMF), visa o desenvolvimento de um dispositivo microfluídico, para o preparo de amostras para criomicroscopia eletrônica resolvida no tempo (trEM). Essa técnica é capaz de revelar estados intermediários em reações envolvendo complexos macromoleculares. Inicialmente, os dispositivos foram planejados baseados em arquiteturas disponíveis na literatura. Após testes preliminares, verificou-se a necessidade de avaliar diferentes arquiteturas para o misturador, e respectiva eficiência. Sendo assim, foi desenvolvido um dispositivo baseado em uma arquitetura helicoidal, inicialmente proposta por pesquisadores do LMF para aplicações em outras áreas (Figura 304). Além disso, conforme descrito em relatórios anteriores, foi adaptado um protocolo químico para a produção *in-house* de grades autoabsorventes (*self-wicking grids*) para a obtenção de grades com gelo mais fino e uniforme (Figura 304).

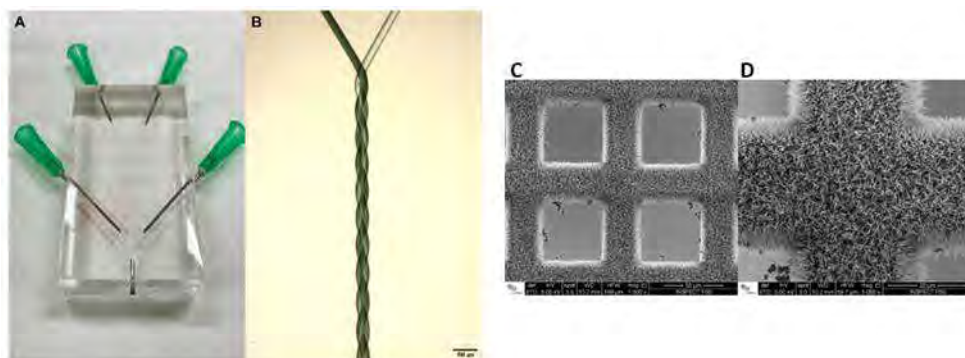


Figura 304: Dispositivo microfluídico e grades autoabsorventes. (A) Visão geral do dispositivo produzido e (B) imagem ampliada do início do canal de mistura do dispositivo, mostrando uma gradual homogeneidade colorimétrica de duas soluções, que possuem diferentes tonalidades de cinza. (C-D) Imagens SEM das grades autoabsorventes, mostrando em detalhe uma região com nanofios.

Após a validação das condições do gelo, foram preparadas grades contendo uma amostra padrão usando o dispositivo, com a proteína apoferritina. Foi possível produzir uma grade com diversas áreas com gelo fino e amorfo, adequada para coleta de dados. Cerca de 300 *movies* foram coletadas no microscópio Titan Krios, os quais foram utilizadas para o processamento de dados e obtenção de estrutura 3D da proteína (Figura 305). Utilizando os dados coletados, foi possível obter um mapa de cryo-EM ao final do refinamento, com resolução em torno de 6Å, indicando que embora o sistema ainda necessite de melhorias visando obter um gelo mais fino e uniforme, este se mostrou eficaz na obtenção de uma estrutura de uma proteína.

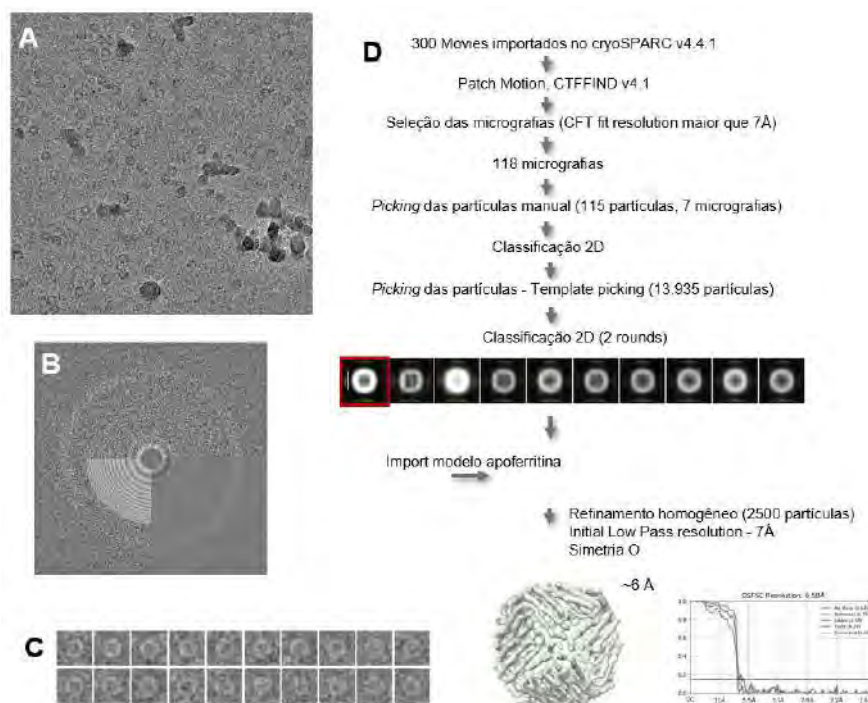
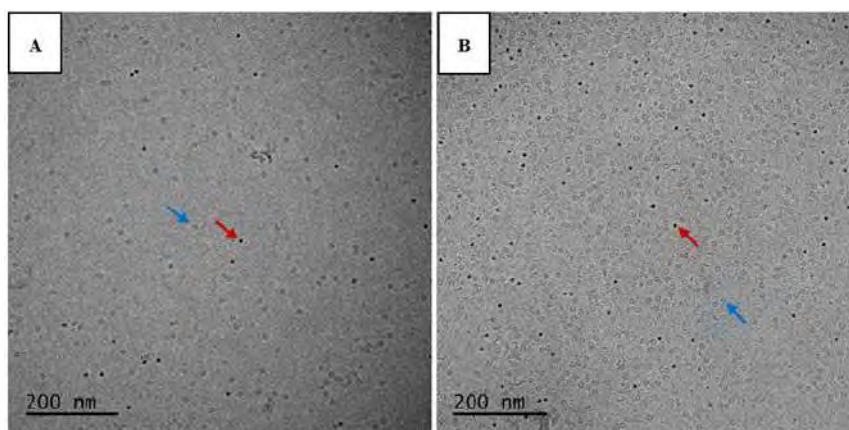


Figura 305: Processamento de dados da coleta realizada com grade contendo apoferritina produzida utilizando o dispositivo micro fluídico. (A) Micrografia representativa da coleta de dados. (B) CTF fit obtido para uma das micrografias. (C) Exemplos de partículas extraídas para a obtenção do mapa de

*cryo-EM da apoferritina. (D) Workflow utilizado para o processamento dos dados coletados, mostrando o mapa final obtido após refinamento.*

Ainda neste projeto, após testar o dispositivo de mistura com testes colorimétricos, duas proteínas diferentes foram misturadas utilizando um dos dispositivos desenvolvidos (geometria borboleta). Para este teste, as proteínas misturadas foram apoferritina e ferritina, que aparecem nas imagens como pequenos discos claros ou escuros, respectivamente. Grades de controle também foram preparadas usando o um equipamento padrão de vitrificação Vitrobot (Thermo Fisher Scientific). Conforme mostrado na Figura 306, foi possível obter regiões de bom gelo, como já demonstrado para a amostra contendo apenas apoferritina. Também foi possível obter uma mistura homogênea, como a obtida com o Vitrobot. Esta pesquisa foi desenvolvida no contexto de um projeto de Mestrado junto à UFABC, que foi finalizado em junho de 2024.



*Figura 306: Imagens de apoferritina e mistura de ferritina adquiridas no microscópio de transmissão JEM1400Plus. (A) Mistura de proteínas realizada por trEM com o dispositivo borboleta. (B) Proteínas misturadas manualmente em grade R2/2 200 (Quantifoil) preparada no Vitrobot. Setas azuis – Apoferritinas; Setas vermelhas – Ferritinas.*

### 3.3. Elucidação, Refinamento e Análise estrutural de complexos biológicos

Para validar as diferentes metodologias em desenvolvimento para o preparo de amostras e processamento de dados, diversos sistemas biológicos foram utilizados. Durante o último ano, foram desenvolvidas etapas de expressão e purificação de alguns destes alvos biológicos, sendo eles: proteína Spike *full length* de SARS-CoV-2; RBD 333 e 319; ACE2; RNA Polimerase. Estes desenvolvimentos também fazem parte do contexto de um Projeto Temático FAPESP (2020/06062-1).

#### 3.3.1. SARS-CoV-2 full length Spike protein, RBD 333 and 319, and ACE2

Um dos projetos desenvolvidos visa o estabelecimento de uma plataforma para a busca de ligantes para proteínas, utilizando-se criomicroscopia eletrônica, que possa posteriormente ser implementado à rotina da instalação aberta. A busca por ligantes para diferentes proteínas é de extrema importância no âmbito farmacêutico, pois é uma técnica que permite o desenvolvimento e o aprimoramento de fármacos e suas interações com diferentes alvos terapêuticos de interesse. Para isso, quatro principais proteínas relacionadas à infecção por SARS-CoV-2 foram consideradas, a proteína Spike (S), a porção de ligação ao receptor (RBD) em

dois tamanhos diferentes (RBD 333 e RBD 319) e a Enzima Conversora de Angiotensina 2 (ACE2), sendo estes, alvos-chave para pesquisas envolvendo vacinas e tratamentos da COVID-19. A produção das proteínas iniciou-se utilizando plasmídeos pPICZ $\alpha$  sintéticos. Para expressão adequada, com modificações pós-traducionais, a cepa hospedeira escolhida foi a *Pichia pastoris* X-33, e para transformá-la foi realizada a produção de células competentes e 3 dos 4 plasmídeos foram transformados em células de *P. pastoris* (Spike, RBD 333 e ACE2).

Após a transformação das leveduras, iniciou-se o processo de produção das proteínas recombinantes, sendo realizados testes acerca dos clones produtores das proteínas de interesse, e foram obtidos clones produtores das proteínas ACE2 e RBD 333, os quais serão utilizados para a expressão em larga escala e testes de purificação. Atualmente, ambas as proteínas se encontram em fase de otimização de expressão e padronização dos protocolos de purificação.

Os próximos passos consistem na purificação das proteínas de interesse, e sua interação com bibliotecas de ligantes bem como a coleta de dados para a identificação dos ligantes.

### 3.3.2. RNA polimerase: Fator $\sigma_{70}$ e core

Com a purificação do fator  $\sigma_{70}$  e do *core* da RNA polimerase, tem-se o interesse em obter o complexo da iniciação da transcrição e analisar a estrutura formada pelo enovelamento do DNA no complexo, utilizando criomicroscopia resolvida no tempo, e o dispositivo desenvolvido mostrado anteriormente. Ambas as proteínas, fator  $\sigma_{70}$  e o *core* da RNA polimerase, foram produzidas em células de *E. coli*, e utilizadas com sucesso para obtenção das proteínas purificadas.

Após a purificação, o complexo da iniciação da transcrição foi montado. Para isso, foi feita a reação entre o *core* da RNA polimerase com excesso do fator  $\sigma_{70}$  em 2x. Ao complexo formado, foi adicionada uma sequência de DNA promotor. Utilizando-se a técnica de contrastação negativa com uma solução 2% de acetato de uranila, foi preparada uma grade de microscopia eletrônica. Essa grade foi observada no microscópio 1400 da JEOL. Na Figura 307, tem-se um exemplo de micrografia obtida. Nas próximas etapas, o complexo será analisado para avaliar a sua correta formação e o dispositivo microfluídico, desenvolvido para criomicroscopia resolvida no tempo, será utilizado para observação das etapas do processo de enovelamento do DNA no complexo.

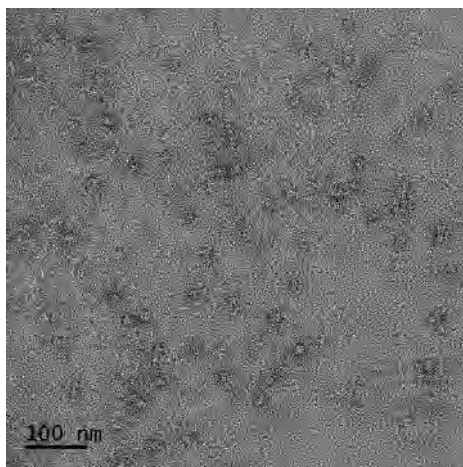


Figura 307 - Micrografia obtida no microscópio JEOL JEM1400 Plus da amostra do complexo da RNA polimerase com fragmento do DNA promotor.

### 3.3.3. Elucidação estrutural do complexo de replicação do Vírus Zika

No contexto de projeto Orion, foi implementado um projeto para elucidação estrutural do complexo de replicação do vírus ZIKV, utilizando biologia estrutural *in situ*. O projeto visa não somente a elucidação da estrutura, mas principalmente o comissionamento e implementação da técnica de *in situ cryo-ET* na rotina da *facility* de criomicroscopia, e para utilização futura nas instalações do Orion. Este projeto está sendo realizado em colaboração com o IFSC-USP de São Carlos, e o CENABIO-URFJ, Rio de Janeiro.

Para isto, está sendo utilizado um sistema celular com células BHK-21, que expressam de forma estável as proteínas do complexo de replicação do vírus Zika, desenvolvido no IFSC-USP. Este sistema, denominado *replicon*, já é empregado para estudos de replicação viral, e é um método seguro e eficaz, que pode ser manipulado em ambientes de nível de biossegurança 1 (NB1). Até o momento, a equipe teve sucesso em padronizar o crescimento das células em grades de microscopia, congelamento das grades, e iniciou a produção de lamelas por crio-FIB *milling* (Figura 308).

O projeto é um sistema desafiador para cryo-ET, por se tratar de um complexo pequeno e raro dentro das células. Em seguida, será necessário buscar formas de localização dos complexos de interesse dentro do ambiente celular, para viabilizar coletas de tomogramas e a utilização da técnica de *sub-tomogram averaging* para a determinação da estrutura.

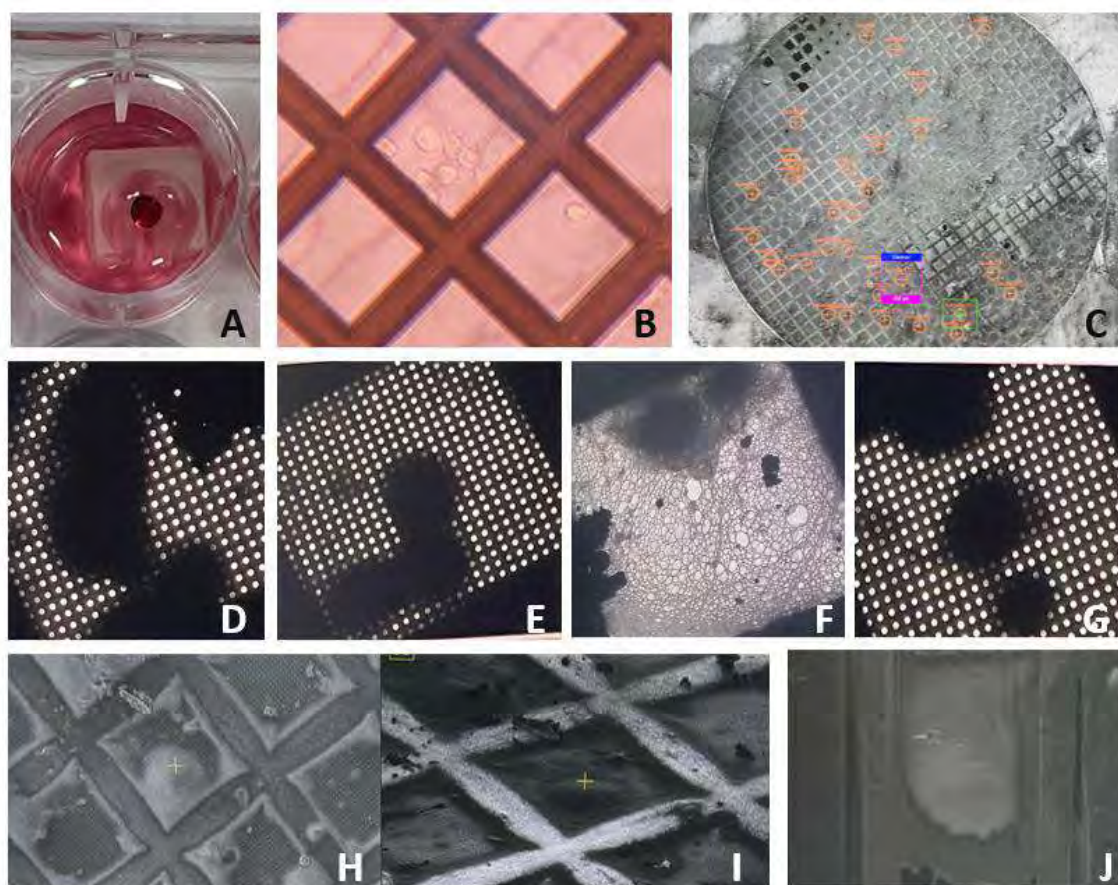


Figura 308: A) Placa utilizada para crescimento das células sobre as grades. B) Grades contendo as células aderidas antes do congelamento. C) Imagem feita no microscópio de varredura (FIB-SEM) da grade contendo as células. D-G) Células congeladas observadas no microscópio de transmissão JEOL 1400 (LNNano). H-I) Células congeladas observadas no microscópio de varredura, em H usando feixe de

*elétrons e em I usando feixe de gálio. J) Lamela proveniente da célula mostrada em H-I, observada no microscópio de varredura (FIB-SEM), no CENABIO, UFRJ-RJ.*

### 3.3.4. Otimizando o processamento de dados globais e locais após a coleta de dados de partícula individual para cryo-EM

Atualmente, a Cryo-EM de partícula individual é a principal abordagem de biologia molecular estrutural para estudar estruturas virais. Os estudos de vírus patogênicos são de grande importância para o Brasil, e pode-se citar o surto de Zika no ano de 2015 como exemplo para perceber as consequências das pandemias na sociedade brasileira. A pandemia do coronavírus, outro exemplo impactante, resultou em milhões de mortes em todo o mundo<sup>99</sup>. Embora o Brasil tenha uma importante comunidade de biologia estrutural, os esforços em fornecer mais treinamento e infraestrutura no uso de cryo-EM para a compreensão de vírus ainda são insuficientes. No CNPEM, encontram-se estudo os Alfavírus, com objetivo de treinar uma equipe especialista em cryo-EM capaz de lidar com esses desafios emergentes rapidamente.

No Centro, a equipe está sendo treinada e qualificada para atuar nesta área através do preparo de grades para utilização no microscópio e no processamento de dados utilizando o software IMAGIC4D, que vem sendo utilizado para o desenvolvimento e aplicação de novos métodos de processamento. Nesse contexto, foi desenvolvido um software para conversão de formatos EER (*Electron Event Representation*) para o formato do IMAGIC-4D, o que permite a análise de dados obtidos mais recentemente nesse formato de dado. Também está sendo implementado um método de classificação de dados espectrais através de um algoritmo de *machine learning* para análise de séries temporais baseado em *Support Vector Machine (SVM)*, um algoritmo clássico e eficiente, capaz de gerar informações assertivas com baixo poder computacional, um valor considerável para a complexidade do desafio e o volume de dados de *cryo-EM*. Assim, a equipe tem trabalhado na análise a partir do algoritmo de classificação MAS, implementado no IMAGIC4D, para gerar resultados superiores com recursos mais avançados de classificação e uso de HPC.

No sentido de obter um conjunto de dados de alta resolução para aplicação dos métodos IMAGIC4D, foram preparadas grades de *cryo-EM* de 3 arbovírus. Os vírus Chikungunya, Mayaro e Zika foram obtidos em parceria com o Instituto Butantan, que são colaboradores no projeto Temático FAPESP. Grades com essas amostras foram examinadas em um microscópio eletrônico de transmissão Talos Arctica 200 kV. Os resultados parciais indicam que concentração obtidas não foram suficientes para a análise. Para CHIKV, não foram encontradas partículas virais, e para MAYV e ZIKV foram observadas poucas partículas, sendo que muitas delas não estavam intactas, além da observação de outros artefatos derivados do processo de purificação. Atualmente, o projeto está em fase de otimização da produção e purificação de partículas virais pelo grupo do Instituto Butantan, a fim de aumentar o número de partículas virais presentes na amostra.

## 3.4. Caracterização em Nanoescala

Instrumentação e Metodologias em Microscopia Eletrônica

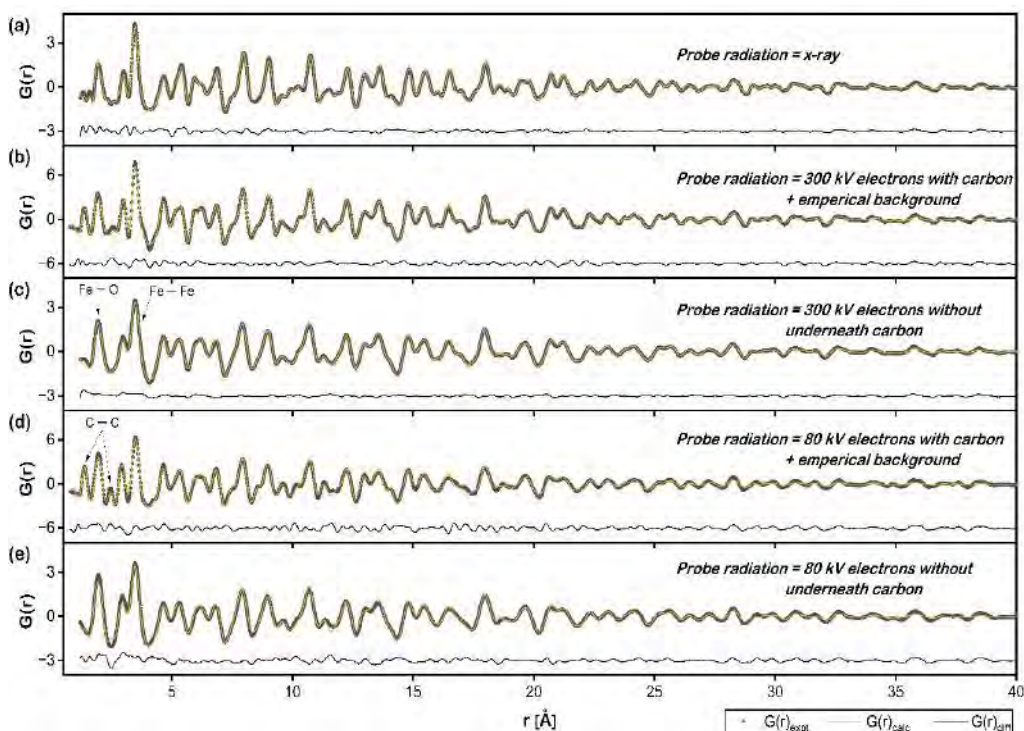
---

<sup>99</sup> **Coronaviruses.** European Centre for Disease Prevention and Control. Disponível em: <<https://www.ecdc.europa.eu/en/coronaviruses>>. Acesso em: 16 dez. 2024.

O CNPEM oferece à comunidade científica nacional e internacional acesso a uma ampla gama de técnicas convencionais e avançadas de microscopia eletrônica. As instalações incluem microscopia de varredura, de transmissão e de duplo feixe, proporcionando uma infraestrutura moderna para atender aos desafios científicos e tecnológicos atuais. A seguir, apresenta-se os principais avanços obtidos em 2024.

### 3.4.1. Função de distribuição de pares como ferramenta para caracterização de materiais amorfos e clusters.

Dentro da caracterização em nanoescala, o uso da microscopia eletrônica de transmissão destaca-se devido a sua resolução espacial, que pode chegar a 0,05 nm, ou seja, em escala atômica. Assim, avançou-se no estudo da estrutura dos materiais cristalinos através da difração de elétrons, variando da escala nano a micro. Contudo, materiais amorfos não podem ser estudados diretamente através da difração de elétrons. Para este fim, a equipe científica dedicada às investigações de microscopia eletrônica desenvolveu a técnica de análise de primeiros vizinhos (*pair distribution function*), aplicada à difração de elétrons (Figura 309). A técnica foi, então, aplicada em todos os microscópios do Laboratório de Microscopia Eletrônica e parâmetros importantes de aquisição dos padrões de difração foram mapeados, tais como o comprimento de câmera, a intensidade para cada imagem de difração, a soma de diferentes imagens, a remoção de fundo brancos e fundos escuros. Os resultados foram publicados no periódico *Acta Crystallographica Section A: Foundations and Advances*<sup>100</sup>. Desde então, a aquisição de dados e utilização de softwares específicos de processamento para esta técnica tornou-se rotina em 2024.



<sup>100</sup> MOGILI, N. V. V. et al. Background optimization of powder electron diffraction for implementation of the e-PDF technique and study of the local structure of iron oxide nanocrystals. *Acta Crystallographica Section A: Foundations and Advances*, v. 79, n. 5, p. 412–426, 1 set. 2023.



Figura 309: Resultados dos de refinamento, da função de distribuição de pares, obtidos a partir de nanopartículas de óxido de ferro sintetizadas usando várias radiações de sonda e modelos de fundo. *Acta Cryst.* (2023). A79, 412-426.

### 3.4.2. Plataforma integrada de nanocaracterização.

Além da difração de elétrons, a microscopia eletrônica pode caracterizar estruturalmente os materiais através de imagens com resolução atômica, gerando imagens fundamentais para o estudo de interfaces e nanopartículas, por exemplo. Em interfaces, imagens de alta resolução são utilizadas para diversas investigações, incluindo a indexação das regiões cristalinas presentes em interfaces homogêneas ou heterogêneas (usando técnicas de simulação), a análise da tensão acumulada nas interfaces (com métodos de análise geométrica), e a identificação de tipos de defeitos ao longo das interfaces (por meio de técnicas de filtros de Fourier), entre outros aspectos relevantes.

A microscopia eletrônica de transmissão também é amplamente utilizada para caracterizar materiais por meio de técnicas espectroscópicas com resolução nanométrica ou até atômica, fornecendo informações detalhadas sobre a composição e os estados eletrônicos dos átomos presentes na amostra. Nesse contexto, foi desenvolvida uma plataforma integrada que otimiza a aquisição de imagens de alta resolução, análises espectroscópicas, simulações computacionais, medições de tensão utilizando filtros de Fourier e o processamento de dados espectroscópicos (Figura 310). Um resumo desses resultados está disponível no artigo publicado no periódico *Applied Surface Science*<sup>101</sup>.

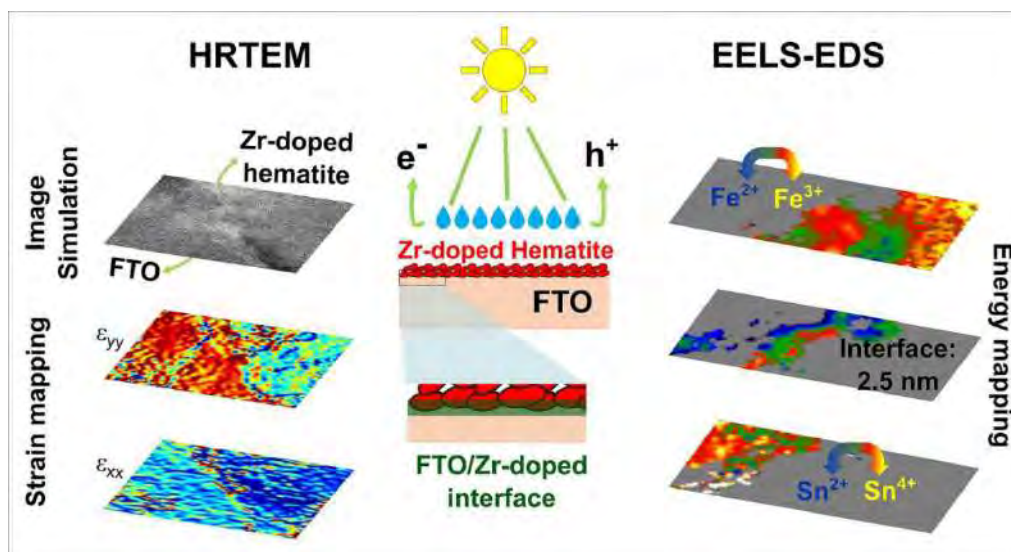


Figura 310: Resumo dos resultados obtidos para análise estrutural e espectroscópica da interface entre hematita e óxido de estanho, material aplicado na produção de hidrogênio verde.

### 3.4.3. Desenvolvimento da técnica 4D-STEM.

A difração de elétrons captura o espalhamento total do feixe de elétrons até o limite da resolução do microscópio no espaço recíproco, que é maior do que no espaço real. As imagens no espaço

<sup>101</sup> DOS SANTOS, G. T. et al. Nanostructured FTO/Zr-hematite interfaces for solar water-splitting applications. *Applied Surface Science*, v. 645, p. 158867, 1 fev. 2024.

real podem ser interpretadas como o resultado de uma transformada de Fourier realizada pelas lentes dos microscópios. No entanto, essa transformação apresenta dois desafios: a redução da resolução devido ao aumento das aberrações nas imagens e a impossibilidade de selecionar regiões específicas, como aquelas de alta resolução, ou ângulos definidos para a formação da imagem.

Sendo assim, a aquisição do espaço recíproco local, ou seja, ponto a ponto da amostra e posterior transformação em espaço real, aumenta a resolução e abre a possibilidade formar imagens com diferentes informações da amostra (cada imagem com uma informação específica) da amostra. A técnica 4D-STEM (*4D Scanning Transmission Electron Microscopy*) representa um avanço significativo na microscopia eletrônica de transmissão, combinando a aquisição de padrões de difração locais ponto a ponto com uma varredura bidimensional (2D) da amostra, gerando um conjunto de dados em quatro dimensões (2D para o padrão de difração + 2D para a varredura). Essa abordagem permite coletar simultaneamente informações angulares (espalhamento e difração de elétrons) e espaciais (resolução e mapeamento), com alta sensibilidade e rapidez.

Entre as principais vantagens do 4D-STEM estão a capacidade de atingir uma resolução de 0,03 nm com reconstrução de imagens de fases puras (*ptychography*), a obtenção de mapas de fases cristalográficas e orientação, a análise de *strain* e defeitos em áreas até 25 vezes maiores do que as convencionais, e a possibilidade de realizar estudos composicionais (intensidade do espalhamento) e estruturais (ângulo) de forma simultânea. A técnica é especialmente útil para materiais sensíveis ao feixe de elétrons, como zeólitas, MOFs, celulose e proteínas, e também permite a análise de materiais amorfos, como vidros e metais, por meio da técnica de distribuição de primeiros vizinhos.

Embora a técnica esteja em contínuo desenvolvimento, sua flexibilidade permite o uso de diferentes comprimentos de câmera e focalizações, o que demanda a otimização dos parâmetros de aquisição. Para isso, foi realizado um estudo utilizando nanopartículas de ouro, devido à sua estabilidade química e controle de tamanho. Uma matriz 3x3 foi desenvolvida, combinando três diferentes comprimentos de câmera com três diferentes focalizações, permitindo compreender os parâmetros ideais de aquisição para a obtenção de padrões de difração com a câmera dedicada. As análises no espaço real são realizadas aplicando máscaras no espaço recíproco, selecionando regiões ou intervalos angulares específicos dos padrões de difração coletados ponto a ponto. Essas regiões são então transformadas por Fourier, maximizando a relação sinal/ruído e permitindo obter informações específicas da amostra. Assim, os dois pontos fundamentais da técnica 4D-STEM são: (1) a coleta de dados, que depende da combinação adequada de resolução, focalização e comprimento de câmera, e (2) o processamento dos dados, que exige técnicas sofisticadas para extrair informações precisas.

A Figura 311 ilustra o resultado de uma coleta de 4D-STEM em nanopartículas de ouro, utilizando uma condição específica de comprimento de câmera e focalização, destacando o potencial dessa abordagem para análises avançadas de materiais.

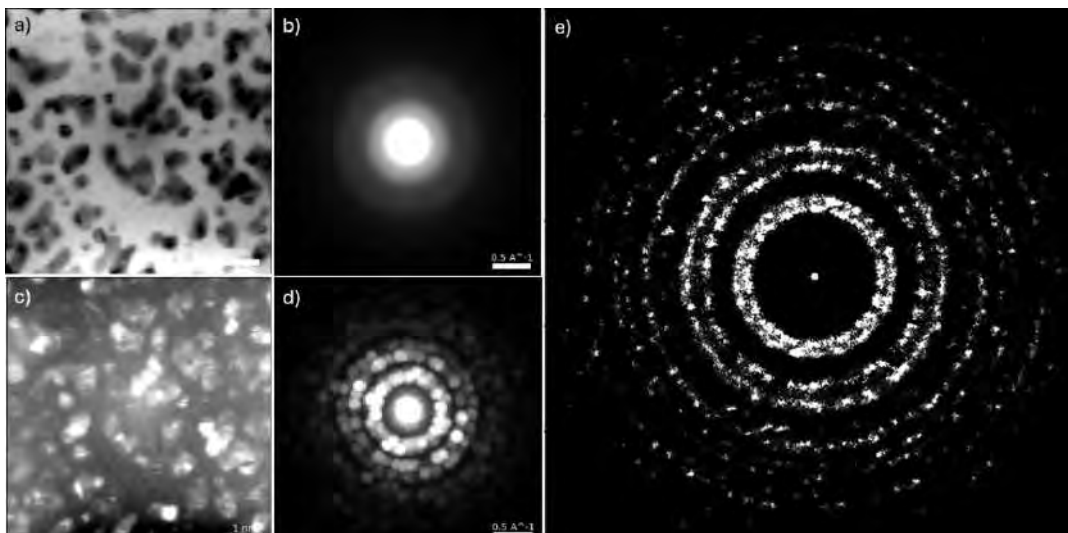


Figura 311: Imagem 2D gerada a partir da intensidade do espalhamento de baixo ângulo das difrações de elétrons coletadas ponto a ponto, b) soma de todos os padrões de difração do espalhamento de baixo ângulo, c) imagem 2D gerada a partir da intensidade do espalhamento de médio e alto ângulo das difrações de elétrons coletadas ponto a ponto, d) soma de todos os padrões de difração do espalhamento de médio e alto ângulo e e) soma de todos os padrões de difração extraído a intensidade máxima em cada disco de difração obtido ponto a ponto.

### 3.5. Teoria e Ciência de Dados

#### 3.5.1. Simulação Computacional e Inteligência Artificial

As pesquisas realizadas pelo grupo de Simulação Computacional e Inteligência Artificial tem em sua atuação a forte integração não apenas com os outros subprogramas do Programa de Tecnologias Habilitadoras do CNPEM, mas pela própria natureza, forte inserção nos diferentes Programas de P&D do CNPEM. Por meio de colaborações estreitas com grupos experimentais e parceiros industriais, o grupo explora algoritmos de *machine learning* e *deep learning* para acelerar a descoberta de novos materiais, prever suas propriedades e otimizar seu desempenho, reduzindo significativamente os custos de desenvolvimento. Ao integrar previsões teóricas com aplicações práticas, busca expandir as fronteiras da ciência de materiais e contribuir para o avanço de tecnologias transformadoras e soluções inovadoras em áreas como energia, meio ambiente e saúde. A seguir, são apresentados os principais avanços alcançados em 2024.

#### I. Teoria e Simulações Computacionais de propriedades estruturais e eletrônicas de Nanomateriais

- *Visualização da dessinterização induzida por feixe de elétrons de cerâmicas nanoestruturadas em escala atômica*

A difusão de massa e a tensão local de tração associadas à irradiação por feixe de elétrons podem favorecer o processo de dessinterização. As investigações realizadas relataram a dessinterização induzida por feixe de elétrons de filmes finos de  $ZrO_2$  na escala atômica com resolução espacial, usando microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM). Os resultados confirmam trabalhos anteriores nos quais a dessinterização é impulsionada pela tensão de tração atuando na ponte se um estímulo externo, como a irradiação, desencadear a mobilidade atômica. Além disso, foram observados desvios em relação às descrições microscópicas clássicas: uma nanoponte altamente estável é formada e evolui até a ruptura com um ângulo diedro

constante, em vez de ocorrer uma ruptura frágil. Com base nos resultados experimentais, foi proposto um modelo adaptado para dessinterização na nanoescala (Figura 312). Este estudo fornece novos insights sobre a ruptura de materiais cerâmicos em escalas nano e atômica, contribuindo para o entendimento aprofundado do comportamento desses materiais. O trabalho foi publicado no periódico *Cell Reports Physical Science*<sup>102</sup>.

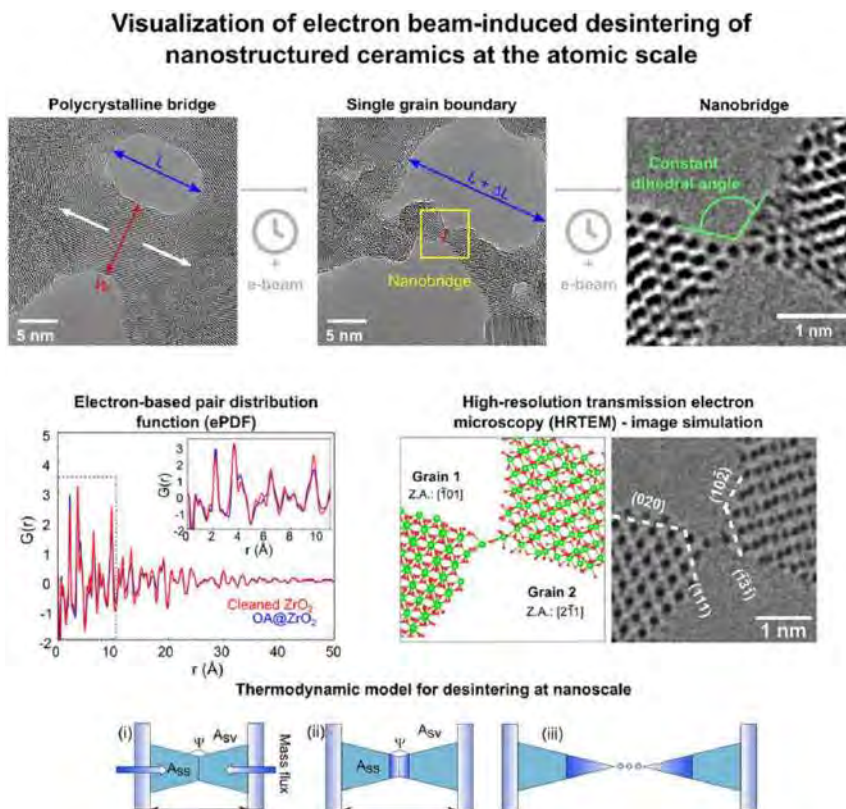


Figura 312: Resumo dos resultados combinando técnicas experimentais, de simulação, e desenvolvimento de modelos teóricos para compreensão do fenômeno da dessinterização.

- *Controle magnético de nós de Weyl e pacotes de ondas em semimetais tridimensionais*

O estudo investigou as transições de fase topológicas em semimetais de Weyl tridimensionais, impulsionadas pelo *warping* da estrutura eletrônica e por um campo magnético transversal. Inicialmente, o número de Chern foi utilizado como ferramenta matemática para derivar o diagrama de fases topológicas, associando cada setor topológico a um estado de momento angular de um pacote de onda em rotação. Foi demonstrado que a posição dos nós de Weyl pode ser controlada por um campo magnético transversal, extinguindo gradualmente a rotação do pacote de onda, primeiro parcialmente e depois completamente, o que resulta em uma sequência de transições de fase topológicas induzidas pelo campo.

Além disso, foram calculadas a magnetização induzida pela corrente e a condutividade Hall anômala para um material de Weyl distorcido prototípico. Ambas as propriedades refletem as

<sup>102</sup> FIUZA, T. E. R. et al. Visualization of electron beam-induced desintering of nanostructured ceramics at the atomic scale. *Cell Reports Physical Science*, v. 5, n. 2, p. 101828, 21 fev. 2024.

transições topológicas relacionadas à rotação do pacote de onda e podem contribuir para a identificação do efeito Hall anômalo quântico tridimensional em materiais de Weyl tridimensionais distorcidos. O preprint deste trabalho está disponível no *arXiv*<sup>103</sup>.

- *Modificação dupla da hematita para minimizar efeitos de small polarons e recombinação de carga para geração de hidrogênio sustentável*

Nanoestruturas de hematita são fortes candidatas para o desenvolvimento de tecnologias sustentáveis de divisão de água. No entanto, existem desafios importantes em melhorar a densidade de carga e minimizar as taxas de recombinação de carga para um desempenho fotoeletroquímico competitivo baseado em hematita sem comprometer aspectos de sustentabilidade. Neste estudo, foi desenvolvida uma estratégia sintética para aproveitar  $\text{Al}^{3+}$  e  $\text{Zr}^{4+}$  abundantes na Terra em uma modificação química dupla para minimizar sinergicamente os efeitos do *small polaron* e a recombinação de carga interfacial. O método à base de solução simultaneamente induz a dopagem de  $\text{Al}^{3+}$  na rede cristalina da hematita, enquanto  $\text{Zr}^{4+}$  forma um excesso interfacial, criando um filme fino nanoestruturado homogêneo de fase única. O fotoânodo projetado aumentou a fotocorrente de  $0,7 \text{ mA cm}^{-2}$  para hematita pura até  $4,5 \text{ mA cm}^{-2}$  a  $1,23 \text{ V}$  e além de  $6,0 \text{ mA cm}^{-2}$  ao aplicar uma sobretensão de  $300 \text{ mV}$  sob iluminação simulada de luz solar ( $100 \text{ mW cm}^{-2}$ ). Os resultados demonstram o potencial do design de modificação dupla usando processos à base de solução para viabilizar tecnologias energéticas sustentáveis. Este trabalho foi publicado em *Journal of Materials Chemistry A*<sup>104</sup>.

## II. Desenvolvimento e implementação de ferramentas de inteligência artificial para descoberta e design de materiais

- *Avaliação de desempenho de potenciais interatômicos de aprendizado de máquina universais: desafios e direções para superfícies de materiais*

Os potenciais interatômicos de aprendizado de máquina (MLIPs) são uma das principais técnicas na caixa de ferramentas da ciência dos materiais, capazes de unir a precisão *ab initio* com a eficiência computacional dos campos de força clássicos. Isso permite simulações que abrangem desde átomos, moléculas e biosistemas, até materiais sólidos, superfícies, nanomateriais e suas interfaces e interações complexas. Uma classe recente de MLIPs avançados, que utiliza representações equivariantes e redes neurais de grafos profundas, é conhecida como modelos universais. Esses modelos são propostos como modelos fundacionais adequados para qualquer sistema, cobrindo a maioria dos elementos da tabela periódica. Os MLIPs universais atuais (UIPs) foram treinados com o maior conjunto de dados consistente disponível atualmente. No entanto, esses são compostos principalmente por cálculos DFT de sólidos periódicos. Neste artigo, avaliamos a universalidade de todos os UIPs disponíveis abertamente, a saber, MACE, CHGNet e M3GNet, em uma tarefa representativa de generalização: cálculo de energias de superfície. Assim, a pesquisa realizada apontou que os modelos fundamentais prontos para uso apresentam deficiências significativas nesta tarefa, com erros correlacionados à energia total das simulações

<sup>103</sup> FOCASSIO, B. et al. *Magnetic control of Weyl nodes and wave packets in three-dimensional warped semimetals*. arXiv, 11 jan. 2024. Disponível em: <<http://arxiv.org/abs/2401.06282>>. Acesso em: 11 dez. 2024.

<sup>104</sup> VERISSIMO, N. C. et al. Dual modification on hematite to minimize small polaron effects and charge recombination for sustainable solar water splitting. *Journal of Materials Chemistry A*, v. 12, n. 11, p. 6280–6293, 12 mar. 2024.

de superfície, tendo uma distância fora do domínio do conjunto de dados de treinamento. Os resultados mostram que, enquanto os UIPs são um ponto de partida eficiente para o ajuste fino de modelos especializados, previu-se o potencial de aumentar a cobertura do espaço dos materiais em direção a conjuntos de dados de treinamento universais para MLIPs. O artigo foi publicado na revista *ACS Applied Materials & Interfaces*<sup>105</sup>.

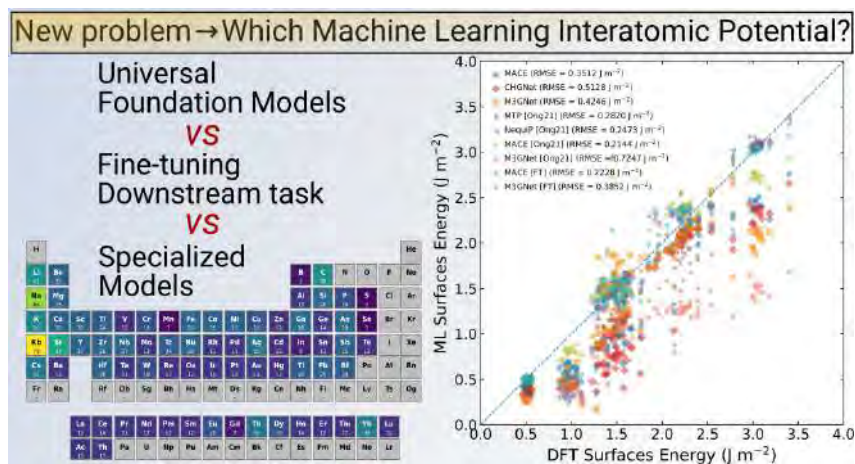


Figura 313: Representação do problema a ser solucionado com os potenciais de inteligência artificial, comparando qual estratégia é mais eficiente para a solução de um novo problema científico. Na direita, é representada o gráfico de paridade entre o valor de referência comparado com o valor predito pelo modelo, onde valores mais próximos à diagonal são melhores.

<sup>105</sup> FOCASSIO, B.; M. FREITAS, L. P.; SCHLEDER, G. R. Performance Assessment of Universal Machine Learning Interatomic Potentials: Challenges and Directions for Materials' Surfaces. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 11 jul. 2024.

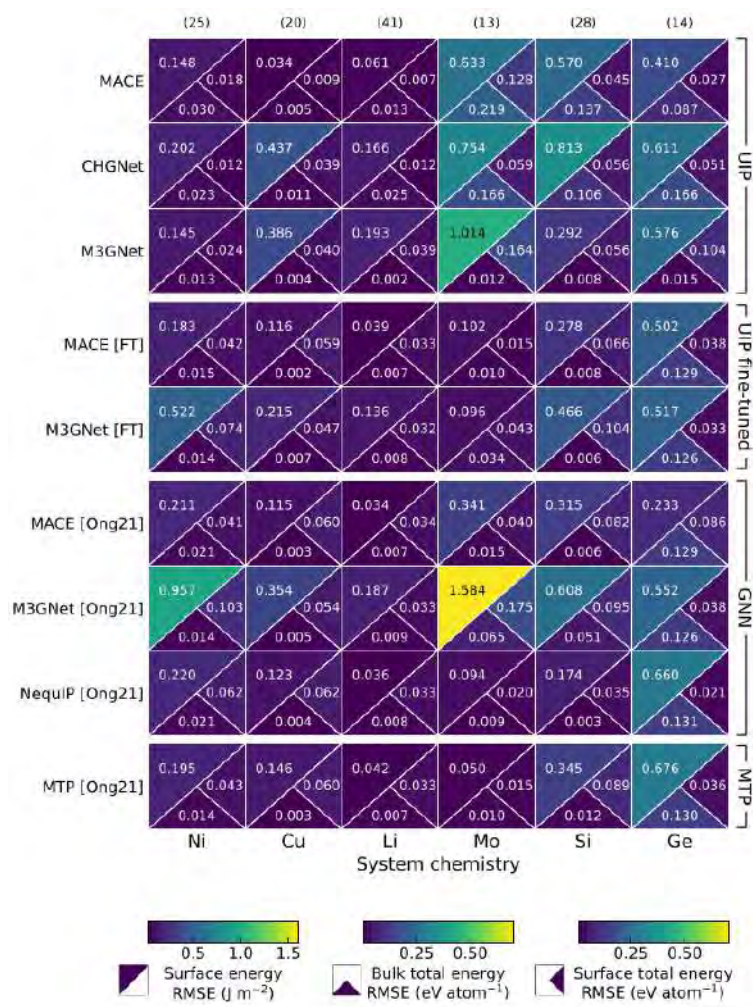


Figura 314: Comparação de desempenho entre potenciais interatômicos universais, especializados e universais com ajuste fino. Os erros quadráticos médios (RMSE) dos potenciais interatômicos universais são comparados à química da superfície, para elementos selecionados. O triângulo superior é o RMSE da energia de superfície ( $\gamma_{\text{hkl}}$ ), o triângulo inferior mais à esquerda é o RMSE da energia total bulk por átomo e o triângulo inferior mais à direita é o RMSE da energia total da superfície por átomo. Os números entre parênteses são o número de estruturas de superfície avaliadas para cada elemento químico.

- *Inteligência Artificial na Análise Avançada de Imagens de Microscopia Eletrônica de Transmissão*

Foi implementado o uso de ferramentas de inteligência artificial para o processamento de imagens de microscopia eletrônica de transmissão. Com isso, torna-se possível não apenas a automação, mas obter informações até então inacessíveis, além da melhora da qualidade dos dados utilizando métodos de processamento tradicional. Sistemas de interesse são por exemplo são processos de ruptura de nanoflakes de materiais 2D e nanoclusters de óxidos, processos estes que são visualizados por microscopia de alta resolução (HRTEM) *in situ*. O projeto tem como resultados esperados tanto desenvolvimento e validação metodológica, como resultados aplicados dos sistemas físicos mencionados. Atualmente, o processo e *workflow* estão em desenvolvimento.

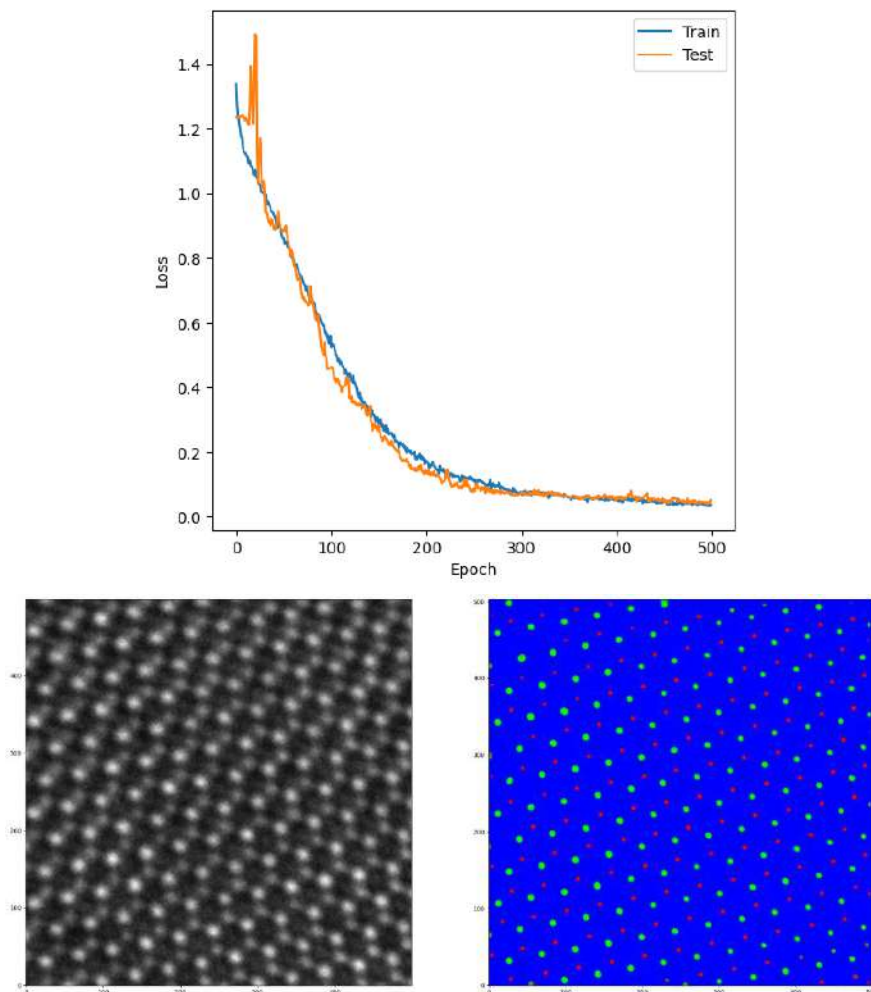


Figura 315: Exemplo de treinamento de rede neural profunda para segmentação semântica de imagens de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM). Esquerda: loss function em função do número de epochs de treinamento. Centro: Imagem de HRTEM de uma amostra de MoS<sub>2</sub>. Direita: previsão do modelo de segmentação para identificação das espécies e posições atômicas correspondente.

## 4. Projetos Estruturantes

### 4.1. Orion

Pesquisadores do Laboratório de Criomicroscopia Eletrônica participam do desenvolvimento do projeto Orion, coordenando a implantação da área de criomicroscopia eletrônica no novo laboratório, técnica essencial para compreender a dinâmica de interação de patógenos com os organismos. Para atender às necessidades do projeto, será realizado o comissionamento de diversas novas técnicas de preparo de amostras e análises por criomicroscopia eletrônica. Nesse sentido, a equipe do CNPEM vem se capacitando para atender a essas novas demandas.

A capacitação interna de recursos humanos para o projeto Orion foi uma prioridade durante o ano de 2024. Tendo em vista a atualização em temas de microscopia eletrônica e biossegurança, os membros da equipe de Criomicroscopia estiveram presentes em eventos no decorrer do ano, incluindo: participação de diversos membros da equipe no *Latin America Bioimaging Meeting* na UFRJ; participação de pesquisadores no Fórum de Tecnologia para *Volume Electron*



*Microscopy*, realizado em Harwell, Inglaterra; participação de uma pesquisadora em treinamento na Universidade de Wisconsin (Madison, EUA), em criotomografia, incluindo práticas de laboratório e processamento de subtomogramas; participação no 34º Congresso Brasileiro de Virologia em Foz do Iguaçu e; a participação no 1º Simpósio de Biossegurança e Bioproteção: Ambientes de Alta Contenção Biológica e 11ª Semana da Qualidade de Bio-Manguinhos (FIOCRUZ-RJ). Toda a equipe de criotomografia eletrônica também participou de um treinamento no laboratório de treinamento em ambientes de alta contenção biológica do CNPEM.



*Figura 316: Participação da equipe de criomicroscopia eletrônica em eventos durante o ano de 2024. A) equipe no Latin America Bioimaging Meeting, UFRJ, Rio de Janeiro-RJ; B) analista da criomicroscopia e equipes de virologia, biossegurança e comunicação do CNPEM no 34º Congresso Brasileiro de Virologia, Foz do Iguaçu-PR; C) analista da criomicroscopia e equipes de engenharia, virologia, segurança do trabalho e biossegurança no 1º Simpósio de Biossegurança e Bioproteção: Ambientes de Alta Contenção Biológica e 11ª Semana da Qualidade de Bio-Manguinhos, FIOCRUZ, Rio de Janeiro-RJ; D) participação no fórum de VolumeEM, em Didcot, UK.*

A capacitação de recursos humanos ao longo de 2024 funcionou em paralelo ao reconhecimento e contato com os ambientes físicos de alta contenção biológica, o que auxiliou nas tomadas de decisão relacionadas à criomicroscopia eletrônica, no projeto Orion. Nesta perspectiva, visitas técnicas foram oportunidades de experimentar, com viés prático, os ambientes que farão parte do cotidiano do preparo de amostras e operação do Orion. Durante o ano de 2024, foram realizadas visitas técnicas aos laboratórios NB3 do Centro de Pesquisa, Inovação e Vigilância em Covid-19 e Emergências Sanitárias da FIOCRUZ-RJ; ao setor de produção do Instituto de Ciência e Tecnologia de Biomodelos da FIOCRUZ-RJ; à *facility* de criomicroscopia eletrônica no eBIC e à linha de luz B24 – *soft x-ray* – ambos no Diamond Light Source, Harwell Campus em Didcot, Inglaterra; laboratório de criomicroscopia eletrônica em ambiente NB3 do Oxford Particle

Imaging Center na Oxford University; e no Midwest Center for Cryoelectron Tomography (MCCET) da Universidade de Madison em Wisconsin (EUA).

Somada às iniciativas de visitas técnicas e a formação de recursos humanos, foram realizados investimentos em infraestrutura necessária para o comissionamento das novas técnicas. Uma das ações em andamento é a desocupação de uma área no Prédio Vermelho do CNPEM, para reforma e acomodação de um microscópio eletrônico de transmissão 120 kV, um microscópio eletrônico de duplo feixe (FIB-SEM) e um ultracriomicrotomo. O laboratório de preparo de amostras da criomicroscopia eletrônica está passando por uma reestruturação para se tornar um amplo laboratório para preparo de amostras NB-2. Uma antessala foi instalada e novos equipamentos foram adquiridos, onde se destaca um *plunger* para congelamento de células aderidas a grades de criomicroscopia, Leica GP2.



*Figura 317: visitas realizadas pela equipe da criomicroscopia eletrônica do CNPEM durante o ano de 2024. A e B) laboratório NB-3 do Centro de Pesquisa, Inovação e Vigilância em Covid-19 e Emergências Sanitárias da FIOCRUZ-RJ, Rio de Janeiro-RJ; C) analista da criomicroscopia e equipes do LNLS, LNBio e Biossegurança do CNPEM no Instituto de Ciência e Tecnologia de Biomodelos da FIOCRUZ, Rio de Janeiro-RJ; D) líder da criomicroscopia em treinamento no Oxford Particle Imaging Center, Oxford-UK; E) microscópio eletrônico de transmissão Titan Krios no Oxford Particle Imaging Center, Oxford-UK; F) microscópio cryo-FIB milling Aquillo na Midwest Center for Cryoelectron Tomography (MCCET), Universidade de Madison, Wisconsin-EUA; G) linha de luz B-24 no Diamond Light Source em Didcot-UK.*

Estas aquisições e a instalação de um laboratório no Prédio Vermelho permitirão a implementação de técnicas de biologia celular, biologia estrutural *in situ* e microscopia eletrônica de volume, que serão utilizadas no cotidiano do Orion. Com relação à infraestrutura laboratorial, foi realizado o upgrade do criomicroscópio Titan Krios, visando implantar atualizações de *hardware* e *software*. Estas atualizações visam aumentar a qualidade e produtividade do microscópio, otimizando o seu tempo de uso. Desta forma, é possível otimizar o tempo das coletas e aumentar a produtividade da *facility*, e assim viabilizar a utilização deste equipamento de última geração para a realização de análises e o comissionamento de novas técnicas relacionadas ao Orion.

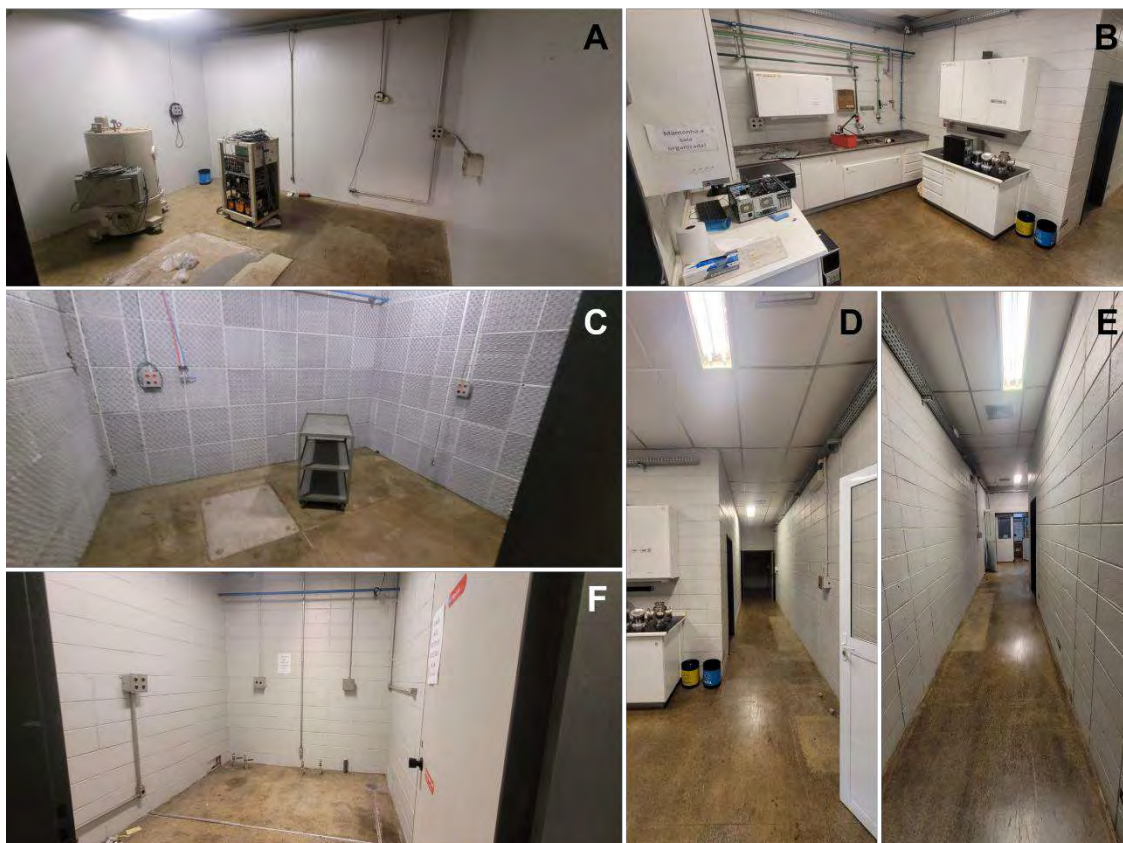


Figura 318: área em reforma a ser destinada para criomicroscopia eletrônica no "prédio vermelho". A) sala do microscópio eletrônico de transmissão de 120 kV; B) área de preparo de amostras; C) sala do microscópio eletrônico de duplo-feixe FIB-SEM; D e E) corredor de acesso; F) sala do ultracriomicrotomo.

As atividades internas do grupo de criomicroscopia aconteceram simultaneamente às discussões com as equipes de arquitetura, engenharia, biossegurança e do LNBio e LNLS. Em 2024 aconteceram mais de 30 reuniões com a participação da equipe da criomicroscopia eletrônica, nas quais foram discutidos assuntos como o posicionamento da área de microscopia eletrônica nos ambientes de alta contenção biológica, bem como dos laboratórios de preparo de amostra. Em 2025, será dada continuidade à formação de recursos humanos especializados, implementação e aprimoramento de infraestrutura e o comissionamento de técnicas para atender às demandas do projeto Orion.

## 5. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas

### 5.1. Divisão de Dispositivos

#### 5.1.1. Novos equipamentos do Laboratório de Microfabricação e Microfluídica (LMF)

Durante o ano de 2024, o LMF disponibilizou três novos equipamentos para seus usuários, sendo eles um cromatógrafo de íons, uma impressora 3D e uma nova fotoalinhadora de máscaras. Ao longo de 2024, o Laboratório de Microfabricação (LMF) ampliou sua infraestrutura com a disponibilização de três novos equipamentos para seus usuários: um cromatógrafo de íons, uma impressora 3D e uma nova fotoalinhadora de máscaras. A seguir, apresenta-se uma descrição mais detalhada das capacidades e vantagens de cada um desses equipamentos.

#### 5.1.2. Cromatógrafo de íons

O cromatógrafo de íons, anteriormente pertencente ao LNBR, foi disponibilizado para o Laboratório de Microfabricação (LMF) do LNNano e, com recursos de projetos em parceria com a Petrobras, passou por uma atualização completa realizada pelo fabricante. Esse equipamento, um Metrohm 850 Professional, é utilizado para separar íons e moléculas polares com base em sua afinidade com o trocador de íons, sendo amplamente empregado em áreas como análise ambiental, farmacêutica e avaliação de potabilidade, entre outras.

O cromatógrafo conta com um sistema avançado de supressão sequencial, incluindo supressão química (*Metrohm Suppressor Module – MSM*) e supressão de CO<sub>2</sub> (*Metrohm CO<sub>2</sub> Suppressor – MCS*). Essa configuração é especialmente eficiente na análise de ânions, reduzindo a condutividade de fundo ao mínimo absoluto e permitindo a detecção e quantificação em níveis extremamente baixos, na ordem de ppb. Além disso, o equipamento também pode ser utilizado na análise de cátions sem a necessidade do sistema supressor, garantindo maior versatilidade em suas aplicações.



Figura 319: Cromatógrafo de íons Metrohm, modelo 850 professional.

### 5.1.3. Impressora 3D CADWORKS Profluidics 282

A impressão 3D tornou-se uma ferramenta essencial no desenvolvimento da microfluídica. Com recursos de projetos em parceria com a Petrobras, foi adquirida uma impressora ProFluidics 285D, da fabricante canadense CADWorks3D, especialmente projetada para aplicações em microfluídica. Este equipamento é altamente versátil e dedicado à fabricação de moldes e dispositivos microfluídicos, permitindo a obtenção de canais com até 150  $\mu\text{m}$  ou menores, dependendo do design do dispositivo.

Utilizando a tecnologia DLP (*Digital Light Processing*), a máquina emprega um projetor digital que emite luz UV sobre um dispositivo de microespelhos digitais (DMD), curando a resina fotossensível camada por camada. Seu grande diferencial está na resolução XY dinâmica de 28,5  $\mu\text{m}$ , que possibilita a impressão de curvas suaves e formas complexas com alta precisão, minimizando o padrão em cubos e o ruído, em comparação com outras plataformas disponíveis no mercado.



Figura 320: Impressora 3D, tecnologia DLP, ProFluidics 285D.

### 5.1.4. Fotoalinhadora de Máscaras SUSS MJB4

Com recursos do projeto SISNANO, foi adquirida a fotoalinhadora SUSS MJB4, fabricada pela SUSS MicroTec, um dos equipamentos mais avançados para processos de fotolitografia em escala de laboratório. A MJB4 é ideal para diversas aplicações, como fabricação de dispositivos semicondutores, sistemas microeletromecânicos (MEMS) e microfluídica, destacando-se por sua alta precisão, flexibilidade e capacidade de atender às demandas mais exigentes da indústria e da academia.

A MJB4 combina características técnicas que a tornam uma escolha preferencial em laboratórios de pesquisa e fábricas de alta tecnologia. Com precisão de alinhamento submicrométrica, o equipamento atinge uma resolução de até 0,5 micrômetros, sendo ideal para processos de fotolitografia que demandam altíssima precisão, como dispositivos com características complexas e de alta densidade. Além disso, a fotoalinhadora suporta uma ampla gama de tamanhos de máscara, variando de 1 a 4 polegadas, proporcionando flexibilidade no desenvolvimento de diferentes *layouts*, desde padrões simples até designs elaborados.

Equipada com uma fonte de luz UV LED de alta intensidade, a MJB4 garante uma exposição uniforme e eficiente, essencial para criar padrões finos e detalhados, mantendo a qualidade e reprodutibilidade dos processos de litografia. O sistema óptico avançado do equipamento combina uma câmera de alta resolução com *software* inteligente de reconhecimento de padrões, permitindo um alinhamento rápido, preciso e eficaz.

Outro diferencial importante da MJB4 é a facilidade de operação e automação. A interface intuitiva do equipamento simplifica o uso, aumentando a produtividade e permitindo que mesmo operadores menos experientes alcancem resultados confiáveis. A compatibilidade com diversos substratos, como silício, vidro, quartzo, metal e outros materiais utilizados em microfabricação, amplia as possibilidades de aplicação da MJB4, tornando-a adequada para diferentes tipos de projetos e processos.

A aquisição desse equipamento fortalece a infraestrutura do laboratório, oferecendo uma solução de alta tecnologia que atende às demandas atuais da pesquisa e inovação em microfabricação.



Figura 321: Imagem da fotoalinhadora MJB4 (Suss).

## 5.2. Laboratório de Nanofabricação e instalações de Filmes Finos e Medidas Elétricas

Em 2024, foram realizadas melhorias na infraestrutura do Laboratório de Nanofabricação (NFB), incluindo a atualização das lâmpadas da sala limpa de microfabricação e o reparo e atualização das portas de saída de emergência. A equipe também participou de eventos externos sobre ambientes controlados e conduziu manutenções e certificações anuais do sistema de controle ambiental das salas limpas, garantindo seu funcionamento adequado e seguro.

As atividades operacionais envolveram revisões contínuas das abordagens para atender às expectativas e necessidades dos usuários externos, além do estudo para a implementação de um sistema de agendamento e gerenciamento do laboratório. Também foram desenvolvidas ações voltadas para a documentação e padronização de receitas e fluxos de processos, facilitando as atividades dos usuários internos.

Melhorias técnicas também foram implementadas, com destaque às atualizações das câmeras dos microscópios da sala limpa de microfabricação e do laboratório de preparação de amostras. As câmeras antigas, além de não possuírem mais suporte para as novas versões do Windows, utilizavam uma conexão obsoleta (*firewire*), o que comprometia a eficiência dos processos. As atualizações garantiram maior compatibilidade e desempenho técnico.

Outras ações dessas instalações também são destaque, elencados a seguir:

- *Desenvolvimento de um controlador de vácuo para aplicação nos dessecadores usados na Divisão de Dispositivos*: trata-se de uma configuração aplicada a um controlador de vácuo, compreendendo um controle de pressão com interface digital indicadora de pressão na câmara, provido de um alarme audiovisual indicador de situações de falha e de uma chave de acionamento do sistema de controle tipo *on-off*. A configuração dispensa válvulas de operação manual e quaisquer outras etapas assistidas por um operador durante a operação do controlador de vácuo, resultando numa solução técnica de usabilidade aprimorada.
- Equipamento Multiusuário (EMU) Analisador de Parâmetros Semicondutores Keithley 4200A concedido no processo FAPESP Jovem pesquisador (2021/06238-5): O equipamento se destina à caracterização elétrica de materiais, filmes finos e dispositivos semicondutores e realiza medidas de corrente-tensão (I-V) com alta precisão e resolução. O projeto teve início em novembro de 2023 e se estenderá até outubro de 2030. O instrumento está localizado na instalação aberta de Filmes Finos e Medidas Elétricas do CNPEM, que conta com outros equipamentos e infraestrutura para pesquisa em materiais e dispositivo (Figura 322). O objetivo principal do equipamento é ampliar a capacidade de caracterização de dispositivos semicondutores no âmbito dos projetos conduzidos no CNPEM, assim como disponibilizar essas capacidades para a comunidade científica externa.



Figura 322: Acoplamento do equipamento Keithley 4200 junto a um sistema do tipo probe station para a conexão de amostras.

- Expansão da Infraestrutura de Deposição de Filmes Finos com Novo Sistema de Sputtering:* No âmbito do projeto FINEP BIO2NANO, foi adquirida uma nova infraestrutura para deposição de filmes finos via técnica de *sputtering* (pulverização catódica), ampliando as capacidades das instalações abertas. O sistema selecionado (Figura 323a), ATS500 da empresa HHV, possui dois canhões com fonte DC para deposição de filmes metálicos, um canhão RF para filmes dielétricos e suporte para deposição reativa com gás N<sub>2</sub>, ilustrados na Figura 323(b). Após a instalação e validação do equipamento, foram conduzidos estudos para avaliar a uniformidade dos filmes depositados com base nos parâmetros fornecidos pelo fabricante. Para isso, foram realizadas medidas de resistência de folha pelo método de 4 pontas colinear, utilizando filmes de alumínio depositados sobre lâminas de vidro, material comum em microscopia óptica. Os resultados, aferidos em oito pontos ao longo da superfície da lâmina (Figura 323c), apresentaram valores de não-uniformidade de  $\pm 2,75\%$  e  $\pm 2,85\%$  para dois processos distintos, em boa concordância com o valor esperado de  $\pm 2,5\%$ , comprovando a eficiência e o desempenho do sistema ATS500.



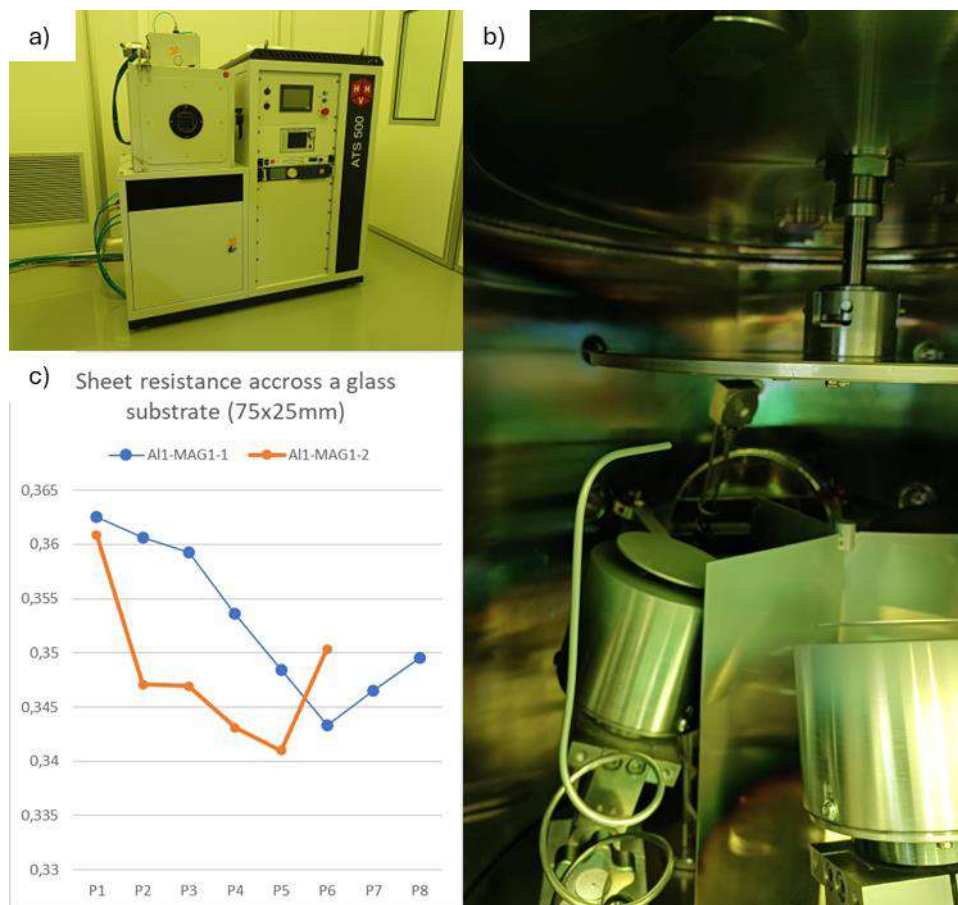


Figura 323: (a) sistema de deposição de filmes finos via sputtering ATS500, fabricante HHV, instalado na sala limpa de Nanofabricação do LNNano. (b) câmara interna do ATS500, ilustrando 2 canhões de fonte DC, linhas injetoras de gases e porta amostra rotacionário. (c) resistência de folha medida aferida para 2 processos distintos e mesmos parâmetros, aferida em 8 pontos ao longo da superfície de lâmina de microscópio convencional.

- *Comissionamento de uma Célula de Pressão para Transporte Eletrônico:* Com o objetivo de ampliar as capacidades de caracterização do LNNano, foi realizado o comissionamento de uma célula de pressão hidrostática, que agora está disponível para usuários que necessitem investigar o transporte elétrico de materiais e dispositivos sob pressões de até 2,7 GPa. A célula é integrada ao sistema PPMS (*Physical Properties Measurement System*) e permite a medição simultânea de duas amostras na configuração 4-pontas — normalmente a amostra de interesse e um manômetro. Neste sistema, chumbo ou estanho são utilizados como materiais sensores para manometria. Vale destacar que alguns metais, quando resfriados, podem apresentar transição de fase supercondutora abaixo de uma temperatura crítica ( $T_c$ ), a qual é sensível à pressão aplicada. A variação da  $T_c$  ocorre devido a mudanças na estrutura cristalina e/ou eletrônica do material induzidas pela pressão. Os testes iniciais da célula foram realizados no âmbito da proposta nº 20240897 (Investigador principal: Professor Milton Torikachvili, Universidade Estadual de San Diego) em ligas supercondutoras dopadas à base de vanádio e estanho ( $\text{Cs}_{0,5}\text{Rb}_{0,5}\text{V}_3\text{Sb}_5$ ). A Figura 324(a) mostra um fio de estanho soldado montado em um dos lados do porta amostras, que é pressurizado em uma mídia de óleo por meio de prensa pneumática (Figura 324b). Com o aumento da pressão, a  $T_c$

aumenta de aproximadamente 2,2 K para 7,6 K. Portanto, essa nova capacidade oferece um importante recurso para a exploração e compreensão de fenômenos de supercondutividade, inclusive em materiais que possam apresentar transição em altas temperaturas

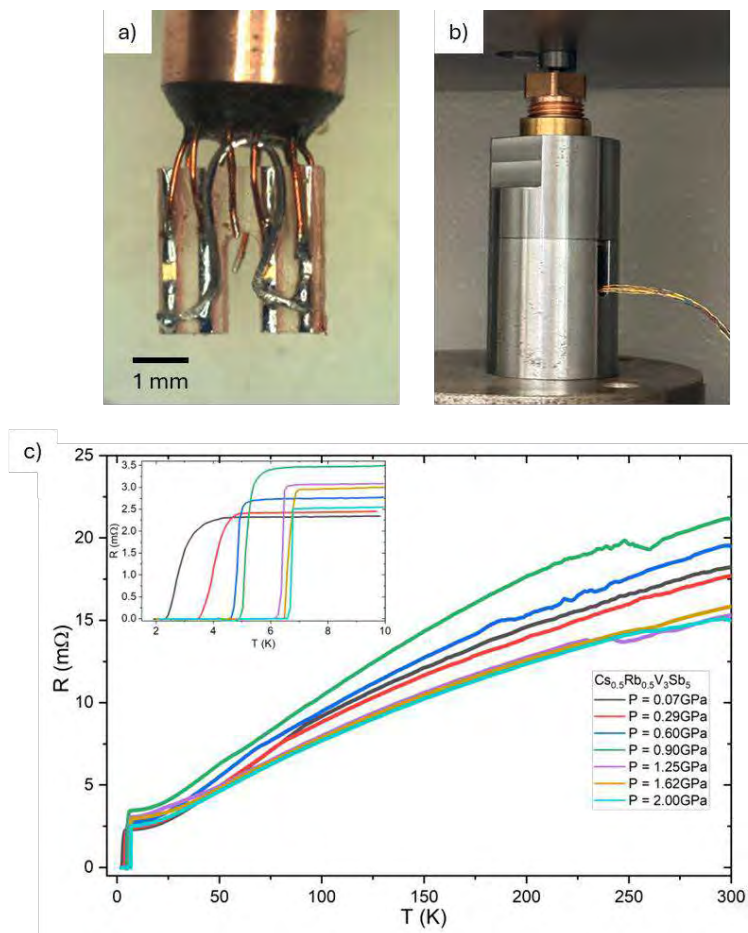


Figura 324: Célula de pressão hidrostática. (a) um dos lados do porta amostras da célula de pressão com quatro eletrodos onde um fio de estanho está soldado na configuração 4-pontas para ser utilizado como manômetro durante a aplicação de pressão. (b) célula de pressão já montada e colocada em uma prensa pneumática. A pressão acumulada pela célula é transferida por uma mídia de óleo para a amostra. (c) resistência elétrica em função da temperatura para várias pressões efetivas aplicadas sobre a amostra. O gráfico inserido mostra em detalhe a transição de fase supercondutora.

### 5.3. Divisão de Nanobiotecnologia

#### 5.3.1. Novo equipamento de espectrometria no Laboratório Nano Ambiental (NAM)

Em 2024, foi instalado no Laboratório Nano Ambiental (NAM) o equipamento de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-OES), modelo Optima 8000, da Perkin Elmer. A infraestrutura disponibilizada está totalmente equipada para o desenvolvimento de metodologias e procedimentos voltados à decomposição de amostras orgânicas e inorgânicas, utilizando fornos de micro-ondas, seguida pela quantificação dos constituintes inorgânicos no ICP-OES (Figura 325). O ICP-OES é um equipamento essencial para análises quantitativas de elementos inorgânicos, sendo amplamente utilizado em diversas aplicações, como caracterização de dispersões de nanopartículas, remediação ambiental e quantificação

elementar em matrizes de interesse biológico e ambiental, como águas, solos e tecidos biológicos. Com essa nova instalação, o NAM fortalece sua capacidade de suporte a pesquisas científicas e ao desenvolvimento de novos materiais, ampliando as possibilidades de investigação em ciência ambiental e tecnologia de materiais, com foco em inovação e sustentabilidade.



Figura 325: Equipamento ICP-OES e sistema para preparo de amostras no Laboratório Nano Ambiental

## 5.4. Divisão de Nanomateriais

### 5.4.1. Novo microscópio na instalação aberta de Microscopia de Força Atômica (AFM)

No segundo semestre de 2024, foi adquirido o microscópio de força atômica DriveAFM, do fabricante Nanosurf (Suíça) (Figura 326). Equipado com novos modos de varredura, o equipamento possibilita a obtenção de imagens com alta resolução espacial em menor tempo, representando um avanço significativo para a instalação aberta de Microscopia de Força Atômica (AFM). Atualmente, o equipamento está em fase de comissionamento, durante o qual estão sendo testadas tecnologias inovadoras, como o sistema fototérmico de excitação vibracional da haste da sonda (*cantilever*). Esse sistema pode substituir o método convencional de excitação piezoelétrica, proporcionando um ganho expressivo na razão sinal-ruído. Os testes demonstram que o atuador fototérmico oferece uma excitação mais estável tanto em ambiente de ar quanto em meio líquido, melhorando a resolução das imagens e preservando a integridade da sonda (Figura 327).



Figura 326: Microscópio de varredura por sonda modelo DriveAFM, do fabricante Nanosurf (Suíça) instalado no Laboratório de Microscopia de Força Atômica do LNNano.

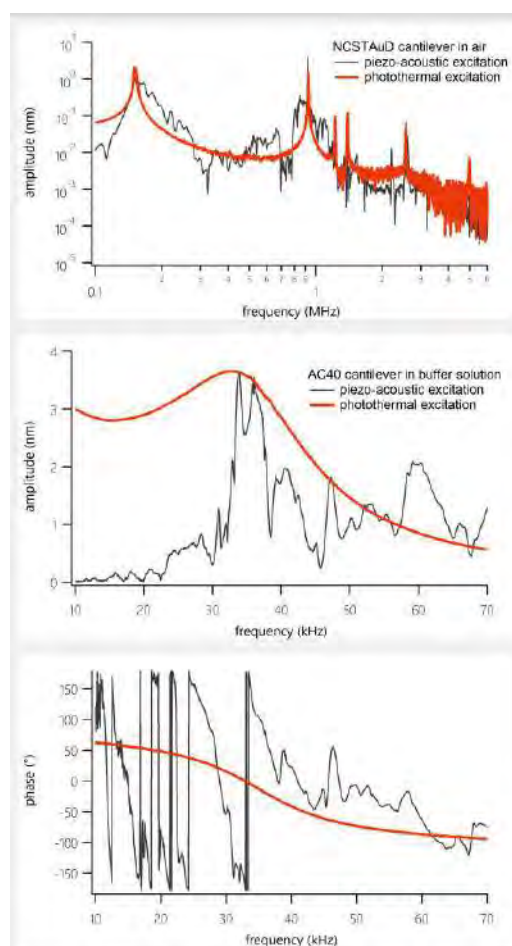
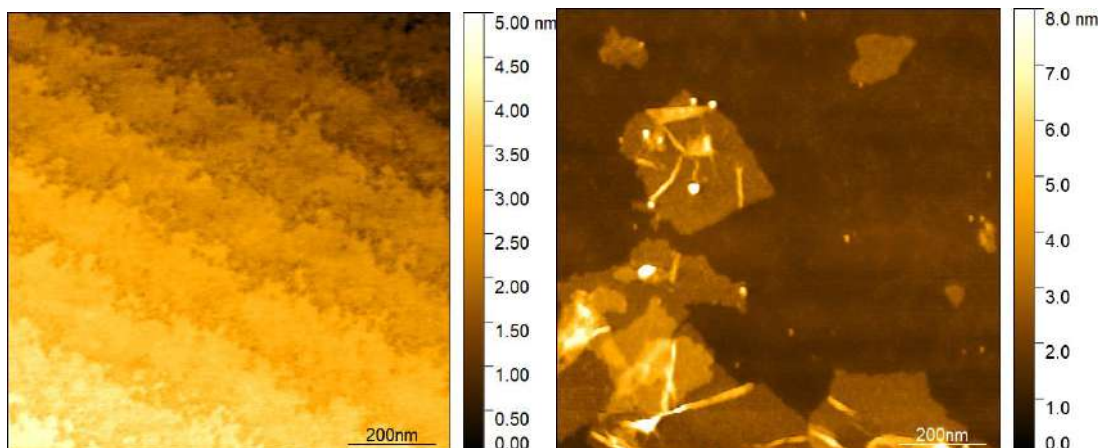


Figura 327: Comparação entre atuadores fototérmico (curvas vermelhas) e piezoelétrico (curvas pretas) para a excitação vibracional da haste da sonda de varredura de AFM. Fonte: Nota técnica – Nanosurf.

Além disso, o equipamento conta com um módulo de varredura capaz de operar com técnicas vibracionais muito abaixo da frequência de ressonância da sonda. Essa oscilação gera uma série contínua de curvas de força-distância, eliminando a necessidade de ajustes ou tratamentos

posteriores. Como resultado, o método é mais estável e eficiente. As imagens da Figura 328 ilustram o potencial de resolução novo equipamento.



*Figura 328: Exemplos de imagens que demonstram a alta resolução no eixo z adquiridas no instrumento DriveAFM: (esquerda) degraus atômicos na superfície de SiC; (direita) folhas de grafeno oxidado com nanopartículas metálicas.*

As varreduras nos eixos x, y e z são realizadas pela própria sonda, com deslocamentos máximos de 100  $\mu\text{m}$  x 100  $\mu\text{m}$  x 20  $\mu\text{m}$ , respectivamente. O porta-amostras padrão do equipamento permite a análise de amostras com dimensões de até 150 mm x 150 mm x 20 mm, o que representa uma capacidade superior à da maioria dos instrumentos disponíveis no mercado. Isso elimina a necessidade de cortes ou preparos adicionais para redução do tamanho das amostras.

A arquitetura aberta de hardware e software do DriveAFM oferece grande versatilidade, permitindo adaptações no sistema para atender às necessidades de novas aplicações, tornando-o um recurso flexível e robusto para avançar nas pesquisas e na caracterização de materiais.

Este instrumento também possui um módulo de varredura com técnicas vibracionais muito abaixo da frequência de ressonância da sonda. Essa oscilação resulta em uma série contínua de curvas de força-distância que não exigem ajustes e/ou tratamentos posteriores. Como tal, o método é inerentemente mais estável.

## 5.5. Reforma do Prédio Vermelho

Em 2024, a Diretoria Adjunta de Infraestrutura do CNPEM iniciou um processo de melhorias na infraestrutura do Prédio Vermelho do CNPEM para ampliar a área das instalações (ver Figura 329).

Uma das intervenções é destinada à reforma e ampliação do Laboratório de Microfabricação e Microfluidica (LMF), que agregará uma área laboratorial e uma área de escritório para todos os colaboradores da instalação. A reforma também prevê uma nova área laboratorial para a instalação de Espalhamento de Raios X e Espectroscopia (EE), que terá uma atualização em toda a infraestrutura. A instalação da Foeletoquímica (FEQ) receberá um novo local na qual centralizará todas as técnicas desde a produção até a caracterização. A infraestrutura será adequada para receber técnicas como cromatografia gasosa com acoplamento de células fotoeletroquímica, além de diversos tipos de síntese para obtenção de fotoeletrodo.

Ainda no Prédio Vermelho, o Laboratório de Criomicroscopia (CME) ocupará uma área, que também está em processo de adequação, e que permitirá a realização do comissionamento de equipamentos que serão futuramente alocados no Complexo Laboratorial para Pesquisas Avançadas em Patógenos (Projeto Orion).

Além de todas as adequações laboratoriais, a reforma do Prédio Vermelho contará com uma nova área de estudos para os Pesquisadores Colaboradores e Estagiários e uma nova sala de reunião para discussões de resultados em grupo.

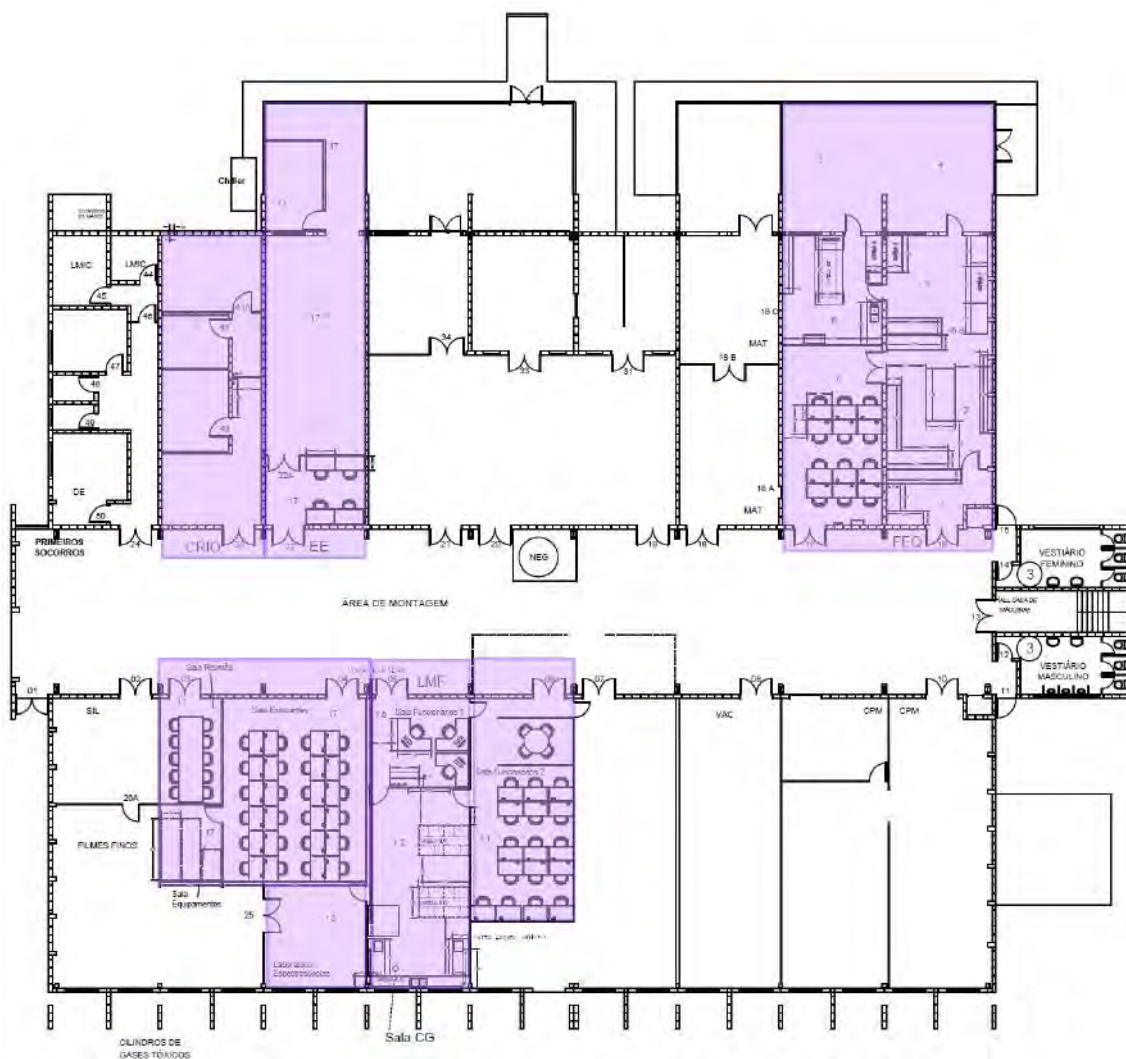


Figura 329: Prédio Vermelho, com destaque para áreas em atualização.

## 6. Apoio à geração de inovação

Em 2024, diversos projetos de P&D em colaboração com empresas foram conduzidos pela equipe do LNNano, abrangendo áreas estratégicas como instrumentação avançada, petróleo e gás, e materiais avançados. Um projeto de destaque foi concluído com sucesso na área de instrumentação, resultando em um sistema automatizado para aplicação de revestimentos nanoestruturados, permitindo maior precisão, redução de custos e expansão de mercados para a empresa parceira. No setor de óleo e gás, parcerias contínuas com a Petrobras levaram ao desenvolvimento de plataformas

microfluídicas e eletroquímicas portáteis para avaliação de injetividade, estabilidade e desempenho de produtos químicos, bem como para quantificação rápida de inibidores de incrustação, contribuindo para o aumento da eficiência operacional e da maturidade tecnológica dos dispositivos. Na área de materiais avançados, acordos de cooperação com empresas e instituições como a IBM e a Klabin resultaram no desenvolvimento de métodos apoiados por IA para criação de materiais sustentáveis e em revestimentos renováveis para embalagens, promovendo a economia circular e a redução do impacto ambiental.

Quanto à proteção e transferência dos resultados, em 2024 foram depositados onze novos pedidos de propriedade intelectual (incluindo patentes, modelos de utilidade, certificado de adição e registro de software), com potencial aplicação nos setores químico, de energias renováveis, instrumentação avançada, petróleo e gás, além do uso de novos materiais sustentáveis em embalagens e processos industriais. Estes avanços reforçam o papel do LNNano como um parceiro estratégico na geração de conhecimento e tecnologia, consolidando sua capacidade de apoiar a indústria em desafios tecnológicos complexos e inovadores.

## 6.1. Óleo e Gás

### 6.1.1. Avaliação de estabilidade e desempenho de produtos químicos por sistemas micro/mesofluídico

Este projeto, realizado em parceria com a Petrobras, foi iniciado em 2021 e tem como objetivo o desenvolvimento de uma plataforma que avalie a qualidade e efetividade de produtos utilizados na indústria petrolífera na inibição da formação de incrustações inorgânicas. Como resultados, destacam-se o desenvolvimento de uma plataforma impedimétrica, capaz de detectar a deposição dos sais em capilares de aço inox, que se demonstrou promissora em relação ao método utilizado atualmente na indústria, o tube blocking test (TBT), que utiliza pressão diferencial como parâmetro de análise. Diversos testes em condições diferentes de temperatura, pressão e composição de salmoura foram realizados no CNPEM visando a comprovação e avaliação da atuação do sensor nestas condições. Após os experimentos, o sistema de detecção impedimétrico foi acoplado ao sistema TBT no laboratório de Incrustações da Petrobras (CENPES/Rio de Janeiro). Os resultados obtidos demonstraram que o sistema desenvolvido tem um perfil de resposta muito similar ao de pressão diferencial, com menor tempo de resposta, que é um indicador de sua alta sensibilidade. Neste período, um artigo foi publicado na revista ACS Omega com o título “Sensitive Monitoring of the Minimum Inhibitor Concentration under Real Inorganic Scaling Scenarios”, e a imagem de microscopia eletrônica de varredura do artigo escolhida como front cover da revista (Figura 330).



Figura 330 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura escolhida como front cover da revista ACS Omega

### 6.1.2. Sistema microfluídico do tipo "rock-on-a-chip" para estudo de injetividade

Iniciado em 2022, este projeto em parceria com a Petrobras tem como objetivo geral desenvolver dispositivos para mimetizar a estrutura porosa das rochas presentes nos reservatórios produtores de petróleo, injetar emulsões nesses dispositivos e avaliar a queda na injetividade. Durante 2024, a metodologia de análise de gotas, desenvolvida em 2023, foi aplicada para otimização do processo de emulsificação, que identificou um aumento no tamanho, relativo aos testes de 2023. Foram realizados vários testes de injetividade de prova de conceito, que atestaram a capacidade da metodologia proposta de gerar resultados reprodutíveis e de utilidade para a Petrobras.

Em seguida, uma nova técnica microfluídica foi desenvolvida para determinar a concentração das emulsões e tamanho de gota ao longo do tempo, em fluxo, e realizou-se uma nova rodada de otimização das propriedades de emulsão, desta vez focando na eficiência de emulsificação e no tamanho de gota. Esses resultados, aliados às simulações, mostraram que a eficiência de emulsificação é muito menor para o homogeneizador turrax que para o sonicador de ponta. Como a velocidade de creaming (flotação) das gotas maiores obtidas com turrax é muito alta para as escalas de tamanho utilizadas, as distribuições de tamanho das duas técnicas tendem a ficarem iguais após pouco tempo, mostrando que o sonicador é uma opção mais atrativa para a geração das emulsões.

A metodologia de injetividade proposta foi melhorada para se aproximar mais aos testes da Petrobras, utilizando concentrações conhecidas e específicas de emulsão, e uma etapa de limpeza que consistia na injeção de emulsão dosada com surfactantes comerciais. Os novos resultados mostram que, apesar da continuada injeção de emulsão, a presença de surfactante é capaz de remover o óleo, diminuir a capacidade de retenção de novas gotas e recuperar a injetividade. Foi elaborado um manual



completo de procedimentos experimentais e de análise de dados para a etapa de transferência de conhecimento para a Petrobras. Além disso, foi desenvolvido um suporte para o microscópio e para as técnicas de selagem de chips impressos em 3D, que poderão ser utilizados em testes de injetividade.

Os próximos passos incluem um estudo da concentração dos surfactantes recebidos, variação no óleo utilizado, e a utilização de chips com geometrias diferentes, regulares ou derivadas de tomografia, tanto de vidro quanto de impressos em 3D.

#### **6.1.3. Sistema portátil para determinação de residual de inibidor de incrustação**

O CNPEM iniciou em setembro de 2024 um novo projeto com a Petrobras, agora em cooperação também com o Instituto Senai de Inovação Eletroquímica (Curitiba), denominado como “Aumento da maturidade tecnológica de sistema e método eletroquímico para determinação de fosfonato em inibidores de incrustação”. Em parceria anterior, entre o CNPEM e a Petrobras, foi gerado um sistema e método eletroquímico para a determinação de fosfonato, que resultou em um protótipo entregue à Petrobras. Neste novo projeto, o Instituto Senai irá otimizar e/ou validar o protótipo desenvolvido CNPEM, visando o aumento da maturidade tecnológica do protótipo entregue para um nível TRL 7.

#### **6.1.4. Sistema e método eletroquímico para determinação de residuais de inibidores de incrustação em água produzida**

Fruto de uma parceria iniciada em 2018 com a Petrobras, o CNPEM desenvolveu um sistema e um método portátil capaz de quantificar a matéria ativa de produtos inibidores de incrustação em apenas alguns minutos, utilizando um dispositivo eletroquímico portátil. O protótipo foi demonstrado nas instalações da Petrobras e entregue, encerrando neste ano o primeiro projeto que visava o controle da qualidade de insumos químicos. O Segundo projeto firmado em 2023 envolveu a ampliação do método e do sistema desenvolvido para a determinação de residuais de produtos inibidores de incrustação presentes em águas de produção. Os resultados obtidos em amostras sintéticas de água, preparadas de acordo com os cenários de interesse da Petrobras, mostraram que a salinidade não é um interferente nas medidas eletroquímicas e que o método pode ser usado para essa aplicação. Um tempo maior de oxidação foi necessário para as amostras de água de produção, para manter a eficiência do processo de foto-oxidação. Os resultados obtidos nesta cooperação estão sendo usados no projeto em cooperação com a Petrobras e o Instituto Senai de Inovação Eletroquímica para elevação da maturidade tecnológica dos métodos e sistemas desenvolvidos. Este projeto intitulado “Sistema portátil para determinação de residual de inibidor de incrustação”, também é mencionado neste relatório.

#### **6.1.5. Desenvolvimento de meios porosos para trabalhos em escala de micro e mesofluídica**

Iniciado em 2024, em uma colaboração entre o CNPEM e a Petrobras, este projeto visa desenvolver chips micro/mesofluídicos inovadores, denominados “rock on a chip”. Esses

chips incorporarão diferentes materiais poliméricos e rochas artificiais (arenitos e carbonatos), mimetizando com precisão as características de rochas naturais. Essa abordagem permite simular, em escala reduzida, processos cruciais na indústria petrolífera, como injeção de fluidos e reações químicas, acelerando significativamente a avaliação de produtos destinados a otimizar a injetividade e a recuperação de petróleo. Como prova de conceito, já foram desenvolvidos dois protótipos que exploram distintas metodologias para a criação das rochas artificiais. O primeiro protótipo consiste em uma versão miniaturizada do sistema Core Holder do tipo Hassler, amplamente utilizado na indústria petrolífera (Figura 331A). O protótipo foi fabricado usando CAD (Inventor®), seguida da impressão 3D (Figura 331B), seguida do preenchimento com uma matriz de resina polimérica e carbonato de cálcio. Enquanto o mini-core Holder apresenta as dimensões de 6 x 1 x 1 cm (altura x largura x profundidade, Figura 331B I), a rocha artificial apresenta altura de 3 cm e diâmetro de 0,5 cm (Figura 331B II). O segundo protótipo, por sua vez, baseia-se em um chip plano com uma estrutura porosa impressa, que é posteriormente modificada pela deposição de carbonato de cálcio (1C).



Figura 331 - (A) Core Holder comercial do tipo Hassler; (B) 1 – mini-core Holder 3D, com rocha artificial embutida; e (C) Chip microfluídico preenchido com carbonato de cálcio

## 6.2. Materiais Avançados

### 6.2.1. Design e caracterização de materiais sustentáveis apoiados por IA

O acordo de cooperação firmado em 2024 entre o CNPEM e a IBM tem como objetivo o desenvolvimento de tecnologias de Inteligência Artificial (IA) aplicadas ao design, caracterização e uso de materiais sustentáveis. A parceria busca fomentar a colaboração científica, o desenvolvimento de tecnologias abertas e o fortalecimento de ecossistemas e comunidades científicas relacionadas a esses temas.

As iniciativas abrangerão a aplicação de IA na descoberta de materiais nanoestruturados mais eficientes para a remediação ambiental, utilizando tecnologias avançadas da IBM baseadas em modelos fundacionais de IA para geração e caracterização de materiais sustentáveis. Além disso, incluirá estudos sobre o uso de cadernos de laboratórios eletrônicos (Electronic Lab Notebooks), dados FAIR e novas oportunidades de IA para aprimorar o trabalho em laboratórios do LNNano/CNPEM, tais como o apoio à colaboração remota e o co-design de materiais sustentáveis.

Por fim, a colaboração também promoverá a disseminação do conhecimento na área através da organização de eventos científicos voltados a pesquisadores e estudantes interessados no desenvolvimento de novos materiais sustentáveis a partir de ferramentas de IA.

### 6.2.2. Desenvolvimento de revestimentos baseados em compósitos para substratos de papel cartão

Em 2022 uma parceria de sucesso foi firmada com a empresa Klabin, envolvendo licenciamento de uma patente concedida do CNPEM [INPI BR 102019009641-1]. Como parte da remuneração pela transferência da tecnologia a empresa investiu em um novo projeto de cooperação em parceria com o CNPEM, que visa o desenvolvimento de revestimentos através de novas alternativas sustentáveis, aplicáveis ao processo de produção na confecção de papel cartão. A nova parceria foca em uma investigação aprofundada na área de aditivos de matrizes renováveis, com o objetivo de integrá-los em processos industriais e explorar a possibilidade de substituir ou restringir parcialmente o uso de aditivos não renováveis na produção de materiais para uso em embalagens flexíveis à base de papel. A inclusão de aditivos renováveis em embalagens visa tanto a redução do uso de materiais plásticos, quanto a otimização da cadeia de consumo como um todo, atrelando a uma tecnologia sustentável de alto desempenho e valor agregado ao material base da empresa.

Com o avanço das pesquisas, espera-se que a criação de novos revestimentos renováveis possibilite a extensão da vida útil das embalagens, conferindo propriedades específicas para o atendimento da demanda de diferentes setores, como o de alimentos e o de produtos farmacêuticos. O uso de alternativas renováveis representa um avanço na engenharia de materiais, pois suas características intrínsecas podem favorecer a resistência e durabilidade das embalagens que, aliadas à biodegradabilidade, tornam as novas embalagens atrativas para clientes que buscam por opções sustentáveis, sem impactar no alto desempenho e qualidade. Além disso, ao utilizar recursos da produção agrícola e florestal, o processo torna-se mais circular, contribuindo com a economia interna, na produção de baixo carbono e menor geração de resíduos. Em termos econômicos, projeta-se que a adoção de aditivos renováveis deve trazer uma significativa redução de custos a longo prazo, especialmente com a variação dos preços de insumos petroquímicos atrelada às atividades geopolíticas atuais. Todos esses resultados contribuem para o atendimento das regulamentações ambientais e podem fortalecer a cultura do consumo sustentável na sociedade, valorizando produtos com menor impacto ambiental.

## 7. Treinamento, Educação e Extensão

### 7.1. Seminários e Palestras

Pesquisadores do LNNano foram convidados a palestrar em eventos internacionais de prestígio, destacando-se como referências em suas áreas. Abaixo, estão indicados alguns destaques:

- International Winterschool on Electronic Properties of Novel Materials (IWEPNM), Áustria.

- Artificial Intelligence for Advanced Materials (AI4AM), Espanha.
- *Palestras no Encontro Anual de Outono*, Sociedade Brasileira de Física (SBF), Florianópolis, SC.
- 21st International Symposium on the Physics of Semiconductors and Applications, Coreia do Sul.
- Avanços na determinação estrutural de nanomateriais pela técnica de Função de Distribuição de Pares por Difração de Elétrons (ePDF), XXII Brazilian MRS meeting, Santos, SP.
- Tuning the surface chemistry and defects of layered materials on electrochemical Interfaces. SBEE 2024, Araras, SP.
- Manipulating layered materials towards applications in electrochemical sensing and energy fields. UFU, Uberlândia, MG.
- Electrochemical paper-based devices functionalized with polydopamine for sensing applications. B-MRS 2024, Santos-SP.
- Patterning defect arrays on the basal plane of ultra-large MoS<sub>2</sub> monolayers using electron beam lithography. B-MRS 2024, Santos-SP.
- Processing Strategies to build on-demand Properties and functionalities of bionanocomposites. Programa de Pós-graduação em Biotecnologia. Uniara. Araraquara. 17 de maio de 2024.
- *Nanotecnologia, Sirius, e as Instalações Abertas do CNPEM*. Congresso de Ciência e Tecnologia da Faculdade de Ciências da UNESP. Bauru. São Paulo. 9 de outubro de 2024.
- *Nanomateriais renováveis: da natureza aos materiais avançados*. VII Curso de Introdução – Nanotecnologia & Nanotoxicologia, LNNano. 15 de outubro de 2024.
- Convertendo biomassa em nanoestruturas para produção de materiais renováveis, Colóquios da Nano, UFABC, 25 de março de 2024.
- *Converting biomass into nanostructures for the assembly of renewable materials*, 8th Meeting on Self Assembly Structures in Solution and at Interfaces, Santos, 28 de novembro de 2024.
- *I ETAPA SigmaCamp Brasil*. Ilum/CNPEM, Campinas, SP.
- 3C – Congresso de Computação Científica NanoMat UFABC 2024. UFABC, Santo André, SP.
- Palestras na Escola Mato-Grossense de Física 2024. UFMT, Cuiabá, MT.
- Semana Física UFCat 2024. UFCat, Catalão, GO
- *Semana Física UFOP 2024*. UFOP, Ouro Preto, MG.

- *Structural and biochemical characterization of SARS-CoV-2 Main Protease maturation process.* Palestra dada na 53ª Annual Meeting of SBBq, 18-21 maio 2024, Águas de Lindóia, SP. Pesquisadora da equipe de Criomicroscopia foi finalista do prêmio Jovens Talentos 2024.
- *Cryo-EM in structural and cellular biology: opening new avenues for drug developme.* Palestra na disciplina Seminários SPMI. Programa de Pós-graduação em Microbiologia e Imunologia, UNIFESP, São Paulo, SP.
- *Establishing time-resolved Cryo-EM to tackle structural intermediates –* Palestra no VII INBEB Symposium: Frontiers of Biostructure: Dialogs on Structural Biology and Bioimaging, 17-21 de junho, Rio de Janeiro, RJ.
- *CryoEM Facility at LNNano/CNPEM.* Mesa Redonda “CELL IMAGING FACILITIES” no XXII Congress of Brazilian Society for Cell Biology, 11-13 de julho, Frei Caneca Convention Center, São Paulo, SP.
- *Latin American Bioimaging Meeting,* 18-21 de agosto, Fundação Coppetec, Rio de Janeiro, RJ.
- *Cryo-EM in CNPEM: Historical Overview, 25 Years of EM in CNPEM.* Palestra no Frontiers in Material and Life Science Electron Microscopy, 27 de setembro, LNNano/CNPEM, Campinas, SP.
- *Developing Time-Resolved Cryo-EM in a core facility: from grids to mixing devices –* Palestra no 48th Annual Meeting of the Brazilian Biophysical Society, 2-5 de outubro, IF/USP, São Paulo, SP.
- *Establishing Time-Resolved Cryo-EM: from grids to mixing devices.* Palestra no XV SBMM Symposium on Life Sciences. 30 de outubro a 1 de novembro.
- *Cryo-EM at CNPEM: Present and Future, 25 Years of EM in CNPEM.* Palestra no I Simpósio em Microscopia Eletrônica aplicada à Virologia, 8 de dezembro, Instituto Oswaldo Cruz, FIOCRUZ, Rio de Janeiro, RJ.
- *How Cryo-EM is changing the Foundations of Physics.* Palestra no Pico 2024, 23 de abril, Kasteel Vaalsbroek, Vaals, Holanda.
- *How Cryo-EM changed Structural Biology and is changing the Laws of Physics.* 21 de maio, ETH Zürich, Zürich, Suíça.
- *How Cryo-EM changed Structural Biology and is changing the Laws of Physics.* 22 de maio, The Paul Scherrer Institute, PSI, Villingen, Suíça.
- *Cryo-EM has revolutionized Structural Biology; Cryo-EM is now challenging the Foundations of Physics.* 27 de setembro, Frontiers in Electron Microscopy, LNNano/CNPEM, Campinas, SP.
- *Combining Reduced Graphene Oxide (rGO) Electrolytic Transistors, Molecularly Imprinted Polymer Receptors and Machine Learning to Detect Small Molecules.* E-MRS, Estrasburgo, França. Maio de 2024.

- *Reunião Temática - Semicondutores*. V Conferência Nacional de CT&I. Brasília.

## 7.2. Ações de Capacitação

### 7.2.1. II Escola de Férias ILUM de Fabricação e Caracterização de Dispositivos

A II Escola de Férias ILUM de Fabricação e Caracterização de Dispositivos, realizada em fevereiro de 2024, ofereceu aos alunos de graduação uma introdução teórica e prática das técnicas básicas de fabricação e caracterização de micro e nanodispositivos que são utilizados para pesquisas no CNPEM. Ministrado pela equipe da Divisão de Dispositivos e reunindo cerca de 15 alunos, a escola abordou temas de segurança e boas práticas laboratoriais, litografia UV e por feixe de elétrons, técnicas de deposição de filmes finos, *etching*, microfluídica, impressão 3D, medidas elétricas, sistemas de vácuo, sistemas de criogenia e aplicações nas áreas de sensoriamento e tecnologias quânticas.



Figura 332: Foto do grupo participante da II Escola de Férias ILUM – Fabricação e Caracterização de Dispositivos.

### 7.2.2. Minicurso Gwyddion: Treinamento em software de tratamento de imagens de AFM

Em 2024, a equipe do Laboratório de Microscopia de Força Atômica do CNPEM nos dias 22 de março, 5 de julho e 10 de dezembro de 2024 organizou três edições do tradicional Minicurso Gwyddion para tratamento de imagens de microscopias de varredura por sonda (SPM). Os minicursos tiveram o objetivo de promover uma introdução, assim como apresentar as principais causas dos artefatos nas imagens.

Os eventos foram oferecidos a usuários da área, abrangendo grupos de mais de 25 diferentes instituições brasileiras de pesquisa. Os participantes tiveram uma introdução à instrumentação, aos artefatos de imageamento e à avaliação dos resultados quanto à necessidade de uma nova aquisição ou o tratamento dos dados, além de um treinamento nos principais recursos de tratamento computacional de imagens adquiridas por microscopias de varredura por sonda.



Figura 333: Participantes e organizadores durante os minicursos de tratamento de imagens de SPM no Laboratório de Microscopia de Força Atômica do LNNano.



Figura 334: Participantes e organizadores da última edição do do Minicurso Gwyddion para Tratamento de Imagens de AFM, realizado em 10/12/2024.

### 7.2.3. I Curso em Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X (XPS) e Ultravioleta (UPS)

O Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) realizou a primeira edição do curso em Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X (XPS) e Ultravioleta (UPS) entre os dias 22 e 24 de maio de 2024. O evento aconteceu de forma 100% presencial no auditório do LNNano, localizado no campus do CNPEM, em Campinas-SP.

O curso teve como objetivo fornecer uma introdução às técnicas de espectroscopia de fotoemissão (XPS e UPS) e destacar as capacidades dos equipamentos disponíveis no LNNano. A programação incluiu aulas expositivas e práticas, treinamento nos principais softwares de análise de dados, apresentações de pôsteres e visitas guiadas ao Sirius e às instalações do laboratório. O evento foi aberto a estudantes de pós-graduação, pesquisadores, técnicos e profissionais interessados em pesquisa, ensino e inovação.



Figura 335: Participantes e organizadores do I Curso em Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X (XPS) e Ultravioleta (UPS)

### 7.2.4. VIII Curso de Introdução- Nanotecnologia & Nanotoxicologia (Intronanotox)

Em 2024, a equipe do Laboratório de Nanotoxicologia e Nanosegurança promoveu a sétima edição do Curso de Introdução – Nanotecnologia & Nanotoxicologia, realizado nos dias 15 e 16 de outubro de 2024. O evento ocorreu em formato híbrido, com atividades presenciais no campus do CNPEM e transmissões online pela plataforma Zoom. Durante o curso, foram abordados tópicos como produção, processamento, caracterização, modelagem e aplicações tecnológicas de nanomateriais, além de aspectos relacionados à toxicidade e à avaliação de



potenciais riscos para a saúde humana, animal e ambiental. O programa também incluiu discussões sobre inovação sustentável, políticas públicas, segurança, legislação e regulamentação da nanotecnologia no Brasil. Voltado a estudantes de graduação e pós-graduação, pós-doutores, profissionais da indústria, empresários e servidores de órgãos governamentais, o evento ofereceu uma visão abrangente e atualizada sobre nanotecnologia, nanotoxicologia e nanossegrurança. Além disso, os participantes tiveram a oportunidade de conhecer, por meio de visitas presenciais e virtuais, as instalações do LNNano e do Sirius, com apresentação das principais atividades e linhas de pesquisa, destacando o papel estratégico dessa área para o desenvolvimento científico, tecnológico e de inovação no Brasil.

#### 7.2.5. II Fundamentos em Microscopia Eletrônica de transmissão

A segunda edição do Curso de Fundamentos em Microscopia Eletrônica de Transmissão foi realizada entre os dias 15 e 19 de julho de 2024. O curso foi direcionado a estudantes de pós-graduação e pesquisadores interessados em nanomateriais, materiais amorfos e áreas correlatas e abordou os aspectos fundamentais da Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM), oferecendo aos participantes conhecimentos básicos para o planejamento de experimentos, definição de parâmetros para obtenção de resultados e interpretação de dados. Com 80 vagas presenciais disponíveis para participantes selecionados, o curso foi ministrado por profissionais especializados do Centro. As inscrições estiveram abertas de 6 de maio a 3 de junho de 2024.

#### 7.2.6. II SEM-FIB Workshop

O CNPEM realizou, entre os dias 26 e 30 de agosto de 2024, a segunda edição do SEM-FIB Workshop. O evento foi direcionado a pesquisadores, estudantes de pós-graduação, técnicos e profissionais envolvidos em ensino e inovação, com o objetivo de oferecer uma introdução teórico-prática à Microscopia Eletrônica de Varredura (*Scanning Electron Microscope* - SEM) e à Microscopia Eletrônica de Duplo Feixe (*Focused Ion Beam* - FIB).

Combinando aulas expositivas realizadas em auditório e demonstrações práticas nos equipamentos, o workshop abordou os fundamentos dos equipamentos e técnicas associadas, incluindo espectroscopia de raios X dispersiva em energia (EDS), difração de elétrons retroespalhados (EBSD e TKD) e preparação de amostras por FIB. O evento proporcionou aos participantes uma base teórica importante para compreender as técnicas e explorar suas diversas aplicações em pesquisa e inovação.

#### 7.2.7. Disciplina de Introdução à Microscopia Eletrônica

Em parceria com as pós-graduações de universidades brasileiras, o CNPEM ofereceu uma disciplina de pós-graduação de introdução teórico-demonstrativa em microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e microscopia eletrônica de varredura (SEM). O conteúdo foi ministrado por profissionais do Centro com ampla experiência nas técnicas e promovido de forma online com aulas síncronas e assíncronas. Com mais de 700 inscritos provenientes de instituições de ensino de todo o país e uma carga horária de 60 horas, os cerca de 120 estudantes selecionados tiveram acesso a aulas expositivas apresentando os conceitos teóricos envolvidos nas diversas técnicas e puderam acompanhar a operação dos microscópios em aulas demonstrativas gravadas nas instalações abertas.

### 7.2.8. Treinamentos em Criomicroscopia

Para aumentar o impacto e a utilização da criomicroscopia eletrônica aplicada à biologia estrutural, o Laboratório de Criomicroscopia Eletrônica (CME) busca também apoiar a capacitação de outros grupos de pesquisa nessa área. Nesse sentido, além dos treinamentos regularmente oferecidos aos usuários das instalações abertas no CNPEM, estão sendo implementadas diferentes atividades de capacitação. Uma das iniciativas em implantação é a de estágios para troca de experiências (*Exchange of Experience*), na qual funcionários e/ou alunos de outras instalações de microscopia podem passar um período de treinamento no Laboratório de Criomicroscopia. Durante esse período, acompanham as atividades dos especialistas da criomicroscopia, sendo treinados nas áreas de interesse. No ano de 2024, recebemos os seguintes visitantes:

- Dr. Lisandro Otero - Universidad Nacional de Río Cuarto, UNRC, Argentina - 15 a 31 de janeiro.
- Ramón Peralta Martínez - Instituto De Investigaciones Bioquimicas De Buenos Aires, Argentina - 15 a 26 de janeiro.
- Dr. Marcel Menezes Lyra da Cunha - UFRJ - 4 a 15 de março.
- Dr. Álvaro Olivera - Universidad de la República, Uruguay - 18 a 28 de março.
- Sebastian Muñoz - Universidad de Chile - 1 a 26 de abril.
- Chiara Coronel - Instituto de Biología Molecular y Celular de Rosario, Argentina - 1 de abril a 14 de junho.
- Dr. Fábio Almeida e Ariana Vasconcelos - UFRJ – 1 a 5 de julho.
- Dra. Maricruz Fernandez - Universidad Nacional de Rio Cuarto – 25 de agosto a 14 de setembro.

Adicionalmente aos estágios realizados no CNPEM, a equipe de crio microscopia também apoia a realização de escolas e cursos. Como iniciativa do CEBEM (Centro de Biologia Estrutural do Mercosul), com suporte da equipe da criomicroscopia, foi realizado um curso teórico e prático em crio microscopia eletrônica (Figura 336). O curso *Single particle cryo-electron microscopy*, realizado entre 6-10 de maio no Instituto de Biología Molecular y Celular de Rosario (IBR, CONICET-UNR), Rosario, Argentina, abordou deste as bases teóricas de *single-particle cryo-EM*, processamento de dados, e preparação e análise de amostras obtidas por contrastação negativa, realizada pelos próprios participantes durante o período do curso.



Figura 336: Curso CEBEM Single particle cryo-electron microscopy. O curso teórico e prático realizado no Instituto de Biología Molecular y Celular de Rosario (IBR, CONICET-UNR), Rosario, Argentina, contou com a participação de 20 alunos da América do Sul, incluindo Argentina, Chile e Brasil.

### 7.2.9. Outras ações de capacitação

Além das iniciativas de capacitação destacadas acima, podemos listar diferentes ações realizadas pelos pesquisadores do CNPEM em 2024:

- Minicurso de Nano e Microfabricação de Dispositivos Multifuncionais e Materiais 2D, 20ª Escola Mato-grossense de Física na UFMT.
- Minicurso Curso Básico em Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM), XXII Encontro da SBPMat, Santos, SP.
- Minicurso *Enxergando o Invisível: o Poder da Microscopia Eletrônica*, XXXIX Semana da Química e IX Jornada de Pós-Graduação em Química da UEL, em Londrina, PR.
- Seminário para demonstração sobre submissão de propostas para uso dos equipamentos e técnicas do CNPEM. Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG.
- 87 Annual Meeting of DPG and DPG Spring Meeting of the Condensed Matter Section (SKM) 2024, Berlim, Alemanha.
- *Treinamento e Capacitação de Pesquisadora Visitante* na Freie Universität Berlin, Alemanha, Physics Department, Experimental Nanophysics, AG Franke group, entre março e outubro de 2024.
- Pesquisadora foi membro do *Comitê Organizador do Congresso de Estudantes do CNPEM (CEC) 2024*. CNPEM, Campinas, SP.

- Pesquisadora foi membro do *Comitê Gestor do 31 Programa Bolsas de Verão (PBV) 2024*. CNPEM, Campinas, SP.
- Pesquisadora foi Autora e Pesquisadora-tutora do *Módulo de Imersão Científica do Programa Futuras Cientistas (CETENE)*. Projeto de trabalho “Tratamento de água com nanofibras de bagaço de cana-de-açúcar” realizado por bolsistas de ensino médio.
- Palestra *Bioplastics for society: enhancing biopolymer performance for ecofriendly nanocomposites*, voltada à capacitação envolvendo funcionalização de biopolímeros. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, Bauru. São Paulo. 19 de agosto de 2024.
- Especialista participou como instrutora do *Workshop de Crio-técnicas*, na UFMG, Belo Horizonte, de 2 a 6 de dezembro.
- *Tópicos em Especiais em Materiais I - Introdução à Nanotecnologia (FT069)*. Disciplina ministrada no Programa de Pós-graduação em Tecnologia FT/UNICAMP, Campus Limeira. Março a junho de 2024.
- *Materiais na Sociedade*. Disciplina ministrada no Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais (POSMAT/UNESP). Agosto a dezembro de 2024.

### 7.3. Eventos Científicos

Em 2024, o CNPEM foi sede de encontros e reuniões científicas relacionados as pesquisas em desenvolvimento nas suas instalações. A seguir encontram-se elencados os principais destaques.

#### 7.3.1. VII AFM Workshop

Nos dias 3 e 4 de julho de 2024 ocorreu a sétima edição do AFM Workshop, um evento realizado pela equipe do Laboratório de Microscopia de Força Atômica do CNPEM, com sua primeira edição no ano de 2015. O evento foi destinado a estudantes de pós-graduação, pesquisadores, técnicos e profissionais envolvidos em pesquisa, ensino e inovação. O Workshop promoveu uma introdução às técnicas de microscopias de varredura por sonda, suas diferentes aplicações, bem como o estado-da-arte da tecnologia na área. As temáticas e apresentações foram organizadas por especialistas, pesquisadores e técnicos do CNPEM.



*Figura 337: Participantes e organizadores do VII AFM Workshop no LNNano*

### **7.3.2. III Workshop de Hidrogênio de Baixo Carbono**

O terceiro Workshop de Hidrogênio de Baixo Carbono reuniu pesquisadores do CNPEM e diversos grupos de pesquisa, como o Centro de Inovação em Gases do Efeito Estufa (RCGI) da USP, o CINE-IQ da UNICAMP e o CETENE. Também participaram representantes do setor produtivo, incluindo White Martins, Itaipu Parquetec, FAPESP e FINEP, para discutir os avanços do programa de hidrogênio de baixo carbono do CNPEM.

Durante o evento, foram abordados temas como a produção e o armazenamento de hidrogênio de baixo carbono, a fotoeletrolise como solução para a economia do hidrogênio e a avaliação de requisitos de intensidade de carbono para hidrogênio eletrolítico conectado ao sistema elétrico nacional. As apresentações e discussões destacaram as ações conjuntas entre academia e setor produtivo, enfatizando estratégias para impulsionar a transição energética e viabilizar tecnologias sustentáveis de hidrogênio verde.



*Figura 338: Participantes do III Workshop de Hidrogênio de Baixo Carbono*

### 7.3.3. Frontiers in Electron Microscopy

O evento "Fronteiras da Microscopia Eletrônica em Materiais e Ciências da Vida" foi realizado para celebrar os 25 anos de contribuição do CNPEM à área de microscopia eletrônica. Com uma programação composta por seminários e uma mesa-redonda, o evento reuniu renomados cientistas nacionais e internacionais para discutir avanços e perspectivas futuras na Microscopia Eletrônica de Materiais e Ciências da Vida, incluindo Criomicroscopia.

A programação contou com palestras abordando a história da microscopia no CNPEM, as fronteiras tecnológicas nas áreas de materiais e ciências da vida, além de apresentações sobre a evolução da Criomicroscopia Eletrônica. A mesa-redonda de encerramento proporcionou uma oportunidade única para troca de ideias e reflexões sobre os próximos passos da pesquisa e inovação em microscopia eletrônica no CNPEM.

### 7.3.4. 21<sup>st</sup> Brazilian Workshop on Semiconductor Physics (XXI BWSP)

Promovido pelo CNPEM, o 21<sup>o</sup> Workshop Brasileiro de Física de Semicondutores (BWSP) foi realizado entre os dias 2 e 6 de setembro de 2024, no Sirius (LNLS/CNPEM). Iniciado em 1983, o BWSP consolidou-se como um evento tradicional e de grande relevância no campo da Física de Semicondutores no Brasil. A 21<sup>a</sup> edição reuniu a comunidade brasileira para discutir os temas mais atuais e relevantes da área, abordando tópicos como semicondutores tradicionais e emergentes, técnicas de fabricação de nanoestruturas, dispositivos e tecnologias quânticas, entre outros. O programa diversificado incluiu palestras, apresentações e discussões científicas de alto impacto, fortalecendo o intercâmbio de ideias e avanços na área.

### 7.3.5. I Reunião IBH2 – CNPq (2024) – 24/04/2024

Em abril de 2024, o CNPEM promoveu a 1ª Reunião Anual do Projeto CNPq IBH2/MCTI, com foco principal na discussão dos avanços alcançados pelos diferentes grupos de pesquisa do Centro que têm se dedicado as pesquisas do Programa de P&D em Energias Renováveis do Centro. O evento teve como tema central o desenvolvimento tecnológico de uma nova rota para a produção de hidrogênio sustentável, abordando também sua viabilidade técnico-econômica e ambiental. O encontro contou com apresentações dos bolsistas de pós-doutorado do projeto, seguidas de discussões produtivas com os participantes sobre possíveis melhorias e novos direcionamentos a serem adotados, quando aplicável. Após as apresentações dos doutores vinculados ao projeto, o Prof. Heberton Wender, da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul, proferiu uma palestra convidada sobre os avanços obtidos em seu laboratório, integrante do Sistema Integrado de Laboratórios de Hidrogênio (SISH<sub>2</sub>), além de compartilhar sua experiência na criação de *startups*. O evento foi encerrado com uma mesa redonda, onde foram discutidas e planejadas as atividades futuras. Participaram aproximadamente 30 pessoas, incluindo estudantes, pesquisadores, especialistas e analistas dos laboratórios envolvidos no projeto do CNPEM.



Figura 339: Participantes e organizadores da I Reunião IBH2 – CNPq.

## 7.4. Orientação e Supervisão

Em 2024, os pesquisadores do CNPEM estiveram envolvidos na orientação, coorientação e supervisão de projetos de pesquisa em diversos níveis acadêmicos, incluindo iniciação científica, mestrado, doutorado e pós-doutorado. Além dessas atividades, os pesquisadores participaram de exames de qualificação e defesas de mestrado e doutorado, reforçando seu compromisso com a formação e capacitação de recursos humanos altamente qualificados.

Os trabalhos sob orientação e supervisão abrangeram áreas como nanociência, ciência de materiais, química, engenharia, biologia, biologia molecular e física, evidenciando o caráter multidisciplinar das atividades realizadas no CNPEM. Essas pesquisas foram apoiadas por

diversas agências de fomento nacionais e internacionais, com destaque para a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) e o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), entre outros. Os projetos desenvolvidos incluíram desde estudos avançados sobre funcionalização de biopolímeros e desenvolvimento de dispositivos eletroquímicos até a síntese de filmes finos e avaliação de materiais em processos dinâmicos. A atuação dos pesquisadores também contemplou a aplicação de técnicas experimentais de alta precisão, como crescimento de materiais por deposição a laser pulsado e análise de propriedades estruturais, químicas e funcionais de materiais nanoestruturados.

As colaborações envolveram parcerias com diversas universidades e instituições nacionais e internacionais, incluindo a ILUM/CNPEM, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Universidade de São Paulo (USP), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Universidade Federal do Mato Grosso do Sul (UFMS), Instituto Militar de Engenharia (IME), Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) e instituições internacionais como a University of San Diego (EUA).

Além disso, o CNPEM manteve seu compromisso com programas de formação científica, como o Programa Bolsas de Verão e o Programa Futuras Cientistas, promovendo imersão em pesquisa para estudantes do ensino médio e graduação. Essa ampla gama de atividades reflete o papel do CNPEM como um centro de excelência em pesquisa, ensino e inovação, com impacto significativo na formação de recursos humanos e no avanço da ciência e tecnologia.

## 7.5. Outros eventos

Além dos eventos científicos e de capacitação organizados no CNPEM, a equipe de pesquisadores e especialistas participou ativamente de diversas oportunidades para apresentar os resultados de suas pesquisas. Essas apresentações ocorreram em encontros científicos, reuniões técnicas, congressos e outros eventos nacionais e internacionais. A seguir, são destacados alguns desses importantes momentos de divulgação científica.

### 7.5.1. Organização de Eventos Científicos

Os pesquisadores do CNPEM desempenharam um papel importante na organização de eventos científicos nacionais e internacionais em 2024, coordenando simpósios e workshops de grande relevância:

- Simpósio 2D Materials: Fundamentals and Applications. XXII B-MRS Meeting, Santos, SP.
- Simpósio AC06 - XI Materials Microscopy Meeting (MicroMat). XXII Encontro da SBPMat, Santos, SP.
- Simpósio EP06 - Molecular and Organic Electronics, Photonics, Bioelectronics and Beyond. SBPMAT 2024, Santos, SP. Setembro de 2024.
- 21<sup>st</sup> Brazilian Workshop on Semiconductor Physics (BWSP), LNNano/CNPEM, Campinas, SP.

### 7.5.2. Participação em Eventos Científicos

Os pesquisadores do Centro participaram ativamente de diversos eventos científicos de destaque em 2024, tanto nacionais quanto internacionais, consolidando sua presença em fóruns relevantes da área. Entre os congressos e simpósios marcados pela participação do Centro estão



o XXII Brazilian Materials Research Society (B-MRS) Meeting, o 8<sup>th</sup> European Colloid & Interface Society Conference, o ACS Spring Meeting, o 8<sup>th</sup> Meeting on Self-Assembly Structures in Solution and at Interfaces, o VI Congresso dos Estudantes do CNPEM, e o INTERMAG 2024.

Nessas ocasiões, os pesquisadores e colaboradores do CNPEM apresentaram trabalhos com contribuições significativas em uma ampla gama de tópicos de interesse científico e tecnológico. Em química de materiais, foram exploradas novas abordagens para a funcionalização de biopolímeros e o desenvolvimento de nanocristais de celulose, enfatizando seu papel em materiais sustentáveis. No campo dos dispositivos eletrônicos, foram apresentados avanços em transistores orgânicos e dispositivos neuromórficos, com potencial aplicação em tecnologias de próxima geração. A remediação ambiental foi outro foco importante, com estudos voltados para o uso de criogéis e emulsões estabilizadas por nanocelulose na adsorção de contaminantes, oferecendo soluções inovadoras e ambientalmente amigáveis.

Adicionalmente, os trabalhos também apresentaram avanços na compreensão de propriedades magnéticas em filmes finos epitaxiais, que ampliam o conhecimento sobre materiais multifuncionais para aplicações em spintrônica e sensores magnéticos. Estudos de auto-organização molecular, como a formação de fases nemáticas em nanocristais de celulose, também foram destaque, abordando fenômenos fundamentais e suas implicações para o design de materiais anisotrópicos.

Essas contribuições evidenciam o papel central do CNPEM no avanço de temas emergentes e na interface entre ciência básica e aplicada, com impacto direto em sustentabilidade, inovação tecnológica e desenvolvimento científico

- Apresentações Oraís:
  - *High-bulk papermaking fibres designed by green surface modification*, XII Brazilian Materials Research Society (B-MRS) Meeting, Santos, SP.
  - *Use of plant biomass to design lightweight materials*, XII Brazilian Materials Research Society (B-MRS) Meeting, Santos, SP.
  - Intelligent Polymeric Nanocomposites: Modulating Mechanical Properties Through Magnetic Stimuli, XXII Encontro Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais, Santos, SP.
  - Cellulose nanofibrils and natural rubber latex nanocomposite cryogels: A versatile non-toxic adsorbent for water remediation, ACS Spring Meeting, New Orleans, EUA.
  - Improving Electron Pair Distribution Function (ePDF) for Nanomaterials, XXII Brazilian MRS meeting, Santos, SP.
  - *Organic Transistors based on Melanin/PEDOT: PSS Blends: Operational*. Neuromorphic Organic Devices (NOD) Workshop, Paris, França. Outubro de 2024.
- Apresentações de Pôsteres:
  - Pickering emulsions stabilized by electrostatic complexes of cellulose nanofibrils, 8th European Colloid & Interface Society Conference, Copenhagen, Dinamarca.

- Combining and concentrating nanocelluloses for cryogels with remarkable strength and wet resilience, 8th Meeting on Self Assembly Structures in Solution and at Interfaces, Santos, SP.
- Developing bagasse-based composites bonded with natural rubber latex/lignin adhesive, XXII B-MRS Meeting, Santos-SP, outubro de 2024.
- Deciphering intermolecular interactions in natural rubber latex/lignin bio-based systems: a nanoscale and computational simulation approach, XXII B-MRS Meeting, Santos-SP, setembro de 2024.
- *Understanding Cellulose Nanocrystal Nematic Phase by Cryo-TEM*, XXII Brazilian Materials Research Society (B-MRS) Meeting, Santos, 1 de outubro de 2024.
- Modulating charge density and size of cationic cellulose nanofibrils to increase flocculation performance, XXII Brazilian Materials Research Society (B-MRS) Meeting, Santos, 1 de outubro de 2024.
- *Multiple Pickering emulsions stabilized by cellulose nanofibrils*, 8th Meeting on Self Assembly Structures in Solution and at Interfaces, Santos, 27 de novembro de 2024.
- Bionanocompósitos poliméricos reforçados com celulose nanofibrilada contendo lignina residual: aperfeiçoando a compatibilidade de nanoestruturas hidrofílicas em matriz hidrofóbica, VI Congressos dos Estudantes do CNPEM, Campinas, 5 de dezembro de 2024.
- Entendendo a formação de fase nemática em nanocristais de celulose por tomografia eletrônica criogênica, VI Congressos dos Estudantes do CNPEM, Campinas, 4 de dezembro de 2024.
- Participação de pesquisadores no congresso
- Magnetic properties induced by epitaxial strain in BaTi<sub>1/2</sub>Mn<sub>1/2</sub>O<sub>3</sub> thin films. INTERMAG 2024, Rio de Janeiro, RJ.

## 7.6. Premiações

Alguns trabalhos apresentados por pesquisadores e colaboradores do Centro receberam reconhecimento significativo em eventos:

- *Scalable methods to isolate cellulose nanofibers from sugarcane bagasse*, premiado com o Bernhard Gross Award e o RSC Prize no *Towards a Sustainable Bioeconomy Symposium*, referente a melhor apresentação oral no simpósio e melhor contribuição de estudante do evento, respectivamente.
- Combining and concentrating nanocelluloses for cryogels with remarkable strength and wet resilience, premiado com o Bernhard Gross Award no Polysaccharide Symposium pela melhor apresentação oral.

Essa diversidade de ações reflete o comprometimento do CNPEM e suas equipes com a disseminação do conhecimento científico e sua integração com a comunidade científica nacional e internacional.

## 7.7. Outros eventos científicos

Pesquisadora do CNPEM é eleita Membro Afiliado para a Academia Brasileira de Ciências

Em novembro de 2024, a Dra. Juliana da Silva Bernardes, pesquisadora do CNPEM, foi eleita membro afiliado da Academia Brasileira de Ciências (ABC) na área de Ciências Químicas. Essa honraria reconhece suas significativas contribuições no campo dos nanomateriais renováveis, por meio de projetos inovadores conduzidos no Centro. A cerimônia de diplomação será realizada durante a Reunião Magna da ABC, em maio de 2025, no Rio de Janeiro.

### BRICS Young Scientists Forum (YSF) 2024

Um pesquisador do CNPEM foi selecionado pela Academia Brasileira de Ciências (ABC) para representar o Brasil no *BRICS Young Scientists Forum (YSF) 2024*, realizado no Manera Conference Center & Sirius University, em Sochi, Rússia. O pesquisador integrou a delegação brasileira como representante na área de "Inteligência Artificial", destacando-se pela seleção promovida pela ABC. (Figura 340).



Figura 340: Representantes das delegações dos países do BRICS na área de Artificial Intelligence no BRICS Young Scientists Forum 2024.

### 8th Conference on Frontiers of Aberration Corrected Electron Microscopy (PICO2024)

O pesquisador do grupo de Criomicroscopia Eletrônica do CNPEM foi homenageado como convidado de honra na *8th Conference on Frontiers of Aberration Corrected Electron Microscopy (PICO2024)*, na Holanda, em abril de 2024, juntamente com outros pesquisadores destacados e pioneiros em cryo-EM<sup>106</sup>. A conferência discutiu como abordar os recentes avanços em métodos e aplicações para o estudo de sólidos na pesquisa de matéria condensada e nas ciências da vida

---

<sup>106</sup> *Guests of Honor*. PICO 2024. Disponível em: <https://er-c.org/index.php/conferences/pico-2024/programme-2/pico2024-guests-of-honor/#vanHeel>

através da aplicação de técnicas avançadas de microscopia eletrônica. Contou com 58 apresentações dadas por importantes palestrantes convidados. (Figura 341).



*Figura 341: Prof. Marin van Heel, pesquisador do LNNano, na Conferência PICO 2024, onde foi homenageado como convidado de honra.*

# Laboratório Nacional de Biorrenováveis (LNBR)

---

## 1. Programa de Usuários Externos

O LNBR disponibilizou este ano quatro instalações abertas a 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. Com a implantação da Plataforma de Biotecnologia Industrial, algumas das instalações começam a se beneficiar de instrumentação mais sofisticada e automatizada e que também leva a uma redução do tempo de experimento.

### 1.1. Biofísica de Macromoléculas (BFM)

Instalação é dedicada à caracterização bioquímica e biofísica de macromoléculas como proteínas e enzimas, e nanopolímeros, tais quais a nanocelulose e os derivados de lignina. Nesta instalação é possível realizar a caracterização funcional de proteínas purificadas até o passo anterior à obtenção de dados estruturais. Destaca-se em 2024 uma proposta submetida por pesquisadores da Unicamp que tem o objetivo de estudar nanopartículas com potencial uso para remoção de compostos tóxicos, como bisfenol A. Para caracterização de diferentes preparações de amostras foi aplicada a carga superficial por espalhamento de luz dinâmico de material sobre corrente (medidas de potencial zeta). Com as medidas de carga superficial foi possível avaliar os candidatos de nanopartículas sobre diferentes tratamentos. Estas análises contribuirão para a caracterização das nanopartículas em questão e na prospecção de potenciais aplicações.

Em julho deste ano foram disponibilizadas mais duas agendas, em formato de comissionamento, na instalação BFM, provenientes da aquisição de equipamentos da primeira fase de implementação da Plataforma de Biotecnologia Industrial. A instalação foi incrementada com duas novas técnicas, espalhamento estático de luz em múltiplos ângulos (MALS) e calorimetria de titulação isotérmica (ITC).

O destaque de uso do equipamento FFF-SEC-MALS veio com a proposta da USP de São Carlos, que propôs a caracterização de uma proteína, oriunda de um importante patógeno oportunista, a bactéria *Serratia marcescens*. O interesse nessa proteína vem da sua participação na regulação do PNAG, polímero amplamente encontrado em biofilmes. Nos experimentos foram analisadas, além da forma nativa da proteína, também a forma truncada contendo regiões altamente desordenadas, obtendo-se resultados similares de massa molecular e proporções de monômeros/dímeros para ambas as amostras. Os dados obtidos mostraram que a remoção das extremidades desordenadas não trouxe impactos na estrutura terciária. Este achado validou a estratégia de estudo aplicada na pesquisa adotada, que visa a otimização da proteína em termos de solubilidade, tendo elevado as chances de cristalização da proteína de interesse.

O destaque de uso do equipamento PEAQ-ITC foi uma proposta da Unicamp que estuda o transportador de citrato TctC da bactéria *Bordetella pertussis*, agente patológico da coqueluche. A proteína expressa em meio heterólogo é co-purificada com o ligante, por isso foram realizadas duas abordagens de tratamento de amostras distintas. De maneira simplificada, em uma

abordagem foi feito desenovelamento e reenovelamento (*refolding*) e, na segunda, a precipitação do ligante com cálcio. Foi possível confirmar e quantificar a interação pelo experimento de calorimetria e os dados obtidos poderão auxiliar no entendimento dos mecanismos de absorção de citrato existentes em *Bordetella pertussis*, na prospecção de fármacos para o patógeno, bem como no aprofundamento do conhecimento, de forma generalizada, de sistemas de transporte de membrana.

## 1.2. Sequenciamento de Alto Desempenho (SEQ)

Esta instalação é uma unidade dedicada exclusivamente ao sequenciamento em larga escala de ácidos nucleicos (DNA/RNA), 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 assessora os usuários em suas atividades laboratoriais, acompanhando todas as etapas do processo que vão desde o design experimental, preparação das amostras até o sequenciamento.

O destaque deste ano é o projeto de pesquisa do Departamento de Bioquímica da USP de Ribeirão Preto. Este estudo busca explorar vias de regulação gênica no fungo filamentoso *Trichoderma reesei*, um microrganismo amplamente reconhecido na biotecnologia industrial devido à sua notável capacidade de produzir enzimas celulolíticas em larga escala. O foco principal do trabalho foi a compreensão dos mecanismos moleculares que regulam a expressão e secreção de enzimas celulolíticas sob diferentes condições de indução e repressão. Por meio da técnica de sequenciamento em larga escala de RNA (RNAseq), foi possível mapear e analisar detalhadamente os perfis de expressão gênica em variadas condições e em cepas mutantes deste fungo. A integração destes dados gerados oferece uma visão abrangente da biologia sistêmica do *T. reesei* durante a produção de celulasas, permitindo compreender os fatores-chave que influenciam a eficiência desse processo. Assim, a pesquisa não apenas identificou novos fatores regulatórios envolvidos na expressão e secreção enzimática, mas também forneceu informações valiosas para o aprimoramento da produção de enzimas com elevado potencial industrial.

## 1.3. Metabolômica (MET)

A instalação aberta Metabolômica (MET) permite a identificação e quantificação do conjunto de metabólitos presentes em amostras biológicas complexas por meio de espectrometria de massas acoplada à cromatografia líquida e gasosa. A metabolômica representa a composição química de uma célula e permite uma visão geral das funções celulares, refletindo diretamente seu estado fisiológico e viabilizando a caracterização e diferenciação dos organismos. A instalação atende prioritariamente usuários com trabalhos relacionados a bioenergia e química verde. Neste ano a operação foi iniciada somente no segundo semestre em razão da instalação e comissionamento de novos equipamentos capazes de promover um grande salto de qualidade analítica.

Como destaque para 2024, está a proposta submetida por pesquisadores da Unicamp, com o objetivo de analisar sementes de Cacau saudáveis ou atacadas por patógenos (*Phytophthora*

faberi ou *Moniliophthora perniciosa*). Além de afetar a qualidade final do produto, o entendimento das alterações metabólicas em sementes infectadas serve de base para auxiliar no desenvolvimento de remediações sustentáveis com menor impacto ambiental. A análise metabolômica proposta pode elucidar as alterações metabólicas observadas entre grãos de cacau saudáveis e danificados por pragas (incluindo doenças fúngicas), comparando a fermentação espontânea e os tratamentos semelhantes aos da fermentação controlada. Esta compreensão mais profunda dos perfis metabólicos pode então informar o desenvolvimento de novas aplicações, explicando os impactos na qualidade e segurança dos produtos derivados.

#### 1.4. Desenvolvimento e Escalonamento de Bioprocessos (DEB)

Esta instalação é utilizada para desenvolver em ambiente de relevância industrial tecnologias ligadas à aplicação de biorrenováveis e processos ligados à economia circular. Envolve o projeto, integração e avaliação de processo ponta a ponta com controle automatizado e capacidades de bioprocessos pré-tratamento para diferentes tipos de microrganismos e biomassas. 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, incluindo processamento de biomassa, processos físico-químicos e bioprocessos.

Nas instalações laboratoriais de Desenvolvimento de Bioprocessos, destaca-se em 2024, proposta enviada por pesquisadores da Faculdade de Engenharia de Alimentos pertencente a Universidade Estadual de Campinas, cujo objetivo foi analisar como diferentes condições de aeração impactam a produção de xilitol e arabitol em fermentações realizadas com as cepas *Kluyveromyces marxianus* e *Rhodosporidium toruloides*. Este estudo testou dois tipos de meio: um sintético e outro feito a partir do hidrolisado de cascas de cacau, que oferece uma alternativa mais sustentável e econômica. O experimento foi conduzido no CNPEM em biorreatores de bancada, operando em condições específicas de oxigenação — baixa ou alta aeração. A utilização da instalação foi essencial, permitindo a coleta rápida de dados em duas semanas, um processo que em um laboratório convencional poderia se estender por até dois meses. Esse acesso ao uso de equipamentos de última geração proporcionou um aprendizado valioso em técnicas de controle e monitoramento de biorreatores. Os resultados preliminares indicam que o hidrolisado de cascas de cacau é um meio promissor para a produção de xilitol e arabitol e que o ajuste da aeração é crucial para a otimização de cada bioproduto, destacando a importância de otimizar as condições de oxigênio para melhorar a eficiência do processo fermentativo.

## 2. Programas Estratégicos de Pesquisa e Desenvolvimento

Atualmente o mundo enfrenta uma crise ambiental global sem precedentes e a ciência e tecnologia podem promover soluções para mitigar os impactos negativos das mudanças climáticas, da poluição e da degradação dos ecossistemas. Ao contrário dos países industrializados onde as emissões de gases de efeito estufa se concentram no setor de energia e na indústria, no Brasil os principais fatores são as emissões relacionadas às mudanças de uso da terra e à agricultura. Todavia, a segunda maior contribuição absoluta das emissões do

inventário nacional brasileiro se encontra na queima de combustíveis. Sendo assim, buscar alternativas renováveis e sustentáveis, por moléculas réplicas das derivadas de petróleo é essencial para a transição energética no Brasil. Além disso, o reaproveitamento dos resíduos das rotas tecnológicas promove uma economia circular e reduz os impactos da poluição nos ecossistemas aquáticos e terrestres. Portanto, a transição ecológica para uma economia de baixo carbono com uso responsável de recursos naturais pode propiciar um novo paradigma de produção e consumo industriais. Neste contexto, o foco do desenvolvimento experimental no LNBR é em soluções sustentáveis baseadas em recursos de origem biológica que agreguem valor à biomassa e à biodiversidade por meio da biotecnologia buscando, com a integração com os Laboratórios Nacionais do CNPEM, atingir maior profundidade e impacto científico para resolver problemas de maior complexidade associados à essa crise ambiental.

A atuação neste ano se concentrou nos seguintes temas-chave: energias renováveis, materiais para sustentabilidade e biodiversidade. Estes temas se complementam e compartilham as principais competências desenvolvidas ao longo da existência deste Laboratório Nacional 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.

## 2.1. Programa de P&D em Energia Renovável

O objetivo deste programa é o enfrentamento das mudanças climáticas por meio da redução da dependência de fontes fósseis, buscando mitigar as emissões de gases de efeito estufa e promover uma economia circular. Há duas atuações principais do CNPEM: (a) avaliações de sustentabilidade que incorporam insumos renováveis em rotas tecnológicas de refinarias de petróleo e avaliação de sustentabilidade de rotas tecnológicas para biorrefinarias e (b) desenvolvimento experimental de biotecnologias até o escalonamento em planta piloto (TRL5) visando a redução de risco tecnológico para utilização em produtos de origem biológica, tanto em biorrefinarias como em outras unidades industriais.

A Figura 342 demonstra o conceito de biorrefinaria, que permite produzir combinações de bioprodutos como energia, alimentos, nutrição animal, químicos e materiais. A matéria-prima renovável em geral é constituída por biomassa lignocelulósica, abundante em resíduos agrícolas e florestais, ou oleaginosas, todos, diferenciais comparativos do Brasil. As avaliações de sustentabilidade são necessárias para estimar o potencial competitivo das várias rotas tecnológicas possíveis. Um elemento central de uma biorrefinaria lignocelulósica é a plataforma microbiana que produz enzimas capazes de extrair os açúcares presentes nos resíduos da biomassa para subsequentes processos de conversão fermentativos, que por sua vez também dependem de microrganismos. Em geral, o Brasil importa os insumos biotecnológicos e, portanto, desenvolvimentos nacionais promovem a mudança de patamar da ciência e tecnologia no País. IEA Bioenergy Task 42 Report (2022).



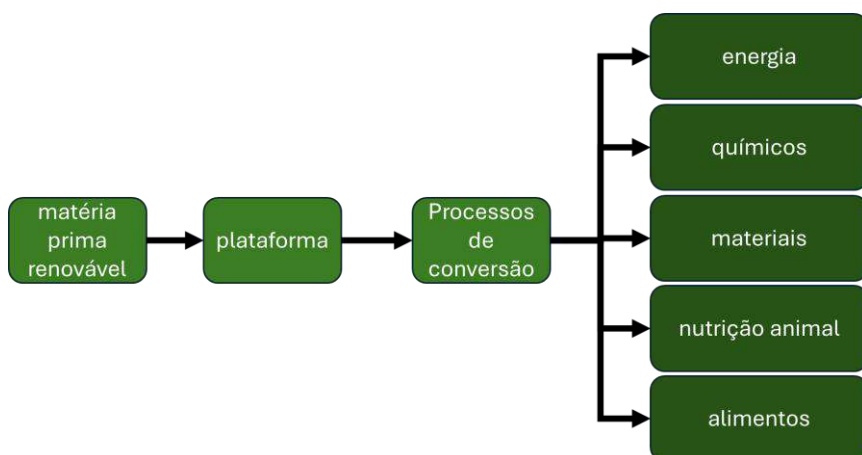


Figura 342 - Representação esquemática de uma biorrefinaria (adaptado da IEA<sup>107</sup>), onde plataforma de conversão é um elemento central da biorrefinaria e matéria-prima renovável tem forte dependência da região em que é produzida.

Em 2024, as principais iniciativas foram dedicadas a biocombustíveis líquidos, como combustível sustentável de aviação e etanol de segunda geração, e ao hidrogênio de baixo carbono, que pode ser insumo industrial tanto para refinarias como biorrefinarias.

### 2.1.1. Subprograma em Biocombustíveis Líquidos

O subprograma em biocombustíveis líquidos engloba avaliação de sustentabilidade e desenvolvimento de biotecnologias. São dois os focos do subprograma, (i) combustível sustentável de aviação (SAF) com harmonização de modelos de avaliação de biorrefinarias e a avaliação de rotas tecnológicas e (ii) biocombustíveis em geral incluindo o atendimento de demandas futuras, com foco no atendimento das Contribuições Nacionalmente Determinadas (NDCs) com diminuição no risco de mudança de uso da terra e desenvolvimento de plataformas microbianas.

#### Harmonização de modelos de avaliação de biorrefinarias com produção de SAF

Os biocombustíveis desempenham um papel crucial na redução das emissões de gases de efeito estufa no setor de transportes, especialmente em áreas de difícil mitigação, como a aviação. Embora diversas rotas de produção de combustível sustentável de aviação (SAF) já tenham sido certificadas, sua produção ainda é incipiente. A adoção de combustíveis sustentáveis em larga escala é essencial para alcançar a neutralidade de emissões na aviação. Esses combustíveis são produzidos a partir de fontes renováveis ou resíduos e devem cumprir critérios de sustentabilidade e viabilidade técnica. Para impulsionar o desenvolvimento desse mercado, políticas de incentivo são essenciais. Entretanto, a aviação é um setor intrinsecamente global, o que representa um desafio tanto para a indústria quanto para os formuladores de políticas públicas, que precisam estabelecer critérios adequados para promover o desenvolvimento sustentável da indústria de SAF.

Embora existam diversos estudos de avaliação da produção de SAF, seus resultados são frequentemente discrepantes e de difícil comparação, pois consideram escopos, premissas e

<sup>107</sup> IEA Bioenergy Task 42 Report (2022).

métricas distintos, além de especificidades regionais. Além disso, apresentam diferentes níveis de incerteza, seja pelo grau de detalhamento dos modelos ou pela maturidade das cadeias produtivas analisadas. Em termos econômicos, por exemplo, os custos estimados na literatura para a rota Gaseificação e Síntese de Fischer-Tropsch (GFT) possuem grande variação (de 0,4 a 3,7 USD/L SAF). Assim, a harmonização de metodologias e critérios de avaliação é fundamental para tomadas de decisão bem-informadas por parte das diversas partes interessadas no setor, especialmente em países com elevado potencial de produção de biocombustíveis, como Brasil e Canadá.

Neste estudo foi realizada uma harmonização de modelos de avaliação de biorrefinarias aplicados a um processo de produção de combustíveis de aviação sustentáveis com o objetivo de definir métricas e premissas, que leve à redução das discrepâncias entre modelos, e facilitar a comparação dos resultados. Para isso, a produção de combustíveis de aviação sustentáveis (SAF) por meio da rota GFT foi utilizada como estudo de caso, sendo aplicada ao contexto brasileiro pela equipe do LNBR e ao contexto canadense pela equipe parceira do *Natural Resources Canada* (NRCan), no âmbito da iniciativa *Innovation Integrated Biorefineries Mission*, uma iniciativa global do Clean Energy Ministerial.

A Figura 343 ilustra a abordagem utilizada no estudo, que inclui a definição comum de fronteiras do sistema – neste caso, desde a obtenção da biomassa até o uso do biocombustível, o alinhamento de premissas e metodologias para as análises econômica e ambiental e a formulação de métricas de comparação. Além disso, foram identificados parâmetros comuns de análise e parâmetros específicos de cada país. Por exemplo, a capacidade de produção foi fixada em 2.000 barris de SAF por dia para ambos os países, porém as matérias-primas avaliadas foram diferentes: palha de cana-de-açúcar no cenário brasileiro e resíduos florestais no cenário canadense. Por serem resíduos, a produção de biomassa foi considerada livre de impactos e custos, sendo incluídas apenas as etapas de coleta e transporte, além das emissões de N<sub>2</sub>O evitadas. Na etapa de conversão industrial, o desenho de processo foi específico de cada modelo, mantendo-se, entretanto, o mesmo nível de detalhamento das operações envolvidas.

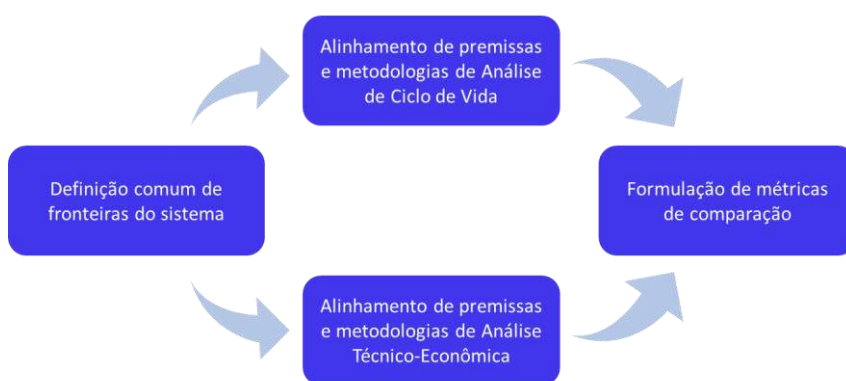


Figura 343 - Abordagem utilizada na harmonização de modelos de avaliação de biorrefinarias.

A Figura 344 apresenta as cinco métricas selecionadas e os resultados obtidos após a harmonização. Foram escolhidas métricas que representassem a eficiência do processo industrial (eficiência térmica), a eficiência energética considerando-se o ciclo de vida do SAF

(retorno sobre o investimento em energia), o desempenho econômico (preço mínimo de venda), o desempenho ambiental (intensidade de carbono), e, por fim, uma métrica combinada de desempenho econômico e ambiental (custo de abatimento).

Em conclusão, a harmonização possibilitou resultados mais comparáveis e consistentes em relação aos diversos estudos disponíveis na literatura. Destaca-se a definição comum das fronteiras do sistema e das metodologias utilizadas como um passo fundamental para alcançar esses resultados. Ainda assim, é esperado que haja diferenças, dado que cada país possui suas especificidades. Dessa forma, o mais importante é compreender o impacto dessas diferenças e comunicar de forma clara as premissas e metodologias adotadas.

Os resultados iniciais do trabalho foram apresentados em uma apresentação oral durante o evento *BBEST & IEA Bioenergy Conference 2024*, realizado na cidade de São Paulo, entre os dias 22 e 24 de outubro de 2024. Os próximos passos envolvem integração de rotas tecnológicas e potencial expansão da colaboração com outros países.

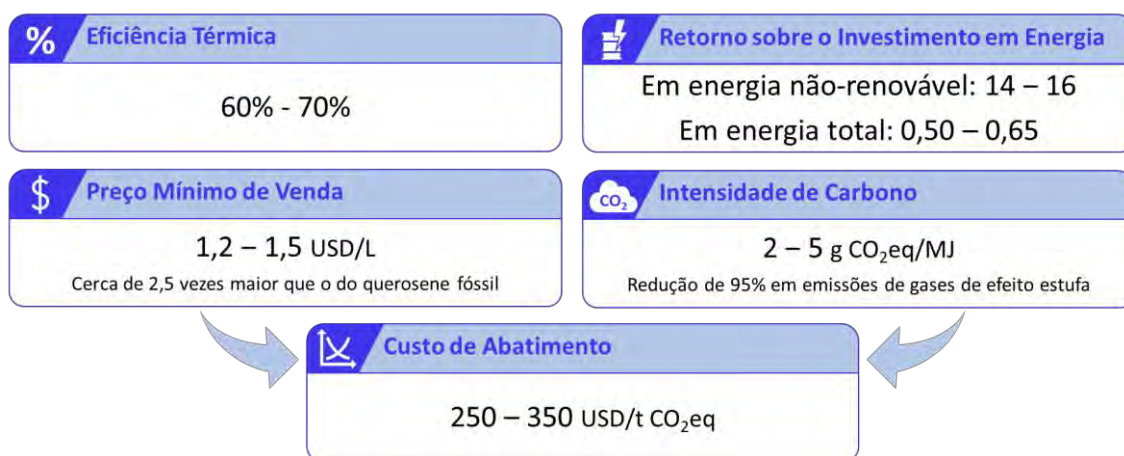


Figura 344 - Principais resultados após a harmonização de premissas para produção de SAF. Rota GFT produzindo SAF tanto no Canadá como no Brasil.

### Avaliação de rota biológica alternativa para combustível sustentável de aviação (SAF)

Matérias-primas convencionais para SAF, como óleo de soja e palma, são frequentemente associadas a impactos negativos ao meio ambiente, como o desmatamento, a perda de biodiversidade e redução dos serviços ecossistêmicos. Neste estudo<sup>108</sup>, avaliou-se o potencial da produção de combustíveis de aviação sustentáveis (SAF) utilizando óleo microbiano produzido a partir de uma matéria prima alternativa, a cana-de-açúcar. Foi proposta a integração de óleos produzidos por micro-organismos oleaginosos à rota ésteres e ácidos graxos hidroprocessados (HEFA). Embora várias rotas de SAF tenham sido certificadas, a produção atual, concentrada na rota HEFA, ainda é insuficiente. Assim, espera-se expandir o portfólio de matérias-primas e proporcionar uma alternativa economicamente competitiva dado às limitações existentes atualmente na utilização de soja como matéria-prima sustentável.

<sup>108</sup> ZHU, Y.; LI, D.; ZHANG, J. Deciphering the dead zone on anammox system in biofilters. *Bioresource Technology*, v. 416, p. 131784, 2024.

Essa rota, que converte óleos vegetais e gorduras animais em combustíveis, enfrenta desafios de custo, disponibilidade e impactos ambientais, como desmatamento e mudanças de uso da terra. Nesse contexto, os óleos microbianos surgem como uma alternativa promissora, pois possuem composição similar às matérias-primas convencionais e podem ser produzidos a partir de biomassas mais produtivas, como a cana-de-açúcar.

Um dos principais desafios científicos e tecnológicos da rota proposta é a produção de óleo microbiano em larga escala. Assim, o escopo do estudo compreende as avaliações técnico-econômica e ambiental da produção de óleo e da sua conversão em SAF. Essa rota foi chamada de MO-HEFA e está representada na Figura 345. A partir de dados de desempenho fermentativo e do processo HEFA disponíveis na literatura, foram quantificados os custos e impactos do ciclo de vida do combustível, desde a produção e extração do óleo até a sua integração à rota HEFA, o que permitiu identificar os principais gargalos para a sua implementação.

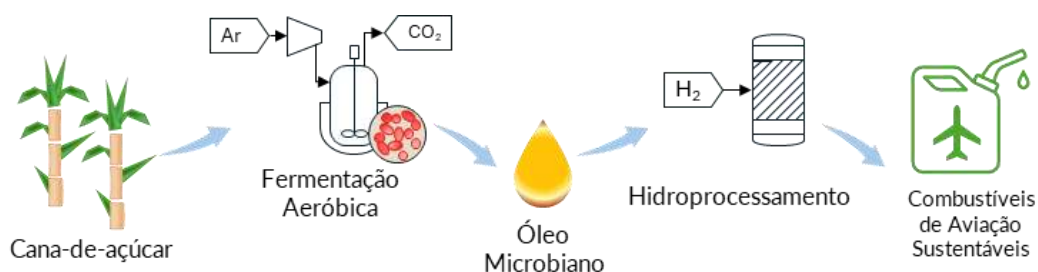


Figura 345- Representação da rota de óleo microbiano a partir da cana-de-açúcar.

Os resultados obtidos na Figura 346 indicam que a produção de SAF a partir de óleo microbiano pode ser uma alternativa promissora aos óleos vegetais convencionais, com um custo estimado entre 1,8 e 3,0 US\$/L. A fermentação aeróbica para a produção de óleo microbiano representa uma parte significativa dos custos de capital (CAPEX), uma vez que requer tempos de fermentação mais longos e reatores mais complexos do que as fermentações anaeróbicas convencionais. A análise de incertezas apresentada na Figura 5 ilustra a importância de se reduzir o tempo de fermentação, aumentar o teor de lipídios nas células e de comercializar a proteína microbiana obtida na extração do óleo como um coproduto para reduzir os custos de produção de óleo. Em termos de intensidade de carbono, foram obtidos valores entre 33 e 42 g CO<sub>2eq</sub>/MJ, uma redução superior a 50% nas emissões em relação ao querosene fóssil.

Em conclusão, embora o custo do SAF obtido a partir do óleo microbiano derivado da cana-de-açúcar seja atualmente maior que o estimado a partir do óleo de soja (US\$ 1,20/L), este processo apresenta vantagens ambientais significativas, como maior produtividade agrícola (4 vezes maior) e, conseqüentemente, menor risco de emissões associadas à mudança de uso da terra. Além disso, a utilização de óleo microbiano no processo HEFA, ao diversificar as matérias-primas, contribui para a resiliência da produção de SAF. Destaca-se ainda que avanços no desenvolvimento de micro-organismos e no desempenho fermentativo e a valorização dos coprodutos são fundamentais para reduzir os custos e aumentar a competitividade dessa tecnologia.

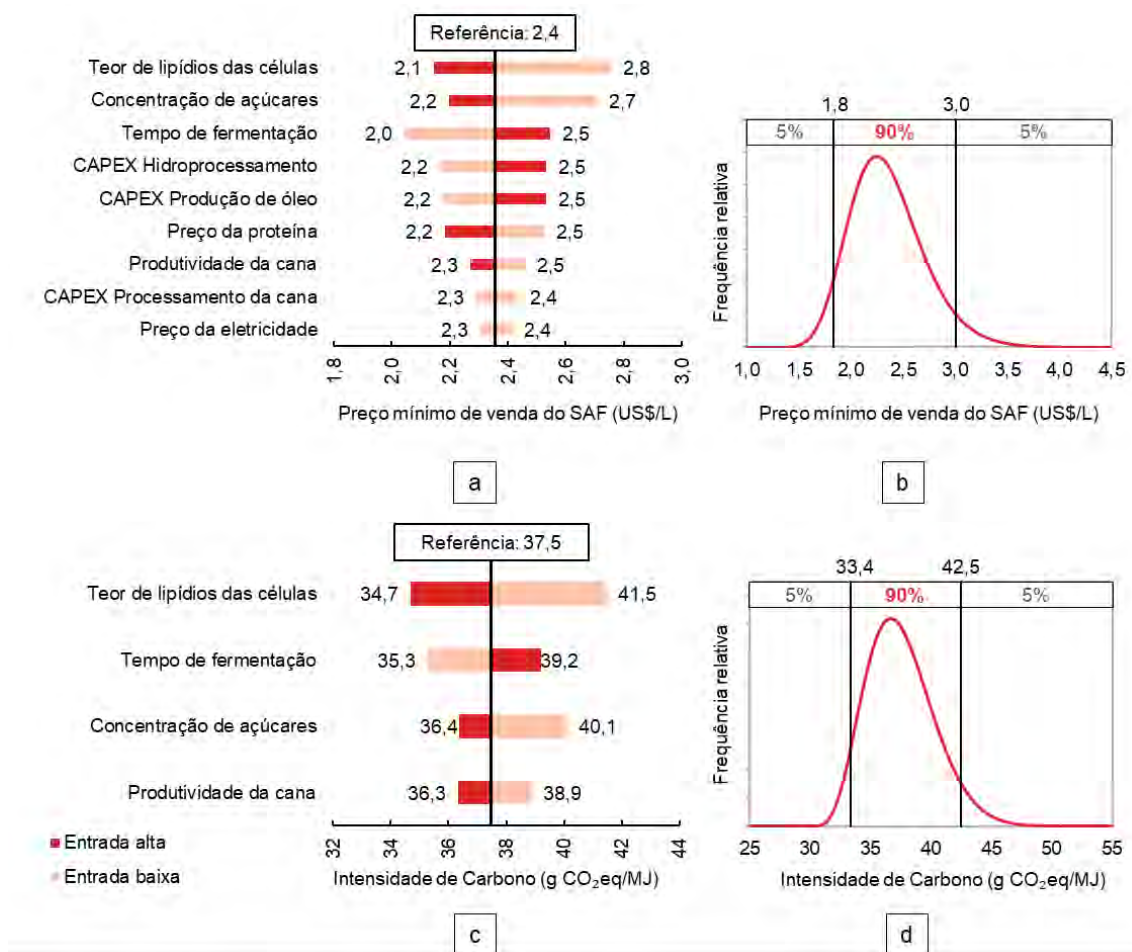


Figura 346- Desempenho da rota de SAF de óleo microbiano a partir da cana-de-açúcar (a) e (b) preço mínimo de venda do SAF, (c) e (d) intensidade de carbono.

### A demanda futura de bioetanol e as mudanças de uso da terra

Há uma demanda projetada crescente por etanol no Brasil até o ano de 2030, seja por uma utilização direta na frota leve, seja como insumo para outros biocombustíveis, contribuindo para as metas de redução de emissões de gases de efeito estufa (GEE) estabelecidas pelo país. Como essa crescente demanda pode ser atingida, de maneira a não comprometer a conservação da biodiversidade, a produção de alimentos, e maximizando o potencial de mitigação, incluindo as emissões por mudança de uso da terra, é um desafio.

Este estudo teve como objetivo avaliar como a região de produção e as rotas de conversão influenciam nas emissões totais de GEE, considerando uma possível expansão do cultivo da cana-de-açúcar no Brasil para atender às projeções de demanda de etanol para 2030. Para isso, biorrefinarias foram alocadas na região Centro-Sul do Brasil, considerando a disponibilidade de área para expansão, e foram calculados os potenciais de produção de etanol e as emissões georreferenciadas do ciclo de vida, incluindo as emissões por mudança de uso da terra associadas à produção de cana-de-açúcar (Figura 347).

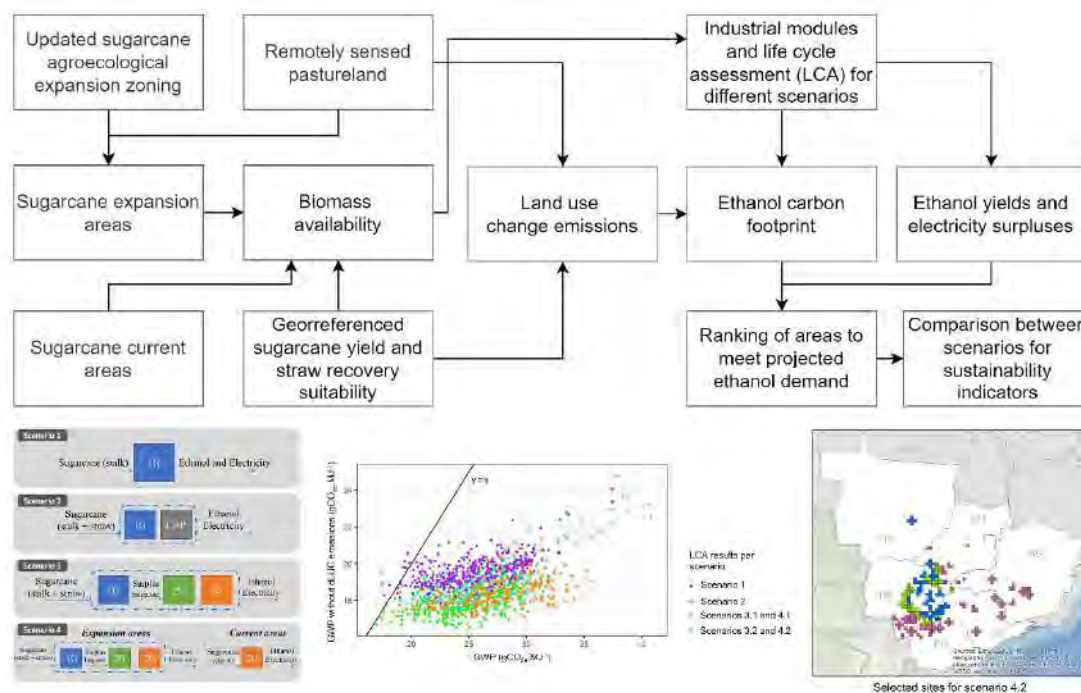


Figura 347 - Representação da metodologia utilizada no estudo.

Os resultados mostraram que é possível o país atender à demanda de etanol para 2030, segundo um cenário atual (*business as usual*) descrito pela Empresa de Planejamento Energético do MME (29,5 bilhões de litros) e outro mais sustentável de trajetória socioeconômica do *International Panel on Climate Change* (SSP1 - 71 bilhões de litros). Em ambos os casos, foram utilizadas apenas áreas de pastagem dentro do Zoneamento Agroecológico para a expansão da produção de cana-de-açúcar. Além disso, a seleção das áreas para expansão levou em consideração, em ambos os cenários, a maximização do potencial de mitigação das emissões de GEE (Figura 348).

Os resultados em ambos os cenários, indicam que a expansão do cultivo da cana-de-açúcar em áreas de pastagem com alto nível de degradação, maximizam o potencial de mitigação das emissões de GEE associado a produção e uso do etanol, além disso o atendimento da demanda, em ambos os casos, também obedece a critérios relacionados a conservação da biodiversidade, desmatamento zero e manutenção da produção de alimentos.

Atendendo a demanda de etanol do cenário mais sustentável de trajetória socioeconômica do IPCC (SSP1) (Figura 348b) seria possível mitigar 72 milhões de toneladas de CO<sub>2</sub> equivalente por ano, o que corresponde a cerca de 20% das emissões totais do setor energético brasileiro e um pouco mais que 10% da NDC brasileira para 2030.

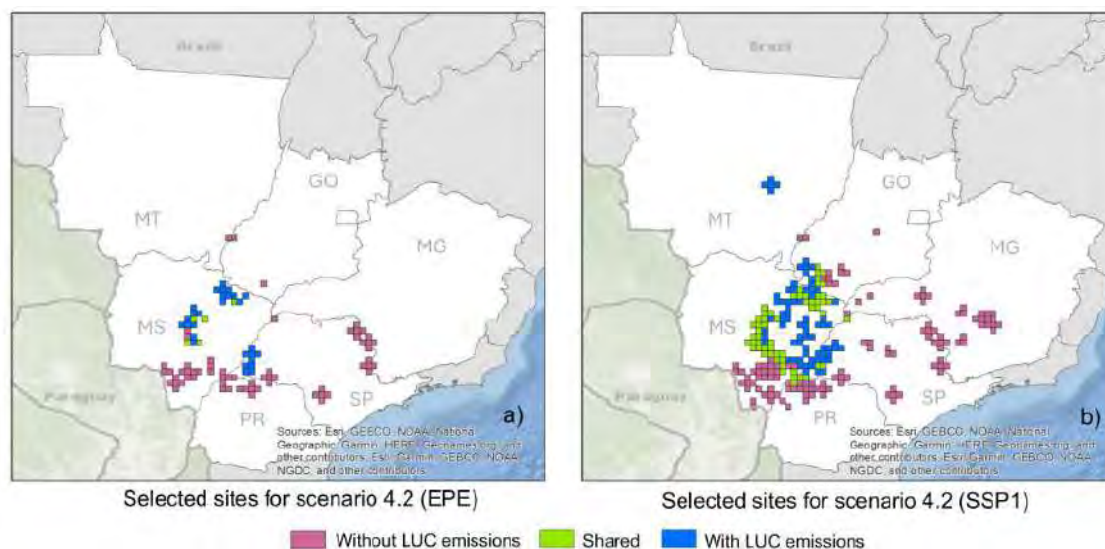


Figura 348 - Áreas mapeadas para expansão da produção de etanol considerando (a) projeções da demanda futura pela EPE e (b) o cenário mais sustentável de trajetória socioeconômica do IPCC.

### Sistemas integrados de produção de energia e alimentos

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. Um projeto iniciado em 2019 e coordenado pelo LNBR em colaboração com 16 instituições parceiras<sup>109</sup>, visou explorar as sinergias entre as cadeias produtivas sucroenergética e agropecuária, avaliando seus aspectos logísticos e de sustentabilidade. Foram obtidos dados experimentais para construção dos modelos representativos das diversas etapas que compõem os cenários de integração cana-de-açúcar e outras matérias-primas agrícolas / pecuária. O projeto foi concluído em 2024, com os seguintes destaques: (a) obtenção de dados para uma rota alcalina de conversão da lignocelulose da cana-de-açúcar potencialmente superior as atuais rotas comerciais de produção de etanol 2G. (b) dados experimentais apontaram vantagens para a co-digestão da vinhaça com esterco bovino e o potencial da aplicação da proteína, obtida utilizando a vinhaça como substrato, na suplementação da ração animal, (c) obtenção de dados de experimentos para avaliar o potencial nutricional dos ingredientes alimentares utilizados na formulação das rações empregadas no confinamento de bovinos nos cenários de integração biorrefinaria pecuária, (d), elaboração de

<sup>109</sup> Temático FAPESP: 2017/11523-5. "Avaliação da Integração Cana-pecuária: Modelagem e Otimização", envolvendo EMBRAPA (CNPMA, CNPTIA, CNPSE, CNPGC e CPAP), Unicamp (NIPE, FEQ, FCA, IE e FEAGRI) e USP (EESC e CEPEA), Michigan State University, Texas A&M University, University of Edinburgh e NREL – National Renewable Energy Laboratory dos USA.

modelos de produção de bovinos em sistemas convencionais de pastagem e integrados com biorrefinarias, (e) avaliação experimental de diferentes possibilidades de uso e manejo da vinhaça em biorrefinarias convencionais e integradas; a biodigestão da vinhaça com posterior produção de biometano para substituição do diesel nas operações agrícolas, apresentou os melhores resultados econômicos e ambientais, (f) construção dos inventários e perfil ambiental de produção agrícola para soja, milho e amendoim empregados na formulação de rações para os sistemas integrados biorrefinaria-pecuária, (g) desenvolvimento de modelos econômicos e ambientais dos sistemas agrícolas e de conversão, das biorrefinarias e da pecuária com e sem integração, onde os resultados indicam em que condições técnicas (ex.: tipo de biomassa, produtividades, etc) e de mercado (ex.: preço de terra, preço dos produtos, etc) as integrações são mais vantajosas em relação aos respectivos sistemas sem integração.

### Plataforma fúngica nacional para biorrefinarias lignocelulósicas brasileiras

Como mencionado anteriormente, plataformas de sacarificação que utilizam enzimas industriais são centrais em biorrefinarias lignocelulósicas. A estrutura complexa e recalcitrante da biomassa lignocelulósica material exige um processo eficiente de despolimerização da celulose e hemicelulose para liberar os açúcares fermentescíveis presentes na biomassa e em leveduras. A utilização de coquetéis enzimáticos, compostos por um conjunto de enzimas que atuam na degradação da biomassa, tem viabilizado a conversão eficiente da biomassa em produtos de valor agregado com viabilidade econômica. Em geral, tais enzimas são importadas no Brasil, o que gera uma dependência tecnológica que pode fragilizar o protagonismo brasileiro em biocombustíveis no longo prazo.

As enzimas que compõem os coquetéis enzimáticos, como celulasas, hemicelulasas e ligninases, são produzidas principalmente por microrganismos, sendo os fungos filamentosos, especialmente o *Trichoderma reesei* (*T. reesei*), reconhecidos como excelentes produtores, além de possuírem um arsenal enzimático rico e diversificado, capaz de degradar eficientemente os polissacarídeos da biomassa. O LNBR vem empregando engenharia genética para aprimorar a produção de enzimas por *T. reesei*, visando aumentar a eficiência e reduzir custos do coquetel enzimático produzido nacionalmente. Há alguns anos, o LNBR modificou geneticamente o *T. reesei* permitindo que esse fungo produza mais 80 g/L de coquetel enzimático utilizando melaço como fonte de carbono<sup>110</sup>.

Em 2024, os esforços foram direcionados para o desenvolvimento e escalonamento da produção de enzimas por *T. reesei* engenheirado em reatores de 65 L e 300 L, com sucesso na reprodução dos títulos de proteína obtidos em bancada (Figura 349A) e com baixa taxa de degeneração do microrganismo (<1%) (Figura 349B). Como se trata de uma fermentação de precisão de longa duração (>7 dias) sob condições de estresse metabólico, a produtividade da fermentação pode sofrer um decaimento devido ao aparecimento de populações de cepas degeneradas no biorreator. Entretanto, essas alterações fenotípicas não foram observadas em nossa linhagem nas várias escalas de teste, evidenciando a estabilidade fenotípica e a robustez do fungo engenheirado sob condições industrialmente relevantes.

---

<sup>110</sup> FONSECA, L. M.; PARREIRAS, L. S.; MURAKAMI, M. T. Rational engineering of the *Trichoderma reesei* RUT-C30 strain into an industrially relevant platform for cellulase production. *Biotechnol Biofuels*, v. 13, p. 93, 2020. DOI: 10.1186/s13068-020-01732-w.



Aproximadamente quatro campanhas de escalonamento na planta piloto do LNBR foram realizadas neste ano, com dados estatisticamente relevantes que demonstram reprodutibilidade dos resultados de laboratório em escala cem vez maior (planta piloto). Essa conquista demonstra a robustez e a viabilidade da produção em larga escala de uma plataforma fúngica de sacarificação como apontado na Figura 349.

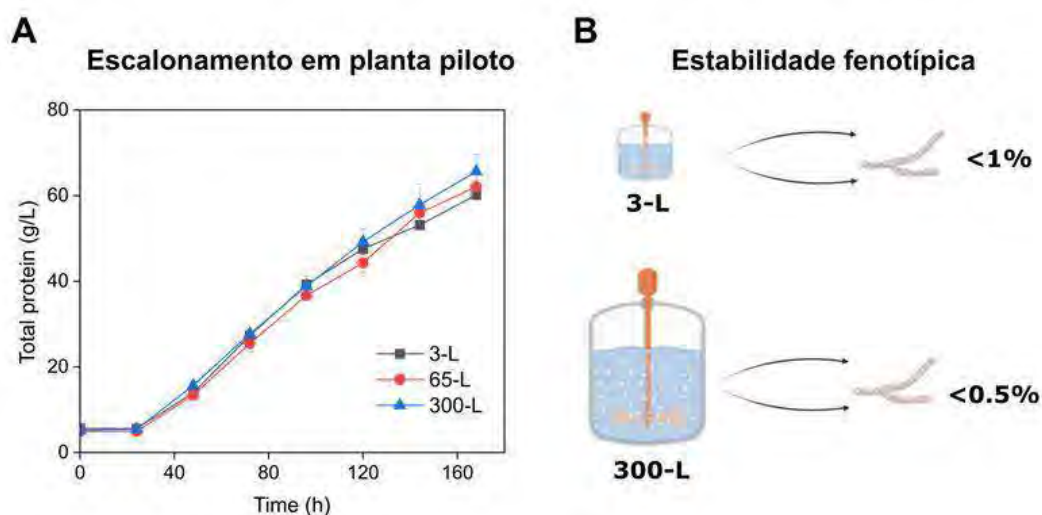


Figura 349 - Escalonamento de plataforma fúngica para biorrefinarias brasileiras. (A) Título de proteínas (g/l) demonstrando a reprodutibilidade da fermentação nas escalas de 3, 65 e 300 litros. (B) Representação esquemática da porcentagem de linhagens degeneradas durante a fermentação nas escalas de 3 e 300 litros.

### Biofábrica microbiana (levedura) para utilização de pentoses para produção de etanol

Na produção do etanol de segunda geração, outro grande desafio é a utilização de todos os açúcares fermentescíveis produzidos após a atuação da plataforma microbiana de sacarificação descrita anteriormente. A xilose é o segundo açúcar fermentescível mais abundante em hidrolisados de bagaço de cana-de-açúcar, porém não é metabolizada naturalmente pela levedura *S. cerevisiae*, principal microrganismo utilizado para produção de etanol, de primeira e de segunda geração, em escala industrial. Portanto, o LNBR vem desenvolvendo uma cepa industrial de *S. cerevisiae* capaz de metabolizar xilose e convertê-la em etanol. Para isso, uma estratégia combinada de engenharia genética racional e evolução adaptativa no laboratório foi empregada para aumentar o número de cópias do gene codificador da enzima xilose isomerase (XI) e desenvolver uma linhagem com alta capacidade de conversão de xilose em etanol. A linhagem C5.V3\_Ind LNBR, resultante dessa estratégia e doravante denominada ProPentose, foi construída utilizando uma linhagem industrial brasileira que não consome xilose (SA-1) e foram aplicadas modificações genéticas para melhorar a eficiência de conversão de xilose a etanol pela via das pentoses fosfato.

A construção da linhagem ProPentose foi necessária, porque a cepa parental do LNBR construída previamente a partir de um chassi laboratorial, apresentou baixo desempenho fermentativo

quando cultivada em hidrolisado puro de bagaço de cana-de-açúcar obtido com o coquetel enzimático do LNBR descrito anteriormente. Vale ressaltar que a cepa parental foi capaz de consumir xilose e produzir etanol com alto rendimento (80% do máximo teórico). Dessa forma, para superar o baixo desempenho fermentativo, desenvolveu-se a linhagem ProPentose a partir da manipulação genética da linhagem industrial SA-1 como base, uma vez que esta já apresentava melhor performance fermentativa no hidrolisado de bagaço de cana-de-açúcar. Neste ano, foram realizados ensaios fermentativos em biorreatores comparando a performance das linhagens parental e engenheirada (ProPentose) no hidrolisado puro de bagaço de cana-de-açúcar preparado utilizando o coquetel enzimático do LNBR (Figura 350).

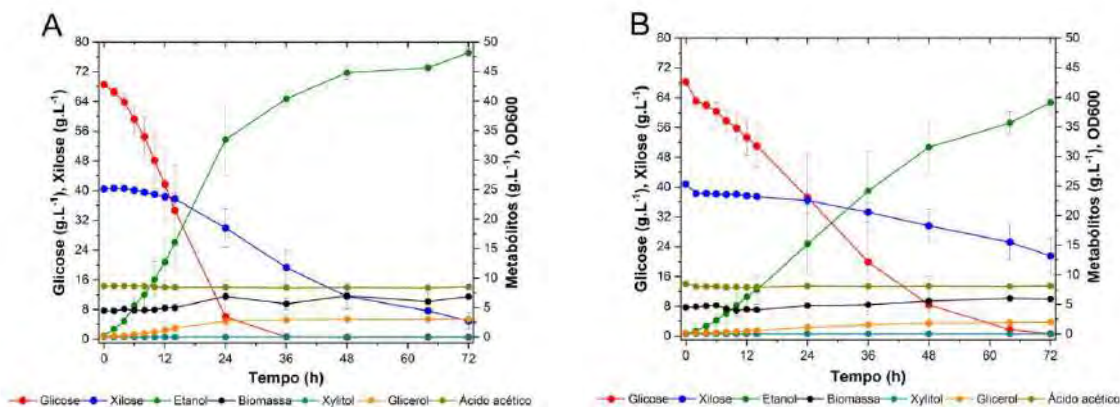


Figura 350 - Perfil fermentativo das linhagens evoluídas ProPentose (A) e parental (B) em hidrolisado de bagaço de cana-de-açúcar. As células foram cultivadas por 72 h e os metabólitos e biomassa foram monitorados durante o cultivo. Os experimentos foram realizados em, pelo menos, triplicatas biológicas.

Quando cultivada em hidrolisado puro, a linhagem ProPentose apresentou capacidade fermentativa e robustez superior à parental conseguindo consumir quase todo o açúcar presente no hidrolisado em ~72 h de cultivo, além produzir etanol com rendimento de 0,44 g etanol/g açúcares totais, o que equivale a 86% do teórico máximo. Vale ressaltar que cepas existentes na literatura operam um pouco acima de 90% do teórico máximo e que não demonstram tolerância a concentrações industriais típicas de inibidores como ácido acético e aromáticos. Portanto, devido ao melhor desempenho no hidrolisado utilizado, a linhagem ProPentose foi selecionada para posterior desenvolvimento e otimização do bioprocesso.

Ensaio fundamentais visando avaliar o impacto de diferentes condições de propagação na performance fermentativa foram realizados. Inicialmente, foram avaliados cinco diferentes meios de cultura, sintéticos e substratos relevantes industrialmente, como melaço de cana de açúcar e hidrolisado lignocelulósico, com o objetivo de identificar as condições ideais para a propagação celular do microrganismo que posteriormente foi utilizado no estágio de fermentação em hidrolisado lignocelulósico de bagaço de cana de açúcar. Como resultado deste desenvolvimento, a condição B de propagação (Figura 351) resultou em uma maior produtividade de etanol, atingindo uma taxa de produção de 2,99 g/L.h nas primeiras 12 horas de fermentação. O fato da taxa de produção ser mais elevada nas primeiras doze horas cria uma oportunidade para desenvolver uma cepa que consuma mais rapidamente a xilose para que xilose e glicose sejam consumidos concomitantemente no período de 24h, que é consistente com soluções industriais existentes.

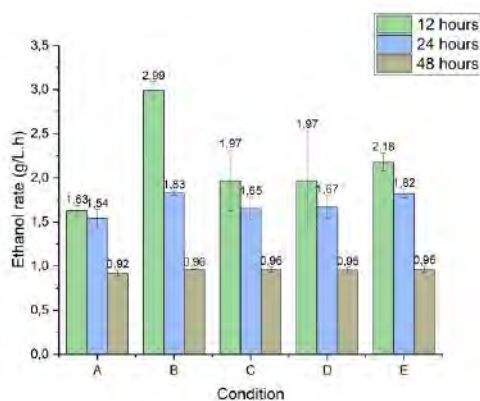


Figura 351 - Taxas de produção de etanol nos tempos de 12, 24 e 48 horas, e, fermentações conduzidas após processo de propagação em cinco substratos diferentes (A-E)

### 2.1.2. Subprograma em Hidrogênio de Baixo Carbono

Hidrogênio de baixa emissão de carbono, doravante denominado hidrogênio de baixo carbono, é um vetor chave para a descarbonização de setores como químico, siderúrgico e de transportes. O Brasil recentemente aprovou seu marco legal do hidrogênio de baixa emissão de carbono (Lei N° 14.948, de 2 de agosto de 2024), que estabelece que o hidrogênio de baixo carbono produzido no Brasil será certificado para informar seus fatores de emissão para gases de efeito estufa ( $\text{kgCO}_2\text{eq/kgH}_2$ ) quantificadas por avaliação de ciclo de vida. Portanto, é necessário compreender o papel da geração, transmissão e distribuição de energia elétrica na produção de hidrogênio de baixo carbono.

#### O Sistema Interligado Nacional e as emissões de hidrogênio de baixo carbono no Brasil

O Brasil possui uma particularidade que representa uma vantagem na produção de hidrogênio de baixo carbono em larga escala, que é a presença do maior sistema interligado de geração, transmissão e distribuição de energia elétrica do mundo, com uma matriz renovável superior a 90%. Há três aspectos centrais relacionados ao sistema interligado nacional que podem alterar a contabilização dos fatores de emissão de carbono da produção de hidrogênio na análise de ciclo de vida: (i) adicionalidade, ou seja, fontes adicionais de energia elétrica renovável que não onerem o sistema interligado existente, (ii) entregabilidade, isto é, a geração de energia renovável para produção de hidrogênio de baixo carbono não co-localizada, e (iii) temporalidade, uma vez que o sistema interligado existente pode suprir períodos de intermitência de algumas fontes renováveis de energia elétrica.

Este trabalho considerou o sistema interligado nacional para avaliar os fatores de emissão associados a rotas de produção de hidrogênio eletrolítico, uma vez que são fontes renováveis que possuem escala no Brasil. Assim o hidrogênio eletrolítico pode se beneficiar da alta parcela de renováveis (93% em 2023) e da expansão da capacidade solar e eólica no Sistema Interligado Nacional.

Foram realizadas avaliações de ciclo de vida atribucionais com escopo do “berço-ao-portão” e avaliações consequenciais de impactos da produção de hidrogênio no Sistema Interligado Nacional. A Figura 352 resume os fatores de emissão calculados e os aspectos centrais

empregados na avaliação. Foram calculados os fatores de emissão georreferenciados oriundos da geração de eletricidade solar e eólica, do sistema de transmissão, considerando a adicionalidade, entregabilidade e temporalidade da produção de hidrogênio por eletrólise alcalina.

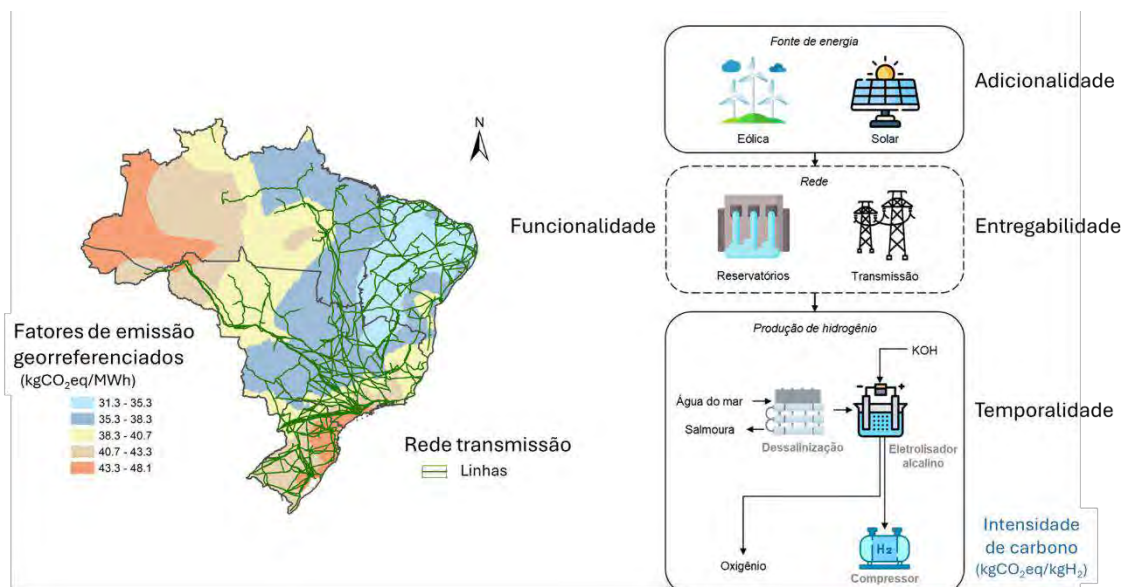


Figura 352 - Fatores de emissão da produção de hidrogênio eletrolítico no Brasil. Os cálculos consideram o Sistema Interligado Nacional e aspectos como adicionalidade, entregabilidade e temporalidade nas avaliações de ciclo de vida.

O estudo demonstrou que a produção de hidrogênio eletrolítico de baixo carbono no Brasil pode atender com maior facilidade os **requisitos** trazidos por arcabouços regulatório-normativos da aviação civil internacional (CORSIA<sup>111</sup>) e navegação marítima internacional (IMO<sup>112</sup>), uma vez que os impactos das emissões relacionados ao sistema de transmissão são pequenos em qualquer ponto do Sistema Interligado Nacional e os reservatórios das hidrelétricas suprem a demanda de energia elétrica em períodos de intermitência na geração e no consumo de eletricidade de fontes variáveis (solar ou eólica). Especificamente, a complementaridade temporal da geração eólica com a capacidade de armazenamento de energia dos reservatórios das hidrelétricas, fornecida através do Sistema Interligado Nacional, permite operar os eletrolisadores 90% do tempo. Essa complementaridade não se aplica a energia solar. Outro aspecto importante que deve ser considerado na análise das fontes de geração é o fator de emissão associado, que leva em consideração não apenas o aspecto de complementariedade, mas também fatores específicos para cada sistema. Assim, como indica a Figura 350, foram calculados fatores de emissão de 3–4 kgCO<sub>2</sub>eq/kgH<sub>2</sub> para energia solar, mais altos do que os valores de até ≈1 kgCO<sub>2</sub>eq/kgH<sub>2</sub> obtidos para energia eólica. Em todos os casos, o fator de emissão da geração de eletricidade (kgCO<sub>2</sub>eq/MWh) é a principal contribuição para as emissões quantificadas por avaliação de ciclo de vida.

<sup>111</sup> Carbon Offsetting and Reduction Scheme for International Aviation

<sup>112</sup> International Maritime Organization

Em suma, este estudo apresenta novos elementos técnico-científicos para a contabilização das emissões de carbono na produção de hidrogênio eletrolítico no Brasil. Os resultados servirão de base para novos estudos sobre o uso do hidrogênio na produção de combustíveis líquidos e poderão apoiar as definições do arcabouço regulatório-normativo do hidrogênio eletrolítico de baixo carbono produzido no Brasil.

## 2.2. Programa de P&D em Biodiversidade

Hoje o planeta está sujeito a uma crise ambiental sem precedentes, como descreve a Organização das Nações Unidas para o Meio Ambiente<sup>113</sup>: a emergência climática, a perda de biodiversidade e a poluição, que impactam os ecossistemas e a qualidade de vida na nossa biosfera. Cerca de um milhão de espécies animais e vegetais estão ameaçadas de extinção, o maior número da história. As mortes causadas por catástrofes relacionadas com o clima quintuplicaram em 50 anos, com mais de 20 milhões de pessoas deslocadas anualmente devido as alterações climáticas. A poluição atmosférica é a maior causa de doença e de morte no mundo, levando a morte prematura de mais de sete milhões de pessoas todos os anos, e nove em cada dez pessoas respiram ar com níveis de poluentes que excedem as diretrizes da Organização Mundial da Saúde. Estas alterações globais, podem ser mais catastróficas nos países em desenvolvimento como o Brasil, afetando a nossa população, nossa economia e nossos biomas. Portanto, considerar as interrelações existentes entre estes tópicos é um salto de patamar para promover o desenvolvimento de soluções e tecnologias com uso mais eficiente de recursos e mais eficaz para impactar positivamente o meio ambiente. Hoje, a emergência climática ocupa a pauta central no desenvolvimento tecnológico no CNPEM, e na próxima década é de suma importância que a biodiversidade e os ecossistemas atinjam o mesmo nível de relevância, uma vez que o Brasil pode ser um protagonista na transição ecológica.

Há três atuações principais do LNBR: (i) mapeamento do patrimônio genético brasileiro visando identificar enzimas e microrganismos de relevância industrial com subsequente desenvolvimento biotecnológico e (ii) avaliação do impacto da biodiversidade no desenvolvimento de cadeias produtivas sustentáveis e potencial mitigação das mudanças climáticas.

### 2.2.1. Subprograma em Patrimônio Genético

O conhecimento acerca do potencial genético (biotecnológico) dos herbívoros que habitam a biodiversidade brasileira é importante serviço ecossistêmico ainda vastamente inexplorado. Desde 2018 o CNPEM vem prospectando enzimas e microrganismos da biodiversidade com potencial biotecnológico buscando, de forma sistemática, investigar a vida microbiana e seu metabolismo presente nos distintos nichos ecológicos nos biomas brasileiros, que na vasta maioria é desconhecida e não cultivável em laboratório. Esse potencial genético do universo microbiano desconhecido, chamado de matéria-escura genômica, pode ser acessado por abordagens de última geração de sequenciamento com qualidade e completude equivalente a aqueles isolados e cultivados em laboratório criando oportunidades para conferir proteção a plantas contra patógenos, sintetizar bioquímicos e viabilizar a criação de novas moléculas de valor agregado e com propriedades únicas. Na natureza, microrganismos evoluem adaptam continuamente: hoje algumas bactérias são capazes de metabolizar polímeros sintéticos como

---

<sup>113</sup> UNEP Annual Report 2023.

plásticos, enquanto outras, presentes em ecossistemas poluídos, sobrevivem em condições ambientais adversas e extremas. Os microrganismos também têm grande importância agronômica, pois vários são patogênicos e afetam a maioria das culturas globais e relevantes para a segurança alimentar. A atual plataforma de biotecnologia industrial do CNPEM já é capaz de explorar tais microrganismos e seu metabolismo, e prevê-se que na próxima década que a incorporação de equipamentos com maior escala de sequenciamento e poder computacional ampliado acelerem o mapeamento do patrimônio genético brasileiro. Como consequência, essa abordagem permitirá explorar o potencial biotecnológico existente na biodiversidade que pode levar ao desenvolvimento de aplicações para saúde, agricultura e indústria (inclusive bioenergia).

### Biodiversidade brasileira como fonte de novos microrganismos e enzimas

Este subprograma busca coletar e processar amostras de herbívoros endêmicos e de nichos ecológicos especializados em despolimerização e conversão de matérias-primas renováveis e recicláveis e utilizar a Plataforma de Biotecnologia Industrial do CNPEM para realizar o sequenciamento metagenômico e reconstrução de MAGs (do inglês, *metagenome-assembled genomes*), e caracterizar as novas enzimas mineradas de microbiomas da biodiversidade.

Para realizar as coletas duas parcerias estratégicas foram estabelecidas: em 2022 com o Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA), com ênfase no bioma Amazônia e em 2024 com as Reservas Votorantim, com ênfase no bioma Mata Atlântica. Essas amostras serão alvo de pesquisas para a bioprospecção e desenvolvimento de plataformas para produção de biocombustíveis, bioquímicos e biomateriais. Este acordo visa impulsionar avanços tecnológicos e promover aplicações sustentáveis dos recursos naturais.

Os microrganismos presentes no trato intestinal de mamíferos são centrais em processos biológicos importantes para a saúde dos hospedeiros, como a obtenção de nutrientes a partir de sua dieta, além de ser um reservatório de enzimas com potencial biotecnológico. Nesse sentido, o LNBR vem investigando comunidades microbianas associadas ao trato intestinal de herbívoros da biodiversidade brasileira visando a descoberta de microrganismos inéditos e seus sistemas enzimáticos associados a despolimerização e utilização de carboidratos. Essa investigação teve início com o estudo da comunidade microbiana intestinal da capivara, herbívoro semiaquático que se alimenta basicamente de gramíneas, inclusive de cana-de-açúcar<sup>114</sup>, e que resultou em duas novas famílias de enzimas com potenciais aplicações biotecnológicas, para maior aproveitamento da biomassa vegetal para produção de biocombustíveis. A partir do aprofundamento científico acerca das bactérias da microbiota intestinal da capivara demonstramos um ganho de função associado à dieta de gramíneas em relação ao encontrado no microbiota humana<sup>115</sup>.

---

<sup>114</sup> CABRAL, L.; PERSINOTI, G. F.; PAIXÃO, D. A. A. et al. Gut microbiome of the largest living rodent harbors unprecedented enzymatic systems to degrade plant polysaccharides. *Nature Communications*, v. 13, p. 629, 2022. DOI: 10.1038/s41467-022-28310-y.

<sup>115</sup> MANDELLI, F.; MARTINS, M. P.; CHINAGLIA, M. et al. A functionally augmented carbohydrate utilization locus from herbivore gut microbiota fueled by dietary  $\beta$ -glucans. *npj Biofilms Microbiomes*, v. 10, p. 105, 2024. DOI: 10.1038/s41522-024-00578-6.

Este ganho é caracterizado pela capacidade adicional de despolimerizar carboidratos complexos, conhecidos como  $\beta$ -glucanos lineares e substituídos, que são componentes típicos da dieta de herbívoros. Essa funcionalidade adicional é decorrente da presença de uma enzima especializada, a CapGH3a (uma hidrolase glicosídica da família GH3) (Figura 353). Este avanço expande nosso conhecimento sobre os sistemas de degradação de  $\beta$ -glucanos em diferentes animais, e reforça o potencial de exploração de metagenomas intestinais de herbívoros como uma fonte rica de novas estratégias moleculares para a digestão de biomassa. Essas descobertas abrem oportunidades promissoras para a valorização de materiais lignocelulósicos, com aplicações diretas na biotecnologia, como no desenvolvimento de tecnologias mais eficientes e sustentáveis para a produção de biocombustíveis e outros produtos derivados da biomassa vegetal.

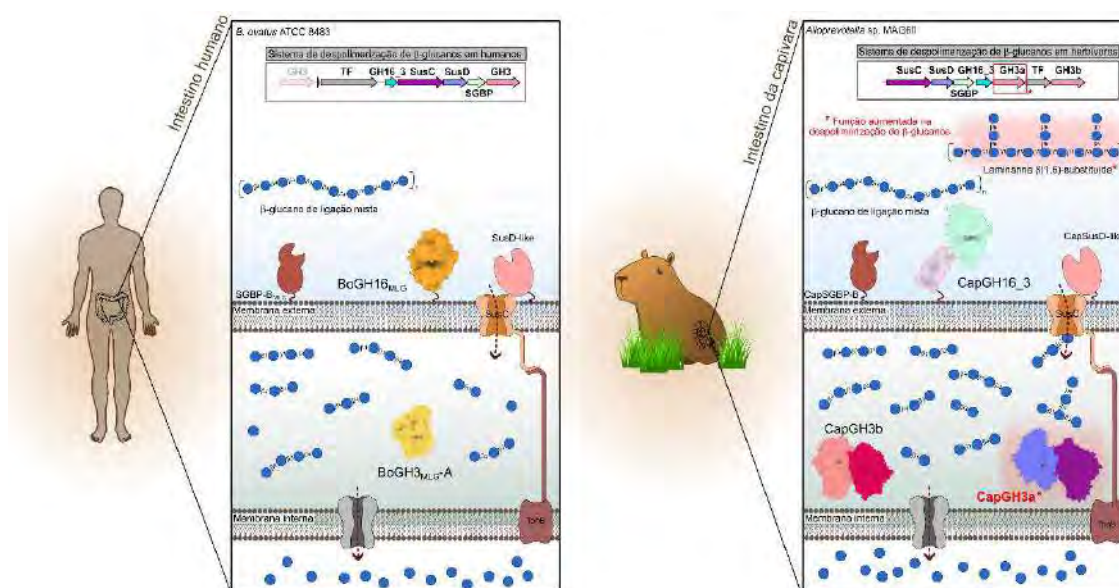


Figura 353- Comparação dos sistemas de despolimerização de  $\beta$ -glucanos presentes na microbiota humana e herbívora. A principal diferença, destacada em vermelho, está na capacidade da microbiota de herbívoros despolimerizar  $\beta$ -glucanos substituídos. Esta função é facilitada pela presença de uma enzima especializada GH3, denominada CapGH3a, presente apenas na microbiota intestinal de herbívoros, como a capivara.

Outro animal da biodiversidade brasileira que vem sendo investigado é o peixe-boi da Amazônia (*Trichechus inunguis*), mamífero aquático encontrado exclusivamente nos rios, pântanos e áreas alagadas da bacia do Rio Amazonas. É a única espécie de peixe-boi de água doce do mundo, que se alimenta de uma vasta gama de plantas aquáticas e algas, incluindo gramíneas aquáticas, frequentemente ingerindo até 8-10% do seu peso corporal diariamente, especialmente durante a estação chuvosa, quando a vegetação é mais abundante. Os peixes-boi são fermentadores pós-gástricos, apresentando um longo trato digestivo que pode chegar a cerca de 150 metros de comprimento. Dada sua alta capacidade de fermentação de alimentos vegetais, é esperado que sua microbiota represente um grande reservatório de enzimas para a despolimerização e utilização de polissacarídeos vegetais. Até o presente, poucos estudos foram conduzidos com esses animais.

A microbiota de animais silvestres apresenta uma diversidade extremamente alta, composta por microrganismos unicelulares como bactérias e arqueias, microrganismos eucariotos como

fungos e protozoários, além de vírus. Isso resulta em uma mistura complexa de material genético proveniente desses organismos, o que torna desafiador o processo de reconstrução de genomas individuais das bactérias presentes na microbiota desses animais. Portanto, nesse estudo foi utilizada uma abordagem integrativa de sequenciamento metagenômico ultra profundo empregando leituras curtas e longas que permitiram a reconstrução da comunidade microbiana intestinal do peixe-boi Amazônico em escala genômica (Figura 354). Como resultado, foi possível recuperar aproximadamente 4.000 genomas diretamente do metagenoma do peixe-boi Amazônico, sendo que dos 654 genomas únicos apenas 10% destes já haviam sido previamente reportados em bancos de dados genômicos. Essa estratégia visa garantir a obtenção de genomas mais completos e de alta qualidade.

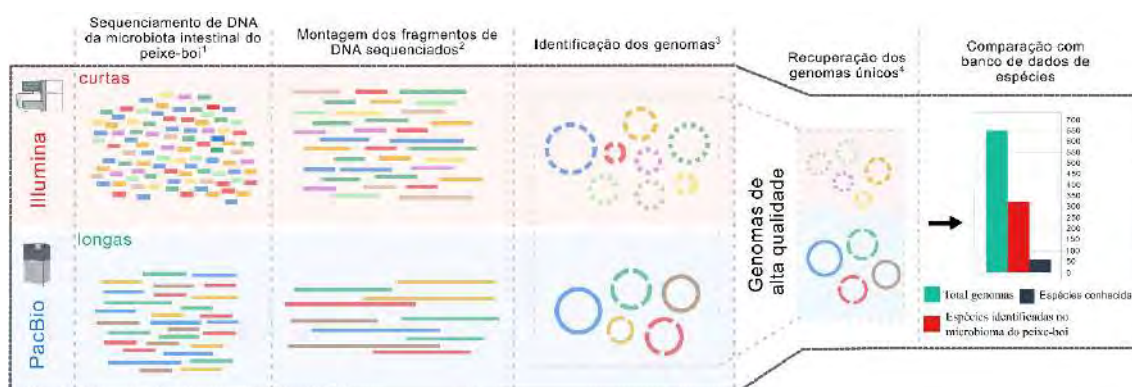


Figura 354- Abordagem para analisar o microbioma intestinal do peixe-boi Amazônico. As principais etapas são: (i) sequenciamento de DNA do microbioma intestinal de 36 animais a partir de amostras de fezes, (ii) montagem dos fragmentos de DNA obtidos por meio de sequenciamento de leituras curtas e longas, (iii) identificação dos genomas presentes nas amostras empregando algoritmos de bioinformática, (iv) recuperação de genomas únicos e (v) comparação dos genomas identificados com bancos de dados públicos para identificação de espécies novas.

Essa abordagem também permitiu a identificação de novos clusters de genes que correspondem a regiões do genoma que agrupam genes relacionados a desconstrução e utilização de matéria vegetal lignocelulósica; regiões ricas em enzimas ativas sobre carboidratos e denominadas Lócus de Utilização de Polissacarídeos, portanto permitindo inferir qual tipo de carboidrato determinado microrganismo é capaz de metabolizar. Foram identificados aproximadamente 3600 genes nesses loci até então não conhecidos, localizados em regiões do genoma que agrupam genes codificadores de proteínas associadas ao processamento de carboidratos específicos (Figura 14). Nossa hipótese é que esses genes codificam enzimas com novas funções na desconstrução da matéria vegetal.



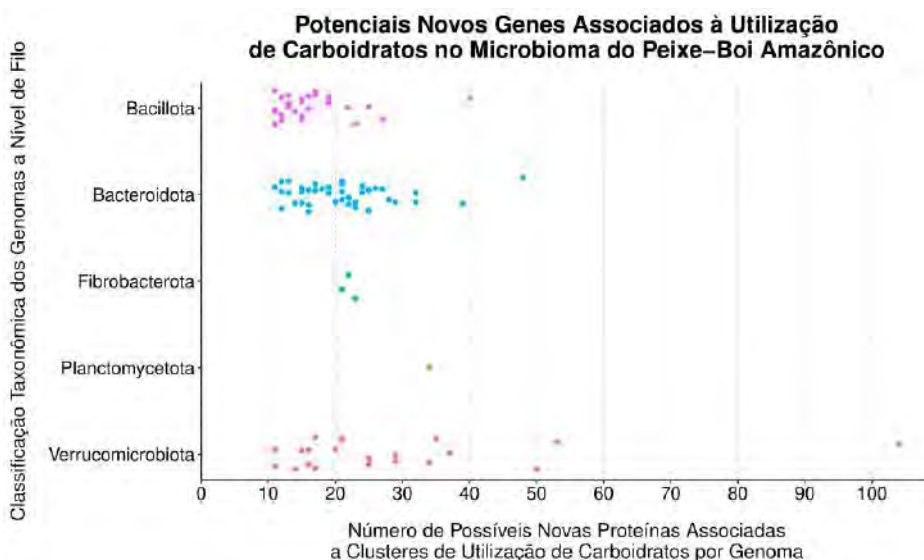


Figura 355- Classificação dos novos genes no microbioma do Peixe-Boi Amazônico. Para cada genoma representativo da montagem final do metagenoma do Peixe-Boi amazônico, foi feita a anotação funcional de enzimas ativas em carboidratos e famílias de proteínas, seguido da predição de clusters gênicos associados com o uso de carboidrato. Proteínas sem anotações funcionais presentes nesses clusters foram contabilizadas como possíveis novas proteínas, e os genomas com mais de 10 possíveis novas proteínas são apresentados.

Até o momento, estudos bioquímicos de uma enzima codificada por um dos gene-alvo corroboraram essa hipótese, revelando uma atividade inédita associada à desconstrução de carboidratos para a família dessa enzima. Além disso, análises estruturais mostraram que essa enzima possui um sítio ativo remodelado, adaptado para a nova atividade identificada (Figura 15). Dessa forma, as próximas etapas desse estudo envolverão a investigação funcional e estrutural dos demais genes alvos selecionados para avaliar seu potencial para valorização de biomassas brasileiras locais, como cana-de-açúcar, eucalipto e açaí.

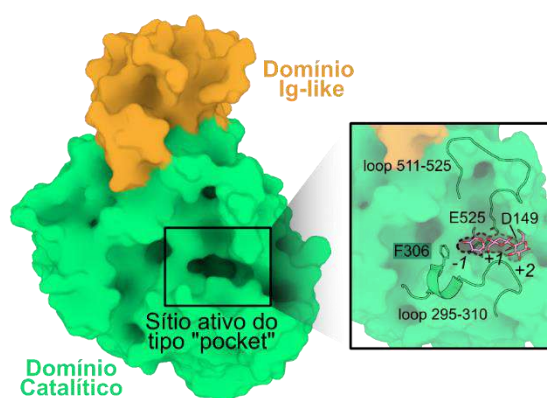


Figura 356 - Estrutura de uma nova enzima no microbioma do peixe-boi amazônico resolvida por cristalografia de raios X. Em destaque, o sítio ativo remodelado para a nova atividade de desconstrução de carboidratos identificada.

Alguns cervídeos também foram objetos de coleta, pois o Brasil é um dos países com maior variedade de espécies desse grupo. Esses mamíferos herbívoros pertencem à família *Cervidae* e

estão distribuídos por diversos biomas brasileiros, como Amazônia, Cerrado, Mata Atlântica, Caatinga, Pantanal e Pampa. Muitas dessas espécies, porém, enfrentam ameaças de extinção devido à destruição de habitats, caça e fragmentação florestal. Iniciativas de conservação, como áreas protegidas, fiscalização contra caça ilegal e projetos de pesquisa, são essenciais para garantir a sobrevivência desses animais emblemáticos da biodiversidade brasileira.

Por meio de parceria com o Núcleo de Pesquisa e Conservação de Cervídeos (NUPECCE) da Universidade Estadual Paulista, realizamos a coleta de amostras de fezes de nove espécies de cervídeos entre eles: veado-mateiro (*Mazama americana*), veado-de-mão-curta (*Mazama nana*), veado-mateiro-pequeno (*Mazama jucunda*), veado roxo (*Mazama nemorivaga*), subespécie de veado-mateiro (*Mazama a. rufa*), cervo-do-pantanal (*Blastocerus dichotomus*), veado-catingueiro (*Subulo gouazoubira*), veado-de-cauda-branca (*Odocoileus virginianus*) e veado-campeiro (*Ozotoceros bezoarticus*) (Figura 357).

Outro aspecto importante é o potencial uso desses dados para a conservação das espécies. A análise das microbiotas permitirá avaliar a saúde intestinal dos cervídeos e monitorar o impacto de fatores ambientais, como mudanças no habitat ou na dieta, contribuindo para estratégias de manejo mais eficazes. Com a identificação de microrganismos-chave associados à digestão e ao bem-estar, é possível desenvolver intervenções que promovam a sobrevivência dessas espécies ameaçadas, especialmente em projetos de reintrodução na natureza, reforçando o papel do microbioma como um reservatório inexplorado de biodiversidade genética e como um recurso valioso para a conservação de espécies da fauna brasileira.

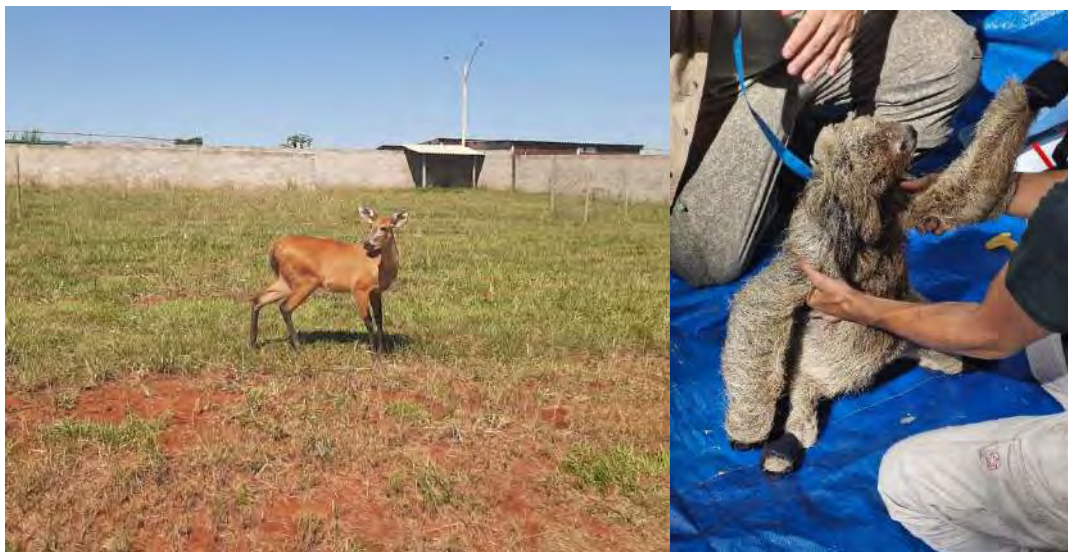


Figura 357 - Veado-campeiro (*Ozotoceros bezoarticus*) no Núcleo de Pesquisa e Conservação de Cervídeos (NUPECCE) da Universidade Estadual Paulista (Foto: Douglas Paixão) e preguiça-de-coleira identificado na região de Mata de São João, Bahia, que vem sendo estudado pela equipe do CNPEM e da UESC.

Outro animal que foram realizadas coletas de amostras é a preguiça-de-coleira (*Bradypus torquatus*), que é endêmica da Mata Atlântica e está ameaçada de extinção (Figura 357). Em parceria com pesquisadores da Universidade Estadual de Santa Cruz, realizamos uma expedição científica na região de Mata de São João (Bahia) para coletar amostras do sistema digestivo desses animais visando o sequenciamento de DNA de alta profundidade da comunidade

microbiana intestinal. Considerada um dos animais mais antigos da Mata Atlântica, com mais de 65 milhões de anos, é encontrada principalmente na Mata Atlântica da costa sudeste do Brasil, nas regiões de Bahia, Espírito Santo e Rio de Janeiro. A preguiça-de-coleira é um animal folívoro, o que significa que sua dieta consiste quase exclusivamente de folhas. A preguiça-de-coleira está ameaçada de extinção devido à destruição do seu habitat e a letalidade de filhotes em cativeiro é alta, pois os filhotes não têm sua microbiota intestinal desenvolvida para o herbivorismo. Portanto, neste estudo visamos desvendar os *drivers* microbianos que permite esses animais se alimentarem exclusivamente de folhas, o que no futuro irá permitir desenvolver inoculantes microbianos para o amadurecimento da microbiota desses animais em cativeiro.

Em suma, o estudo da capivara, já publicado, gerou a base metodológica para o desenvolvimento. No caso dos Peixes-boi amazônico e marinho já foram realizados o sequenciamento, a montagem de fragmentos (short+long) e a identificação de genomas como indica a Figura 354. Hoje há 12 espécies de animais adicionais que foram coletadas as amostras e em 2025 serão submetidos à abordagem metodológica descrita anteriormente.

### 2.2.2. Subprograma em Cadeias Produtivas Sustentáveis

As mudanças climáticas, a poluição e a perda de biodiversidade são problemas globais cujo enfrentamento exige soluções integradas e inovadoras. Para superar estes desafios, são necessárias soluções que promovam não apenas a conservação e a restauração dos ecossistemas, mas também contribuam significativamente para a mitigação das mudanças climáticas.

Os biomas brasileiros compreendem 20% da biodiversidade do planeta, composta por diversos ecossistemas e abrigo para inúmeras espécies. Apesar de grande parte ainda ser preservada, as áreas afetadas pela atividade humana têm aumentado significativamente nas últimas décadas, o que impacta não somente o papel das florestas na estocagem de carbono, mas também outros serviços ecossistêmicos e a conservação da sua biodiversidade. Isso implica na perda de um potencial ainda pouco conhecido e pouco explorado, que pode triplicar o PIB brasileiro<sup>116</sup>. Além disso, a restauração de áreas degradadas e a produção de bioenergia são estratégias que podem gerar benefícios ambientais e econômicos significativos.

O objetivo do programa de cadeias sustentáveis é mapear, sistematizar e analisar dados e informações sobre os ecossistemas que compõem os biomas brasileiros, de modo a quantificar os potenciais serviços ecossistêmicos relacionados ao potencial genético de sua biodiversidade e a mitigação de emissão de gases de efeito estufa, explorando a sinergia entre ambos, uma vez que no Brasil a maior parte (>70%) das emissões de gases de efeito estufa é oriunda da mudança de uso da terra e da agricultura. Portanto, a biodiversidade pode ser vista como elemento central, ao lado da descarbonização, na concretização da transição ecológica. Em 2024, foram realizados dois estudos considerando a recuperação de áreas degradadas e as demandas futuras de bioplástico (bioPE).

#### Mitigação de mudanças climáticas, perda de biodiversidade e desertificação

Este estudo se concentra na abordagem de transição ecológica, baseando-se em serviços ecossistêmicos, para determinar o melhor uso de áreas de pastagem degradada no Brasil. A

---

<sup>116</sup> IPBES 2018

escolha dos critérios de classificação e seleção das áreas baseou-se nas convenções globais sobre mudanças climáticas, biodiversidade e desertificação e em seus impactos na legislação brasileira (Figura 358).

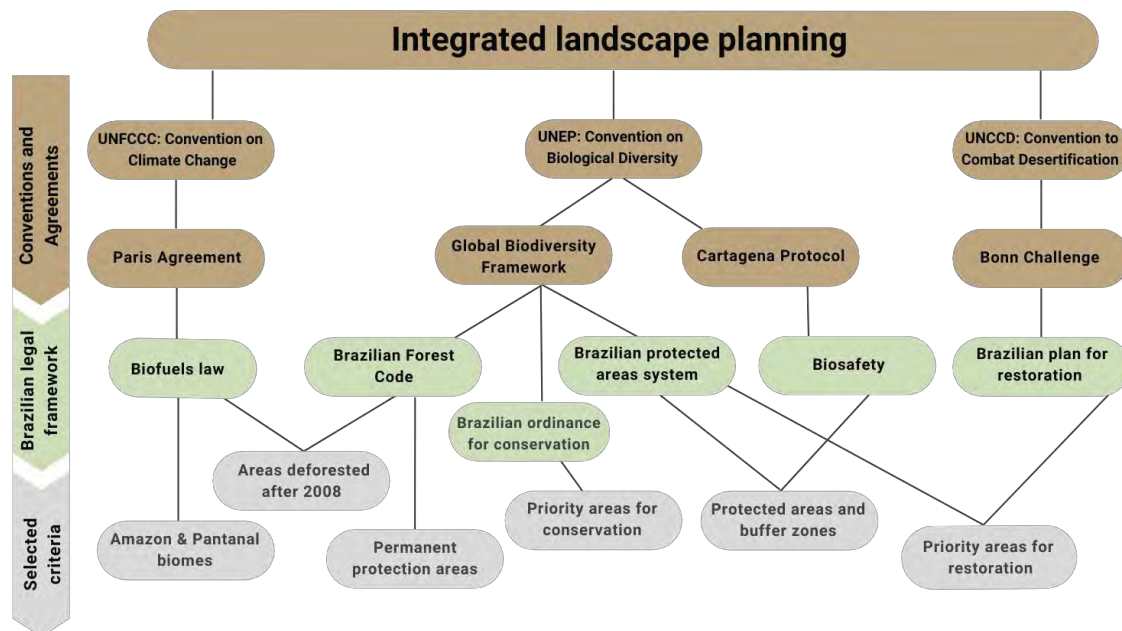


Figura 358- Arcabouço para selecionar critérios de restauração considerando compromissos brasileiros em mudanças climáticas, perda de biodiversidade e desertificação<sup>117</sup>

Foram mapeadas quais áreas degradadas devem ser direcionadas para a restauração da vegetação nativa; qual é o potencial de produção de bioenergia nas áreas remanescentes e; como uma abordagem multifuncional pode contribuir para a o atingimento dos compromissos de mitigação de emissões de GEE e os Objetivos do Desenvolvimento Sustentável.

Os resultados apontam cerca de 65 milhões de hectares de pastagens degradadas que são adequados para a restauração da vegetação nativa (Figura 359), com uma mitigação de emissões de GEE estimada de 400 MtCO<sub>2</sub>eq por ano nos próximos 20 anos. Foram ainda mapeados 35 milhões de hectares de pastagem degradada como aptos para a produção de biomassa

<sup>117</sup> **Em marrom:** As três convenções e respectivos acordos ambientais multilaterais ou esforços globais dos quais o Brasil faz parte; **em verde:** a estrutura legal brasileira ligada a cada um dos compromissos internacionais. A partir da esquerda: **Lei dos Biocombustíveis** (RenovaBio nº 13576) estabeleceu a Política Brasileira de Biocombustíveis com o objetivo de expandir a produção e o uso de biocombustíveis na matriz energética do país; **Lei Brasileira de Proteção da Vegetação Nativa** (Código Florestal - nº 12651) dispõe sobre a proteção da vegetação nativa; **Portaria brasileira** nº 463 do Ministério do Meio Ambiente que atualiza o mapa brasileiro de áreas prioritárias para a conservação e o uso sustentável da biodiversidade; **Áreas protegidas brasileiras** é a lei nº 9985 que estabelece o sistema brasileiro de unidades de conservação da natureza; **Biossegurança** (nº 11105 e 11460) limita as atividades legais relacionadas ao uso de organismos geneticamente modificados (OGMs) no entorno de áreas protegidas; **Plano brasileiro de restauração** é a política brasileira para a recuperação da vegetação nativa (decreto nº 8872 e portaria interministerial nº 230). Abaixo, **em cinza:** os critérios adotados para a seleção de áreas degradadas com base nas sinergias entre a estrutura legal brasileira e os compromissos internacionais. As áreas para restauração são de Strasburg et al. 2020.

convencional para bioenergia (Figura 359), resultando em um suprimento potencial de 6,8 EJ por ano e um potencial de mitigação de emissões de GEE de 500 MtCO<sub>2</sub>eq por ano.

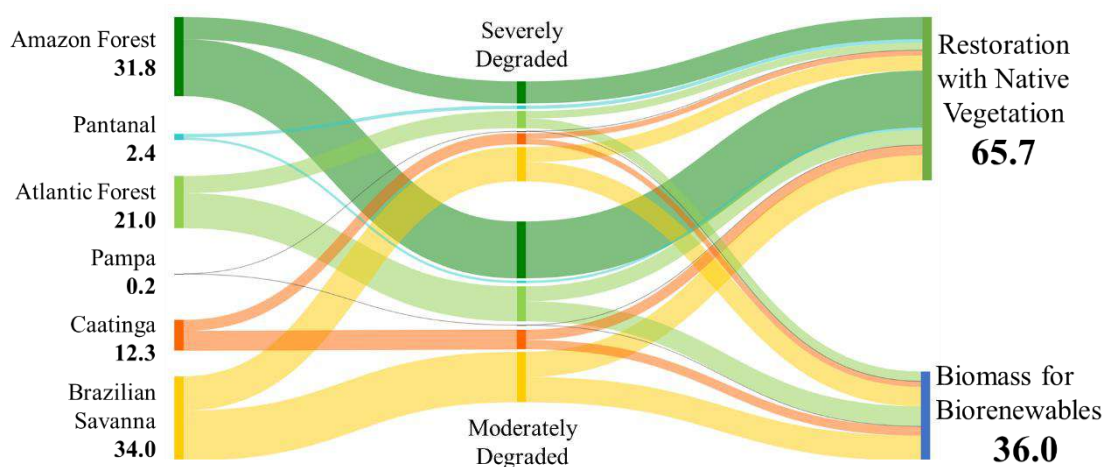


Figura 359 - Total de pastagens degradadas (degradação severa e moderada) no Brasil e a designação de áreas para restauração da vegetação nativa (65,7 Mha) e para biomassa para biorrenováveis (36 Mha, usada neste estudo para produção de bioenergia) classificadas de acordo com os biomas brasileiros. No lado esquerdo da figura está a soma, por bioma, da área total degradada em 2021.

### Potencial brasileiro no atendimento sustentável da demanda mundial de bioplásticos

Além da poluição associada ao lixo plástico, que já se configura numa crise mundial, projeções futuras de crescimento do mercado podem levar a um aumento das emissões de gases de efeito de estufa (GEE). Diante deste problema, são necessárias ações para melhorar a circularidade e a renovabilidade dos plásticos, tais como considerar cadeias de reciclagem avançadas e a produção de plásticos de base biológica. O Polietileno de Base Biológica (bioPE) é uma alternativa sustentável ao plástico de origem fóssil desde que sua matéria-prima seja cultivada de forma sustentável, evitando a competição com a produção de alimentos, a expansão sobre vegetação nativa e a pressão sobre os recursos naturais.

Este trabalho teve como objetivo avaliar o potencial do Brasil em acomodar a futura demanda global de PE para 2050 com bioPE, usando cana-de-açúcar como matéria-prima, considerando a avaliação do ciclo de vida do produto e estratégias de circularidade. Além disso, para a expansão da produção de biomassa foi considerado um zoneamento ambientalmente conservador, abordando os riscos de perda de biodiversidade, mudanças de estoque de carbono e a disponibilidade de água.

Considerando o cenário de expansão com melhor eficiência de circularidade e intensidade de uso da terra (Figura 360), o Brasil seria capaz de suprir a demanda mundial por PE em 2050. Entretanto, isso exigiria cerca de 22 Mha de novas áreas de cultivo de cana-de-açúcar. Da área avaliada (36 Mha) para expansão da cana-de-açúcar, 3,4 Mha impactariam de forma positiva os estoques de carbono, a conservação da biodiversidade e a manutenção dos recursos hídricos (Figura 20). Esta área seria suficiente para atender de forma sustentável a demanda por etanol prevista no RenovaBio, por exemplo.

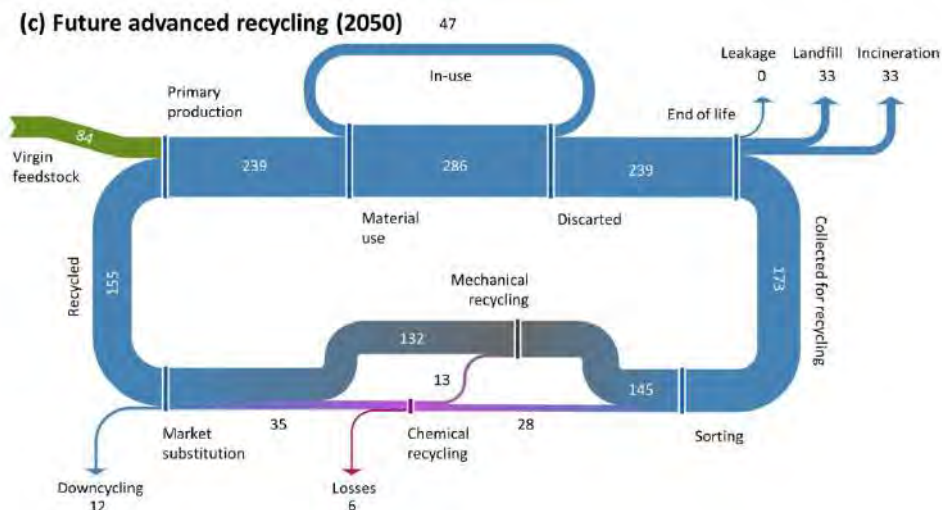


Figura 360 - Fluxos mássicos na cadeia de valor do plástico para o cenário de maior circularidade e intensidade no uso da terra. Considera a matéria-prima requerida, reciclagem e a composição de fim de uso.

Comparando os cenários de reciclagem, uma importante distorção emerge: uma reciclagem mais eficiente reduz a demanda por matéria-prima virgem, o que reduz a necessidade de expansão da produção de biomassa e o descarte no fim de vida do produto, mas que implica em uma menor captura de carbono pelo bioPE devido a uma menor produção do mesmo.

Os resultados mostram que, para lidar com o problema emergente do plástico, será necessário aliar circularidade e substituição de fósseis a uma redução da demanda, de modo a reduzir a poluição derivada do seu uso e descarte e consolidar o bioPE como um potencial material sustentável e uma alternativa de captura de carbono para estratégias futuras de descarbonização.



*Figura 361 - Área e emissões de GEE por mudança no estoque de carbono para as combinações de critérios na área de expansão considerada. Cada retângulo representa uma combinação e está dividida em 3 partes, uma para cada critério (vulnerabilidade à escassez hídrica (i), mudança no estoque de carbono (ii) e vulnerabilidade à perda de biodiversidade (iii)).*

## 2.3. Programa de Pesquisa e Desenvolvimento em Materiais para Sustentabilidade

O objetivo do programa em materiais para sustentabilidade é usar biotecnologias, como microrganismos e enzimas, para transformar matéria-prima renovável em produtos de alto valor agregado, relevantes para setores da indústria de transformação como o químico e o de alimentos e bebidas. Para tanto, o LNBR possui uma abordagem interdisciplinar e ferramentas de Biologia Sintética e Molecular, incluindo engenharia genética, desenho de proteínas, integração de abordagens ômicas, prospecção e descoberta por métodos avançados de sequenciamento como sequenciamento de células únicas e sequenciamento de 3ª geração (leituras longas), além do estado da arte em biologia estrutural com síncrotron de 4ª geração e experimentos resolvidos no tempo na escala de micro e milissegundos. 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 customizáveis para a realidade brasileira. A estratégia do CNPEM em Materiais para Sustentabilidade é voltada para a pesquisa e desenvolvimento de sistemas biológicos industriais, incluindo o desenvolvimento de sistemas enzimáticos para despolimerização e conversão de matérias-primas de relevância industrial e de cepas microbianas engenheiradas para a produção de intermediários químicos e enzimas de interesse biotecnológico. Além disso, as atividades do Programa também estão orientadas para a realização de pesquisa em síntese e caracterização de nanomateriais para o desenvolvimento de novas tecnologias aplicadas e monitoramento ambiental.

### 2.3.1. Subprograma em Sistemas Biológicos Industriais

O Subprograma Sistemas Biológicos Industriais se propõe a explorar o imenso potencial de microrganismos e enzimas para aplicações industriais, desenvolvendo cepas e enzimas e ferramentas de biologia sintética e buscando o entendimento científico dos mecanismos que regem essas transformações. Neste ano, destacam-se: (i) sistema enzimático com potencial atuação na produção de bioquerosene de aviação, (ii) biofábricas microbianas para a produção de hidrocarbonetos renováveis e ácidos orgânicos, (iii) mecanismos de toxicidade associados à bioconversão de compostos aromáticos e (iv) ferramentas de biologia sintética para edição gênica e para controlar a atividade enzimática.

#### Sistema enzimático para hidrocarbonetos renováveis

Um dos grandes desafios para a produção de hidrocarbonetos renováveis, é obter moléculas não-oxigenadas que apresentam composições químicas e características físicas semelhantes aos dos derivados de petróleo, por exemplo cadeias longas de carbono, podendo ser utilizados diretamente, sem exigir a adaptação das máquinas e da infraestrutura existente.

Em 2023, os pesquisadores do LNBR descobriram a descarboxilase OleTP<sub>RN</sub> (da superclasse P450) que produz alcenos a partir de diferentes cadeias de ácidos graxos (saturados e insaturados). No entanto foram encontradas duas limitações (i) outros subprodutos oxigenados são produzidos

juntamente com os hidrocarbonetos e (ii) há uma dependência do cofator peróxido de hidrogênio que pode gerar custo no processo de produção final do combustível. Nesse sentido, uma possibilidade de perpassar esses obstáculos é utilizar descarboxilases do tipo não-heme, as quais possuem características estruturais similares com as P450, mas não possuem o grupo prostético heme. A biocatálise ocorre a partir de um cluster de ferro no sítio catalítico. Até o momento sabe-se que essas enzimas são específicas para cadeias de tamanho C12 e não utilizam peróxido de hidrogênio como cofator.

Assim, foi preparado um consórcio microbiano e utilizadas redes de similaridade de sequências para prospectar diferentes descarboxilases não-heme, conhecidas como UndA. A partir dessas análises, testamos em laboratório várias enzimas, sendo que duas delas se sobressaíram com melhores performances catalítica, Und726 e Und828 e que forma comparadas com a UndA de *Pseudomonas fluorescens*, doravante PfUndA, única não-heme reportada na literatura com atividade de descarboxilase. Nesse sentido, os dados abaixo comparam a produção de hidrocarboneto (1-undeceno, C11:1) a partir do ácido graxo C12:0 pela ação das descarboxilases descobertas pelo LNBR e aquela descrita na literatura (PfUndA). Já pode-se observar que a performance entre as enzimas é bastante similar (Figura 21 A) e a quantidade de hidroxilados, ou seja produtos oxigenados, é bem inferior comparada com a quantidade do hidrocarboneto produzido (Figura 362B). Outra informação bastante interessante é ilustrada na Figura 21B, onde é possível ver que enquanto as enzimas da literatura e Und676 sofrem inibição na presença de ferro, a enzima Und828 tem sua atividade significativamente aumentada para a produção do alceno C11:1. **Esse resultado revela que essas descarboxilases possuem mecanismos distintos de modulação de rendimento de produto por ferro**, que estão no momento sendo investigados.

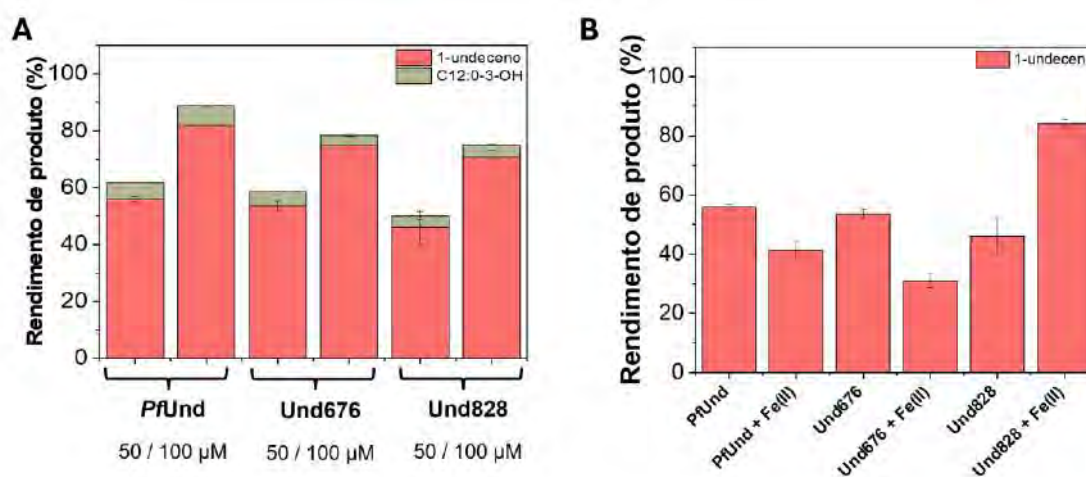


Figura 362 - (A) Rendimento do produto C11:1 pela ação das descarboxilases da literatura (PfUnd) e daquelas descobertas pelo LNBR (Und676 e Und828). (B) Rendimento do produto considerando várias enzimas e na ausência e presença de ferro.

Das duas enzimas descobertas, apenas a Und828 formou cristais em condições específicas quando submetida à ensaios de cristalização. Estes cristais foram difratados na linha de luz Manacá do Sirius para obtenção de sua estrutura atômica tridimensional, como indica a Figura 363. Como pode ser visto, a enzima é composta majoritariamente por  $\alpha$ -hélices e possui um átomo de ferro no seu sítio ativo coordenado por resíduos de aminoácidos ácido glutâmico (E) e histidina (H), o que o torna cataliticamente ativo. Foi possível também identificar o substrato C12



no interior do bolsão catalítico fazendo contatos hidrofóbicos com resíduos de aminoácidos triptofano (W), tirosina (Y), leucina (L), isoleucina (I), metionina (M) e fenilalanina (F) da enzima. Portanto para que o substrato seja reconhecido é necessário um ambiente altamente hidrofóbico e a seletividade do substrato vem da fenilalanina, que devido sua cadeia lateral volumosa parece limitar o tamanho do bolsão catalítico. Isso pode explicar o fato dessa família de enzima ser bastante específica para cadeias de tamanho C12. Assim, como próximos passos, pretendemos realizar ensaios de engenharia de proteína na tentativa de aumentar o bolsão da enzima para alterar a seletividade e permitir a ligação de ácidos graxos maiores. Em particular, para futuras aplicações em combustíveis de aviação há necessidade de uma mistura de hidrocarbonetos na faixa entre C8 e C15.

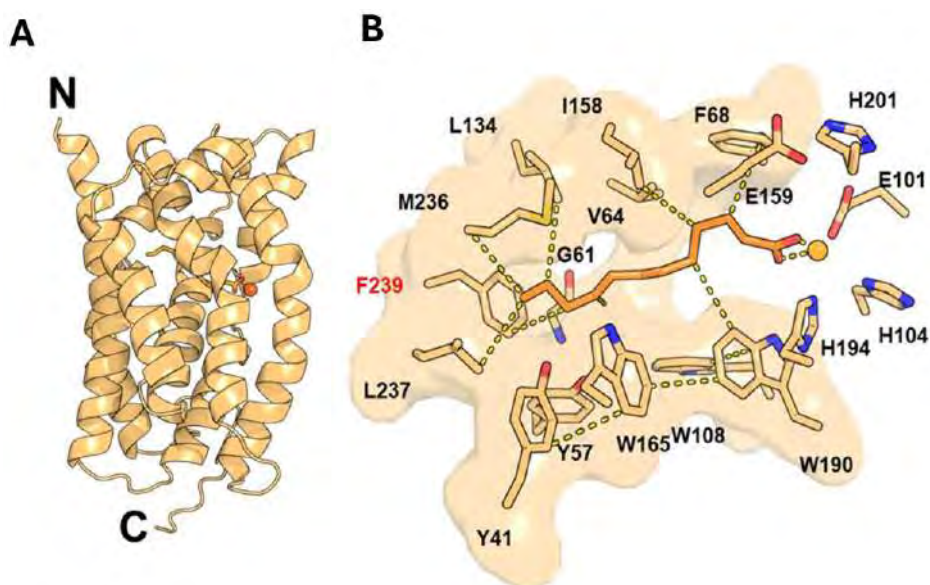


Figura 363- Representação tridimensional da descarboxilase Und828. (A) Overview da estrutura tridimensional destacando as regiões N- e C-terminal. (B) Organização do bolsão catalítico revelando o ácido graxo C12 ligado. Interações menores que 4 Å são mostradas como linhas tracejadas. A estrutura foi obtida no Sirius – CNPEM.

### Biofábrica microbiana (levedura) para a produção de hidrocarbonetos renováveis

As olefinas (alcenos) são hidrocarbonetos importantes da indústria petroquímica, tanto podendo ser incorporadas na produção dos combustíveis convencionais (gasolina, querosene de aviação e diesel), quanto para produção de compostos químicos finos, como graxas sintéticas, surfactantes e polímeros, porque as olefinas possuem duplas ligações em sua cadeia que permitem a derivatização em novas moléculas. Este trabalho se baseou em uma *S. cerevisiae* que normalmente não atua em oleaginosas para criar uma nova cepa engenheirada para produção de olefinas a partir de fontes de lipídeos de baixo valor, como o *Distillers Corn Oil* (DCO), que é um resíduo da produção de etanol de milho. Considerando que grande parte dos ácidos graxos presentes neste óleo residual são insaturados (como ácido oleico e linoleico) e se encontram na forma de glicerídeos, ou seja, na forma esterificada com uma molécula de glicerol, foram necessárias modificações. Portanto, nesta nova versão da levedura engenheirada, foi adicionada uma enzima lipase, para quebrar estas ligações e liberar o ácido graxo na forma livre, que é a forma que a enzima utilizada para realizar a reação; e a utilização de uma OleT

descoberta pelos pesquisadores do LNBR (OleTP<sub>RN</sub> da superclasse P450) capaz de converter ácidos graxos insaturados (Figura 364A), como descrito anteriormente.

Outro ponto importante observado nos experimentos foi a necessidade de adição de grupo heme ao meio de cultivo, uma vez que as enzimas responsáveis pela reação que gera o produto olefina demanda este co-fator para sua atividade. A produção deste co-fator enzimático é finamente controlada na célula, uma vez que demanda muita energia e ferro, que é um nutriente essencial para várias reações intracelulares. Para isso, foi realizada uma estratégia genética visando deletar um dos principais fatores de transcrição responsável por controlar a produção deste co-fator pela inibição de sua produção quando a célula já o possui em quantidades suficientes. Concomitantemente, foi realizada a super-expressão do principal gene controlado desta via metabólica, fazendo com que esta nova levedura engenheirada fosse capaz de produzir quantidades semelhantes de olefinas sem a necessidade da adição deste co-fator ao meio de cultura. Todas estas modificações genéticas realizadas na levedura *Saccharomyces cerevisiae* utilizaram ferramentas de edição gênica baseadas em CRISPR-Cas9.

Como resultado deste trabalho foi avaliada a produção de olefinas por esta levedura engenheirada em condições relevantes industrialmente, ou seja, utilizando-se de uma matéria-prima abundante e de baixo valor. A utilização do resíduo DCO para produção de olefinas não apenas alcançou o mesmo nível de produção da mesma condição utilizando ácido oleico puro, como ainda elevou a produção de hidrocarbonetos em duas vezes mais (Figura 364B). Este resultado foi consolidado em uma patente, principalmente pelo potencial real de implementação, uma vez que a produção de etanol de milho tem se expandindo cada vez mais no país, que diretamente elevará a produção do DCO que não possui ainda um destino nobre comercialmente, que em um conceito de biorrefinaria, pode ser convertido *insito* em um composto petroquímico importante e com maior valor agregado; e também por não se restringir a apenas este resíduo, podendo-se aplicar esta estratégia para outros lipídeos de baixo valor.

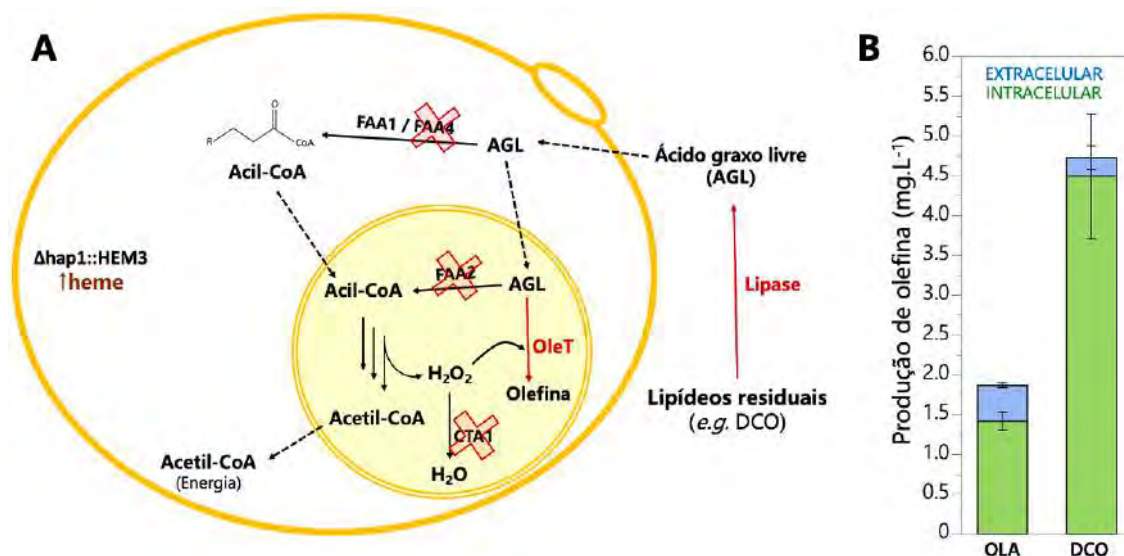


Figura 364- (A) Esquema da via de produção de olefinas proposta e das modificações metabólicas de *S. cerevisiae*. As reações nativas de *S. cerevisiae* estão representadas em preto, enquanto a seta em vermelho demonstra uma reação heteróloga não existente naturalmente na levedura. Os genes

*deletados foram FAA2, FAA4, CTA1 e HAP1. (B) Produção de olefinas pela cepa engenheirada em meio contendo apenas lipídeos, tanto ácido oleico puro (OLA), como prova de conceito), quanto Destillers corn oil (DCO), resíduo da produção de etanol de milho.*

### Biofábricas microbianas para a produção de ácidos orgânicos

Os ácidos orgânicos são importantes intermediários químicos em diversos processos biológicos na indústria, sendo utilizados nos setores de química fina, plásticos, materiais avançados, alimentos, bebidas, entre outros. Por exemplo, os ácidos mucônico, tereftálico e 3-hidroxipropanoico são usados na produção de poliésteres, resinas, polímeros biodegradáveis e plásticos. Outro exemplo é o ácido cítrico, amplamente utilizado na indústria alimentícia como acidulante, conservante e flavorizante, além de ser usado na produção de detergentes, cosméticos e medicamentos. Os ácidos orgânicos também são utilizados na produção de biocombustíveis, como o ácido levulínico, que é um importante intermediário na produção de bioplásticos e biocombustíveis. Isso ilustra a importância dos ácidos orgânicos como intermediários químicos na indústria, servindo como moléculas versáteis para a substituição de produtos químicos derivados de petróleo por produtos mais sustentáveis e renováveis, além de reduzir os impactos ambientais.

Nesta linha de pesquisa foram desenvolvidas biofábricas para dois tipos de ácidos orgânicos: uma cepa de levedura para produção de ácido 3-hidroxiisovalérico (3HP) e uma cepa bacteriana para produção de ácido mucônico.

Um desafio na produção de 3-HP em leveduras está na eficiência de conversão do açúcar em produto final. Apesar de avanços importantes terem sido obtidos em estudos recentes, os títulos de produção alcançados ainda não suportam uma produção economicamente viável em larga escala. Desta forma, a presente linha de pesquisa busca a comparação de diferentes vias de produção de 3-HP visando a identificação da mais eficiente, assim como gargalos metabólicos que limitem um maior ganho de produção.

No período anterior, foi reportado o desenvolvimento de uma levedura, denominada 3-HP.V1 LNBR, com capacidade metabólica para produção de 3-HP, a partir da integração de múltiplas cópias das porções N- e C- terminal da enzima malonil-CoA redutase. Simulações *in silico*, utilizando modelos metabólicos em escala genômica adaptados, também foram realizadas para determinação dos rendimentos teóricos máximos de diferentes rotas metabólicas possíveis para biossíntese de 3-HP. O objetivo do trabalho para este período consistiu na avaliação experimental dos resultados obtidos *in silico*, a fim de determinar a via metabólica mais promissora para produção de 3-HP (Figura 365A). Utilizando a tecnologia CRISPR-Cas, diferentes edições foram realizadas no genoma da cepa base 3-HP.V1 LNBR visando avaliar o fluxo de carbono para 3-HP a partir de três vias diferentes. A produção de 3-HP, etanol e crescimento da coleção de cepas contendo estas modificações foi avaliada em cultivos realizados em escala de laboratório. Como resultado deste trabalho, foi identificada uma modificação genética responsável por aproximadamente duplicar a produção de 3-HP em comparação com outras combinações testadas (Figura 365B).

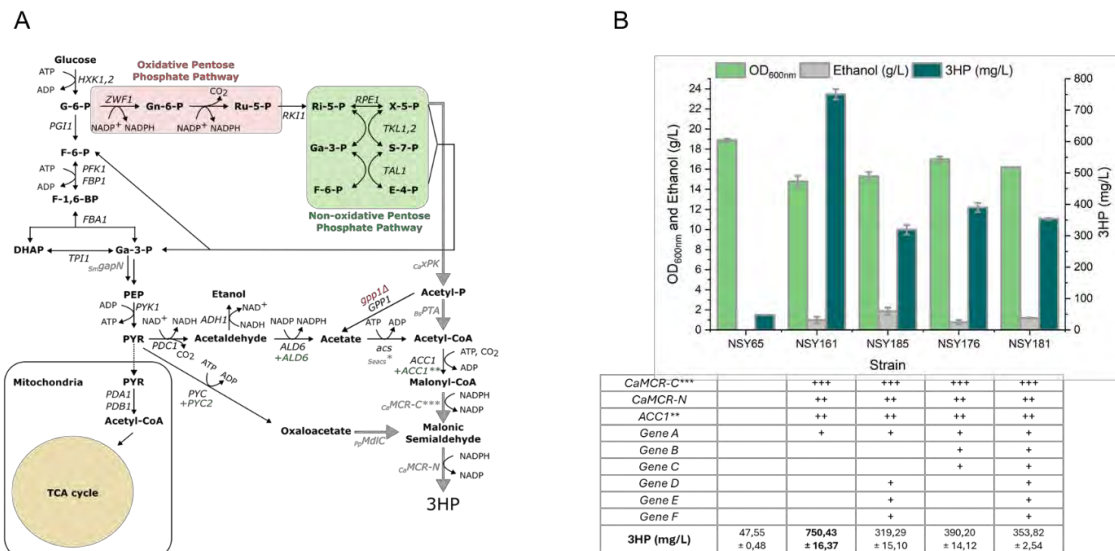


Figura 365- Vias metabólicas de produção de 3-HP analisadas experimentalmente em *S. cerevisiae*. A) Esquema das vias de produção de 3-HP avaliadas, em cinza integrações de genes heterólogos, em verde integrações de cópias adicionais de genes endógenos e em vermelho deleções. B) Produção de 3-HP, etanol e crescimento das diferentes cepas engenheiradas após 48h de cultivo em frasco com agitação. Representações das modificações realizadas em cada cepa estão indicadas abaixo do gráfico.

Em 2024 foram realizados outros desenvolvimentos envolvendo ácidos orgânicos, como a produção microbiana de ácido mucônico, a partir de microrganismos geneticamente modificados, tem atraído o interesse mundial por se tratar de processos brandos, com potencial de serem mais sustentáveis. No entanto, apesar da relevância e dos avanços já reportados, a produção microbiana, utilizando substratos renováveis, ainda possui desafios, como os baixos rendimentos e produtividades, além dos custos relativamente altos dos açúcares, comprometendo o estabelecimento de processos economicamente viáveis e ambientalmente amigáveis.

Neste sentido, o foco deste trabalho, foi empregar bactérias *Escherichia coli* capazes de produzir ácido mucônico utilizando glicerol como fonte de carbono, um subproduto abundante da indústria do biodiesel. Ferramentas de engenharia metabólica de sistemas no estado-da-arte, incluindo modelagem matemática em escala genômica, prospecção e triagem de enzimas *in vivo*, além de ferramentas de edição gênica baseadas em CRISPR-Cas9, foram aplicadas para este propósito. Neste ano, a via metabólica com maior potencial para produção de ácido mucônico, identificada computacionalmente foi construída (Figura 366).

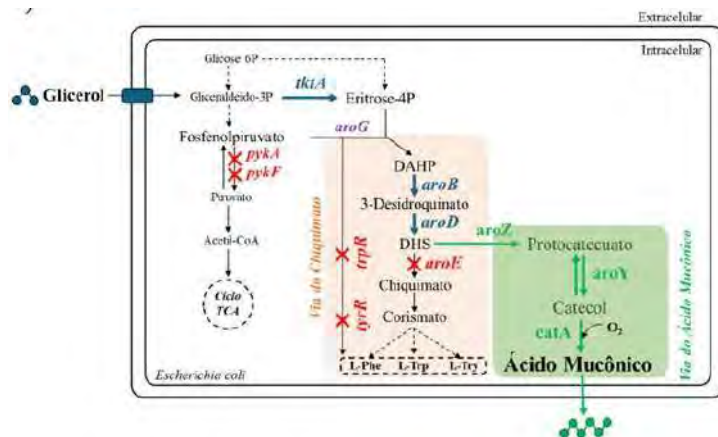


Figura 366 - Via metabólica construída para habilitar a bactéria *Escherichia coli* a produzir ácido mucônico e as modificações genéticas concluídas com êxito para melhorar sua produção utilizando glicérol como fonte de carbono. As setas azuis representam as superexpressões de genes e cruzes vermelhas as deleções. A via heteróloga de produção de ácido mucônico está destacada em verde. DAHP: 3-Desoxi-7-Fosfo-Heptulonato; DHS: 3-Desidrochiquimato; Phe: Fenilalanina; Trp: Triptofano; Try: Tirosina. B) Efeito das modificações genéticas concluídas neste projeto na produção de ácido mucônico.

Diferentes enzimas relacionadas a essa via foram investigadas a fim de maximizar a produção dos intermediários da via metabólica e, conseqüentemente, do ácido mucônico. Este estudo de triagem de enzimas in vivo relacionadas a via metabólica do ácido mucônico permitiu a construção de uma cepa inicial (cepa V0) com capacidade de produzir 0,4 g/L de ácido mucônico, sendo superior às concentrações relatadas na literatura, em condições experimentais similares (Figura 26). Em seguida, com o objetivo de melhorar ainda mais a produção deste ácido, modificações genéticas no genoma da bactéria *E. coli* foram realizadas. Genes que reduzem a disponibilidade de intermediários chave para a biossíntese do ácido mucônico, assim como reguladores transcricionais que controlam sua produção, foram deletados. Em contrapartida, cópias adicionais dos genes responsáveis por aumentar a disponibilidade de intermediários chave foram adicionados no genoma da bactéria. Até o momento, um conjunto de 12 modificações genéticas foram concluídas com sucesso (Figura 366). Ensaio de triagem em pequena escala demonstraram uma melhora significativa na produção do ácido mucônico à medida que novas modificações genéticas foram implementadas (Figura 367). A versão da bactéria contendo todas as modificações genéticas (cepa V7) foi capaz de produzir 1,6 g/L de ácido mucônico, um aumento de quatro vezes em comparação com a cepa inicial.

Este projeto demonstra um grande potencial para a produção sustentável de ácido mucônico. O uso de glicérol, um subproduto abundante da indústria do biodiesel, como substrato para a biossíntese do ácido mucônico representa uma inovação promissora e ainda pouco explorada na literatura. Adicionalmente, o aproveitamento de glicérol tem potencial de contribuir para o desenvolvimento de bioprocessos mais sustentáveis, assim como de fortalecer uma economia circular.

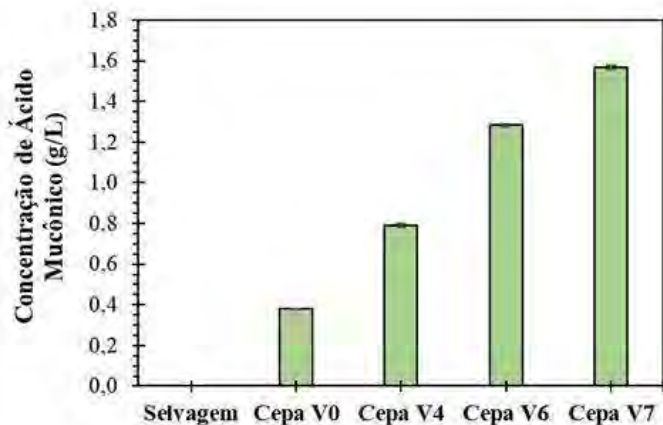


Figura 367 - Concentração de ácido mucônico para diferentes cepas bacterianas.

### Mecanismos de toxicidade associados à bioconversão de lignina por bactérias

A lignina é uma macromolécula aromática com grande potencial como recurso renovável para a produção de compostos químicos por meio de processos biológicos. Porém, diferente da celulose, composta apenas por glicose, a lignina apresenta uma estrutura complexa e heterogênea, o que torna mais desafiador seu uso como matéria-prima para a produção de químicos de alto valor agregado. Nesse contexto, estratégias híbridas que combinam métodos de despolimerização termoquímica com a conversão biológica têm se mostrado promissoras para superar os desafios impostos pela recalcitrância e heterogeneidade da lignina.

Uma das linhagens de bactéria mais amplamente estudadas e aprimoradas para transformar os compostos derivados da lignina em bioprodutos é a *Pseudomonas putida* KT2440. Para sua aplicação em estratégias híbridas, um dos principais desafios é integrar a complexidade de produtos gerados nos processos de despolimerização térmica da lignina com a capacidade da bactéria de tolerar a toxicidade e metabolizar esses compostos. Outro desafio, do ponto de vista da viabilidade econômica, é maximizar o aproveitamento das fontes de carbono já presentes nas correntes derivadas de lignina, visando evitar tanto o desperdício quanto a necessidade de adicionar fontes de carbono externas para viabilizar o crescimento microbiano, o que aumentaria os custos do processo.

Nesse estudo, os pesquisadores do LNBR investigaram como diferentes condições de despolimerização termoquímica de lignina do bagaço de cana-de-açúcar impactam na quantidade e diversidade de moléculas capazes de serem metabolizadas pela bactéria *Pseudomonas putida* KT2440 (Figura 368 e Figura 369). O mapeamento detalhado da composição de cada licor e da taxa de bioconversão de cada um de seus componentes mostra a importância da etapa de despolimerização para aumentar a concentração de moléculas metabolizáveis pela bactéria (Figura 368). Por outro lado, ele também aponta limitações metabólicas para a bioconversão de fenol e guaiacol, por exemplo, que precisam ser contornadas, através de engenharia genética (Figura 368). Outro destaque é que no processo apresentado nesse estudo, a combinação de ácidos alifáticos e de compostos aromáticos, produzidos na etapa de despolimerização, foi suficiente para promover o crescimento bacteriano, sem a necessidade de adicionar uma fonte de carbono extra, demonstrando que a

estratégia utilizada tem potencial para tornar a valorização biológica de lignina mais atrativa em termos de custo.



Figura 368 - Representação do processo termoquímico desenvolvido para investigar como a variação das condições de despolimerização da lignina presente no licor alcalino impacta a compatibilidade do licor com a capacidade metabólica de *P. putida*. a) 70 °C, 1:12 sólido-líquido, 70 gNaOH/kgbagaço); b) Planejamento experimental 2<sup>3</sup>, variando temperatura (T) de 180 a 300 °C, tempo de 30 a 90 min e pressão (P) de oxigênio de 0 a 4 bar. c) Ensaios de crescimento nos licores foram realizados com a bactéria *Pseudomonas putida* KT2440. A composição de cada licor antes e depois do cultivo bacteriano foi analisada por cromatografia líquida de alto desempenho e cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas.

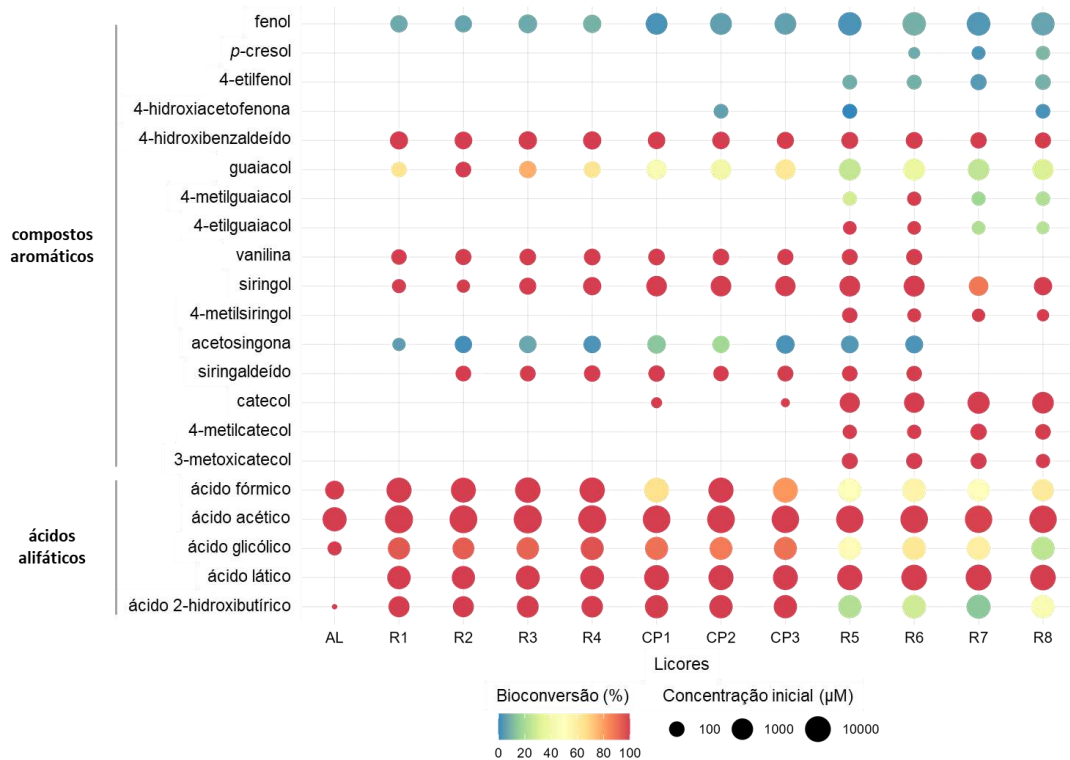


Figura 369 - Bioconversão de compostos aromáticos e ácidos alifáticos após o cultivo de *P. putida* KT2440 em licor alcalino e licores despolimerizados em diferentes condições de temperatura, tempo e

oxigenação. O tamanho de cada círculo representa a concentração inicial de cada composto em cada licor antes de iniciar o cultivo. AL: licor alcalino, R: reações de despolimerização em diferentes condições de temperatura, tempo e pressão de O<sub>2</sub>. CP = ponto central do planejamento experimental. A cor dos círculos indica a porcentagem de bioconversão de cada composto após o cultivo com *P. putida* KT2440.

### Expansão de novas rotas metabólicas para lignina

Na temática de bioconversão de compostos aromáticos, destaca-se a conclusão de um trabalho, co-financiado pela FAPESP, e recentemente publicado na revista *Nature Communications*<sup>118</sup>, que resolveu lacunas de conhecimento sobre como componentes da lignina são transformados em bioprodutos por bactérias, usando como modelo de estudo um patógeno de plantas. A lignina é um componente abundante das paredes celulares das plantas e desempenha um papel vital no seu sistema de defesa. A motivação desse estudo deve-se à relevância da lignina não só na defesa das plantas contra patógenos, mas principalmente pelo seu potencial uso como matéria prima renovável para a produção industrial de químicos, no contexto da bioeconomia circular.

A compreensão de como a bactéria *Xanthomonas citri* metaboliza componentes da lignina amplia o espectro de vias metabólicas disponíveis para o desenvolvimento de fábricas microbianas que visem converter biomassas vegetais em bioprodutos úteis no nosso cotidiano, favorecendo a transição para cadeias produtivas mais sustentáveis. Além disso, esse conhecimento também favorece o desenvolvimento de novas estratégias para o combate a pragas agrícolas, especialmente no cultivo de cítricos. Os desafios abordados nesse estudo incluíram a identificação e caracterização de todas as etapas enzimáticas envolvidas na transformação dos precursores da lignina em moléculas do metabolismo central de carbono (Figura 29). A existência de algumas etapas dessas vias foi demonstrada pela primeira vez, com a descoberta e caracterização das enzimas MolA e MolB (Figura 371).

Além disso, esse estudo também abordou a compreensão dos mecanismos de defesa da bactéria contra a toxicidade dos compostos de lignina, que figura como um dos principais desafios da transformação biológica dessas moléculas por microrganismos em escala industrial. Essas descobertas exigiram uma abordagem multidisciplinar envolvendo biologia molecular, bioquímica, análises extensivas de química analítica e técnicas avançadas de sequenciamento genético. Este estudo destaca-se por suas contribuições tanto para a ciência fundamental quanto para fomentar o desenvolvimento de aplicações práticas na agricultura e na biotecnologia.

---

<sup>118</sup> MARTIM, D. B. et al. Resolving the metabolism of monolignols and other lignin-related aromatic compounds in *Xanthomonas citri*. *Nature Communications*, v. 15, p. 3938, 2024. DOI: 10.1038/s41467-024-52367-6.





### Novas ferramentas de biologia sintética para otimizar a edição gênica por CRISPR/Cas em fungos filamentosos

O sistema CRISPR/Cas é uma ferramenta de edição genômica que tem sido um divisor de águas na engenharia genética de microrganismos utilizados na biotecnologia. No entanto, ainda há desafios como a baixa eficiência de inserção de genes de interesse no genoma de fungos filamentosos, como o *Trichoderma reesei*, um fungo de grande importância industrial que se destaca pela produção de enzimas celulolíticas. Este trabalho apresenta abordagens inovadoras para superar essas limitações, caminhando em direção à uma biotecnologia mais sustentável e processos industriais mais eficientes.

Em 2024, foram aprimoradas ferramentas moleculares para edição genética em *T. reesei* por meio de duas estratégias principais: (i) desenvolvimento de promotores sintéticos dependentes da RNA Polimerase III para aumentar a produção de RNA guias (gRNAs), essenciais para a eficiência do sistema CRISPR/Cas e (ii) criação de vetores de transformação, denominados de sistema pTRED, projetados para favorecer a via de recombinação homóloga (HR), aumentando a precisão e eficiência da incorporação do “DNA doador” no genoma, isto é, genes específicos carregando uma nova função de interesse biotecnológico. Estas estratégias visam contornar a dificuldade inerente de edição genética em fungos filamentosos, que reduz a eficiência para níveis abaixo de 10% tipicamente. Como ilustrado na Figura 372, os fungos filamentosos podem reparar o DNA por duas rotas conhecidas como NHEJ (junção de extremidades não homólogas) e HR (recombinação homóloga). A via NHEJ é preferencial nos fungos filamentosos, entretanto, ela não é eficaz para edição gênica, portanto, nossa estratégia foi desenvolver uma estratégia de desligamento temporário dessa via, permitindo um ganho de eficiência na edição gênica.

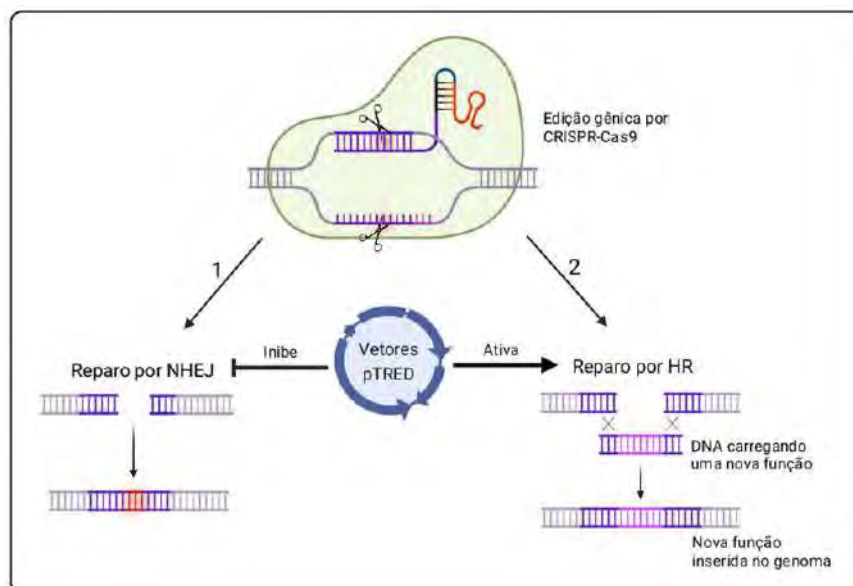


Figura 372- Durante a edição de genomas em fungos filamentosos a via de reparo por junção de extremidades não homólogas (NHEJ) é constitutivamente ativa, o que reduz a eficiência de inserção de genes com novas funções (DNA doador). Nesse trabalho foi desenvolvido um sistema de vetores denominado de pTRED (*T. reesei* genome Editing) que além de carregarem promotores sintéticos para aumentar a produção de RNA guias, os quais direcionam a enzima Cas9 para o sítio de clivagem, também codificam fatores para inibir transitariamente a via NHEJ e ativar a via de recombinação

homóloga (HR). Essas características do sistema pTRED permitiram uma maior precisão e eficácia durante a inserção de novos genes no genoma do fungo filamentoso *T. reesei*.

Os resultados obtidos mostraram avanços notáveis: nove promotores sintéticos dependentes da RNA Polimerase III foram testados, dos quais seis apresentaram eficiência superior à média da literatura, com índices de sucesso entre 25-100% nas edições genéticas analisadas (Figura 373A). Além disso, dois novos vetores foram construídos, chamados pTRED-Si e pTRED-Rad, com componentes que estimulam o reparo de DNA pela via HR enquanto inibem a via NHEJ, favorecendo, portanto, um maior número de colônias editadas geneticamente (Figura 373B e Figura 373C).

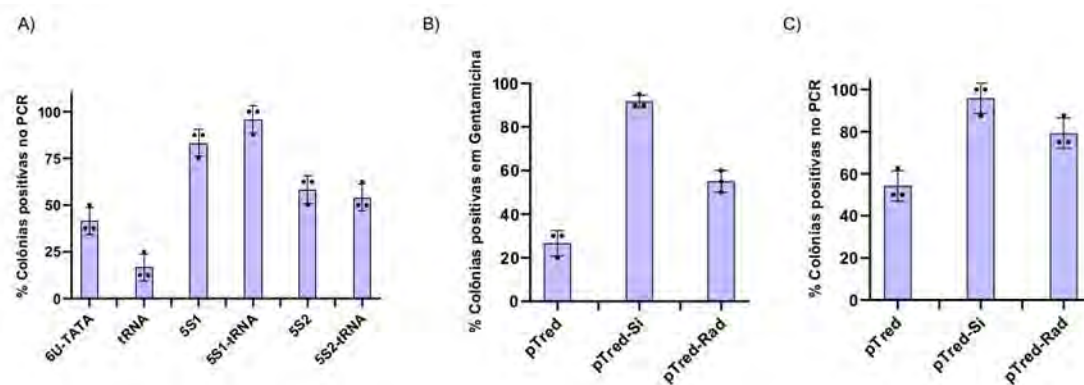


Figura 373 - A) O vetor pTRED carregando os promotores sintéticos 6U-TATA, tRNA, 5S1, 5S1-tRNA, 5S2 e 5S2-tRNA foram testados para verificar a eficiência dos mesmos na edição gênica. Após a edição gênica com o sistema pTRED e o crescimento das colônias em meio seletivo com gentamicina, a confirmação dos transformantes positivos de *T. reesei* foi realizada por meio da amplificação do cassete de gentamicina inserido no genoma, permitindo determinar a porcentagem de transformantes bem-sucedidos. B) O gráfico apresenta o número de colônias resistentes à gentamicina após a edição gênica, destacando-se o vetor pTRED-Si, com quase 100% das colônias testadas mostrando resistência à gentamicina. C) A análise das colônias resistentes confirmou, por PCR, a inserção do cassete de gentamicina no genoma. Nas condições testadas, o vetor pTRED-Si apresentou a maior eficácia na edição do genoma de *T. reesei*, com quase todas as colônias testadas sendo genuinamente positivas, o que evidencia seu desempenho superior e sua baixa taxa de falso-positivos na edição gênica.

Esses avanços na edição genética de *T. reesei* têm implicações expressivas para a produção industrial, pois podem acelerar programas de otimização da produção de enzimas, como celulases, reduzindo substancialmente a demanda por insumos nos processos industriais. A aplicação do sistema de edição gênica do LNBR não apenas expande o potencial de *T. reesei* para a produção de enzimas, mas também abre caminho para o desenvolvimento de engenharia de linhagens de específicas de *T. reesei* para produção de uma ampla gama de bioprodutos de interesse industrial. Esse sistema ainda inclui promotores sintéticos altamente eficientes e componentes que promovem a via HR, enquanto inibem transitoriamente a via NHEJ, possibilitando uma edição genômica mais precisa e eficiente, com menor risco de efeitos deletérios.

### Disruptor molecular para controlar a atividade enzimática em carboidratos

A obtenção de açúcares simples a partir de materiais orgânicos, como a parede celular vegetal, é um processo que requer a ação de enzimas que possuem mecanismos específicos para o reconhecimento de seus substratos. O entendimento desses mecanismos é desafiador, uma vez que mudanças sutis nas sequências e estruturas das enzimas podem resultar em atividades distintas. Além disso, os açúcares possuem uma grande variedade química e estrutural. Neste ano, os pesquisadores do LNBR estudaram uma enzima que atua em substratos derivados de galactosídeos, açúcares que estão presentes em diversos polissacarídeos vegetais e também no leite.

A enzima estudada apresentou um mecanismo de regulação da sua atividade através de seu estado de oxidação. Tal efeito acontece por meio da formação de uma ponte dissulfeto, ligação covalente entre dois resíduos de aminoácidos que compõem a estrutura da enzima. Em ambientes oxidativos, a ligação dissulfeto é formada, bloqueando o sítio ativo, o que impede a ligação e processamento do substrato. Por outro lado, em condições redutoras, o sítio ativo torna-se acessível e a atividade enzimática pode acontecer (Figura 374A). Ao longo do ano, foram estudadas as estruturas tridimensionais da enzima, que foram resolvidas através de cristalografia de raios-X e criomicroscopia eletrônica no CNPEM. Também foram realizados cálculos computacionais para simular os diferentes estados do sítio ativo da enzima e seu comportamento ao longo do tempo. Recentemente, foi identificado que, o processo de modulação da topologia do sítio ativo requer a modificação concertada de três regiões da enzima: uma que contém uma das cisteínas (loop catalítico), uma região auxiliar próxima ao sítio ativo (loop regulatório) e uma região de suporte (loop auxiliar), que interage fortemente com a anterior (Figura 372B). O processo de reversibilidade do processo oxidativo das cisteínas foi estudado através do estabelecimento de um protocolo que determinou as concentrações necessárias do agente oxidante peróxido de hidrogênio ou do agente redutor para a verificação do aumento (ativação da enzima) ou diminuição da atividade (bloqueio do sítio ativo).

As medidas de atividade enzimática revelaram que o processo de oxidação das cisteínas é reversível e que a atividade da enzima pode ser recuperada a partir da adição de agente redutor. O mecanismo de regulação através do estado redox é um dos processos bioquímicos mais importantes da Natureza e a descoberta feita pelos pesquisadores do LNBR pode abrir novas possibilidades para o entendimento e aplicação das hidrolases glicosídicas para processos industriais que requerem a despolimerização de açúcares complexos.

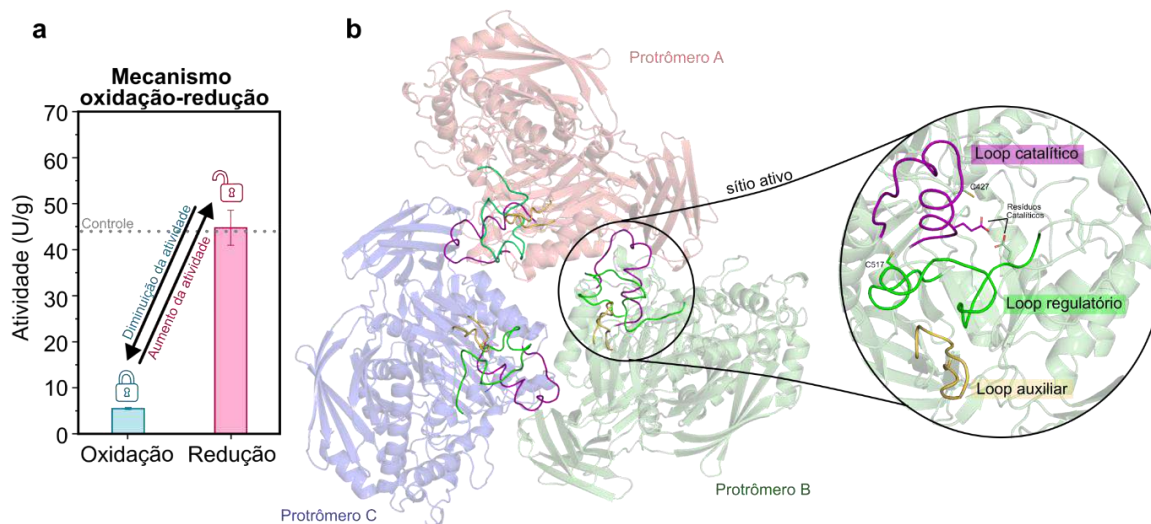


Figura 374 - Mecanismo de controle da atividade enzimática pela oxidação e redução dos resíduos de cisteína. a) A oxidação leva à diminuição da atividade (bloqueio do sítio ativo) e a redução leva à recuperação da atividade (sítio ativo disponível). b) Estrutura tridimensional da enzima, destacando as três regiões importantes para a regulação da atividade (loop catalítico, loop regulatório e loop auxiliar).

### 3. Projetos Estruturantes

#### 3.1. Plataforma de Biotecnologia Industrial

A Plataforma de Biotecnologia Industrial (PBI) vai ampliar a infraestrutura de pesquisa e competências no estado da arte para o desenvolvimento de enzimas e microrganismos tanto por abordagens de evolução molecular ou adaptativa, como por desenho racional para diversas aplicações industriais. A PBI tem como objetivo acelerar o desenvolvimento de sistemas biológicos de relevância industrial. 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 demoram de alguns anos até uma década. 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 alto desempenho, também conhecida como high-throughput, para o desenvolvimento de enzimas e microrganismos de relevância industrial e uma infraestrutura de escalonamento.

Todos os equipamentos da PBI foram adquiridos e comissionados, com exceção de parte do sistema de cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas denominado como Synapt XS. O sistema é composto por: (i) cromatógrafo líquido binário (*Acquity Premier*) com fluxo de ultra pressão (UPLC), (ii) sistema integrado de HDX (troca de hidrogênio-deutério) e (ii) espectrômetro de massas (Synapt XS) contendo: módulo de fragmentação por dissociação induzida por colisão (CID); fontes de ionização e dessorção a laser assistida por matriz (MALDI), eletrospray (ESI) e módulo de mobilidade iônica (IM).

As etapas de instalação e verificação do sistema incluem, (i) instalação do espectrômetro de massas – Synapt XS, (ii) análise de desempenho do Synapt XS e ESI, (iii) instalação e avaliação de funcionamento do cromatógrafo líquido, (iv) instalação e reconhecimento de operação do MALDI, (v) reconhecimento de performance da IM e (vi) instalação e investigação do sistema integrado de HDX.

A investigação permanece em execução devido a contratempos da ordem de atraso na importação do reagente (NaOD, hidróxido de sódio deuterado), onde, resultou no postergamento do treinamento/comissionamento para setembro de 2024. O sistema HDX é formado por três componentes principais: 1) Sistema de Cromatografia Líquida de Ultra Eficiência (UPLC), 2) Gerenciador HDX e 3) Robô LEAP HDX. Durante o treinamento/comissionamento, previsto e realizando em setembro de 2024, parte do sistema HDX, o Robô LEAP HDX, apresentou uma falha, na qual ocorre uma colisão da ferramenta de carregamento de amostras no Gerenciador HDX. Fora agendada uma visita técnica de engenheiro da empresa Waters para o mês de outubro de 2024, durante a visita não foi possível a correção do problema. No decorrer das tentativas de reparo, foi gerado um problema adicional no software (Chronos) que opera o LEAP HDX. Para solucionar ambos os problemas, o engenheiro da empresa Waters informou que haveria a necessidade de acionar a matriz das Américas, a qual fica situada nos EUA. Um fator complicador neste contexto é que este sistema é o único instalado no Brasil e, por fim, o próximo passo é receber as orientações dos suportes da Waters Brasil e matriz das Américas respectivamente.

Essas etapas incluem processos que foram realizados no período entre 2022 e 2023 e descritos anteriormente, por fim, o status da instalação e verificação do sistema foi atualizado com previsão de conclusão para meados de 2025 conforme a Tabela 6.

*Tabela 6 - Status das etapas de instalação e verificação do sistema*

<b>Etapa</b>	<b>Status</b>
1. Instalação do espectrômetro de massas – Synapt XS	Concluído em 2022
2. Análise de desempenho do Synapt XS e ESI	Concluído em 2022
3. Instalação e avaliação de funcionamento do cromatógrafo líquido	Concluído em 2022
4. Instalação e reconhecimento de operação do MALDI	Concluído em 2023
5. Reconhecimento de performance da IM	Concluído em 2023
6. Instalação e investigação do sistema integrado de HDX	Instalação concluída em 2023, investigação em andamento. Previsão Jun/2025.

## 4. Apoio à geração de inovação

Os projetos conduzidos pelo CNPEM no âmbito da biotecnologia industrial, em parceria com empresas, abrangem diversos níveis de maturidade tecnológica, desde o desenvolvimento de tecnologias em estágios iniciais até a implementação em escala piloto e em ambientes operacionais de caráter semi-industrial. No que se refere à proteção dos resultados das pesquisas do LNBR, em 2024 foram depositados novos pedidos de patente na área de biotecnologia molecular, evidenciando o compromisso contínuo com a geração de propriedade intelectual de alto valor agregado. Dentre esses pedidos, destacam-se aqueles originados de projetos desenvolvidos em colaboração com empresas, reforçando a relevância do ecossistema de inovação construído em torno do LNBR.

### 4.1. 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 substituintes de petroquímicos a partir de biomassa, como biocombustíveis, bioquímicos. O presente projeto, que decorre de um projeto anterior bem-sucedido executado em parceria entre o CNPEM e a Sinochem Petróleo Brasil Ltda., cofinanciado pela EMBRAPA, visa resolver entraves para a produção de biocombustíveis (etanol, diesel verde e bioquerosene de aviação) e de bioquímicos (olefinas) a partir de materiais lignocelulósicos provenientes do milho e materiais residuais lipídicos ácidos.

Atualmente, o projeto está na última macroentrega. As condições de pré-tratamento foram estabelecidas em planta-piloto, e um chassi fúngico está sendo customizado para a sacarificação eficiente da biomassa de interesse da empresa. Para a produção cell free de olefinas, o sistema enzimático já foi otimizado para two-pots, e no momento está sendo avaliado one-pot na ausência de peróxido de hidrogênio. No caso do sistema in vivo, quatro modificações genéticas já foram inseridas em uma levedura laboratorial, obtendo ganhos significativos para o produto desejado. Avaliações técnico-econômicas estão em andamento, e até o momento todos os cenários para a produção de olefinas, utilizando os resíduos industriais da refinaria produtora de etanol de milho, já foram delineados, tanto em biofábricas como em sistemas livre de células.

## 5. 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 orientação de bolsistas e estagiários, assim como a participação dos pesquisadores do Centro em bancas em universidades. A seguir os principais destaques deste ano em treinamento, educação e extensão.

## 5.1. Seminários e Palestras

Neste ano, os colaboradores e o Diretor do LNBR apresentaram mais de uma centena de palestras e pôsteres, onde alguns destaques temáticos foram listados a seguir:

### Discussões para subsidiar a reunião das vinte maiores economias no Brasil (G20)

- “Perspectivas da Bioeconomia no G20 e no Brasil”, Iniciativa do G20 em Bioeconomia, 2º seminário preparatório, pesquisa, desenvolvimento e inovação para a bioeconomia, apresentado pelo Diretor do LNBR Dr. Eduardo do Couto e Silva (abril/ 2024)
- “A Multifunctional Landscape Approach for Sustainable Biomass Production”, Expanding Sustainable Biofuel Feedstocks-International and Regional Perspectives, (MME/IEA/Biofuture Platform event), apresentado pelo Diretor do LNBR Dr. Eduardo do Couto e Silva (maio/ 2024)
- “Comparison of International Life Cycle Assessment of Biofuels Models”, G20 Carbon Accounting Technical Workshop, em Belo Horizonte, Brasil (maio/ 2024), apresentado por Mateus Chagas
- “Bioeconomy: addressing knowledge fragmentation”, G20 Seminar on the Amazon and Tropical Forests (MCTI/INPA), apresentado pelo Diretor do LNBR Dr. Eduardo do Couto e Silva (setembro/ 2024)
- “Biofuels: Net Zero, Sustainability and Feedstock Availability”, G20 Seminar on Biofuels (MME/BNDES), apresentado pelo Diretor do LNBR Dr. Eduardo do Couto e Silva (setembro 2024)
- “Shaping sustainable and equitable futures”, Annual meeting of the G20 Platform on SDGs Localisation and Intermediary cities (PLIC) apresentado pelo Diretor do LNBR Dr. Eduardo do Couto e Silva (outubro/ 2024)

### Desenvolvimento de plataformas microbianas (eucarióticas e procarióticas) de relevância industrial

- "Mapping the bioconversion of complex mixtures of lignin-derived compounds by Pseudomonas putida KT2440" no International Biennial Pseudomonas Conference em Copenhagen, Dinamarca, apresentado por Dr<sup>a</sup> Priscila de Oliveira Giuseppe (julho/ 2024)
- "Metabolic engineering for muconic acid biosynthesis in E. coli" no I Congresso Brasileiro de Biotecnologia Industrial (COBBIND) em Florianópolis, apresentado por Dr<sup>a</sup> Cintia Sargo (agosto/ 2024)

### Desenvolvimento experimental e computacional de enzimas de relevância industrial e seus mecanismos de atuação

- "Oxidative decarboxylation of fatty acids into sustainable hydrocarbons". 53rd Annual Meeting of the Brazilian Society of Biochemistry and Molecular Biology (SBBq), Águas de Lindóia, apresentado por Dr<sup>a</sup> Leticia Zanphorlin (maio/2024)



- “Mechanism of  $\beta$ -1,3- and mixed-linkage glucanases”, Apresentação oral na 15th Carbohydrate Bioengineering Meeting, Ghent, Bélgica, apresentado por Dr<sup>a</sup> Mariana A. B. de Moraes (junho/ 2024)
- "Olefin production from industrial byproducts", Global Bioeconomy Alliance, Ubatuba, apresentado por Dr<sup>a</sup> Leticia Zanphorlin (Janeiro/ 2024)
- “Biocatálise computacional: decifrando mecanismos enzimáticos para a produção de biorrenováveis”, Ciclo de Seminários da Universidade Federal de São Carlos, apresentado por Dr. Felipe Colombari (outubro/ 2024)
- “Enhancing Bio-Oil Conversion from Sugarcane Bagasse Lignin Utilizing Cytochrome P450 Enzymes”, I Congresso Brasileiro de Biotecnologia Industrial (COBBIND) em Florianópolis, apresentado por Dr Wesley Generoso (agosto/ 2024)
- “Prospection of Enzymes with Potential for Plastic Degradation and the B.A.R.B.I.E. Project” Diálogos da Ilum, CNPEM, Campinas, apresentado por Dr<sup>a</sup> Gabriela Felix Persinoti (outubro/ 2024)

### Mapeamento Genético da Biodiversidade

- “Herbivore gut microbiota harbors an augmented carbohydrate utilization locus towards substituted  $\beta$ -1,3-glucans”, 19th International Symposium on Microbial Ecology em Cape Town, África do Sul, apresentado por Dr<sup>a</sup> Gabriela Felix Persinoti (agosto/ 2024)
- “Harnessing the power of host-associated microbial communities to unveil novel enzymatic systems” no 1st Workshop on Host-Microbiome Interactions, Juquey, São Paulo, apresentado por Dr<sup>a</sup> Gabriela Felix Persinoti (novembro/ 2024)

### Rotas biotecnológicas e híbridas para Combustíveis Sustentáveis de Aviação (SAF)

- “Uma Visão Sistêmica de Pesquisa e Desenvolvimento para Combustíveis Sustentáveis de Aviação (SAF)”, Palestra Magna no 3º Congresso da Rede Brasileira de Bioquerosene e Hidrocarbonetos Sustentáveis para Aviação em Foz do Iguaçu, apresentado pelo Diretor do LNBR Dr Eduardo do Couto e Silva (junho/ 2024)
- “Inovação na Produção de SAF: Rotas Tecnológicas e Aplicações Industriais” painel no 3º Congresso da Rede Brasileira de Bioquerosene e Hidrocarbonetos Sustentáveis para Aviação em Foz do Iguaçu, apresentado por Dr Edvaldo Moraes (junho/ 2024)
- “Avaliação Técnico-econômica e Ambiental da Produção de Combustíveis de Aviação a partir de Óleos Microbianos” no 3º Congresso da Rede Brasileira de Biocombustíveis e Hidrocarbonetos Sustentáveis para Aviação em Foz do Iguaçu, Brasil, apresentado por Andressa Marchesan (junho/ 2024)
- “Inovações do LNBR para Combustíveis Avançados”, Grupo de Trabalho de Sustentabilidade da União Nacional do Etanol de Milho (UNEM), em formato online, Brasil, apresentado pela Dr<sup>a</sup> Tassia Junqueira (março/ 2024)
- “Biomassa, biocombustíveis e SAF: Brasil como potência energética” painel no Rio Oil & Gas, apresentado por Dr Edvaldo Moraes (setembro/ 2024)
- “Standardizing Biorefinery Evaluation Models for Sustainable Aviation Fuel Development” no BBEST & IEA Bioenergy Conference, em São Paulo, apresentado por Mateus Chagas (outubro/ 2024)

## Uso de áreas degradadas e captura de carbono para restauração e aplicações industriais voltadas para descarbonização e circularidade

- “Degraded pasturelands for sustainable biorenewables production: an ecological approach” na European Geosciences Union General Assembly (EGU) em Vienna, Áustria, apresentado por Dr<sup>a</sup> Maira Gorgulho Padgurschi (abril/ 2024)
- "Biochar from Crop Residues: An Alternative to Boost Soil Carbon Sequestration and Mitigate N<sub>2</sub>O Emissions in Tropical Soil", Centennial Celebration and Congress of the International Union of Soil Sciences em Florença, Itália, apresentado por João Luis Nunes Carvalho (maio/ 2024)
- “Low LUC risk biomass potential on degraded pastureland for sustainable aviation fuel production in Brazil” no 3º Congresso da Rede Brasileira de Bioquerosene e Hidrocarbonetos Sustentáveis para Aviação (RBQAV) em Foz do Iguaçu, apresentado por Dr<sup>a</sup> Thayse Aparecida Dourado Hernandes (junho/ 2024)
- “Microscale analyses of carbon transformations” no 4th AgroEnviro Workshop – Connecting Synchrotron Research to Higher-Scale Problem Solving in AgroEnviroSystems, Campinas, Brasil, apresentado por Dr. Ricardo Bordonal (setembro/ 2024)
- “Incorporating biochar into the sugarcane industry delivers ethanol and SAF with negative carbon emissions” no BBEST & IEA Bioenergy Conference, São Paulo, apresentado por João Luis Nunes Carvalho (outubro/ 2024)

### Alguns destaques das inserções estratégicas na agenda internacional

- “A Multifunctional Landscape Approach for Sustainable Biomass Production” na 11th Bioenergy Week em Roma, Itália, apresentado por Dr<sup>a</sup> Thayse Aparecida Dourado Hernandes (junho/ 2024)
- “Sustainability-Driven Research and Development for Innovative Solutions” no 2024 WWSC Summer Workshop para membros do Wallenberg Wood Science Center, Kolmården, Suécia, 2024 apresentado pela Dr<sup>a</sup> Tassia Junqueira ( junho/ 2024)
- O pesquisador João Luis Nunes Carvalho acompanhou a *FAPESP Week China* em Shenzhen, China, com o tema "Bioenergy in the Decarbonization Era", a convite da FAPESP (junho/ 2024)
- “Biodiversity and the transition to new industrial production models in Brazil”, Academy Lecture Series of the Organization of the Petroleum Exporting Countries (OPEC), Vienna, apresentado pelo Diretor do LNBR Dr Eduardo do Couto e Silva (Agosto/ 2024) (evento híbrido)
- “The Future of Biorefineries, a view from an R&D organization”, Congresso Biomateriales Simbiosis 2024, San José, Costra Rica, apresentado pelo Diretor do LNBR Dr Eduardo do Couto e Silva (agosto/ 2024) (evento híbrido)
- "Biorefining of agroindustrial residues: challenges and opportunities" no seminário bilateral Brazil and Norway: Strengthening partnerships for global sustainable development, Rio de Janeiro, apresentado por Dr<sup>a</sup> Priscila de Oliveira Giuseppe (setembro 2024)

- “Regenerating nature - Bioeconomy as a key economic paradigm for tackling climate change, sustainable development, and restoring forests”, The Fifth Global Conference on Strengthening Synergies between the Paris Agreement and the 2030 Agenda for Sustainable Development Building a Just World and a Sustainable Planet, Rio de Janeiro, apresentado pelo Diretor do LNBR Dr Eduardo do Couto e Silva (setembro/ 2024)
- “A Path to a Brazilian Biofoundry?”, Global Biofoundry Alliance Meeting, Daejeon, Republic of Korea, apresentado pelo Diretor do LNBR Dr Eduardo do Couto e Silva (outubro/ 2024)
- “Brazilian large-scale biofuel production” no curso de pós-graduação “Processing Biomass for Biofuels and Chemicals” da Swedish University of Agricultural Sciences (SLU), em Uppsala, Suécia, apresentado pela Dr<sup>a</sup> Tassia Junqueira (novembro/ 2024) (evento híbrido).  
 “Recent developments in the downstream industry, including petrochemicals: a biofuel perspective from Brazil”, Technical Meeting of the Organization of the Petroleum Exporting Countries (OPEC), Londres, apresentado pelo Diretor do LNBR Dr Eduardo do Couto e Silva (novembro 2024) (evento/ híbrido)

## 5.2. Eventos Científicos

No ano de 2024, o LNBR organizou dois eventos do Industrial Biotechnology & Synthetic Biology (IBSB)

### 5.2.1. V IBSB: Chalmers and LNBR workshop on sustainable bio-based circular economy, (Janeiro de 2024)

A quinta edição do IBSB reuniu pesquisadores do Brasil e da Suécia para discutir como a Biologia Sintética (SynBio) e a Biotecnologia podem contribuir para o desenvolvimento de uma bioeconomia circular e sustentável. O evento visou identificar e destacar sinergias entre os pesquisadores das duas instituições, que atuam em áreas complementares, como a desconstrução enzimática da biomassa e o desenvolvimento de plataformas microbianas para a produção de produtos químicos e combustíveis de alto valor. Este evento ofereceu uma oportunidade única de troca de conhecimentos sobre pesquisa, políticas regionais, além de consolidar uma rede colaborativa e impulsionar novas parcerias entre os dois países visando o desenvolvimento de soluções inovadoras para desafios globais na bioeconomia.

### 5.2.2. VI IBSB- Industrial Biotechnology & Synthetic Biology. Biodiversity accelerating the transition to a sustainable bioeconomy, (Maio de 2024)

A sexta edição do Workshop IBSB, realizado em Manaus, visou fomentar a colaboração internacional e promover a inovação científica. Reuniu pesquisadores do CNPEM/LNBR, Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA), e da Chalmers University (Suécia), e teve como foco destacar a interseção estratégica entre biodiversidade, biologia sintética e biotecnologia para acelerar a transição para uma bioeconomia circular e sustentável. No workshop foi enfatizado o potencial da biodiversidade associada a região Amazônica em prover estratégias enzimáticas inovadoras para a desconstrução da biomassa e a engenharia genética de plataformas microbianas industriais. Essas descobertas abrem caminho para a produção de biocombustíveis e bioprodutos de alto valor agregado, reforçando o papel da biotecnologia na superação dos

desafios globais de sustentabilidade. Ao fortalecer uma rede colaborativa entre Brasil e Suécia, este evento consolidou parcerias existentes, e estabeleceu bases para futuras pesquisas colaborativas visando o avanço da bioeconomia.

### 5.3. Orientação e Supervisão

O LNBR 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 como orientadores em Programas de Pós-graduação regulares de instituições de ensino e pesquisa.

#### 5.3.1. Conclusão de pós-doutorado

- “Uso de tomografia Síncrotron como estratégia para elucidar as rotas de produção de N<sub>2</sub>O em solos tropicais”. do Dr<sup>a</sup> Thais Nascimento Pessoa, sob supervisão do Dr. João Luis Nunes Carvalho (março 2024)
- “Produção integrada de ração animal e de etanol celulósico por explosão a vapor e desacetilação alcalina”, do Dr. Fernando Roberto Paz Cedeno, sob supervisão do Dr. Carlos Driemeier (agosto/ 2024)

#### 5.3.2. Defesa de tese de doutorado

- "Identificação de vias para o catabolismo de compostos aromáticos derivados da lignina em *Xanthomonas axonopodis pv citri*." da aluna Damaris Batistao Martim defendida no Instituto de Biologia, Unicamp, sob orientação da Dr<sup>a</sup> Priscila de Oliveira Giuseppe (fevereiro/ 2024).
- " Investigação molecular de novas xilose isomerases para aplicação na fermentação de materiais lignocelulósicos." do aluno Renan Yuji Miyamoto defendida no Instituto de Biologia, Unicamp, sob orientação da Dr<sup>a</sup> Leticia Zanthorlin (outubro/ 2024)

#### 5.3.3. Defesa de tese de mestrado

- "Estudo de enzimas P450 da família CYP152 capazes de promover a descarboxilação de ácidos graxos." da aluna Isabelle Taira Simões defendida no Instituto de Biologia, Unicamp, sob orientação da Dr<sup>a</sup> Leticia Zanthorlin (junho/ 2024)
- "Mudanças ambientais e serviços ecossistêmicos ligados à segurança alimentar no Amazonas", da aluna Ana Luisa de Carvalho Cruz defendida no programa de pós-graduação em Ecologia do Instituto de Biologia, Unicamp, sob orientação da Dr<sup>a</sup> Maíra de Campos Gorgulho Padgurschi (setembro/ 2024).
- “Avaliação georreferenciada dos impactos das mudanças climáticas na produção de cana-de-açúcar no Brasil" do aluno Gabriel Palma Petrielli defendida no Programa de Planejamento de Sistemas Energéticos da Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, sob orientação da Dr<sup>a</sup> Thayse Aparecida Dourado Hernandez (junho/ 2024)

#### 5.3.4. Estágio de pesquisa no exterior

- “Biocatalytic demethylation of lignin-derived compounds investigated by ancestral reconstruction and characterization of Rieske non-heme iron enzymes”, estágio BEPE/FAPESP pelo aluno de doutorado Augusto Rodrigues Lima, The University of Queensland, Austrália, sob orientação da Dr<sup>a</sup> Priscila de Oliveira Giuseppe (outubro/2024).
- “Transformando ligninas residuais do etanol celulósico em hidrocarbonetos para biocombustíveis sustentáveis de aviação”, estágio BEPE/FAPESP pelo aluno Gustavo Rodrigues Gomes, Universidade do Tennessee, EUA, sob orientação do Dr Carlos Driemeier (dezembro/2024).

#### 5.3.5. Programa Unificado de Estágios do CNPEM

- "Identificação de sinergias e *trade-offs* nos objetivos de desenvolvimento sustentável (ODS) com o auxílio de inteligência artificial" pelo aluno Jonathan Willyam Cabral Brandão, sob orientação da Dr<sup>a</sup> Priscila de Oliveira Giuseppe
- "Pirólise lenta de resíduos de hidrólise enzimática ricos em lignina: variações operacionais e impactos no bio-óleo", pela aluna Lara Eduarda Benfica Nardo, sob orientação do Dr. Carlos Driemeier.

### 5.4. Ações de Capacitação

#### 5.4.1. Curso de Caracterização Química de Bagaço e Palha de Cana-de-açúcar

O Curso de Caracterização Química de Bagaço e Palha de Cana-de-Açúcar destaca-se como uma iniciativa única e de extrema importância para a comunidade científica nacional, especialmente para aqueles envolvidos com a pesquisa e valorização de biomassa lignocelulósica. Este curso tem um papel fundamental ao capacitar pesquisadores para a implementação de metodologias analíticas avançadas em seus laboratórios, possibilitando a análise detalhada e a compreensão da composição química desses resíduos agrícolas. Tais dados são essenciais para o desenvolvimento de processos mais eficientes e sustentáveis para a produção de biocombustíveis, bioenergia e produtos químicos renováveis, dentro do conceito de biorrefinarias.

Com um formato altamente especializado, o curso é singular, uma vez que proporciona uma experiência intensa e prática, combinando 20 horas de carga horária, divididas entre teoria e atividades práticas. Durante três dias, os participantes são imersos no estudo das biomassas vegetais, nas metodologias analíticas aplicáveis e nos cálculos de balanços de massa, elementos cruciais para o domínio dessa área de pesquisa. A formação é feita em grupos pequenos, garantindo um aprendizado mais personalizado e eficaz, permitindo uma abordagem focada nas necessidades de cada participante.

Em 2024, o curso foi realizado em duas edições e formou 17 participantes provenientes de sete estados brasileiros.



Figura 375 - Curso de Caracterização Química de Bagaço e Palha de Cana-de-açúcar (set 2024).

#### 5.4.2. Curso para Operação de Biorreatores de Bancada

O Curso para Operação de Biorreatores de Bancada oferecido pelo LNBR/CNPEN capacita pesquisadores jovens e experientes a idealizarem e conduzirem processos fermentativos em biorreatores agitados mecanicamente (Stirred Tank Reactor – STR) em escala de laboratório, focando no desenvolvimento de bioprocessos sustentáveis.

No ano de 2024, o LNBR promoveu duas edições do Curso para Operação de Biorreatores de Bancada. Nos quatro dias de duração, de cada edição, o curso combinou teoria e prática, abordando conceitos fundamentais de bioprocessos, automação de processos, assim como um guia prático para calibração de sensores e montagem de biorreatores de bancada e análise dos dados gerados ao longo do curso. Com intuito de promover o bom aproveitamento do curso, as turmas são reduzidas e o treinamento é ministrado para grupos de até 12 pessoas, com carga horária de 32 horas. Em 2024, ele capacitou 22 participantes de dez estados brasileiros.



Figura 376 - Equipe e participantes das edições do Operação de Biorreatores de Bancada de 2024.

#### 5.4.3. Curso de Avaliação de Ciclo de Vida (junho 2004)

O curso de Avaliação de Ciclo de Vida (ACV) aplicada a Combustíveis Sustentáveis de Aviação, foi ministrado por Mateus Chagas no 3º Congresso da Rede Brasileira de Bioquerosene e Hidrocarbonetos Sustentáveis para Aviação (RBQAV) em Foz do Iguaçu, a convite dos organizadores. A finalidade foi qualificar profissionais do setor, estudantes e pesquisadores na compreensão e aplicação dos princípios da Avaliação de Ciclo de Vida na quantificação dos impactos e benefícios ambientais dos Combustíveis Sustentáveis de Aviação (SAF).

#### 5.5. Prêmios e Destaques

A pesquisa apresentada por Gabriel Palma Petrielli e intitulada “Potencial de produção de biomassa em pastagens degradadas para Combustível Sustentável de Aviação (SAF) no Brasil” mapeou pastagens degradadas no Brasil que são elegíveis para produção de combustível de aviação sustentável (SAF), seguindo os critérios de baixo risco de mudança de uso da terra do CORSIA<sup>119</sup>, foi premiada com o segundo lugar entre as apresentações orais de trabalhos técnico-científicos no 3º Congresso da Rede Brasileira de Bioquerosene e Hidrocarbonetos Sustentáveis para Aviação (junho de 2024).

O pesquisador João Luís Nunes Carvalho do grupo Cadeias Produtivas Sustentáveis recebeu o prêmio pelo reconhecimento das suas contribuições para o desenvolvimento da Ciência e Tecnologia em Bioenergia, durante a *BBEST & IEA Bioenergy Conference* (outubro 2024).

---

<sup>119</sup> O CORSIA é um programa da Organização da Aviação Civil Internacional (OACI) para a redução e compensação de emissões de CO<sub>2</sub> provenientes dos voos internacionais.

## Diretoria Adjunta de Tecnologia (DAT)

---

Em 2024, a Diretoria Adjunta de Tecnologia (DAT), uma unidade do CNPEM, consolida a visão do CNPEM em manter uma equipe de alto desempenho para desenvolvimentos tecnológicos de fronteira que passa a se dedicar integralmente a esta missão com a criação de uma diretora adjunta dedicada às infraestruturas, dando maior foco a DAT. Dentro de sua nova e dedicada missão, o olhar ao Sirius permanece inalterado e a equipe apta a manter os aceleradores atualizados e competitivos. Os desenvolvimentos estratégicos se consolidaram com a confecção e testes das primeiras bobinas supercondutoras do CNPEM, reforçando a importância de parcerias estratégicas e nos aproximando ainda mais do CERN, Fermilab, Los Alamos e Daresbury, o que nos faz avançar mais rápido e de forma assertiva.

O transbordamento das tecnologias adquiridas no Sirius também trouxeram ótimos resultados, com o projeto conceitual de uma fonte de prótons, onde enfrenta-se o desafio da construção da primeira cavidade de radiofrequência quadrupolar do CNPEM, visando o domínio de uma tecnologia habilitadora e necessária para os planos de longo prazo do CNPEM de uma fonte de nêutrons ou aplicações mais estratégicas como a viabilização de uma fonte para a produção de radioisótopos ou a realização de terapia com prótons. Ainda no segmento da saúde, o projeto e prova de conceito de um aparelho de ressonância magnética (MRI) prova a potencialidade deste transbordamento tecnológico, sendo a primeira imagem extraída um importante passo rumo a viabilização desta tecnologia para o país.

A Diretoria Adjunta de Tecnologia, continua seu compromisso na adaptação de sua cultura e em plena transição. Ainda atuante em projetos de fronteira e multidisciplinares, com aplicações ainda mais diversificadas, mas explorando novas potencialidades, como a parceria com a WEG para o desenvolvimento de um gerador supercondutor. A promoção da transparência, organização e compromisso com suas entregas ainda é objetivo de toda gestão e a consolidação e entendimento na DAT no CNPEM irá fortalecer ainda mais esta missão.

### 1. Programa de Ações Transversais de Engenharia e Tecnologia

Em 2024, a Diretoria Adjunta de Tecnologia (DAT) atuou em diversas frentes de estudos e desenvolvimentos de dispositivos e materiais supercondutores, com destaque nos avanços do projeto de um WavelengthShifter Supercondutor (SWLS) e no desenvolvimento da liga de nióbio-titânio (NbTi), que deu importantes passos em direção da obtenção de um fio multifilamentar. Além disso, tivemos avanços nos conceitos dos projetos do protótipo de motor axial supercondutor e no protótipo conceito SMES. A colaboração com o CERN (Organização Europeia para Pesquisa Nuclear), iniciada em 2020, continua ativa no desenvolvimento do projeto do SWLS, que será um dispositivo de inserção adequado para atender à demanda da futura linha de luz, Sussuarana, do Sirius.

O projeto preliminar do SWLS se encontra na fase de projeto final, caminhando para o detalhamento final dos projetos dos subsistemas. Além disso, vários avanços em prototipagens e testes também foram obtidos. A revisão técnica pré-fabricação, um importante marco do projeto, foi concluída em novembro. Durante o evento, o projeto foi apresentado em detalhes a



especialistas do CERN, que destacaram pontos positivos e forneceram recomendações pontuais. Mais detalhes sobre a evolução em cada subsistema serão dados a seguir.

No caso do projeto de MRI para pequenos animais, tivemos avanços importantes, como a prova de conceito completo. Foram desenvolvidos e integrados os principais subsistemas, incluindo o design do magneto central, as bobinas de RF e gradiente, amplificadores e console. Além disso, foram realizadas simulações, fabricação de peças e validações essenciais, que culminaram na montagem e caracterização do sistema completo, preparado para aquisição de imagens conforme as especificações estabelecidas. Desta forma, adquiriu-se a imagem oficial, que marca a conquista do objetivo do projeto.

O projeto do protótipo de acelerador de prótons também avançou neste ano, com o início do desenvolvimento da cavidade RFQ, responsável por acelerar prótons de baixíssimas velocidades até cerca de 1 MeV. Entre os principais avanços estão a especificação e aquisição de uma fonte de prótons, o reaproveitamento de torres de rádio frequência do UVX, e a implementação de sistemas de monitoramento e controle. Além disso, foram realizados progressos em áreas estratégicas, como fabricação de precisão, metrologia, engenharia de materiais e sistemas de alto vácuo, enquanto as equipes se capacitaram em dinâmica de feixes e aplicações de RF de alta potência, consolidando a DAT como referência no desenvolvimento de aceleradores.

### 1.1. Wavelength Shifter Supercondutor (SWLS)

Devido à complexidade da aplicação de materiais supercondutores em dispositivos de larga escala, este projeto requer uma ampla compreensão de diferentes áreas do conhecimento e o desenvolvimento interdependente e simultâneo de seus diversos subsistemas. Este trabalho visa criar estratégias para solucionar os desafios técnicos envolvidos nesse tipo de desenvolvimento, mobilizando diversas áreas da Diretoria Adjunta de Tecnologia do CNPEM. Além disso, o projeto SWLS contou com a supervisão e acompanhamento do CERN, por meio de discussões regulares sobre cada subsistema. As estratégias desenvolvidas visam sustentar as características que viabilizam o funcionamento do supercondutor e permitir a correta operação do dispositivo em condições mecânicas e térmicas extremas, enquanto satisfaz as exigências do feixe do Sirius. Por fim, o dispositivo de inserção resultado deste projeto é planejado ser instalado como fonte para a linha de luz Sussuarana do acelerador. Os desenvolvimentos em diferentes subsistemas do projeto são descritos a seguir.

#### 1.1.1. Projeto Eletromagnético

Ao longo do ano de 2024, foi dada continuidade ao desenvolvimento de protótipos das bobinas supercondutoras do SWLS, com o objetivo de detalhar e otimizar os processos de fabricação das bobinas centrais. A 1ª bobina central de NbTi foi fabricada seguindo os métodos utilizados para as bobinas laterais e para o protótipo de cobre de bobina central previamente desenvolvidos, inovando no conceito de impregnação diretamente no *clamp* final de montagem. Os resultados da fabricação evidenciaram um excesso de resina na borda externa na bobina, induzindo trincas nessa região durante os testes e comprometendo o contato térmico e acomodação mecânica. Contudo, os testes magnéticos realizados no criostato vertical indicaram um bom desempenho, com campo máximo de 4,81 T em 289 A, e concordância com as simulações.

Para a fabricação da 2ª bobina, a estratégia de impregnação foi mantida. Entretanto, a fim de otimizar esse modelo e reduzir o excesso de resina, as dimensões externas do mandril foram

reduzidas de acordo com as medições tridimensionais do enrolamento final. No entanto, durante os primeiros testes, foi levantada a hipótese de que o *clamp* poderia não estar em bom contato com a superfície da bobina devido às diferenças de contração dos componentes. Para testar a possibilidade, o *clamp* foi usinado em duas partes, que foram pressionadas contra a bobina. Seguindo o novo conceito de *clamp* bi-partido, durante os testes a bobina demonstrou um bom desempenho térmico e magnético nos testes, atingindo um campo máximo de 4,93 T a 300 A.

De acordo com esses resultados, a estratégia de fabricação das bobinas centrais foi alterada a fim de garantir uma maior estabilidade para o sistema mecânico e térmico da massa fria. A impregnação passou a considerar o desmolde do *clamp* da bobina, e montagem final da bobina em um *clamp* bipartido, melhorando o contato térmico. A 3ª bobina foi então fabricada adotando essa estratégia otimizada e os testes indicaram também um bom desempenho térmico e magnético, com campo máximo de 4.86 T em 295 A.

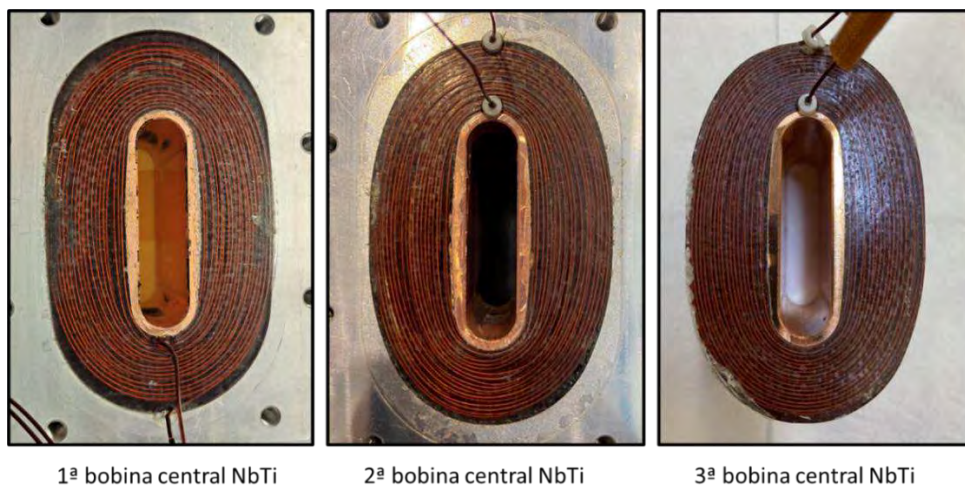


Figura 377: 1ª, 2ª e 3ª bobinas centrais de NbTi após o desmolde.

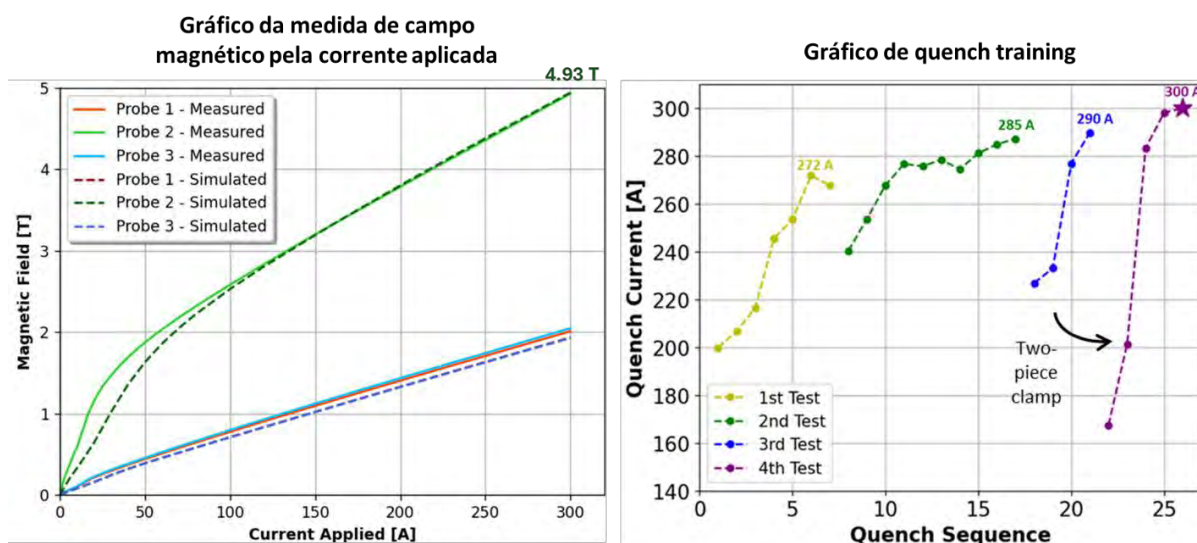


Figura 378: Resultados dos testes da 2ª bobina central de NbTi: à esquerda, gráfico da medida de campo magnético pela corrente aplicada, no qual é observada o campo de 4,93 T a 300 A

Em paralelo a esses desenvolvimentos, foi proposto e testado um novo conceito para a saída dos fios supercondutores das bobinas, a partir da segunda bobina. Esse conceito envolve a adição de peças poliméricas que curvam os fios com um raio de 3 mm na região da saída, garantindo melhor orientação e acomodação dos fios no gap. Análises metalográficas e microscópicas de varredura foram realizadas em amostras que simulavam essa curvatura. Os resultados confirmaram que a curvatura está dentro da tolerância do fio e que nenhum dano foi identificado nos filamentos de NbTi ou na matriz de cobre, validando a estratégia.

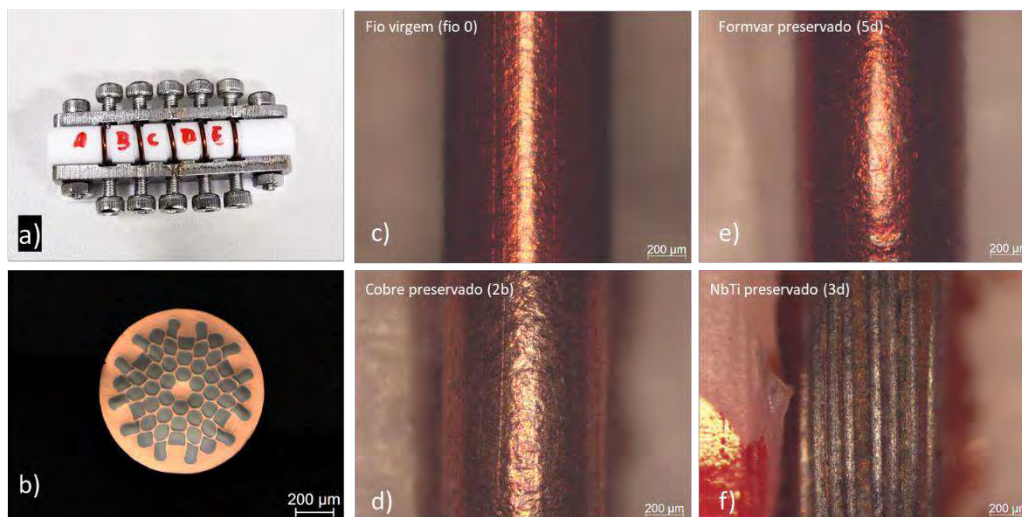


Figura 379: análise de dano do fio supercondutor: a) amostra com filamentos simulando o raio de curvatura da saída dos fios; b) metalografia da seção transversal do fio na região da curvatura; c) análise de superfície em fio não manipulado; d) análise de superfície em fio na região da curvatura; e) análise do cobre na região da curvatura; e f) análise dos filamentos de NbTi na região da curvatura.

### 1.1.2. Caracterização Magnética

Quanto à caracterização magnética do SWLS, novos avanços foram obtidos em relação ao plano principal de caracterização, o qual consiste em utilizar um anti-criostato e haste com sensor Hall para realizar caracterização “in-air” (temperatura e pressão ambiente). Após a confirmação do SWLS como futura fonte de luz para a linha Sussuarana, novas diretrizes em relação à área do campo a ser medido foram requisitadas pelo grupo de física de aceleradores do LNLS, exigindo uma readaptação no projeto de caracterização que estava em andamento. Sendo assim, o modelo 3D do *setup* de caracterização foi atualizado com as características ilustradas na Figura 378. Neste conceito, a anti-câmara a ser utilizada para separar a região da haste do interior da câmara de elétrons será feita de aço inox e fabricada via eletroerosão. Dado que não é possível fabricar as câmaras no comprimento desejado em uma única parte, será necessário realizar a união de diversas câmaras via brasagem ou solda a laser. Assim, as possíveis rotas de fabricações e montagem das câmaras anti-criostato estão sendo estudadas e testes de validação de conceito seguem em andamento.

O anti-criostato mostrado na Figura 380 apresenta uma parte de maior diâmetro interno e uma parte de menor diâmetro (inserida entre os polos do SWLS), de modo aproveitar a variação de diâmetro interno da câmara de elétrons permitindo o uso de uma haste dividida em duas partes, como mostrado na Figura 381. Essa haste, a ser fabricada em alumina com uniões em poliacetal,

será inserida no anti-criostato carregando em sua extremidade um sensor Hall para medida de campo magnético.

Simulações térmicas mostraram que o uso de um anti-criostato não inclui cargas térmicas no sistema acima do esperado para a carga térmica durante a operação do sistema no anel de armazenamento do Sirius. Ainda, testes com uma haste protótipo, de dimensão ligeiramente menor, foram realizados sem a observação de excitação de modos de vibração visíveis nas medidas magnéticas, indicando a viabilidade deste tipo de medida.

Um segundo método de caracterização deverá também estar disponível, proposto após discussões com a equipe do CERN. A abordagem foi projetada para medições em vácuo e temperaturas criogênicas. O setup consiste em três placas de circuito impresso (PCB), montadas conforme a Figura 382 centradas na região do campo do dispositivo. A PCB central contém 5 sondas Hall e as outras duas contêm 3 sondas Hall, mapeando campo magnético, e todas as PCBs contêm adicionalmente bobinas impressas para a medição de integrais de campo.

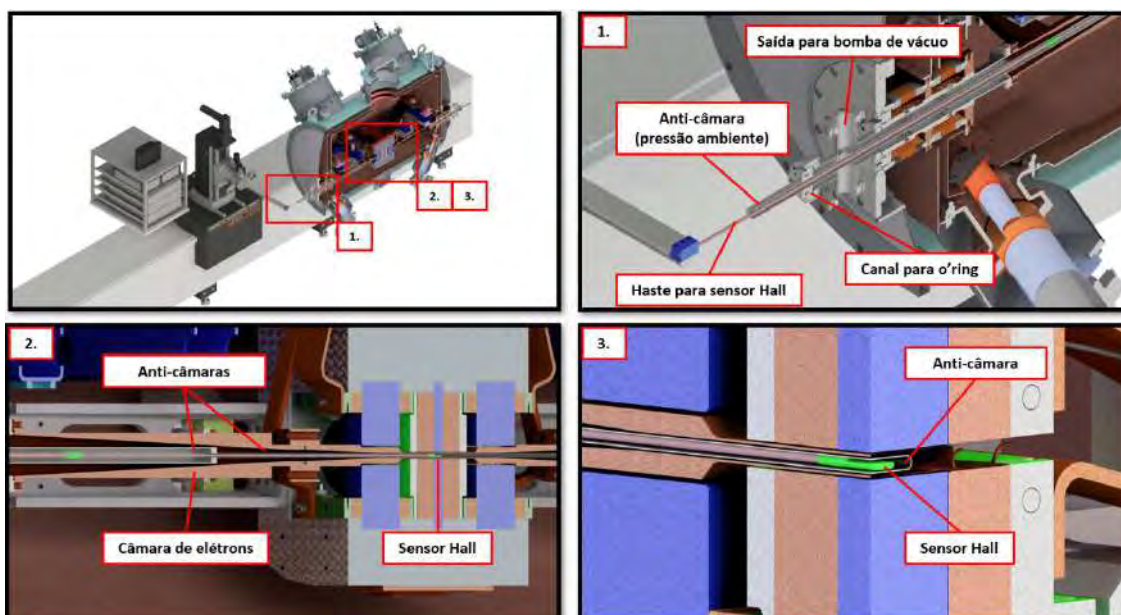


Figura 380: Modelo 3D atualizado do setup de caracterização magnética.

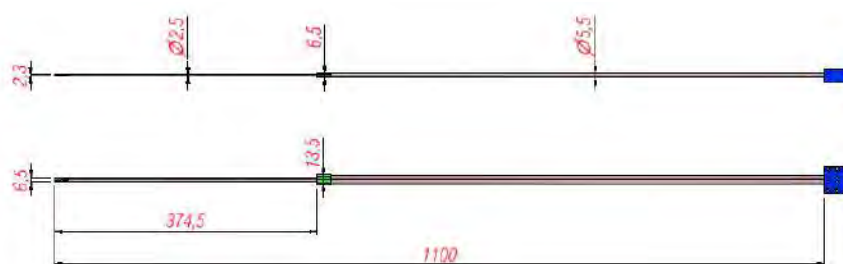


Figura 381: Visão lateral e superior de haste proposta para caracterização magnética.

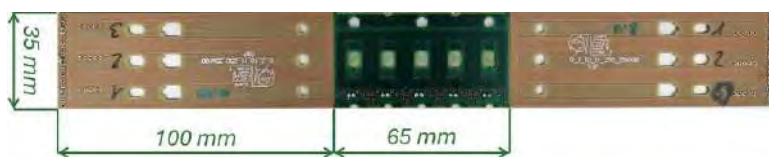


Figura 382: Possível arranjo de 3 PCBs fabricadas no CERN para caracterização do SWLS.

### 1.1.3. Projeto Mecânico

No segundo semestre de 2024, ocorrem outros diversos avanços no projeto mecânico do SWLS. Dentre as principais, está a revisão das simulações multifísicas da massa fria, que era de suma importância para validação dos projetos, tendo em vista que os resultados das simulações poderiam ser confrontados com os resultados dos testes realizados com auxílio do criostato vertical. Outra necessidade que dependia da atualização desses resultados era a apresentação para a comissão do Design Review formada por membros do CERN.

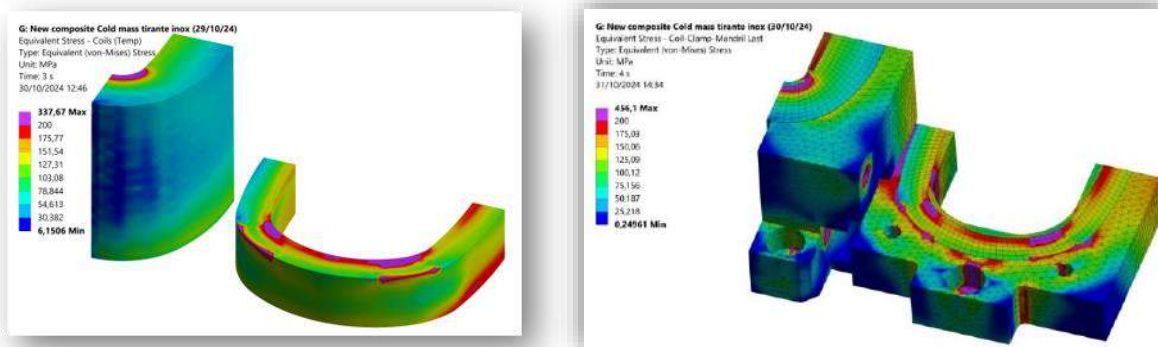
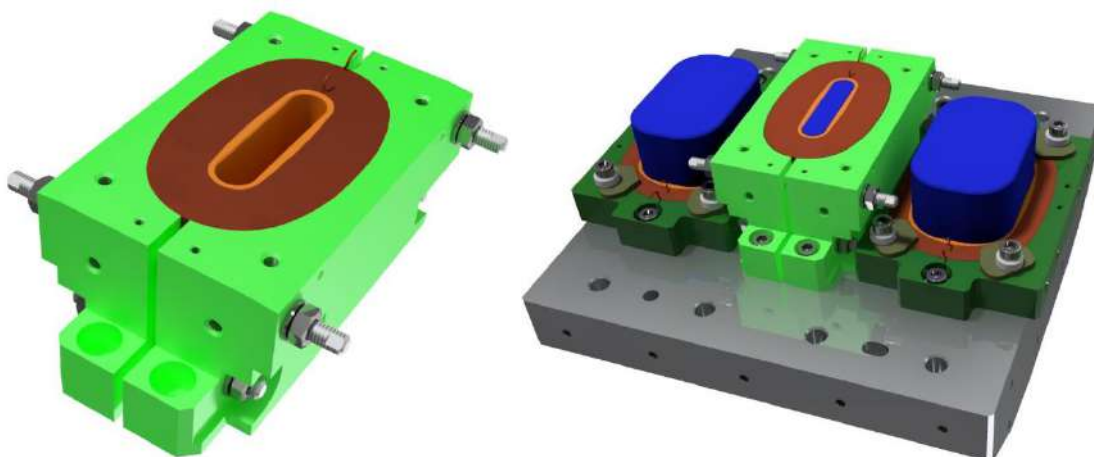


Figura 383: Projetos das bobinas e clamps

Com relação aos projetos das bobinas e clamps, somente houve alterações significativas no clamp da bobina central. O intuito era melhorar a performance de resfriamento da bobina que é feita através do contato entre os dois componentes. O novo modelo considera um clamp bipartido e usa barras de aço inoxidável roscadas para a realização do fechamento.



*Figura 384: Projetos das bobinas e clamps*

As câmaras de vácuo laterais sofreram uma alteração na geometria externa com intuito de facilitar a fabricação e otimizar o bombeamento de vácuo, o novo modelo é circular, conseqüentemente, a geometria interna das câmaras de transição também teve de ser revisada para adequação ao novo perfil.



*Figura 385: Câmaras de vácuo*

O setup de içamento foi construído para possibilitar a realização de diversos testes. Dentre eles, a validação do sistema de suportaç o da massa fria que   feita atrav s de cabos de kevlar. Outras atividades que auxiliam o entendimento da din mica de movimentaç o do sistema e estrat gias de fiducializa o e alinhamento tamb m est o sendo realizadas pelo grupo de Metrologia.

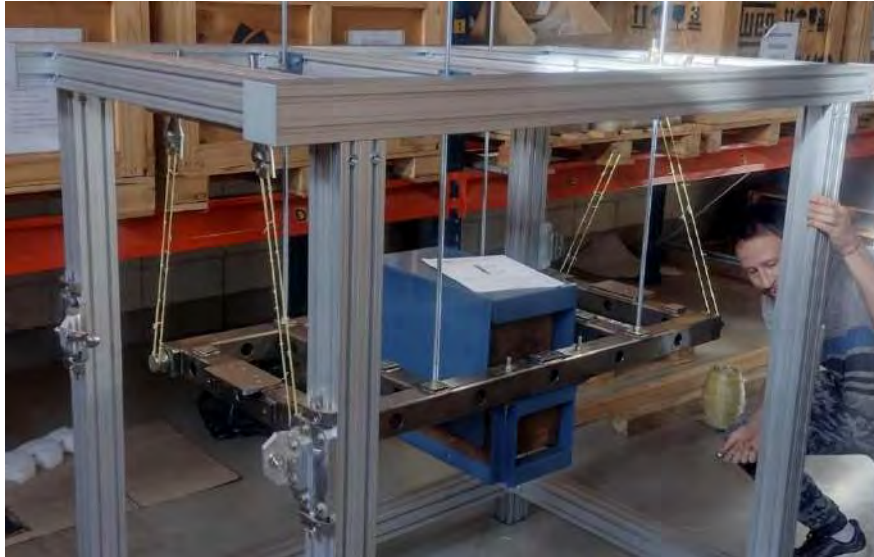
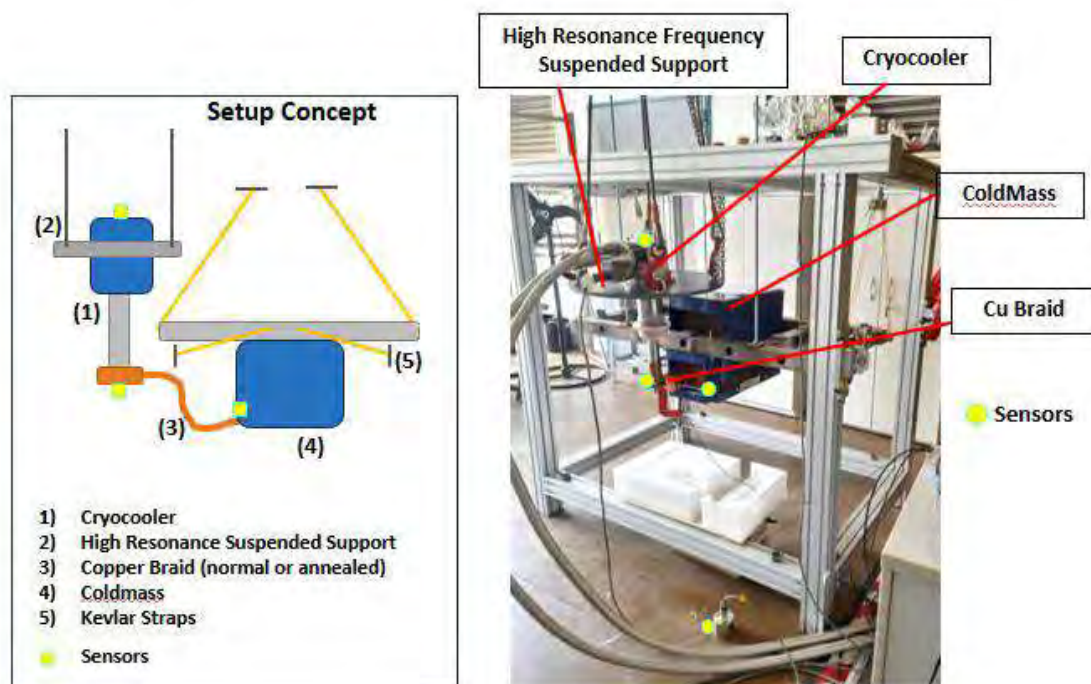
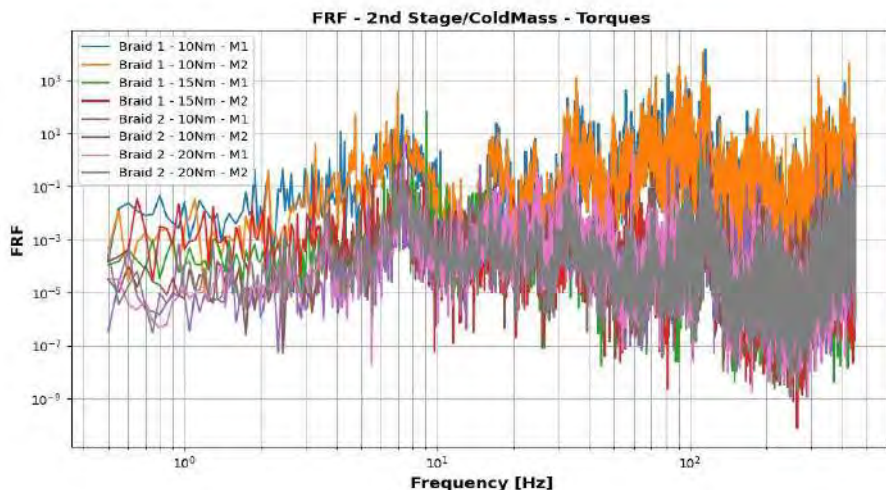


Figura 386: setup de içamento

Utilizando este setup, foi realizado um teste de vibração usando como fonte de excitação um cryocooler similar ao que será utilizado no SWLS. Foi avaliada a transmissibilidade da vibração utilizando dois modelos de cordoalhas flexíveis de cobre de um fornecedor nacional.

- Estado natural ou sem tratamento térmico
- Recozida (devido ao processo de brasagem do terminal)





O setup para realização dos testes de validação das *flexures* continua em fase de fabricação, a expectativa é que sejam realizados no início de 2025.

#### 1.1.4. Fiducialização geométrica e Alinhamento

No segundo semestre de 2024, ocorrem avanços em relação a etapas de testes experimentais, e proposta de fiducialização e alinhamento do SWLS. Foi elaborado e apresentado a estratégia no encontro do Design Review que aconteceu no mês de novembro com a equipe de especialistas do CERN. Foi apresentado a estratégia de utilizar o laser tracker em etapas de medições de peças críticas para o processo de fabricação além de “AsBuilt” da geometria do criostato do Wiggler.

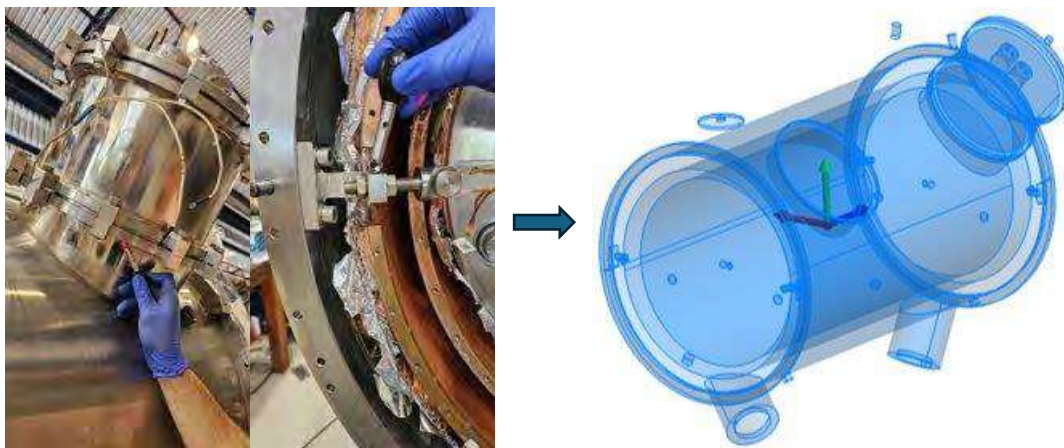


Figura 387: Asbuilt do criostato do wiggler para CAD

Testes foram executados para verificar a viabilidade de alinhamento do suporte da massa fria utilizando os mesmos sistemas de fixação e ajustes que serão utilizados na montagem final, também foi realizado teste para monitoramento da estabilidade dimensional da massa fria *dummy* no tempo, e o uso da máquina de medir por coordenadas em etapas de verificações da



fabricação de componentes e para acompanhar os processos de montagem, “montagem assistida por metrologia”.



Figura 388: Testes de alinhamento e monitoramento da massa fria e a utilização da CMM para montagens mecânicas de precisão.

Para o processo de fiducialização foi proposto uma série de etapas que envolvem a caracterização geométrica dos componentes desde o ímã supercondutor, o alinhamento do criostato em relação a bancada de caracterização magnética, a fiducialização final utilizando a bancada de caracterização magnética e a correlação com fiduciais geométricos medindo com o laser tracker para correlacionar o centro magnético do ímã supercondutor para obter as coordenadas para o alinhamento final no Sirius.

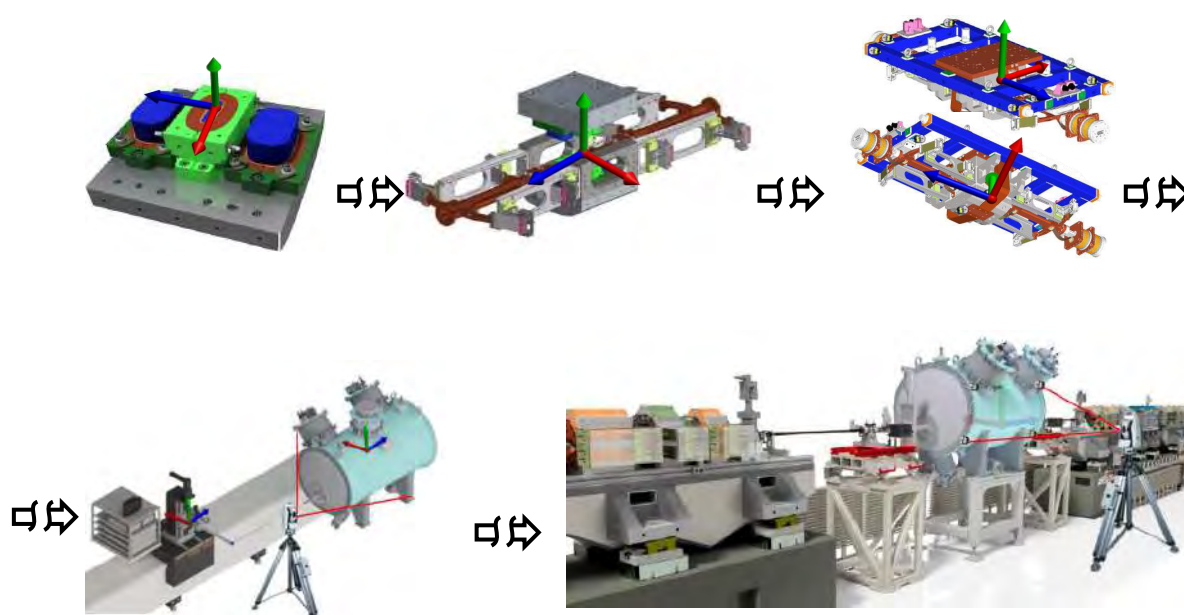
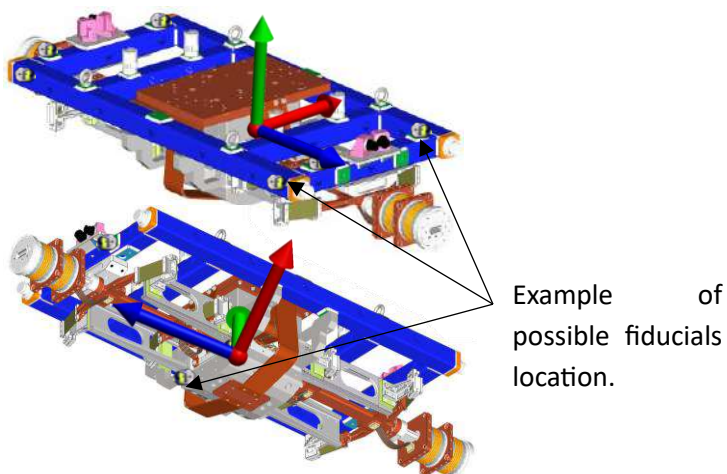


Figura 389: Evolução do processo de fiducialização dos componentes até a bancada de caracterização magnética e alinhamento dentro do anel de armazenamento no Sirius.



Geometric fiducialization schematic

### 1.1.5. Projeto Criogênico

Em 2024, diversos testes em temperaturas criogênicas foram realizados e contribuíram para o entendimento de questões relevantes para o projeto, como a influência da fixação e da termalização dos fios de sensores de temperatura nas suas medidas, o comportamento térmico do conceito de refrigeração das bobinas ao longo de algumas ciclagens térmicas (300 K – 4 K). Ainda, a condutância térmica de um protótipo Shield RF *comb-type* foi medida experimentalmente, validando suposições de baixa condutância utilizadas em simulações. No período, foram implementadas melhorias nos links térmicos dos circuitos térmicos à temperatura de 4K, como por exemplo os links térmicos de resfriamento da massa fria foram redimensionados para serem mais finos e possuírem uma maior área de contato com os *clamps* das bobinas laterais, essas modificações resultaram em uma maior eficiência térmica e estabilidade operacional.

Os links térmicos superiores que conectam os cryocoolers com o barramento principal de refrigeração também foram modificados, a fim de aumentar sua área de contato com os componentes e melhorar sua eficiência térmica. Além disso, foi realizado um estudo acerca da junta parafusada das cordoalhas superiores a fim de reforçar e otimizar o aperto entre os dois componentes, garantindo uma conexão mais robusta e confiável, essencial para a integridade estrutural e aumento da eficiência térmica.

Os circuitos térmicos à temperatura de 20K também passaram por diversas modificações, com a adição de cordoalhas laterais conectadas ao escudo térmico interno que resfriam os suportes das câmaras e da massa fria, diminuindo o tempo de resfriamento dessa parte do sistema. Adjacente a esse sistema foi adicionado um outro sistema para resfriamento da câmara central, um curto-circuito térmico conectado suporte principal que substitui a antiga cordoalha, que melhoraram a condução térmica e contribuem para o desempenho mais consistente e confiável do sistema criogênico.

Por fim, as simulações térmicas transientes do sistema foram realizadas para estudar com maior precisão os efeitos do tempo de cooldown e warm-up, garantindo o tempo de operação correto.

Além disso, também foi realizada a simulação térmica do anti-criostato com o intuito de garantir a operação de caracterização magnética do sistema a temperatura ambiente.

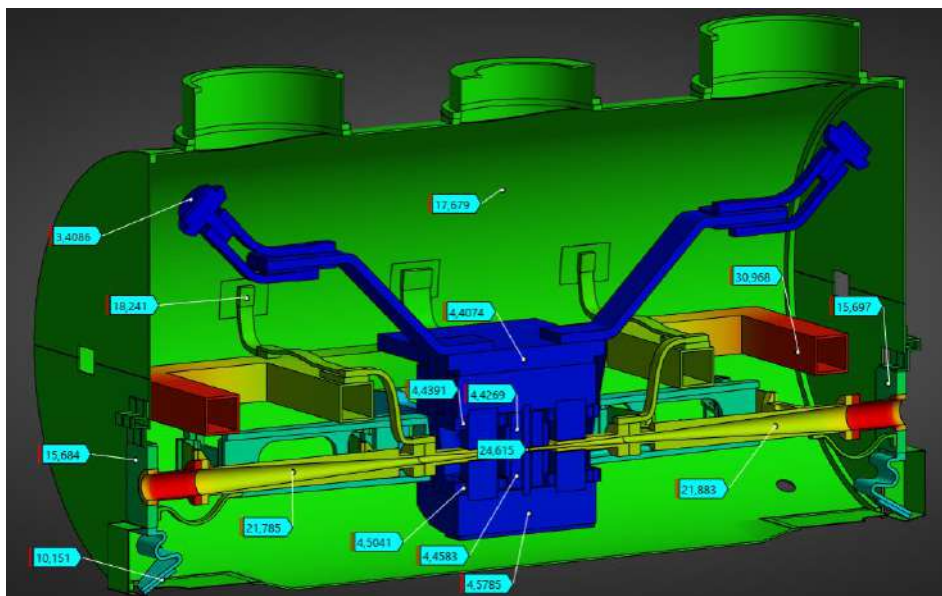


Figura 390: Simulação térmica do SWLS atualizada para a versão mais atual do projeto mecânico.

#### 1.1.6. Current Leads

As current leads do criostato vertical são baseadas no mesmo princípio das do SWLS, dessa forma, os testes no criostato validam também o modelo final. Nesse sentido, no primeiro semestre de 2024 foi projetado e realizado um teste para validar a performance térmica e o sistema de detecção de *quench* da *splice box*, região que comporta as conexões entre as bobinas (Figura 382). No circuito, essa região é a única parte resistiva entre as bobinas, podendo apresentar riscos para o sistema termoeletrônico. No entanto, o resultado preliminar do teste indicou uma resistência menor do que  $10\text{ n}\Omega$ , valor abaixo do limite considerado adequado ( $R < 500\text{ n}\Omega$ ), com uma detecção de *quench* funcional. Em paralelo, a fim de otimizar a performance térmica das current leads, foi proposto um novo método de fixação mecânica das “current-leads” supercondutoras no criostato.



Figura 391: Splice box instalada no criostato vertical para a realização dos testes

No segundo semestre foi testado o novo conceito de fixação mecânica das “current-leads” (Figura 391), proposto para amenizar as dificuldades de montar o conjunto e reduzir as chances de fuga à terra. Apesar de ter solucionado os problemas em questão, a performance térmica foi prejudicada de tal forma que uma adaptação deste conceito está prevista para ser instalada no próximo semestre. Também foram feitas definições para o SWLS à cerca das premissas de rota, isolamento e elétrico e termalização dos fios supercondutores e as instrumentações do criostato considerando as particularidades de cada instrumentação e a montagem do sistema. A disposição dos passantes de sinais, corrente e das instrumentações de vácuo também foram definidas.



Figura 392: Novo conceito de fixação das “current-leads” instalado na ponta fria da parte HTS no criostato vertical.

#### 1.1.7. Fontes

Com relação às fontes do SWLS, neste ano foi feita a montagem do conversor prova de conceito em um bastidor, alocado em um rack junto com todo sistema de controle da fonte (Figura 392). Neste bastidor foi testada uma solução para que fosse possível a fonte operar bem em baixas correntes (próximo de 0 A), que é a adição de uma clamp-ativo em paralelo com o transformador de saída. Os testes mostraram bons resultados, o que permitiu caracterizar a fonte em diferentes valores de corrente, validando que seu *ripple* estava abaixo do esperado de 10 ppm (partes por milhão). A Figura 394 mostra o resultado de uma medição em 300 A de corrente de saída (valor nominal), que apresentou um *ripple* de 1 mA RMS, equivalente a menos que 4 ppm.



Figura 393: Fonte montada no rack em conjunto com o sistema de controle do SWLS.

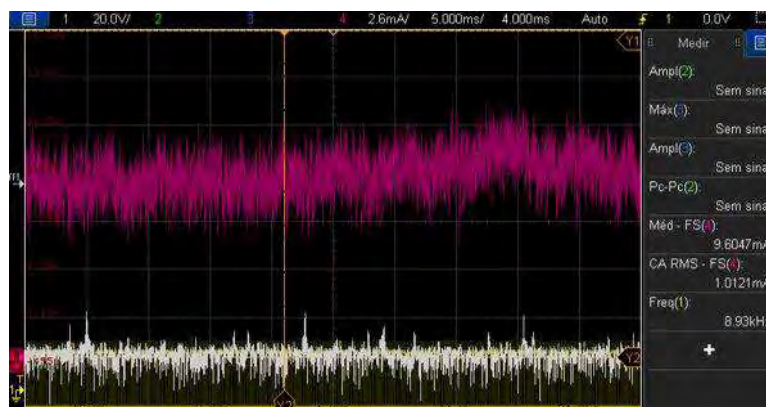


Figura 394: Teste de ripple com 300 A de corrente de saída

Durante o ano também foi possível avançar com o projeto da versão final da fonte para o SWLS. Essa fonte será mais compacta, contará com um retificador, PFC (Power Factor Correction) e conversor ressonante. Uma primeira versão da PCB para esta fonte já tinha sido desenvolvida e ela foi utilizada para montar o setup de testes, que vai validar as soluções escolhidas para essa versão. A Figura 395 mostra uma foto deste setup montado. Todo sistema de controle, desde hardware a firmware, foi deixado pronto para testes também, que devem ocorrer no início de janeiro.

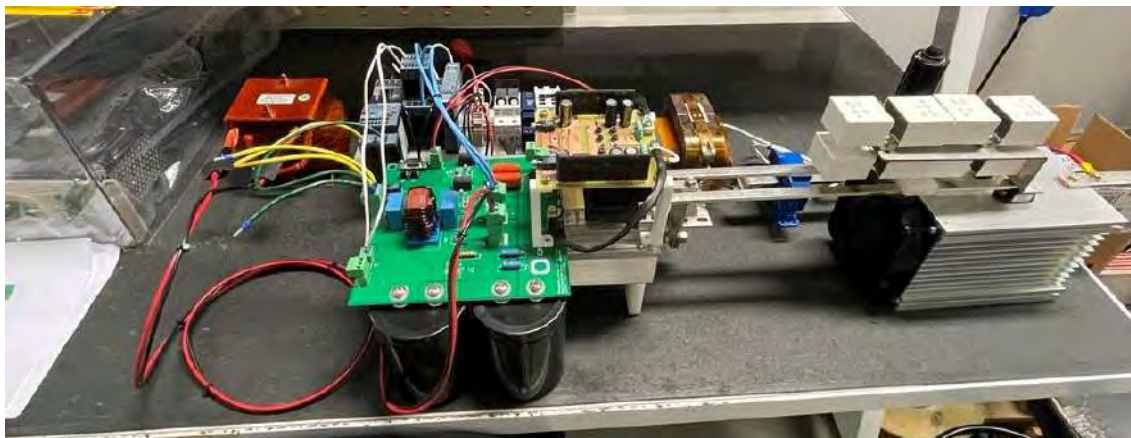


Figura 395: Setup de testes da versão final da fonte do SWLS

### 1.1.8. Automação e instrumentação

Ao longo do primeiro semestre do ano, para o criostato vertical, foi implementada a página web para as configurações avançadas no monitor de temperatura e no conversor ressonante, protegidas por senha e acessíveis pela interface web principal de controle do criostato (Figura 396). Também foi implementado o sistema de armazenamento de dados em PostgreSQL para maior robustez e flexibilidade no acesso aos dados de dispositivos e testes do sistema. Ainda sobre a interface web e suas melhorias, foi implementado o serviço de salvamento de logs diretamente no banco de dados. Este serviço substituiu o antigo método de salvamento de logs, que consistia no salvamento de arquivos CSV com as medidas obtidas. Em conjunto com o “logger”, foi implementada a página de consulta de logs para visualização de dados. Houve, também, uma atualização na parte de automação do criostato vertical. A rotina do CLP foi modificada para implementar a detecção de desconexão do Controlador Lógico programável (CLP) pela interface web durante a operação do sistema.

Para o SWLS, foi desenvolvida a versão final do diagrama elétrico e o layout do painel de intertravamento. Adicionalmente, foi implementado um módulo de software para permitir a comunicação entre o sistema de detecção de *quench*, o qual utiliza o protocolo MQTT (Message Queuing Telemetry Transport), e o sistema de controle do Sirius, o qual utiliza o protocolo *Channel Access*.

Durante o segundo semestre do ano, para o criostato, foi desenvolvida a primeira versão do software de controle para o sistema de *warm-up*, utilizando-se do mesmo módulo para comunicação MQTT do IOC para o sistema de detecção de *quench*. Este desenvolvimento ainda não foi testado em conjunto com o sistema eletroeletrônico, portanto ainda pode sofrer alterações conforme as necessidades do sistema.

Para o SWLS, foram implementados os softwares de controle em EPICS para o monitor de vácuo e para o conversor ressonante, já capaz de se comunicar com sua página de configurações na interface web para realizar testes. Também foram adquiridos os principais componentes do sistema de automação e definidos os acessórios necessários para o rack. Em sequência, foi iniciada a montagem estrutural do rack de controle, com definição dos espaços internos e organização inicial dos componentes.

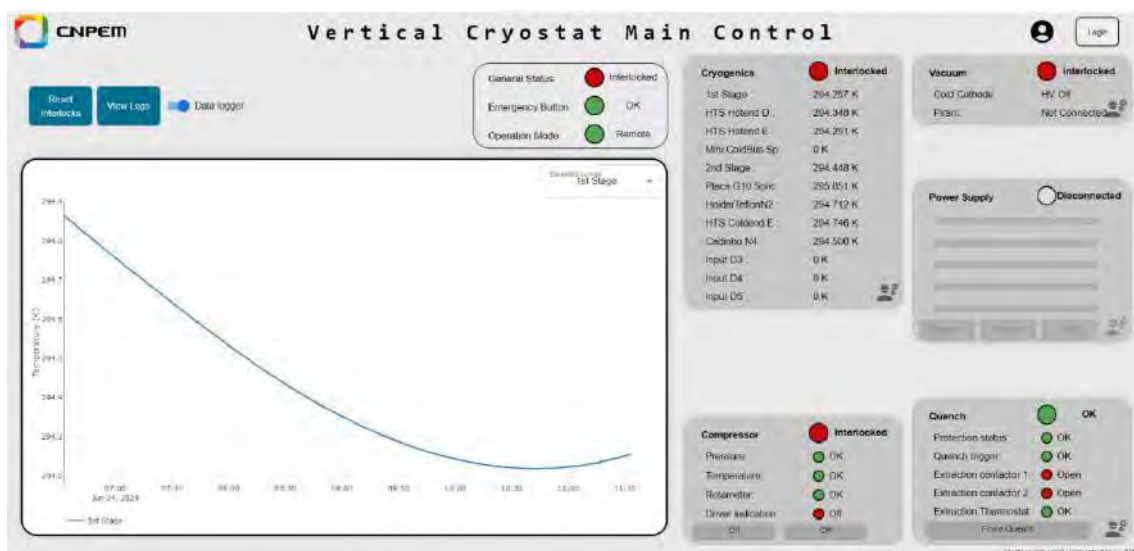


Figura 396: Interface Web de controle do criostato vertical.

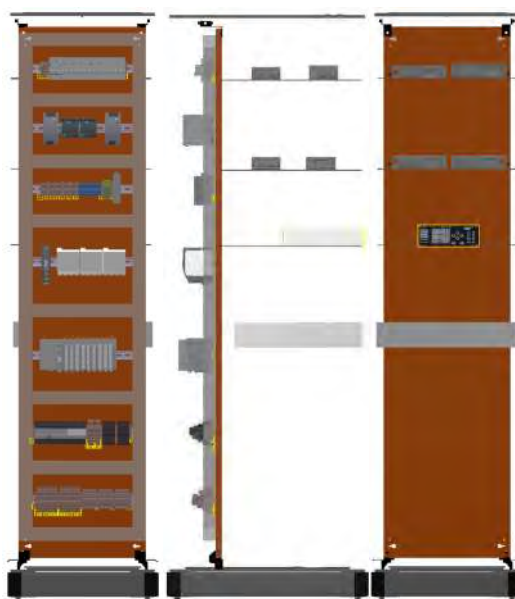


Figura 397: Diagramas de montagem do rack de automação.

### 1.1.9. Proteção de quench

Buscando se readequar ao novo design eletromagnético com dois circuitos de alimentação independentes e atender a novos requisitos de detecção de *quench*, o projeto da proteção de *quench* para o SWLS foi atualizado, tendo como base os conceitos que foram validados no sistema desenvolvido para o criostato vertical no ano de 2023. Na nova proposta, foi concebida uma arquitetura de detecção digital em FPGA (*Field Programmable Gate Array*) que contempla um sistema integrado de aquisição de dados para monitoramento remoto.

O firmware em linguagem de descrição de hardware (VHDL) foi implementado e realizada as etapas de verificação e validação, a fim de avaliar a consistência e a funcionalidade básica do design em FPGA proposto. Foram conduzidos testes unitários e de integração extensivos, cobrindo os principais casos de uso e cenários previstos para o sistema de detecção de quench. Estes testes foram realizados em um ambiente de “testbench” simulado no software *Vivado*, onde foi possível verificar o comportamento do sistema sob diferentes condições operacionais e níveis de complexidade, garantindo sua confiabilidade e robustez. Realizamos a validação em bancada referente a comunicação entre a placa de desenvolvimento CORA Z7 e uma placa de validação do conversor analógico-digital (ADC) AD7634, projetada internamente. Este teste confirmou a funcionalidade da comunicação entre o sistema de detecção implementado na FPGA e o ADC que será utilizado no hardware final, assegurando a integração do sistema. Também realizamos uma análise detalhada da utilização de recursos na FPGA, com base na implementação do design que integra 19 entradas definidas do ADC, e avançamos para testes mais aprofundados.

Desenvolvemos um fluxo para o start-up dos componentes principais do sistema e um fluxo completo de interação para o usuário do Sistema de Detecção de Quench (QDS), abrangendo todas as etapas críticas de operação. Essas definições foram incorporadas diretamente à lógica do sistema, implementada em VHDL. Como resultado, o design em VHDL evoluiu de uma validação inicial básica para uma implementação mais avançada e alinhada aos objetivos do projeto, estando apto para passar por testes adicionais e mais validações em hardware.

Definimos a topologia do hardware de detecção como um sistema modular em que o circuito é separado de acordo com blocos funcionais em diferentes placas, que são interligadas de modo a otimizar o processo de montagem e procedimentos de manutenção e recuperação em caso de falha. O design do circuito de condicionamento e digitalização foi elaborado com o objetivo de garantir a amplificação, filtragem e adequação dos sinais provenientes das “*voltage taps*”, preparando-os para a posterior análise pelo sistema de detecção. A partir da definição dos requisitos de sensibilidade, faixa de operação e imunidade a ruídos, foi definido o design do circuito, escolha de componentes e as simulações necessárias.

Para a parte de extração de energia do sistema de proteção de quench, nesse ano foi projetada e testada a placa de drive dos contadores que garantem o fluxo de corrente em condições normais de operação (Figura 398). Também foi iniciado o projeto do bastidor que irá comportar todo o circuito.



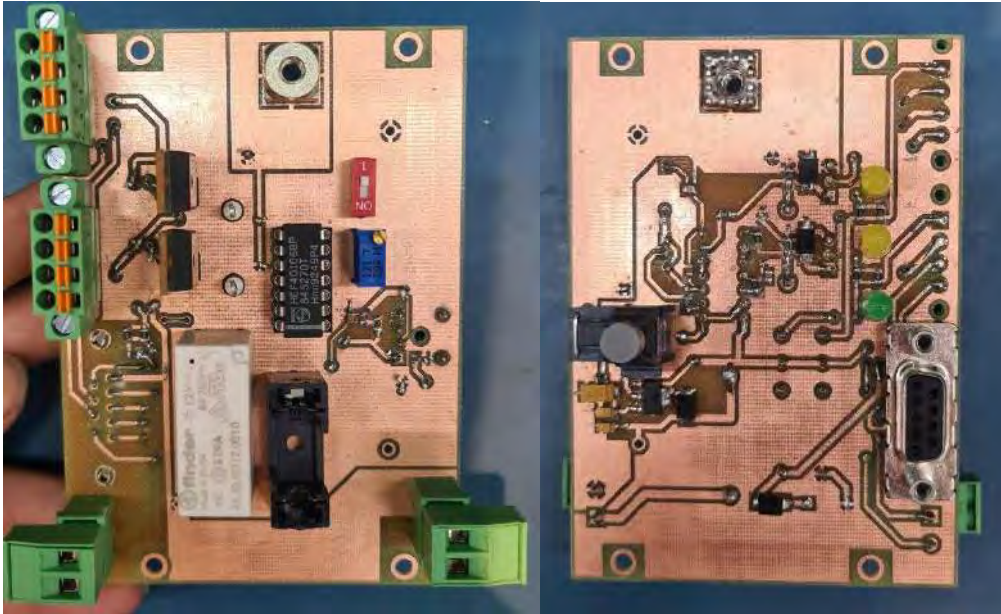


Figura 398: Protótipo do circuito de drive dos contatores do circuito de extração do sistema de proteção de quench

#### 1.1.10. Desenvolvimento de Câmaras do Trecho Reto e Arco

O projeto conceitual do trecho reto do SWLS vem sendo desenvolvido desde 2022 com análises de *raytracing* e *interlock* de órbita para avaliar o comportamento e a interação do feixe gerado pelo dispositivo de inserção com os componentes subsequentes do trecho reto. Entretanto, com a confirmação do SWLS como fonte de luz para a linha Sussuarana em julho de 2024, novos avanços no projeto dos componentes do trecho reto e arco puderam ser realizados. Primeiramente, concluiu-se a etapa de projeto conceitual ao finalizar a primeira montagem 3D dos componentes do trecho reto. A partir disso, iniciou-se a etapa de projeto preliminar em que, a partir do primeiro modelo 3D proposto, simulações de “*raytracing*” foram realizadas para determinar a potência do feixe incidente em cada componente, seguida por simulações térmicas via software para validação da integridade mecânica. Seguindo esse mesmo roteiro, diversas iterações na montagem do trecho reto foram realizadas – como adição ou remoção de máscaras, inclusão de sombra no interior de câmaras de vácuo, modificação na geometria dos *bellows*, entre outros, sendo cada iteração implementada de forma a atender melhorias de projeto. No momento, o modelo 3D preliminar do trecho reto encontra-se definido, como mostrado na Figura 399. Para o primeiro semestre de 2025, está planejado o início do projeto detalhado, o qual envolve detalhamento dos componentes e elaboração de desenhos para fabricação.

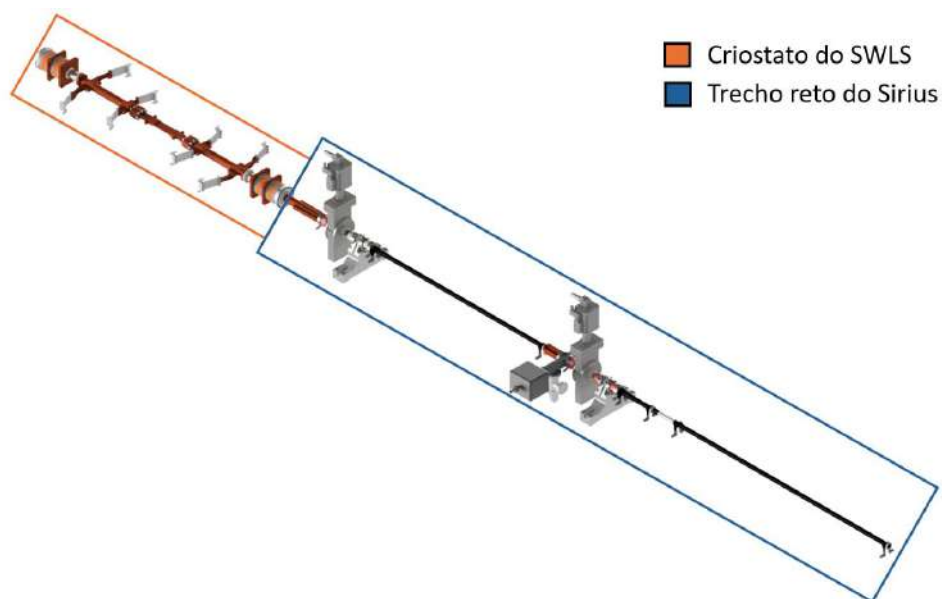


Figura 399: Layout preliminar do trecho reto do SWLS.

## 1.2. Desenvolvimento de liga NbTi

No segundo semestre de 2024, o projeto "Desenvolvimento de Ligas de NbTi" alcançou um marco significativo ao ampliar a escala de produção das ligas de nióbio-titânio (NbTi). Inicialmente limitada à produção de pequenas amostras de 15 g, a equipe conseguiu avançar para uma escala maior, com volumes entre 75 g e 100 g de material fundido. Esse progresso foi possível graças à implementação de diversos sub-sistemas no forno a arco da DAT, que permitiram a fabricação de diferentes formatos com o material fundido, desde pequenos *bottons* de 15 g até barras de 100 g da liga Nb-46,5%Ti. A Figura 400 ilustra os avanços alcançados, destacando a microestrutura dendrítica bruta de fusão da liga produzida.

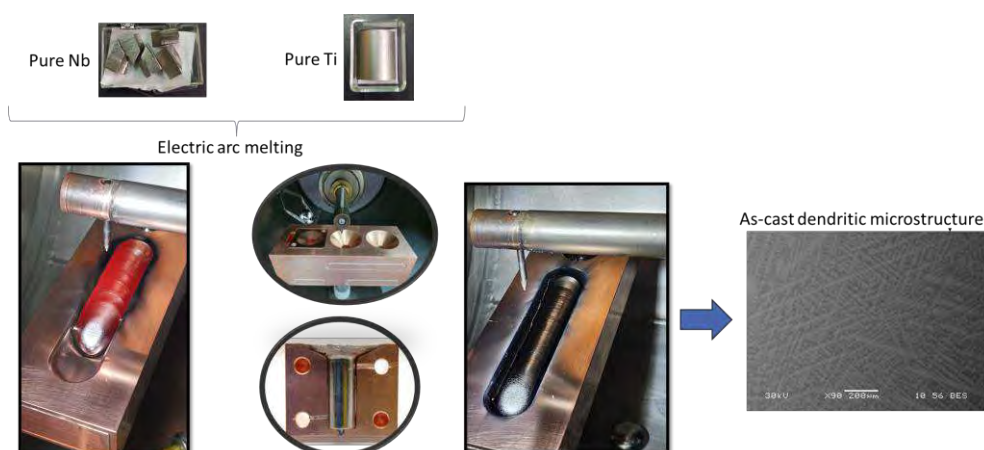


Figura 400: Sub-sistemas desenvolvidos no forno a arco da DAT-CNPEM destacando a versatilidade do equipamento em produzir diversos formatos e volumes da liga Nb-46.%Ti.

Antes de iniciar o processamento mecânico das barras de NbTi, é essencial transformar a microestrutura bruta de fusão em uma microestrutura equiaxial, homogênea e livre de microsegregações. Com o aumento da escala de produção para barras de 75-100 g, foi necessário desenvolver e instalar novas bobinas no forno a indução a vácuo da DAT, especialmente projetadas para realizar os tratamentos térmicos de homogeneização. Esse processo foi fundamental para garantir a qualidade e a uniformidade do material. A Figura 401 apresenta as bobinas desenvolvidas e evidencia uma barra de NbTi antes e após o tratamento térmico de homogeneização, onde é possível observar os grãos equiaxiais a olho nu, confirmando a eficácia do método implementado.

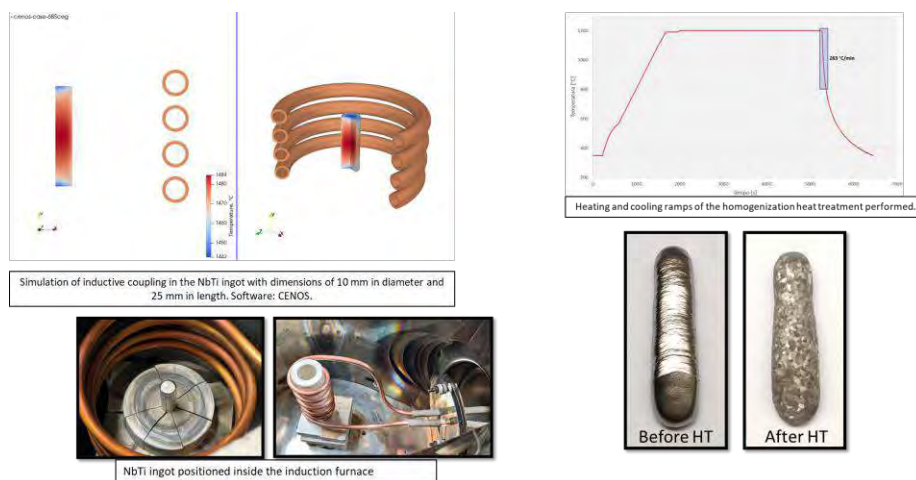


Figura 401: Bobinas projetadas e instaladas no forno a indução a vácuo da DAT-CNPEM para realizar o tratamento térmico de homogeneização nas barras de NbTi produzidas no presente projeto.

A Figura 402 apresenta a microestrutura das barras de NbTi antes e após o tratamento térmico de homogeneização, evidenciando a transformação de uma estrutura bruta de fusão em uma microestrutura equiaxial homogênea. Além disso, a figura também destaca as diferentes barras produzidas neste segundo semestre de 2024, ilustrando a versatilidade e os avanços alcançados na fabricação de ligas de NbTi em escalas maiores.

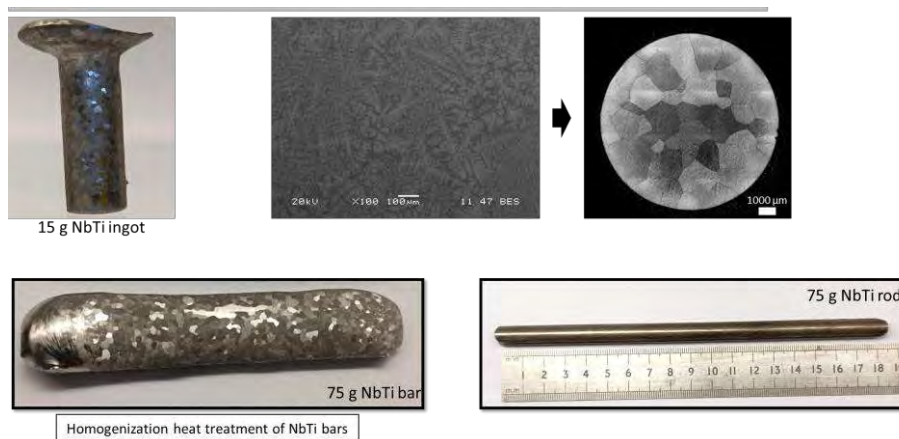


Figura 402: Diferentes formatos de barras da liga NbTi destacando a adequação microestrutural após tratamento térmico de homogeneização

Ao longo de 2024, diferentes técnicas de caracterização foram empregadas para validar a composição química, a microestrutura, as propriedades mecânicas e os baixos níveis de contaminantes intersticiais nas ligas de NbTi produzidas. A Figura 403 apresenta um resumo das principais técnicas de caracterização utilizadas, bem como os resultados obtidos. Esses métodos permitiram uma análise detalhada e abrangente, assegurando que todos os requisitos técnicos fossem atendidos. Os resultados obtidos confirmam o alto padrão de qualidade do material e reforçam o sucesso das melhorias implementadas nos processos de fusão e tratamento térmico, demonstrando a maturidade tecnológica alcançada no projeto.

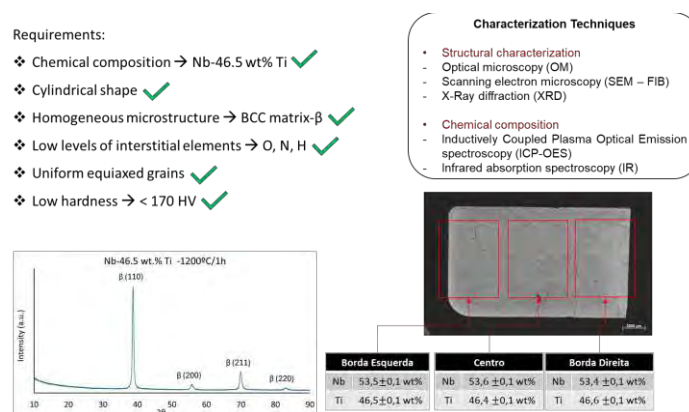


Figura 403: Diferentes técnicas de caracterização utilizadas para validar e garantir que todos os requisitos foram alcançados para as ligas de NbTi produzidas pela DAT-CNPEM

Como alternativa ao processo de “electron beam” comumente empregado na produção de *billets* de Cu//Nb//NbTi para a fabricação de monofilamentos, foi desenvolvida na uma metodologia inovadora utilizando o processo TIG (tungstênio-inerte-gás) acoplado a um robô. Esse método mostrou-se altamente eficiente em garantir a estanqueidade e a não-oxidação do interior da cápsula durante o processo de produção, além de assegurar a limpeza interna e a manutenção adequada da dureza do cobre na região útil. Esses avanços destacam o potencial do processo TIG robotizado como uma solução técnica viável e competitiva para essa aplicação.

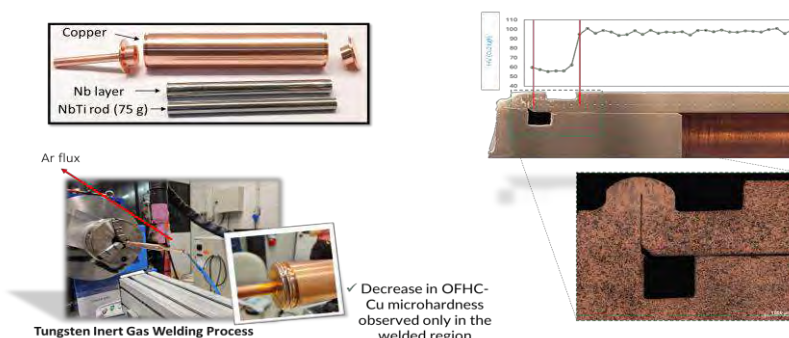


Figura 404: Processo TIG acoplado a um robô utilizado para produção de *billets* de Cu//Nb//NbTi para a fabricação de monofilamentos. Toda metodologia e parâmetros de processo foram desenvolvidos pela DAT.

No segundo semestre de 2024, foram produzidos os primeiros protótipos de monofilamento, alcançando comprimentos superiores a 5 metros de fio. Uma mudança estratégica foi fundamental para esse avanço, incluindo alterações nas dimensões da cápsula de cobre e uma

reformulação no processamento. Em vez de utilizar o processo de forjamento rotativo para as reduções iniciais de diâmetro, optou-se exclusivamente pelo processo de trefilação, garantindo maior controle e uniformidade. Como resultado, a razão Cu/NbTi alcançou valores próximos de 1, que era o objetivo do projeto. Além disso, conforme ilustrado na Figura 405, houve uma melhoria na regularidade do perfil do NbTi e na continuidade da barreira de difusão composta pela folha de Nb, confirmando a eficácia das mudanças implementadas.

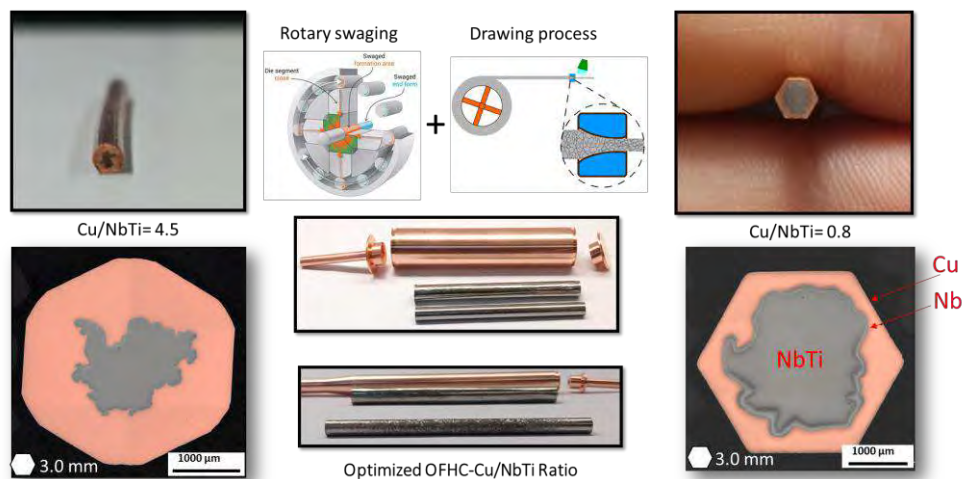


Figura 405: Protótipos de monofilamentos produzidos a partir das barras de NbTi com 75 g fabricadas no projeto

Um dos segredos industriais na produção de ligas de NbTi está no design da microestrutura, que deve ser cuidadosamente planejado ao longo de todo o processamento desses materiais avançados. Esse controle é fundamental para determinar a performance final do fio supercondutor, especialmente no que diz respeito à capacidade do material de conduzir altas correntes elétricas. O desenvolvimento da microestrutura ideal envolve superar uma série de desafios, como a aplicação de altos níveis de deformação durante o processamento e a realização de longos tratamentos térmicos para promover a precipitação controlada da fase alpha-Ti. Esses passos são críticos para garantir a otimização das propriedades supercondutoras do material. A Figura 406 apresenta os resultados obtidos por microscopia eletrônica de transmissão após o primeiro ciclo de deformação e tratamento térmico das ligas de NbTi. Esses resultados evidenciam o início da precipitação da fase alpha-Ti, além da formação de bandas de deformação na microestrutura. Essas observações confirmam que o processamento dos fios supercondutores de NbTi desenvolvidos pela DAT está alinhado com os requisitos necessários para alcançar as propriedades desejadas. Esses avanços indicam que o projeto está no caminho certo para produzir materiais de alto desempenho supercondutor.

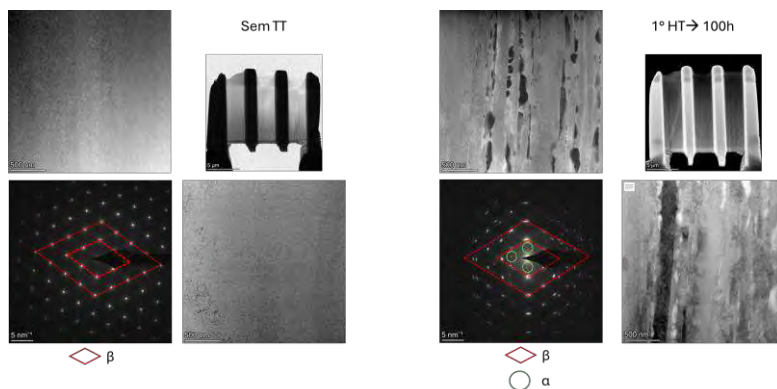


Figura 406: Imagens HAADF, DF e padrões de difração obtidos por microscopia eletrônica de transmissão após o primeiro ciclo de deformação de tratamento térmico, destacando o início da precipitação da fase alpha-Ti na matriz beta-NbTi

Após a produção dos monofilamentos, todos foram cortados em pequenos comprimentos para avaliar a homogeneidade do material ao longo de seu comprimento. Em seguida, foi realizado o primeiro embutimento para produzir um multifilamento composto por 7 monofilamentos de NbTi. A Figura 407 ilustra os multifilamentos obtidos, permitindo uma análise visual detalhada, além de apresentar a microestrutura do material por meio da imagem metalográfica. Esses resultados são essenciais para avaliar a uniformidade e a qualidade dos multifilamentos, além de fornecer dados valiosos sobre a integridade estrutural dos fios supercondutores.



Figura 407: Primeiros fios multifilamentares produzidos contendo 7 monofilamentos de NbTi

Com a produção dos fios multifilamentares contendo 7 monofilamentos, esses foram novamente cortados e submetidos a um segundo embutimento, formando fios multifilamentares com 42 monofilamentos. Esse processo foi essencial para continuar atingindo os níveis de deformação e as etapas de tratamento térmico necessários para otimizar as propriedades do material. Ao alcançar um diâmetro de 6,3 mm, a deformação foi interrompida, conforme ilustrado na Figura 408, para realizar a última etapa de tratamento térmico antes da deformação final. Para fins de comparação, também foi produzido um fio multifilamentar com e sem a barreira de difusão de Nb, permitindo avaliar o impacto dessa barreira na performance e na integridade estrutural do material.

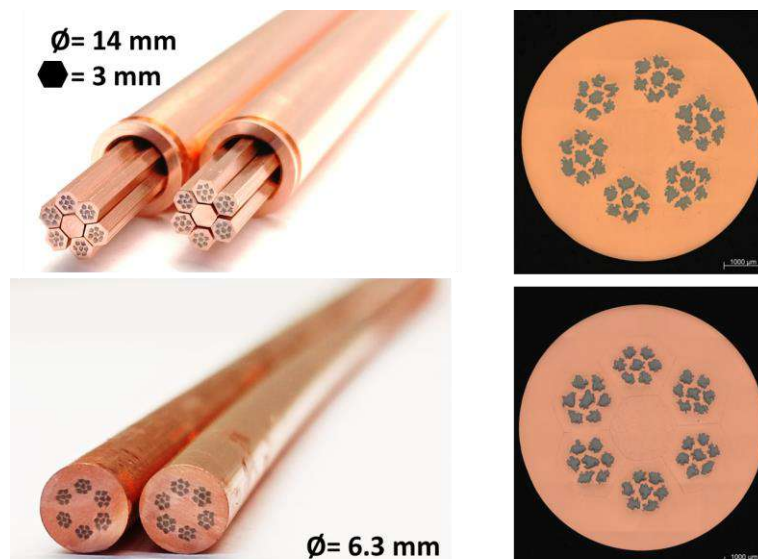
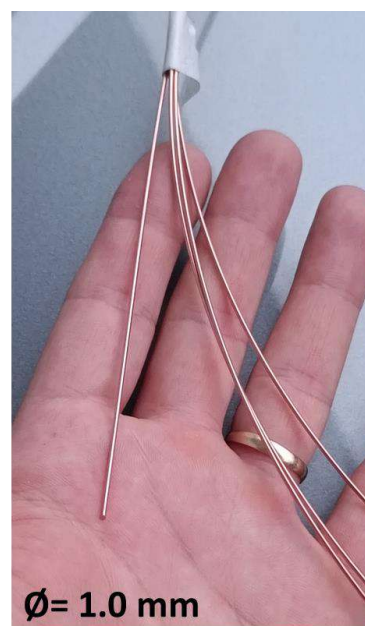


Figura 408: Primeiros fios multifilamentares produzidos contendo 42 monofilamentos de NbTi

No final do semestre de 2024, foram finalizadas todas as etapas de processamento mecânico e tratamento térmico dos fios multifilamentares de NbTi. Pela primeira vez, foi produzido um fio multifilamentar supercondutor contendo 42 monofilamentos de NbTi, alcançando, neste primeiro protótipo, 1 mm de diâmetro e mais de 5 metros de comprimento, conforme ilustrado na Figura 409. Esse marco representa um avanço significativo no projeto, não apenas para o CNPEM, mas também para o Brasil, no contexto da nacionalização da tecnologia de produção de materiais supercondutores. Nos próximos meses, serão realizadas a caracterização microestrutural e as avaliações das propriedades supercondutoras, cujos resultados serão apresentados em um relatório futuro. Este feito destaca a importância da pesquisa e desenvolvimento de tecnologias de ponta no país, reforçando o papel do CNPEM como líder na produção e inovação de materiais supercondutores.



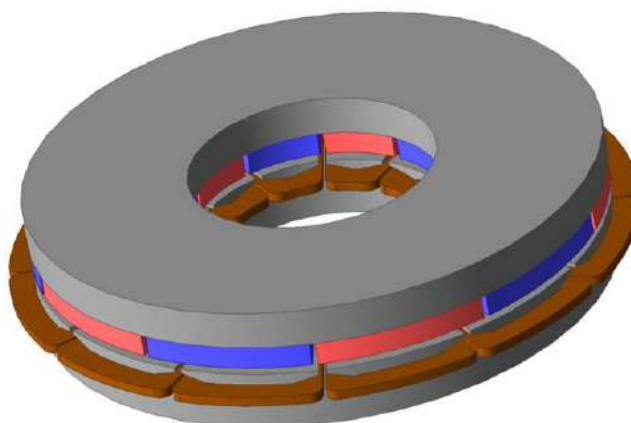
**The first multifilamentary superconducting wire, produced at CNPEM, measures 4 meters in length, contains 42 NbTi monofilaments, and has a diameter of 1.0 mm.**



*Figura 409: Primeiro fio multifilamentar supercondutor produzido pelo CNPEM contendo 42 monofilamentos de NbTi, alcançando, neste primeiro protótipo, 1 mm de diâmetro e mais de 5 metros de comprimento.*

### 1.3. Protótipo de motor axial supercondutor

O projeto “Protótipo de motor axial supercondutor” foi um projeto conceitual com o objetivo de propor um protótipo de motor supercondutor passível de produção no CNPEM, tendo como base levantamento bibliográfico em fontes técnico-científica e análises teóricas amparadas por teoria de supercondutividade e máquinas rotativas e por simulações por elementos finitos. Os motores axiais, também conhecidos como motores de fluxo axial, têm ganhado relevância em várias indústrias devido à sua alta densidade de potência e eficiência no uso do espaço, sendo ideais para aplicações em mobilidade elétrica e aeronaves. Com um design onde o fluxo magnético se desenvolve ao longo do eixo do motor, esses motores oferecem uma arquitetura compacta e eficiente, resultando em um desempenho superior em termos de torque e eficiência energética. Além disso, a supercondutividade fornece uma oportunidade importante para aumentar o desempenho desses motores, permitindo a eliminação de perdas resistivas e aumentando significativamente a eficiência energética e potência para dada massa de motor. O projeto propõe o uso de supercondutores de baixa temperatura (LTS), como o nióbio-titânio (NbTi), no estator do motor, possibilitando a criação de campos magnéticos intensos. O projeto assim, resultou em relatório teórico e de revisão de literatura junto a um conceito teórico de protótipo



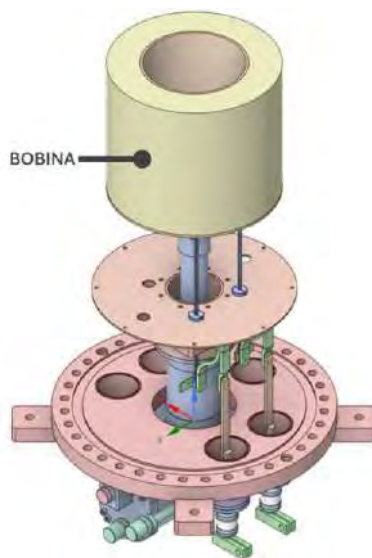
*Figura 410: Modelo de motor axial utilizado para simulações eletromagnéticas*

### 1.4. Protótipo conceito de SMES

O projeto “Protótipo conceito de SMES” foi um projeto conceitual com o objetivo de levantamento bibliográfico em fontes técnico-científica sobre a tecnologia de Armazenamento de Energia Magnética Supercondutora (SMES) levando a análises técnicas preliminares por simulação de modo a propor um protótipo passível de ser construído no CNPEM como primeira validação do desenvolvimento da tecnologia no Centro. O Sistema de SMES é uma tecnologia avançada que armazena energia em um campo magnético gerado por uma bobina supercondutora resfriada a temperaturas criogênicas, permitindo a passagem de corrente contínua sem resistência. Esta tecnologia se destaca por sua capacidade de fornecer grandes



quantidades de potência instantaneamente, sendo ideal para aplicações que exigem rápida resposta e ciclos frequentes de carga e descarga. O protótipo proposto como resultado da revisão da tecnologia e análise utiliza o criostato vertical projetado pela equipe da DAT para testar cargas supercondutoras como condição de contorno e foca no uso de supercondutores de baixa temperatura (LTS), especificamente o nióbio-titânio (NbTi), material dúctil e com capacidade de suportar estresses em aplicações de pulsos, e com o qual a equipe da DAT tem experiência prévia, tanto do ponto de vista de pesquisa com o material quanto no uso em projeto de bobinas supercondutoras. A avaliação pelo CNPEM do conceito de SMES está associada à crescente demanda por energia, onde a tecnologia pode ser usada para garantir a estabilidade das redes elétricas, especialmente com a integração de fontes renováveis e o gerenciamento de cargas críticas.



*Figura 411: Modelo ilustrando espaço disponível para teste com bobina de sistema de SMES, como proposto no estudo conceitual.*

### 1.5. Desenvolvimento protótipo de equipamento de MRI para pequenos animais

Durante o ano de 2024, o projeto Protótipo de Equipamento de Tomografia de Ressonância Magnética (MRI) para Pequenos Animais teve avanços importantes, incluindo a validação de vários conceitos que culminaram na primeira imagem de um protótipo. Demandas de projeto foram identificadas na etapa conceitual para delinear os subsistemas necessários, levando em consideração prazo de entrega e orçamento. Para a etapa preliminar, esses subsistemas foram elaborados em mais detalhes e os mais consolidados tiveram seus desenvolvimentos iniciados. Na etapa final, seguiram-se com os desenvolvimentos definidos, a fim de atender às especificações do projeto e realizar a entrega.

Conforme apresentado no Relatório de Design Conceitual (CDR), foram feitas simulações da geometria e campo do que seria o magneto central, definindo seu design final e, por consequência, a geometria das bobinas de RF e gradiente. O estudo, seleção e compra dos modelos de amplificadores e console foram realizadas, além dos insumos para fabricação do

protótipo como um todo. Simulações para definição do projeto da sonda de RF foram realizados e rotas para o desenvolvimento das bobinas de gradiente foram levantadas, além do estudo de como realizar a integração delas com o magneto, amplificadores e console foi detalhado. Para o Relatório de Design Preliminar (PDR), especificou-se o desenho mecânico de integração, que engloba dispositivos de fixação e ajuste fino da posição de peças; e a fabricação da estrutura de retorno magnético e suporte dos discos. Além disso, desenvolvimentos no projeto das bobinas planares de gradiente de campo e no circuito da chave transmissão/recepção foram realizados. O Relatório de Design Final (FDR) descreve os desenvolvimentos posteriores como: montagem, caracterização e otimização do magneto central; fabricação das peças de suporte mecânico e ajuste fino da posição; projeto final das bobinas planares de gradiente; montagem, caracterização e validação da chave de transmissão-recepção da sonda; projeto da blindagem do equipamento; projeto e fabricação dos phantoms; além de integração eletrônica e mecânica de todos os subsistemas com posteriores testes de aquisição da imagem.

### 1.5.1. Magneto Central

Possíveis soluções para o magneto central foram simuladas e o modelo definido foi com discos magnéticos. O design do ímã e estrutura magnética (Figura 412) foram concebidos no primeiro semestre, além de simulações do processo de *shimming* do magneto.

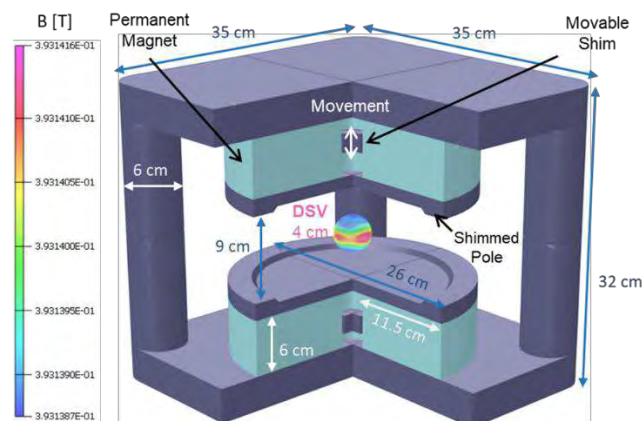


Figura 412: Imagem esquemática do esboço da estrutura do MRI (três-quartos da geometria são mostrados). No centro, temos a região de DSV com os valores de campo magnético simulados em um dos casos.

No segundo semestre, foi realizada a compra de discos magnéticos de NdFeB que possibilitaram a montagem final do Magneto Central, como apresenta a Figura 413.



Figura 413: À esquerda, imagem da montagem dos discos na base do magneto central; à direita, imagem do laboratório durante o processo de montagem com auxílio de guindaste para montagem.

Após montagem, realizou-se a caracterização magnética. Durante o segundo semestre houve alguns problemas com a bancada de caracterização magnética, exigindo adaptação do *setup* com uso de um braço robótico. Com essas medidas, a homogeneidade do campo magnético do magneto central chegou a 457 ppm. O valor absoluto do campo magnético medido ficou muito próximo do esperado de 0,4 T. A etapa seguinte consistiu na otimização da homogeneidade do campo através das correções com peças de *shim* passivo estrategicamente posicionadas. A correção do campo resultou em uma homogeneidade no volume de interesse abaixo de 50 ppm, possibilitando a liberação do magneto para seguintes testes de integração e aquisição de imagem. O resultado da caracterização magnética após aplicação de *shims* para correção de homogeneidade do campo está apresentada na Figura 414.

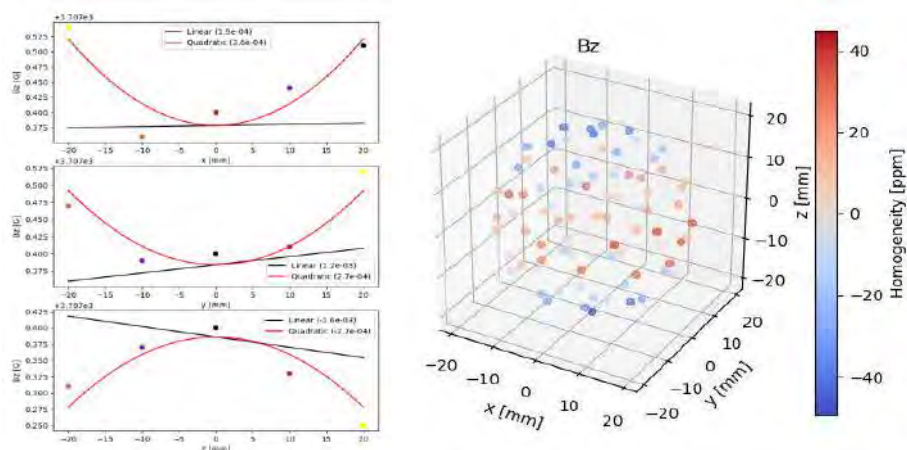


Figura 414: Resultado de caracterização magnética, após aplicação de *shims* para correção de campo magnético.

### 1.5.2. Sistema Gradiente

Ao longo do primeiro semestre, várias alternativas para as placas de gradiente foram levantadas e o uso de bobinas planares fabricadas em placas de circuito impresso foi definido. Simulações

sobre o padrão da bobina foram realizadas e os designs otimizados, com maior sensibilidade e linearidade, foram fabricados na prototipadora LPKF do Centro, como mostra a Figura 415 abaixo.

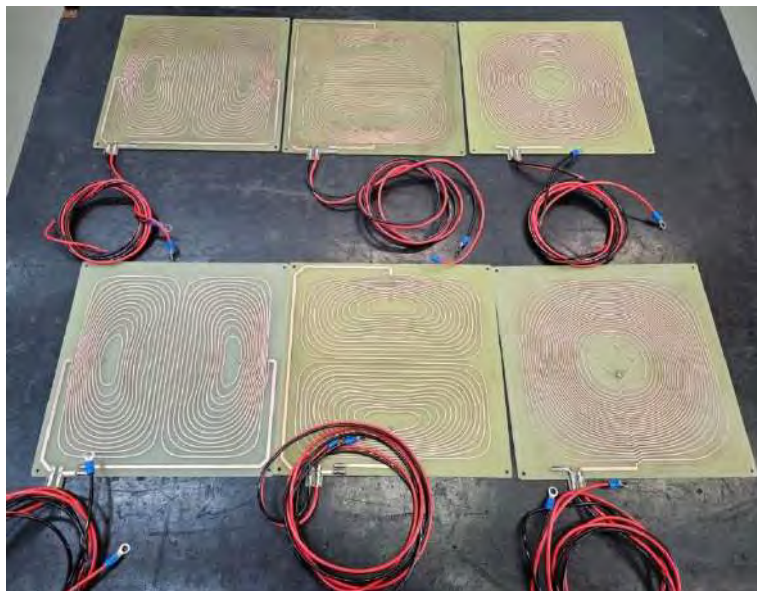


Figura 415: Bobinas de gradiente fabricadas em placas de circuito impresso pelo LPKF S100.

No segundo semestre, as bobinas foram caracterizadas eletricamente e magneticamente com o setup apresentado na Figura 416 e os resultados encontrados se encontram na

Tabela 7.

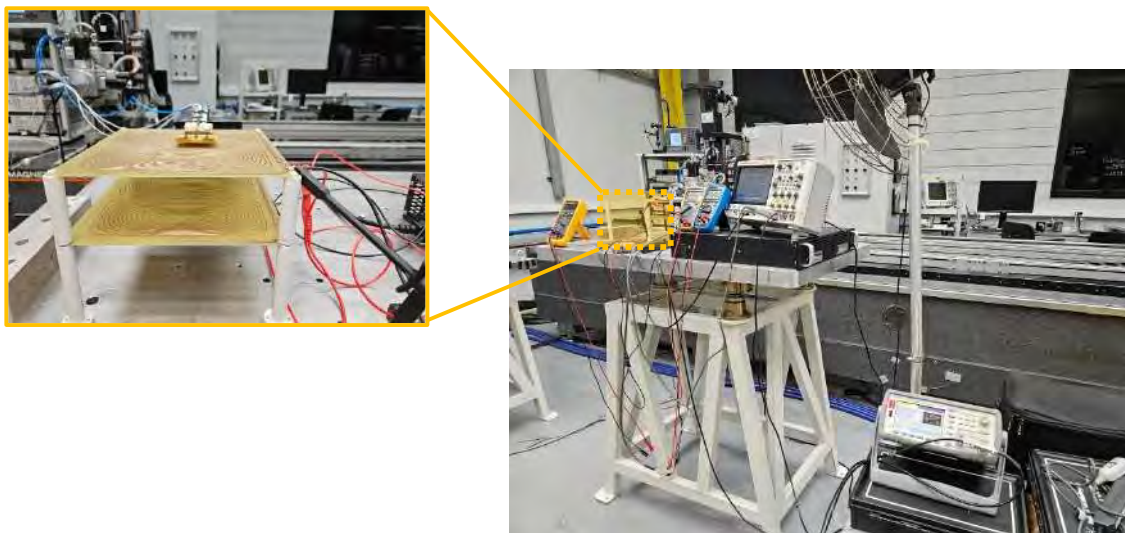


Figura 416: Setup de caracterização elétrica e magnética das placas de gradientes fabricadas no Centro.

Tabela 7 - Comparação entre propriedades magnéticas simuladas e medidas para as bobinas de gradiente.

	Bobina X/Y		Bobina Z	
	Caracterizada	Simulada	Caracterizada	Simulada
<b>Não-linearidade mediana [%]</b>	2,8	0,3	6	0,3
<b>Não-linearidade máxima [%]</b>	8,85	1,9	25	2,3
<b>Sensibilidade [mT/m/A]</b>	7	6,8	14,6	15,9

As bobinas de gradiente utilizam um suporte em polímero (G10) para suportaç o das placas. J  para a integraç o com o magneto central ser o utilizados dois suportes met licos (Alum nio) com regulagem nos eixos transversais. Esses suportes s o apresentados na Figura 417.

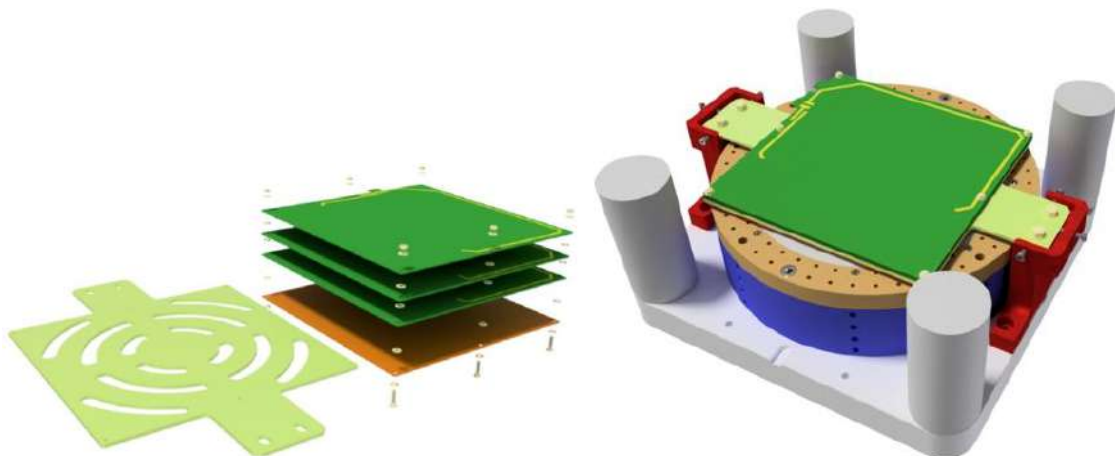


Figura 417: Desenhos mec nicos dos suportes das placas de gradiente (  esquerda) e suporte das placas no magneto central (  direita).

Para os amplificadores de gradiente, ap s o estudo para definiç o do modelo e sua compra, houve a avaliaç o de performance dos equipamentos antes de serem integrados ao sistema do MRI. Para tal, foram utilizadas duas modalidades de carga, um indutor de n cleo de ar constru do no Centro, e um resistor comercial que se aproximavam das caracter sticas el tricas da vers o inicial das bobinas planares. A Figura 418 apresenta fisicamente estas cargas.





Figura 418: Cargas tipo indutor (superior) e resistor 12  $\Omega$  (inferior).

Com a primeira versão das bobinas planares disponibilizadas, realizou-se pulsos como fonte de tensão para identificação destas cargas, bem como repetição do procedimento de otimização da rede de compensação e levantamento de suas performances de resposta ao degrau e em frequência. No que se refere ao sistema gradiente, o desempenho medido foi considerado satisfatório para a operação do MRI.

### 1.5.3. Sistema de Radiofrequência

O sistema de RF foi definido no primeiro semestre, sendo composto por: uma sonda de transmissão e recepção (T/R) solenoide, pela simplicidade e homogeneidade do design; uma chave T/R passiva; um amplificador de potência para transmissão de sinais e um amplificador de baixo ruído para pré-amplificação do sinal de recepção (Figura 419). Simulações foram realizadas com a sonda para definir detalhes da geometria, com deve ser o seu escudo de blindagem e o campo gerado, e da chave T/R também, para validar seu funcionamento. Os modelos de amplificadores de potência e de baixo ruído foram escolhidos e comprados, bem como os insumos para fabricação da sonda e chave T/R.

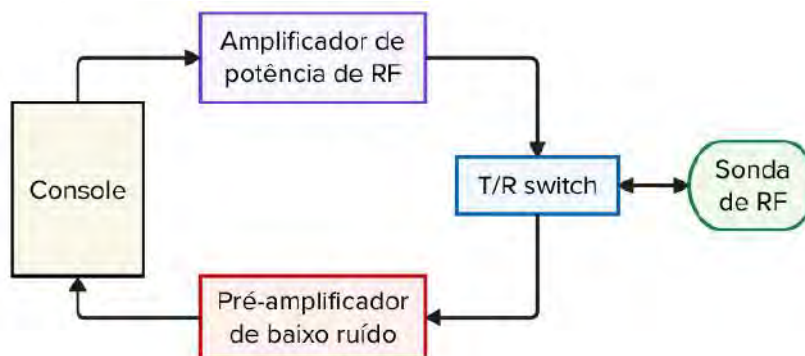


Figura 419: Esquemático do subsistema de RF deste protótipo de MRI.

A partir do segundo semestre, foi definido para sonda um suporte fabricado em polímero (poliacetal). Na região central interna, existe um furo passante com diâmetro de 45 mm (DSV  $\varnothing$ 40mm máx.) que será utilizado para inserção de amostras. Já na região central externa, estão localizados os canais espirais para enrolamento da bobina de cobre. Similar às bobinas de gradiente, a bobina de RF também utiliza dois suportes metálicos com regulagem nos eixos transversais. Os desenhos mecânicos da sonda e sua integração com o magneto estão apresentados na Figura 420 abaixo.



Figura 420: Desenhos mecânicos da sonda de radiofrequência (à esquerda) e ela integrada com o magneto central (à direita).

Ao longo do semestre, foram realizados 2 protótipos da sonda de RF, o primeiro deles utilizado para validar o método de enrolamento e parâmetros elétricos e magnéticos calculados no projeto está apresentado na Figura 421.



Figura 421: Imagem do primeiro protótipo do suporte de enrolamento da sonda de RF, ao lado da fita de cobre utilizada (a), e da bobina sendo enrolada na bobinadeira (b e c).

Em seguida, uma PCB com o circuito de casamento de impedâncias e sintonização foi desenvolvido, prototipado, e montado para validação do projeto da sonda como um todo. A Figura 422 contém o resultado dessa placa com o primeiro protótipo do enrolamento.



Figura 422: Imagem da PCB com o circuito de casamento de impedâncias e sintonização (à esquerda) integrada com o enrolamento, compondo o primeiro protótipo da sonda completo (à direita).

Com este protótipo, uma reflexão de menos de -40 dB foi verificada com um analisador de redes, indicando que o casamento estava propriamente feito. Através da medida de reflexão em -3 dB, o fator de qualidade da sonda foi medido em aproximadamente 32,7 – um valor bastante baixo para sondas solenoidais como essa. Assim, na tentativa de otimizar o projeto e seu fator Q, uma nova sonda foi fabricada como segundo protótipo para o projeto, apresentada na Figura 423.



Figura 423: Imagem do segundo protótipo da sonda integrado sem o uso de PCB (à esquerda) e sob testes com o VNA dentro da sua shield de RF (à direita).

Com o novo protótipo notou-se que a sonda com circuito de sintonização e casamento de impedâncias sem PCB apresentou melhor resultado, com fator de qualidade Q de cerca de 61,8. A Figura 423 à direita apresenta, também, o protótipo de escudo para a sonda fabricado no Centro, a versão final comprada apresenta parâmetros geométricos um pouco diferentes e já foram entregues. Para a chave Transmissão/Recepção construiu-se um protótipo (Figura 424) onde foi possível validar os comportamentos das portas 1, 2 e 3 através dos parâmetros S. Alguns dos resultados estão apresentados na Figura 425.

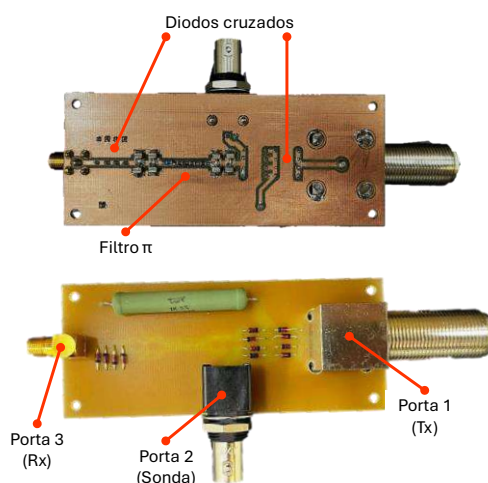


Figura 424: Imagem do primeiro protótipo do T/R Switch.



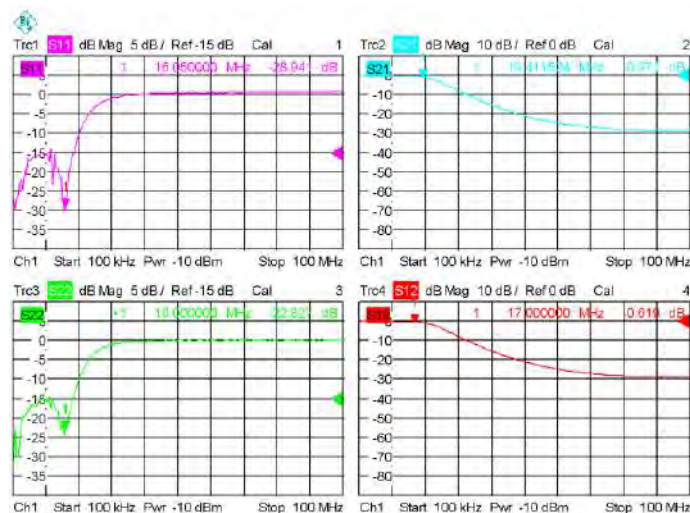


Figura 425: Parâmetros  $S$  entre as portas do T/R switch referentes à sonda (porta 2 da chave e 1 do VNA) e ao LNA (porta 3 da chave e 2 do VNA).

Na versão conceitual e preliminar da chave T/R estava previsto uso de um pré-amplificador LNA no circuito. Este componente apresentou processo de compra bastante complicado devido à indisponibilidade do modelo cotado no mercado. Quando se seguiu com outro modelo, foi possível realizar testes e através dos parâmetros  $S$  e da informação do fornecedor do Console que a potência máxima de entrada nos canais de recepção do equipamento era de -8 dB para 10 MHz; optou-se pela não utilização do LNA na chave. De forma semelhante aos amplificadores de gradiente, para o amplificador de RF foram realizadas avaliações de desempenho, e o setup de caracterização se encontra na Figura 426.



Figura 426: RFA BT01000-AlphaSA-100ms em caracterização nos laboratórios da DAT.

Para estes ensaios, mediu-se as curvas de ganho em função da potência em frequência e validou-se seu uso para a aplicação no equipamento de MRI.

#### 1.5.4. Console

Para o console de controle, foi definido seu modelo no primeiro semestre, após uma extensa pesquisa de mercado. Optou-se pela compra do Console Cameleon 4 da empresa RS2D, e durante o segundo semestre de 2024, houve um período de familiarização com a interface e simulações de aquisição enquanto os outros sistemas eram concluídos, como a montagem e otimização do magneto, validação da sonda e chave T/R. Quando estes desenvolvimentos foram validados e encerrados, foi possível iniciar a etapa de integração com o console e calibração do

equipamento. Nesta etapa, seguiu-se as instruções do manual com alguns testes sugeridos para validar o pleno funcionamento do console. Inicialmente, foi observado um sinal de blanking de 1 ms a ser usado no RFPA, um TTL, diretamente no osciloscópio, como mostra a Figura 427.



Figura 427: Imagem da tela do osciloscópio detectando o pulso TTL de 1 ms durante o teste realizado para validação do sinal de blanking.

Para validar os canais de transmissão e recepção de RF do console, foi realizado um experimento chamado loopback em que os dois canais são diretamente conectados um ao outro e uma sequência de pulsos composta por sinc + borboleta + hard pulse (Figura 428) é aplicada. Espera-se observar o sinal da sequência integralmente e os resultados, presentes na Figura 428, estão de acordo – indicando que o subsistema de RF do console está funcionando devidamente.

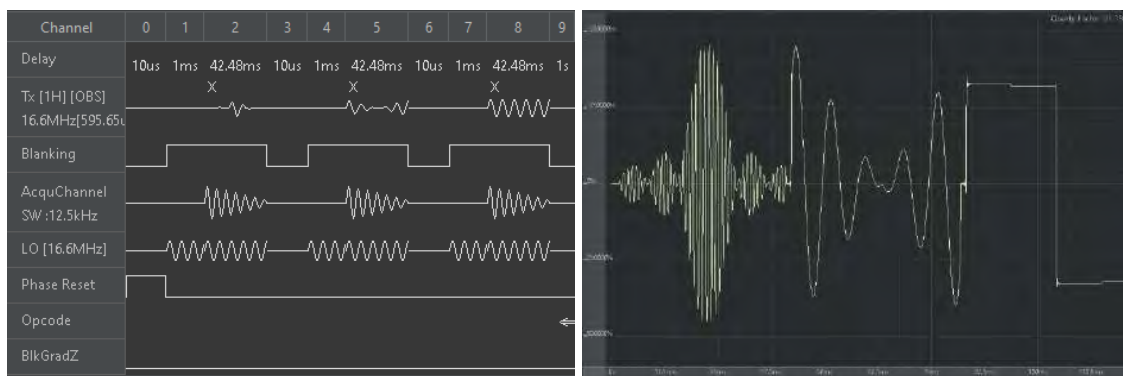


Figura 428: Imagem indicando a sequência de pulsos loopback (à esquerda) e o sinal medido conectando o canal Tx diretamente no Rx (à direita), retiradas do console.

Para validar a correta integração do console com o subsistema de RF, dois experimentos são realizados. Primeiramente, um *pick-up loop* (bobina de uma única espira) é fabricada e inserida no canal de recepção, como mostra a Figura 429-a. Aplicando os pulsos da sequência de *loopback* para transmissão na sonda de RF desenvolvida, o sinal de recepção detectado pelo *pick-up loop*, presente na Figura 429-b, valida o funcionamento do canal de transmissão do MRI integrado.

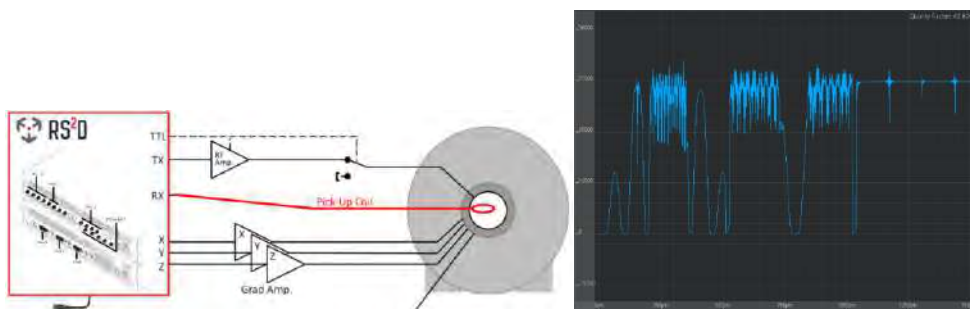


Figura 429: Esquemático do setup de testes para validação do canal de transmissão do conjunto (à esquerda), retirado do manual do console, e resultado obtido durante o experimento loopback com essa configuração (à direita).

Por fim, o mesmo tipo de experimento é realizado, mas agora aplicando os pulsos da sequência de *loopback* no *pick-up coil* para validar a recepção pela sonda de RF desenvolvida, com indicado na Figura 430. O sinal de recepção detectado pela sonda, também presente na Figura 430 – à direita, valida o funcionamento do canal de recepção do MRI integrado.

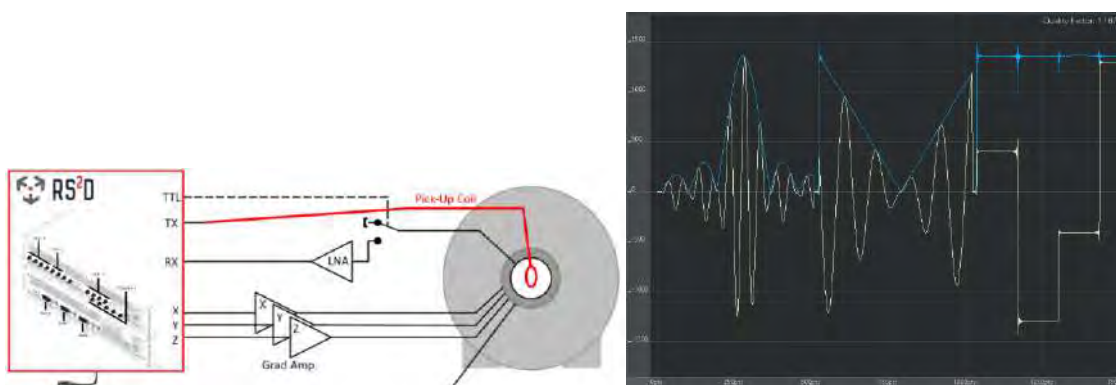


Figura 430: Esquemático do setup de testes para validação do canal de recepção do conjunto (à esquerda), retirado do manual do console, e resultado obtido durante o experimento loopback com essa configuração (à direita).

Após estas etapas, é possível seguir o passo-a-passo para obtenção de um sinal de ressonância (FID) e em seguida, uma imagem.

### 1.5.5. Aquisições

Para a aquisição do sinal de ressonância (FID) utilizou-se uma solução de cloreto de sódio e sulfato de cobre, que simula um sinal resposta de tecido biológico. A sequência utilizada para a aquisição foi *Adjust\_OnePulse*, onde foi necessário variar os parâmetros: frequência de transmissão, ganho no receptor, amplitude da transmissão, atenuação da transmissão e duração do pulso para encontrar o sinal; apresentado na Figura 431 abaixo.

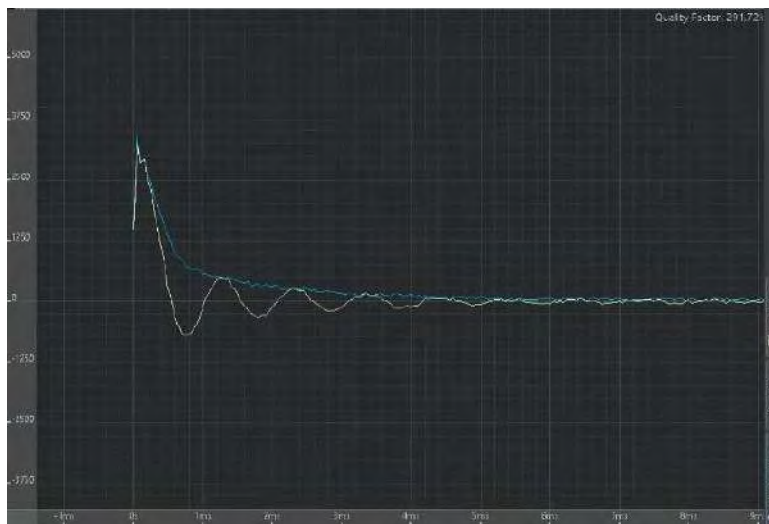


Figura 431: Imagem de um sinal FID obtido pelo protótipo de MRI.

Para uma primeira tentativa de aquisição de imagem, utilizou-se um pote somente com a solução descrita anteriormente, e com variação de parâmetros como: número de excitações, matriz de aquisição, *field of view*; foi possível adquirir a primeira imagem do equipamento, presente na Figura 432.



Figura 432: Primeira imagem (no computador) obtida pelo protótipo de MRI de um pote com solução de sulfato de cobre e cloreto de sódio, ao seu lado esquerdo.

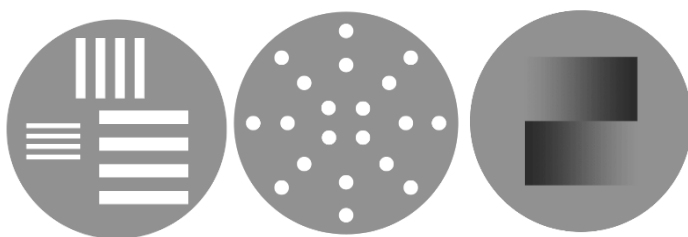
Seguiu-se as tentativas de aquisição, mas agora com amostras com formas geométricas. Para as amostras que foram impressas em 3D, a sugestão para os primeiros testes foram letras e formatos geométricos simples como os presentes na Figura 433.





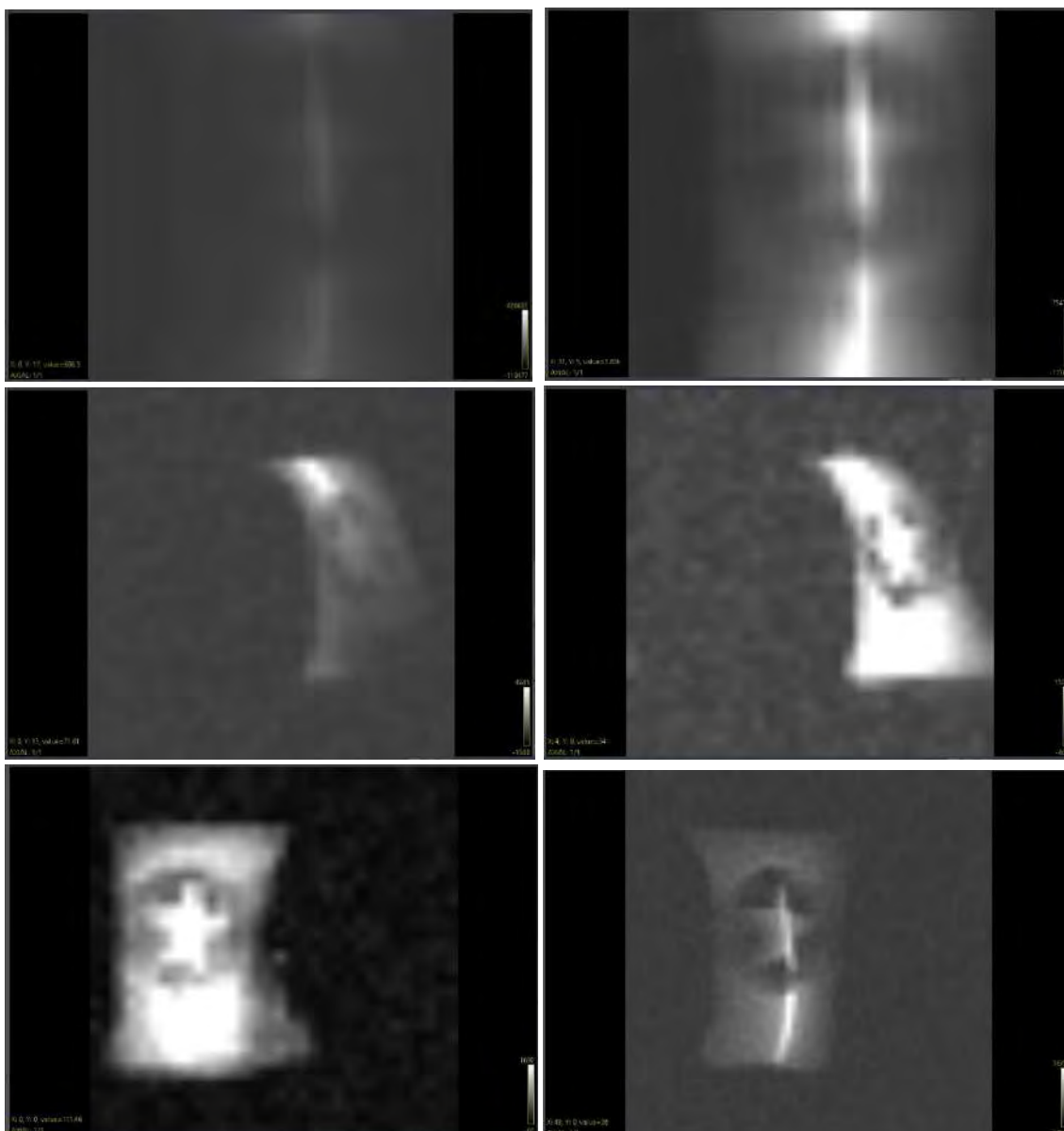
*Figura 433: Imagem de algumas amostras a serem impressas em 3D para uso como phantoms, a serem usados para obter imagens no MRI.*

Phantoms mais específicos para verificação de parâmetros da aquisição também foram criados, como representa a Figura 434 abaixo.



*Figura 434: Imagem de três amostras a serem impressas em 3D para uso como phantoms, a serem usados para obter imagens que verificam certos parâmetros do MRI, como resolução e tamanho de fatias.*

Várias tentativas foram necessárias até se alcançar uma resolução satisfatória para a primeira imagem oficial do equipamento de ressonância, as imagens presentes na Figura 435 apresentam o processo iterativo de aprimorar a resolução da imagem através de várias aquisições.



*Figura 435: Imagens obtidas nas primeiras tentativas de ver o Phantom contendo uma estrela impressa em 3D.*

Após inúmeras tentativas, adquiriu-se a imagem oficial que marca a conquista do objetivo do projeto (Figura 436). Na imagem, observa-se que os cortes coronal e sagital apresentam grandes distorções, que ainda estão sendo estudadas e avaliadas para correção e possibilidade de obtenção de imagens nos 3 eixos.

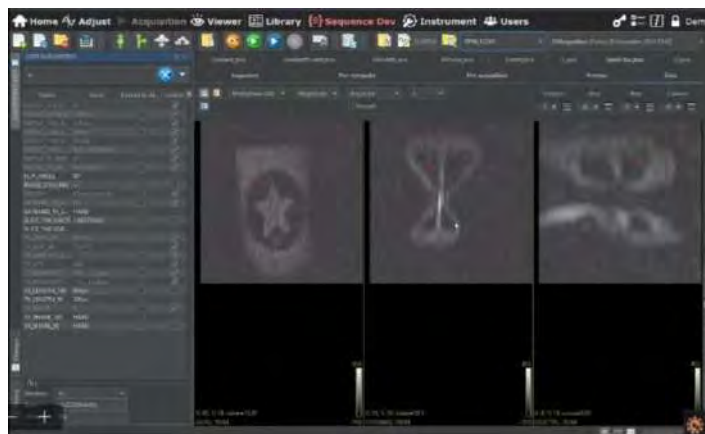


Figura 436: Imagem do Phantom com estrela impressa em 3D em boa resolução no corte axial. Correções para os cortes coronal e sagital seguem sendo estudadas.

## 1.6. Desenvolvimento de Protótipo de Acelerador de Prótons para Terapia e Outras Aplicações

A iniciativa da DAT em busca de projetos de aceleradores de prótons, que teve início em 2022 com estudos e entendimentos preliminares de possibilidades, contou com avanços significativos em 2024. Um dos objetivos atuais dessa iniciativa é o desenvolvimento de um protótipo de uma cavidade aceleradora do tipo *Radio Frequency Quadrupole* (RFQ). Esse tipo de cavidade funciona especialmente para partículas em baixíssimas velocidades, correspondentes a energias de entrada de prótons da ordem de dezenas de keV e saída com poucas unidades de MeV. Ela é tradicionalmente aplicada logo após uma fonte fornecedora de íons, e a motivação principal desse projeto é demonstrar a capacidade da DAT em expandir suas habilidades de desenvolvimento também para aceleradores de prótons, aproveitando ao máximo as experiências adquiridas com o desenvolvimento do acelerador de elétrons do projeto Sirius. Do ponto de vista estratégico, a expectativa a médio prazo é que o sucesso do desenvolvimento desse protótipo viabilize outros projetos importantes para o país, como aceleradores com fins médicos, com capacidade de produzir radioisótopos médicos e realizar terapia de prótons.

Os desenvolvimentos relacionados ao protótipo mencionado estão sendo realizados dentro do escopo do projeto, iniciado em janeiro de 2024 e que tem como principais premissas iniciais:

- Especificação, aquisição, montagem, comissionamento e operação de uma fonte de prótons comercial.
- Desenvolvimento, fabricação, montagem, comissionamento e operação pela DAT de uma cavidade do tipo RFQ capaz de acelerar o feixe oriundo da fonte de prótons até aproximadamente 1 MeV;
- Aproveitamento das torres amplificadoras de potência de rádio frequência usadas no antigo anel de armazenamento do UVX como fonte de potência para a cavidade RFQ;
- Desenvolvimento e implementação pela DAT de sistemas de monitoramento e controle do protótipo, inclusive relacionados ao diagnóstico do feixe pós cavidade RFQ.

Esse projeto traz desafios relacionados às áreas nas quais a DAT já possui considerável experiência, tais como projetos mecânicos, processos de fabricação e usinagem de precisão, metrologia para montagem e alinhamento, caracterização e engenharia de materiais, vedações para alto vácuo, design e operação de sistemas de vácuo em câmaras e cavidades, eletrônica para instrumentação, sistemas de monitoramento e controle para intertravamento e conversores de potência. Mas também demanda a capacitação das equipes em áreas altamente específicas e de interesse da DAT, como dinâmica de feixe de partículas em aceleradores e sistemas para aplicação de rádio frequência de alta potência em cavidades ressonantes. Um resumo dos avanços do projeto Protótipo de Acelerador de Prótons para Terapia e outras Aplicações obtidos em 2024 estão apresentados a seguir.

### 1.6.1. Estruturação dos Sistemas e Componentes do Protótipo

O processo de refinamento e detalhamento da estrutura de sistemas e componentes avança junto ao projeto e tem como base tanto a análise de soluções adotadas em outros projetos de cavidades RFQ (Radio Frequency Quadrupole) presentes na literatura, como também experiências prévias e propostas de solução das equipes da DAT. A proposta atual de estruturação dos sistemas que compõem o acelerador protótipo e permitem o seu funcionamento constam na Figura 437. Estão listados também os componentes que definem, em um nível acima de detalhes, o conteúdo de cada um dos sistemas.

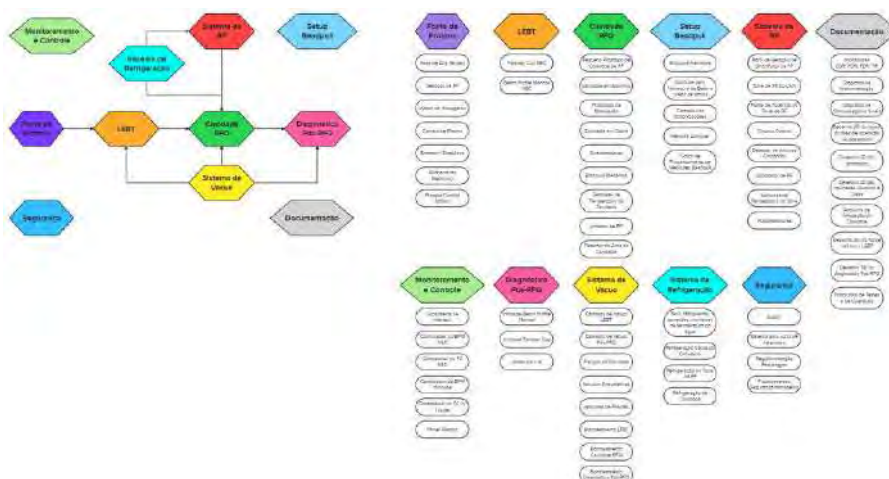


Figura 437: Estrutura de Sistemas (à esquerda) e Componentes (à direita) do Acelerador de Prótons Protótipo

### Especificação da Fonte de Prótons e LEBT

Diversas empresas fornecedoras de fontes de prótons foram consultadas para análise de seus produtos comerciais, tais como Pantechnik, DIS Germany, BREEBIT e NEC. A proposta da NEC teve recomendação de parceiros especialistas externos (Tiago Fiorini do Instituto de Física da USP-SP e Maurizio Vretenar do CERN), que já tiverem experiência com esse fornecedor. O produto da NEC foi analisado e entendido com cuidado pelas equipes da DAT envolvidas e a empresa manteve contato para esclarecer nossas dúvidas. A compra foi concluída em julho de 2024 e os itens adquiridos estão em preparação pela fornecedora com previsão de envio em 31 de janeiro de 2025. A partir da chegada dos itens será iniciada a montagem do equipamento pelas equipes da DAT.



Da mesma fornecedora estão sendo adquiridos instrumentos para diagnóstico do feixe: um Faraday Cup e um Beam Position Monitor. Esses instrumentos serão posicionados no trecho entre a fonte de Prótons e a Cavity RFQ, referenciado como LEBT (Low Energy Beam Transport). A proposta pensada pela DAT para o trecho LEBT na época da conclusão da compra consta na Figura 438. Nesse trecho estará presente também uma bomba de vácuo turbo, válvula gaveta, câmara capilar para diferencial de pressão e solução para alinhamento (em fase de especificação).

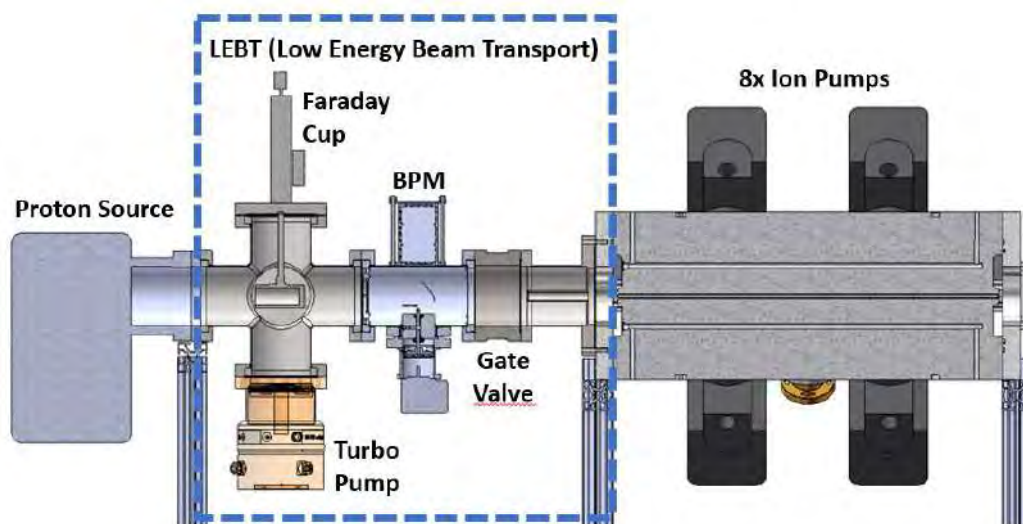


Figura 438: Proposta inicial para o trecho LEBT na época da compra dos itens (jun/2024)

### Projeto do Suporte e Rack de Alta Tensão da Fonte de Prótons

Os grupos da DAT ficaram responsáveis por projetar e montar a suportaç o da fonte de  ons. Ela demanda cuidados especiais relacionados ao isolamento de componentes que se encontram em alta tens o. Um primeiro esboço foi feito tomando como base a fonte de  ons do acelerador eletroest tico da USP-SP (que   um equipamento do mesmo fornecedor e muito semelhante ao que vamos receber), desenhos compartilhados pela fornecedora NEC e componentes dispon veis no CNPEM, mais especificamente um rack e calçoes isolantes. O esboço serviu como ponto de partida para detalhamentos subsequentes e o projeto desse rack se encontra em etapa avançada de detalhamento. A Figura 439 ilustra e resume o desenvolvimento desse componente.

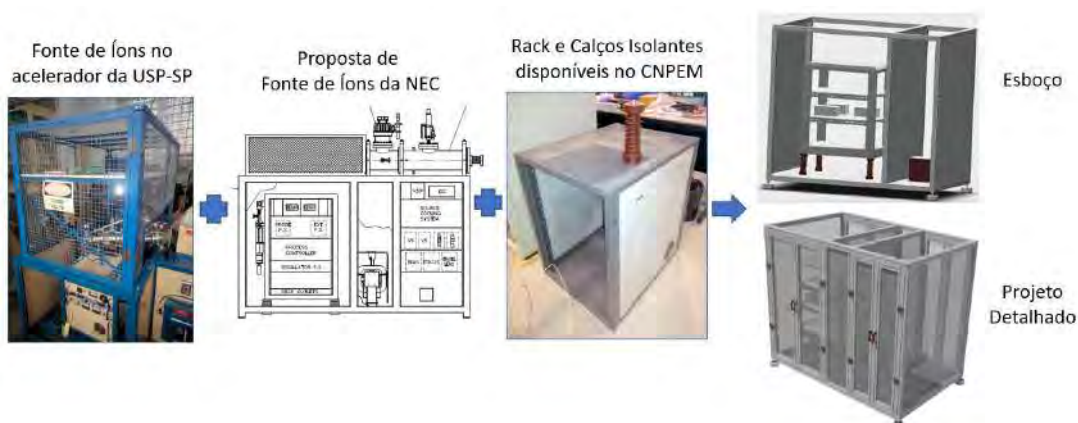


Figura 439: Referências para o esboço e modelo 3D detalhado da suportaç o mec nica e rack de alta tens o da fonte de  ons.

### Projeto de Einzellens para o trecho LEBT

Para melhorar o controle do casamento do feixe de sa da da fonte de  ons com a aceita cia da cavidade RFQ, uma Lente Einzel foi projetada pela DAT para ser posicionada no trecho LEBT. O desenvolvimento teve in cio com simula es do feixe atrav s de um modelo simplificado desse componente no software CST Particle Studio (Figura 440). Ap s o entendimento da din mica do feixe, valores dimensionais mec nicos e el tricos foram definidos e prosseguiu-se com o detalhamento do projeto mec nico. A proposta inicial de projeto mec nico foi feita considerando a utiliza o de um passante el trico comercial de 30kV de isolamento. (Figura 441). O desenho do componente se encontra em fase de detalhamento mec nico.

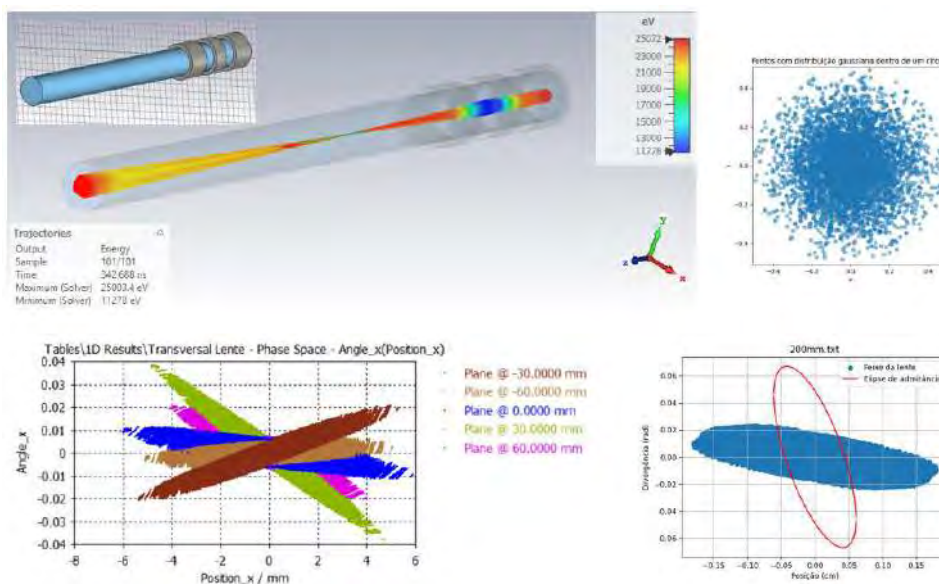


Figura 440: Simula es do feixe de pr tons atrav s de um modelo simplificado de Lente Einzel no software CST Particle Studio.

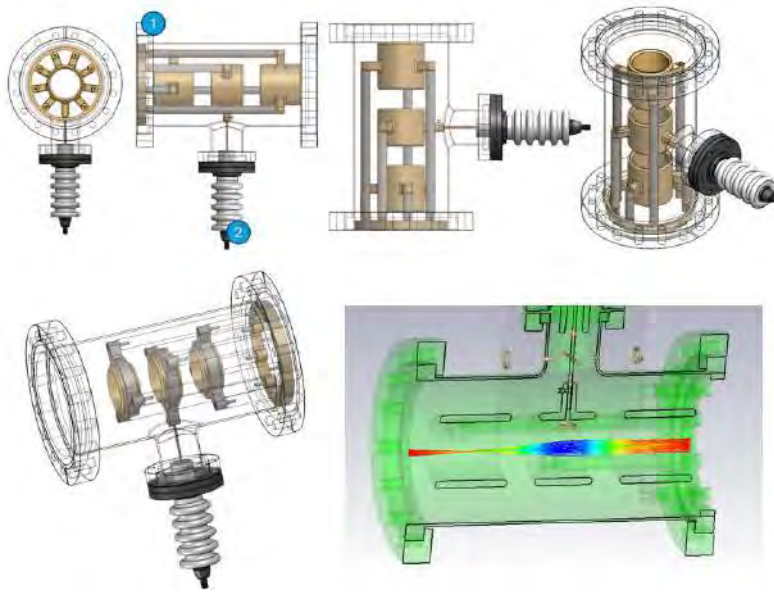


Figura 441: Proposta inicial de projeto mecânico da Lente Einzel e exemplo de simulação de feixe de prótons.

Design da Dinâmica do Feixe para Definição da Modulação da Caverna RFQ

Dinâmica de feixe de prótons é uma área em que a DAT está em processo de capacitação. Para isso, diversos estudos e simulações foram realizados para ganhar entendimento e confiança nos resultados gerados pelo software PARMTEQM, programa escolhido para o design da dinâmica do feixe através de uma caverna RFQ e para a definição do padrão de modulação presente nas pontinhas próximas ao eixo do feixe. Identificando as restrições de projeto que impactam na dinâmica do feixe, foram realizadas primeiras tentativas de design da modulação e, usando um dos resultados, alguns testes como a comparação entre diferentes tipos de distribuições das partículas no feixe de entrada e a rotação do feixe de entrada foram realizados (Figura 442).

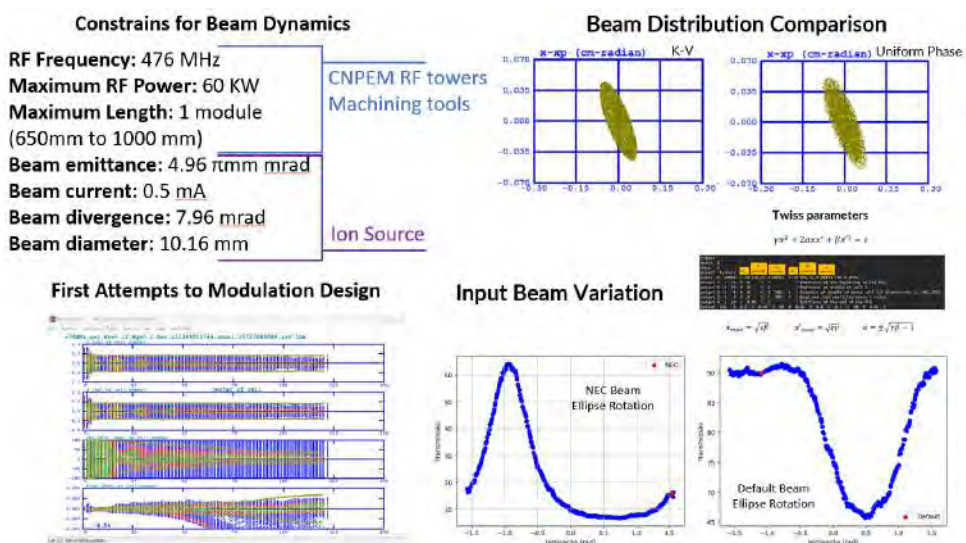


Figura 442: Restrições de projeto que impactam na dinâmica do feixe e alguns resultados representativo dos testes realizados com o software PARMTEQM

Após estudos de teoria e de experiências iniciais com o software, a especialista do CERN Alexandra Lombardi foi consultada e se dispôs a verificar os resultados preliminares que foram obtidos e, através de uma reunião online, forneceu aconselhamentos sobre design da dinâmica de feixe em RFQs utilizando o PARMTEQM (Figura 443).

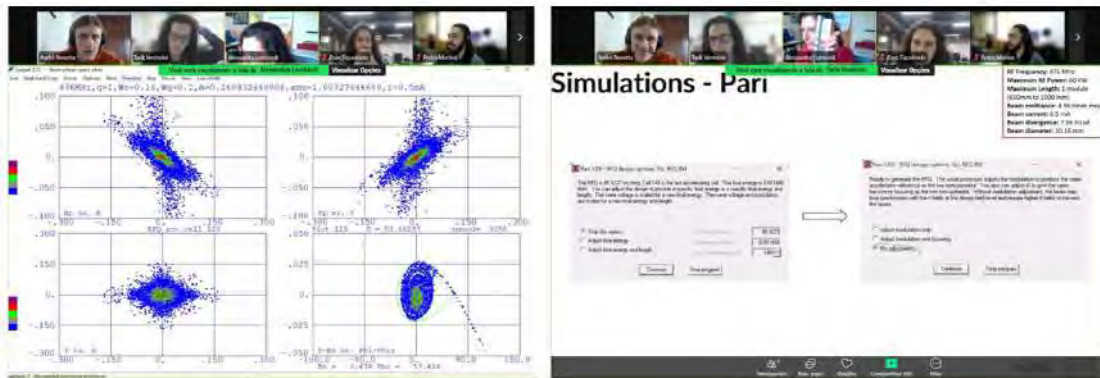


Figura 443: Reunião da equipe da DAT com especialista do CERN Alexandra Lombardi para compartilhamento de experiências e aconselhamentos sobre design de RFQ utilizando o software PARMTEQM.

O resultado dessa interação foi bastante positivo e o time da DAT conseguiu alcançar no software uma modulação com parâmetros que satisfazem as premissas do projeto do protótipo e que, segundo a simulação, fornece resultados satisfatórios de transmissão de feixe acelerado (Figura 444).

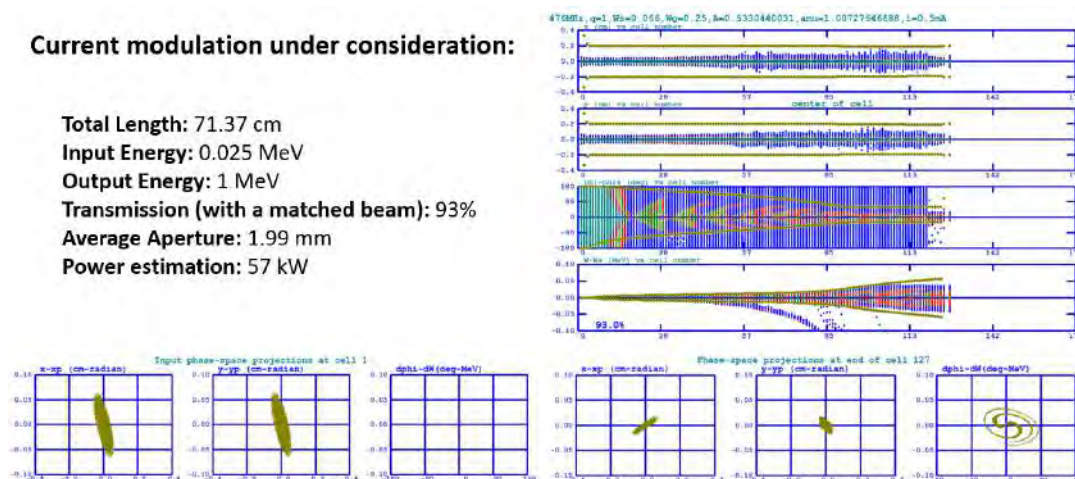


Figura 444: Especificações básicas da atual modulação em consideração para o protótipo de RFQ do CNPEM e alguns gráficos resultantes das simulações.

### Projeto Mecânico e de Vácuo da Cavidade RFQ

Tipicamente, cavidades RFQ são feitas de cobre, material que possui boa condutividade elétrica e térmica pelo seu custo. O projeto mecânico da cavidade RFQ em cobre é importante para prever a necessidade de testes de validação de diversas etapas do desenvolvimento, tais como

processos de fabricação, montagem, alinhamento, estanqueidade de vácuo, processo de sintonização da cavidade. O desenho em CAD da montagem proposta para a cavidade está representado na (Figura 445).



Figura 445: Montagem do projeto da cavidade RFQ proposta para prototipagem e testes em alumínio.

O modelo mecânico da cavidade foi trabalhado e lapidado ao longo de todo o ano considerando resultados de simulações de pressão, usinagem, radiofrequência e térmica. Simulações de pressão foram realizadas utilizando MOLflow para verificar se a pressão de vácuo desejada no interior da cavidade seria alcançada com as configurações de gás oriundo da fonte de prótons e as bombas de vácuo propostas (Figura 446).

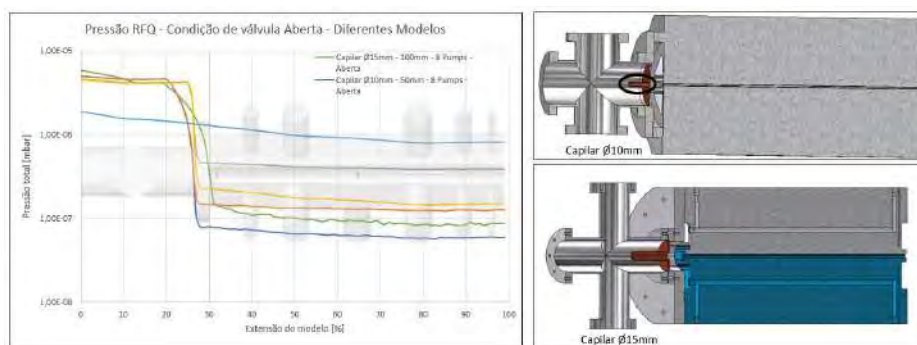


Figura 446: Simulações de pressão na cavidade usando MOLflow

### Prototipagens para Desenvolvimento da Solução de Vedação por O'ring 3D

Uma solução de vedação relativamente atípica em cavidades RFQ está sendo desenvolvida e validada para ser utilizada no protótipo desenvolvido na DAT. Trata-se de uma montagem usando O'rings devidamente posicionados entre as quatro peças que constituem a cavidade e as duas tampas durante a montagem, que se baseia em fusos roscados e parafusos para garantir o aperto

das peças e esmagamento dos O’rings. Essa solução foi inspirada na literatura e chamou atenção pelo potencial de conseguir evitar tradicionais rotas de brasagem, que demandam bastante tempo e cuidado, além da possibilidade de erros que podem ser fatais para as peças. Um protótipo em tamanho reduzido foi projetado para validação da solução. (Figura 447).

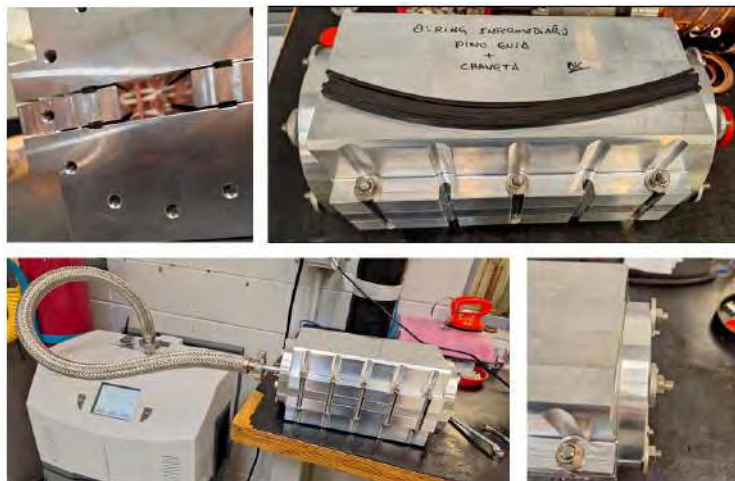


Figura 447: Protótipo para validação da solução de vedação por O’rings em tamanho reduzido.

Os resultados dos testes foram satisfatórios, com a montagem se mostrando estanque. O próximo passo para validação da solução será a realização de testes de estanqueidade com a cavidade de cobre.

#### Prototipagens para Desenvolvimento da Solução de Vedação dos Canais de Refrigeração da Cavidade

Devido ao aquecimento gerado pela dissipação de potência de RF nas paredes da cavidade, ela possui canais de refrigeração no interior do material que a constitui. Esses canais possuem quase o mesmo comprimento da cavidade e sua furação profunda é feita por um prestador de serviço externo ao CNPEM. Entretanto, o início do furo precisa ser devidamente tampado pois se encontra em uma região de interface com a região de vácuo da cavidade. Prototipagens estão sendo feitas para validar soluções para tampões desses canais que não permitam o vazamento de água dos canais de refrigeração para o volume de vácuo da cavidade (Figura 448).



Figura 448: Protótipos para validação da vedação dos tampões dos canais de refrigeração da cavidade RFQ.

### Desenvolvimento e Validação da Metodologia de Usinagem de uma Cavidade RFQ

A usinagem da cavidade é um grande desafio pois as tolerâncias de posição, alinhamento e acabamento são apertadas. O motivo das tolerâncias apertadas é o fato de que as pontinhas da cavidade têm dimensões de milímetros e servem de condições de contorno dos campos eletromagnéticos. Por isso, a posição delas definem diretamente a qualidade da distribuição do campo que será experimentado pelas partículas em aceleração. Por outro lado, um bom acabamento do material da cavidade garante uma baixa rugosidade e, conseqüentemente, que não haverá dissipação extra de potência de RF nas paredes internas da cavidade. Isso ajuda a garantir que haja potência suficiente para atingir as intensidades de campo esperadas pelas partículas para aceleração e focalização.

A abordagem escolhida para esse desafio foi de usar protótipos que ajudaram a validar, aperfeiçoar e delimitar a metodologia de usinagem. Um primeiro teste de usinagem de um modelo reduzido da cavidade em alumínio foi realizado, mas ainda sem a modulação das pontinhas (Figura 449). Uma seção encurtada foi usinagem para verificação dos resultados de usinagem das pontinhas (Figura 450). Uma peça parte do modelo em cobre tamanho real está em processo de usinagem, inclusive com modulação nas pontinhas, para verificação dos resultados de acabamento (Figura 451).



Figura 449: Major vane da cavidade usinada em tamanho reduzido como um primeiro teste de processos de usinagem.

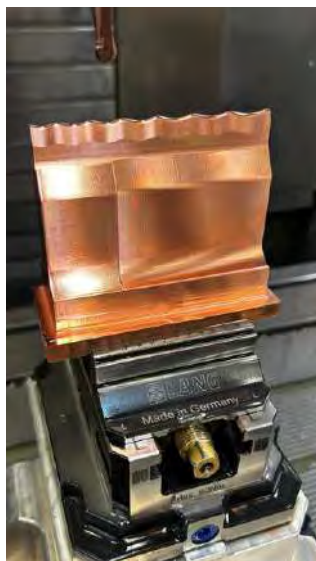


Figura 450: Resultado de usinagem de uma seção de minor vane para validação da metodologia de usinagem da modulação nas pontas da peça.

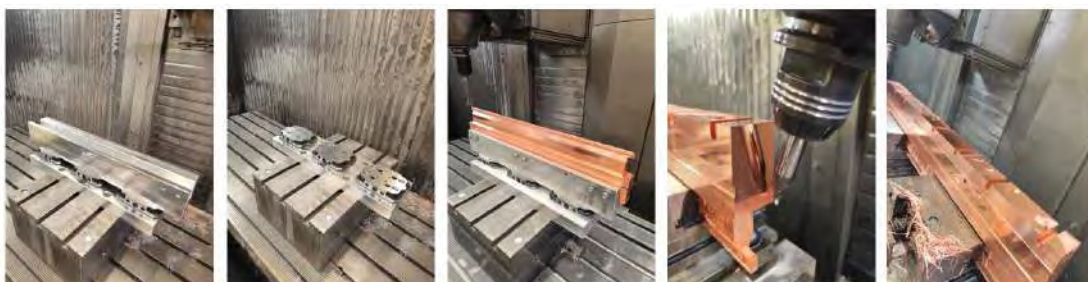


Figura 451: Etapas de usinagem de uma minor vane para validação da metodologia de usinagem.

### Design Eletromagnético da Cavidade RFQ, Acoplador de RF, Antenas de RF e Sintonizadores

Simulações eletromagnéticas de rádio frequência estão sendo realizadas utilizando o software CST Microwave Studio para adequar o volume de vácuo da cavidade para a frequência de ressonância e distribuição de campos desejadas, mas também para avaliar o efeito da presença dos furos laterais e dos instrumentos conectados diretamente nas laterais da cavidade (acoplador, antenas pick-up, sintonizadores e portas para bombas de vácuo). A geometria do perfil de vácuo da cavidade juntamente com os primeiros desenhos dos instrumentos conectados nas laterais está representada na Figura 452.



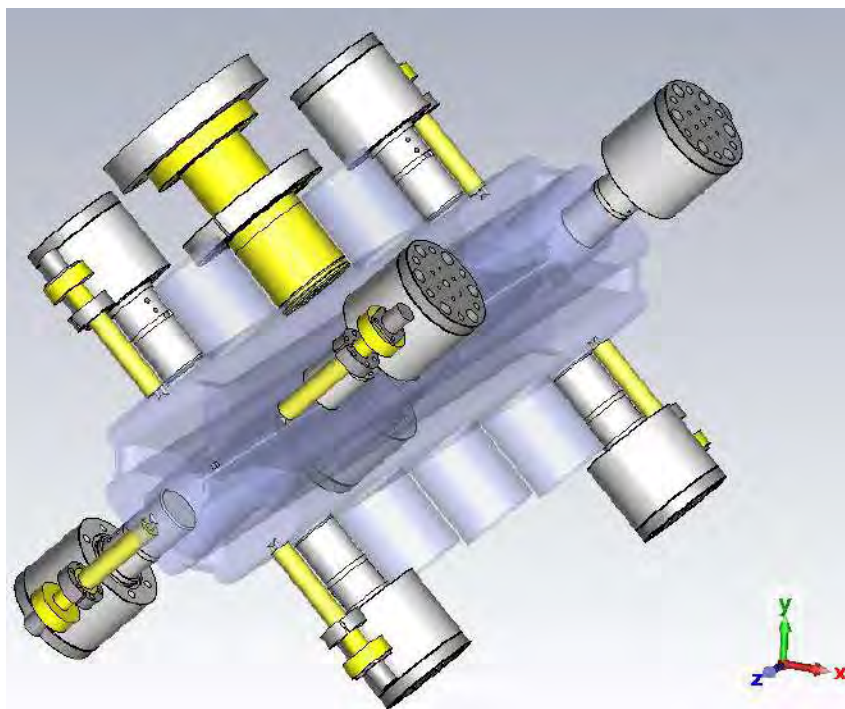


Figura 452: O perfil de vácuo da cavidade com os instrumentos conectados nas laterais para simulações eletromagnéticas no CST Studio.

A Figura 453 contém um diagrama que mostra o que é contemplado nas simulações de rádio frequência da cavidade RFQ. A presença dos sintonizadores, do acoplador de potência de RF e das antenas é essencial para a operação da cavidade e esses componentes afetam as condições de contorno dos campos eletromagnéticos. Através das simulações é possível avaliar a intensidade desse efeito. Além de verificar o deslocamento da frequência dos modos ressonantes, a distribuição do campo elétrico próximo das pontinhas também é analisada, pois o modelo contendo todos os atributos perde a simetria de quadrante típica do RFQ.

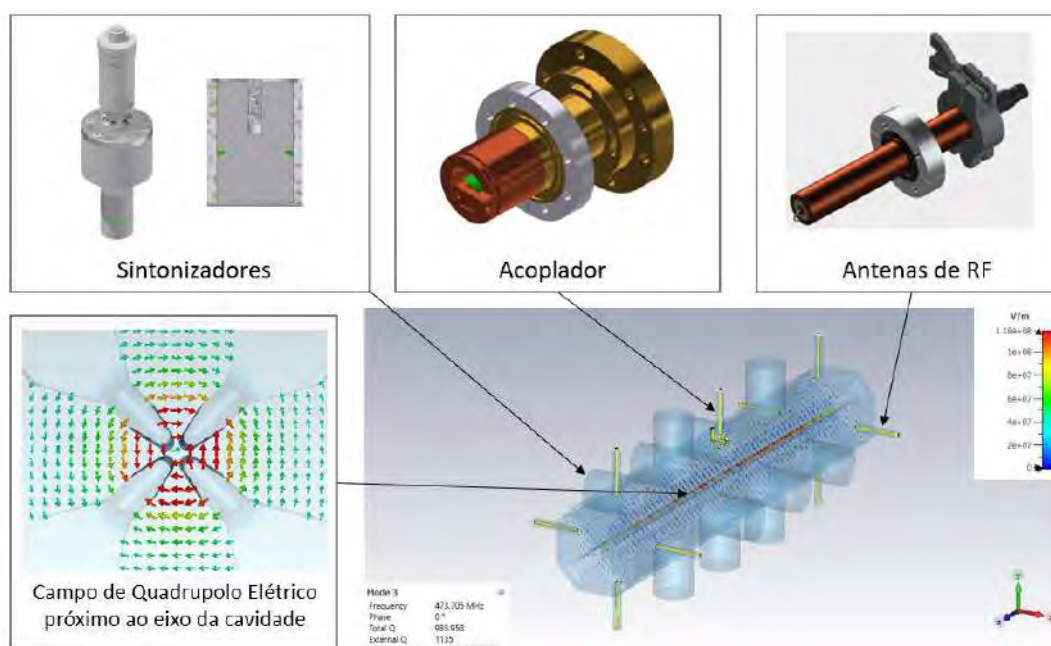


Figura 453: Diagrama destacando os atributos da cavidade que estão sendo levados em consideração nas simulações eletromagnéticas.

A Figura 454 ilustra resultados de simulações de radiofrequência típicos. A análise dos chamados “parâmetros-S” permite identificar a qualidade do casamento da estrutura do RFQ com a linha de transmissão de rádio frequência. Um dos parâmetros analisados permite prever quanto é a atenuação do sinal refletido na porta do acoplador de RF nas frequências de ressonância da cavidade.

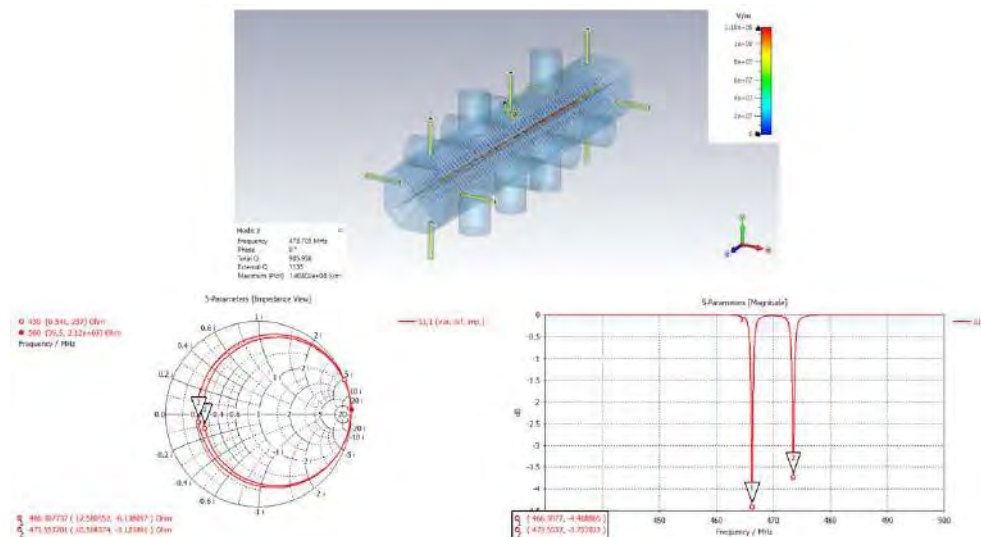


Figura 454: Simulações relacionadas aos modos ressonantes da cavidade.

Simulações variando parâmetros geométricos do acoplador de RF também foram realizadas (Figura 455). Essas simulações permitem definir dimensões físicas do acoplador mais adequadas e prever o efeito da variação do seu posicionamento (inserção ou rotação) na distribuição do campo no eixo pelo qual o feixe de partículas passa.

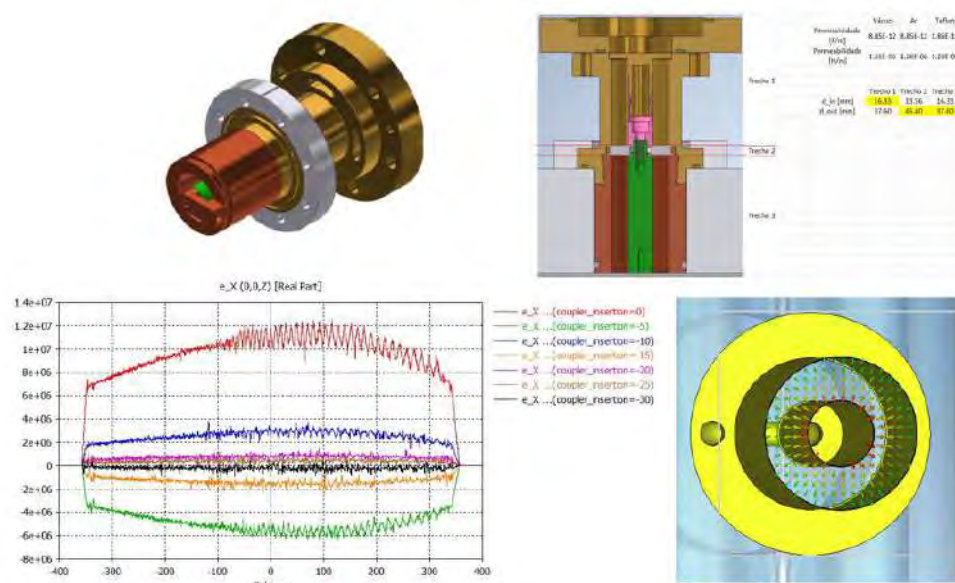


Figura 455: Simulações relacionadas ao acoplador de potência de RF.

A partir de outubro de 2024, as simulações de radiofrequência contaram com o apoio da especialista do LANL Evgenya Simakov através de interações por e-mail. Essa interação também está se mostrando bastante frutífera, com a especialista validando nossos avanços, sugerindo soluções para resolver mais rapidamente as dificuldades operacionais enfrentadas durante as simulações e provendo percepções valiosas para interpretação correta dos resultados obtidos.

### Simulação Térmica da Cavidade RFQ

Simulações multifísica utilizando o software Ansys Workbench também foram desenvolvidas. Resultados de simulações de rádio-frequência foram usados como input em simulações térmicas da cavidade com o objetivo de estimar o aquecimento e a eficácia dos canais de refrigeração através da análise da distribuição de temperatura e de deformações no material (Figura 456).

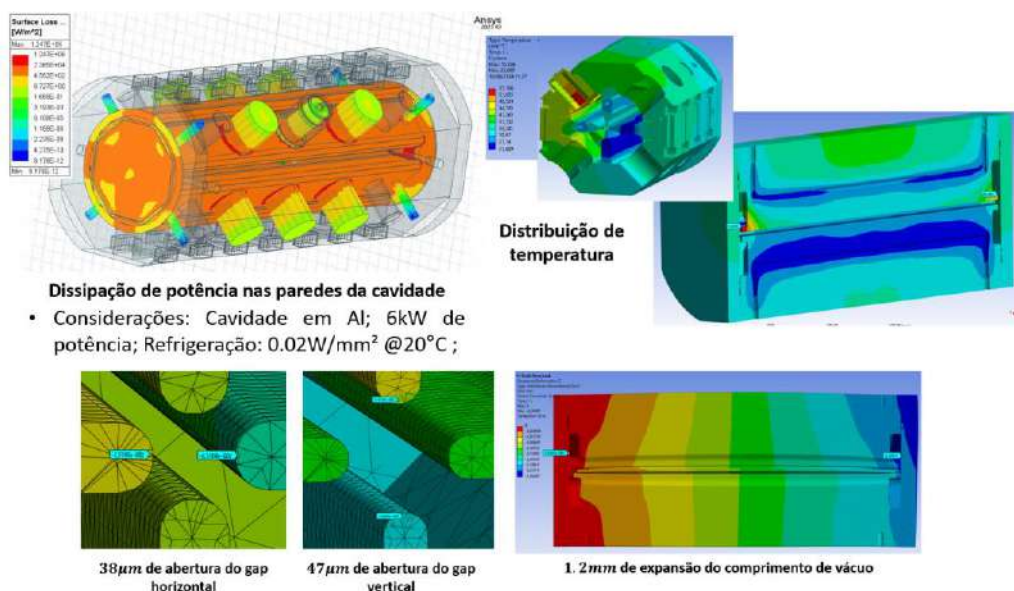
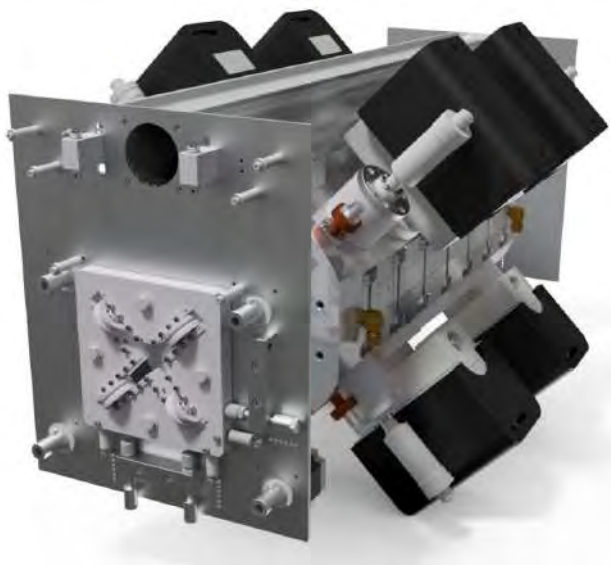


Figura 456: Simulações de dissipação de potência nas paredes da cavidade, distribuição de temperatura e deformação térmica utilizando Ansys Workbench.

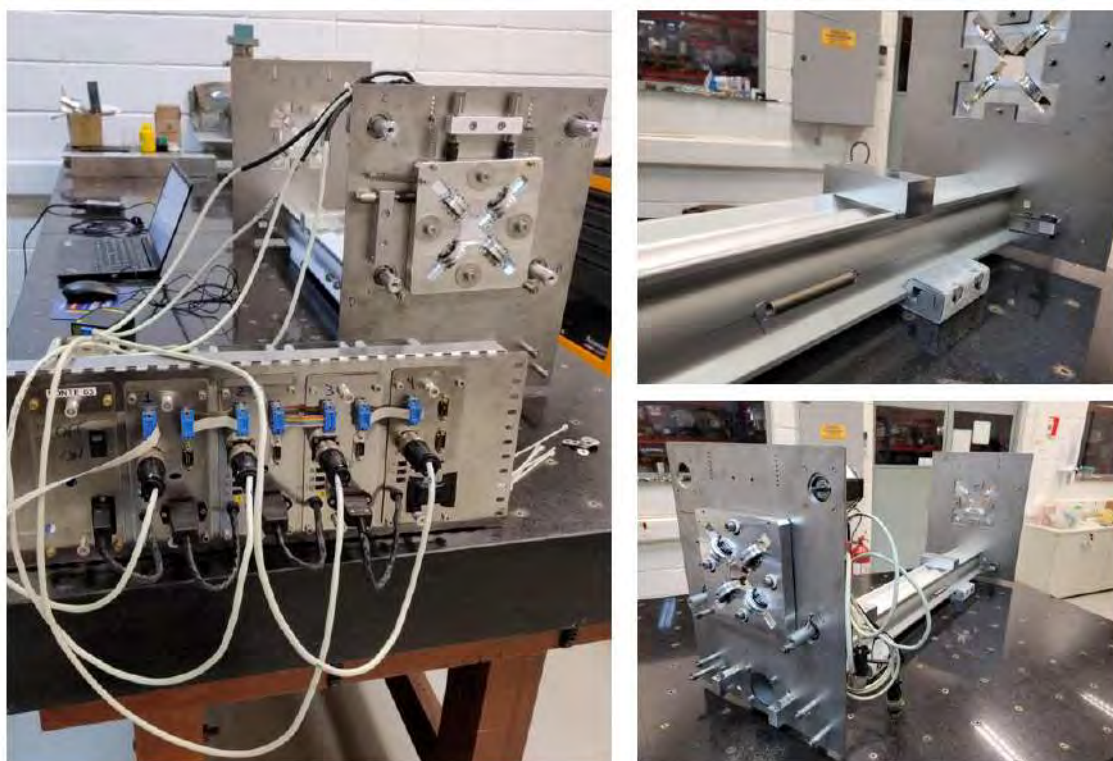
### Design e Construção do Setup para Sintonização de Cavidades RFQ por Beadpull

Após a montagem da cavidade RFQ, é necessário realizar um procedimento de sintonização da cavidade através da adequação do volume interno dela, controlado pelo nível de inserção de 8 pistões laterais, referidos como sintonizadores. O processo de sintonização se baseia em um procedimento conhecido como *Beadpull*. Esse procedimento consiste na coleta de medições de frequência de ressonância e fase da RF perturbados pela presença de uma *bead* (bolinha metálica presa por um fio) que atravessa a cavidade longitudinalmente. Essa varredura é feita em diferentes configurações de inserção dos sintonizadores. Os dados coletados são processados computacionalmente para inferir qual seria a melhor configuração de inserção de cada sintonizador, ou seja, a configuração que se aproxima da frequência de ressonância desejada, reduz a presença de modos de dipolo no campo ressoante, e melhora a planicidade

do campo ao longo da longitudinal. O setup mecânico que permitirá a realização dessas medições foi projetado e está representado na Figura 457. As peças do setup foram usinadas e ele foi montado para testes básicos de funcionamento (Figura 458).



*Figura 457: Projeto da cavidade com o setup mecânico para medições por Beadpull*



*Figura 458: Setup de Beadpull montado para testes de funcionamento.*

### Testes de Operação das Torres de RF do UVX e Montagem do Sistema de RF

Dada a premissa de aproveitar as torres amplificadoras de RF do antigo anel de armazenamento do UVX, as torres, que já foram testadas ao longo de 2022, foram devidamente montadas na área de testes. A intenção inicial é usar apenas uma das duas torres disponíveis, reduzindo complexidades relacionadas a necessidade de uma eletrônica de controle (*low level RF*). O sistema de RF montado está representado nas fotografias da Figura 459, onde também estão indicadas de forma aproximada onde serão posicionadas a cavidade RFQ e a fonte de prótons.

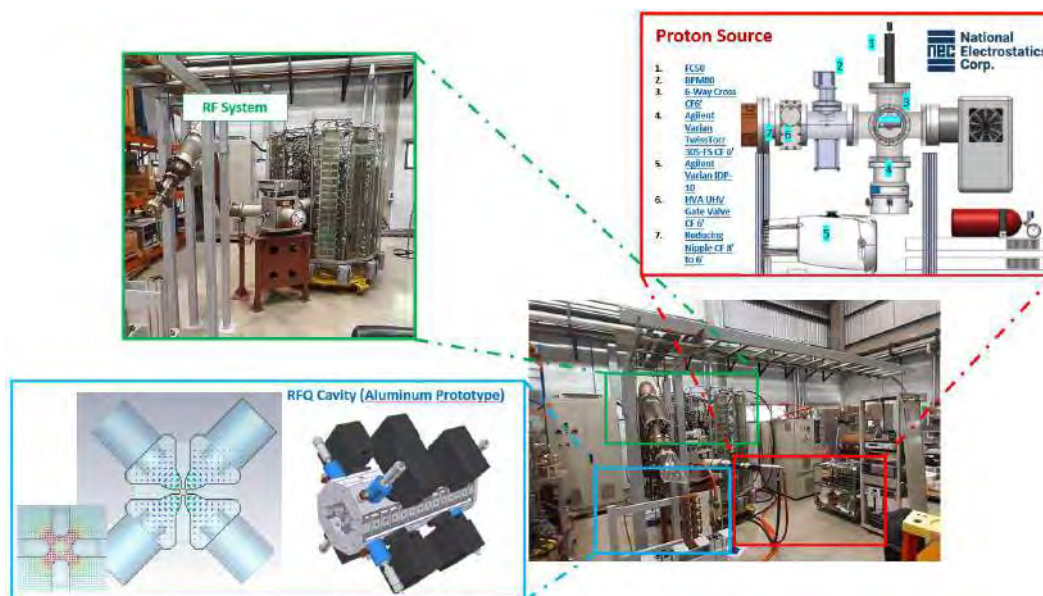


Figura 459: Sistema de RF montado e posição aproximada da cavidade RFQ e da fonte de prótons.

### Esquemático dos Blocos Operacionais e Protocolos de Comunicação para Monitoramento, Controle e Intertravamento

Com o avanço das definições dos componentes que constituem os sistemas do acelerador protótipo, foi possível iniciar o detalhamento dos blocos operacionais, os protocolos de comunicação e sistemas de monitoramento que podem ser aplicados (Figura 460). Um fluxograma de *interlocks* também foi elaborado baseado no projeto conceitual atual do protótipo (Figura 461).

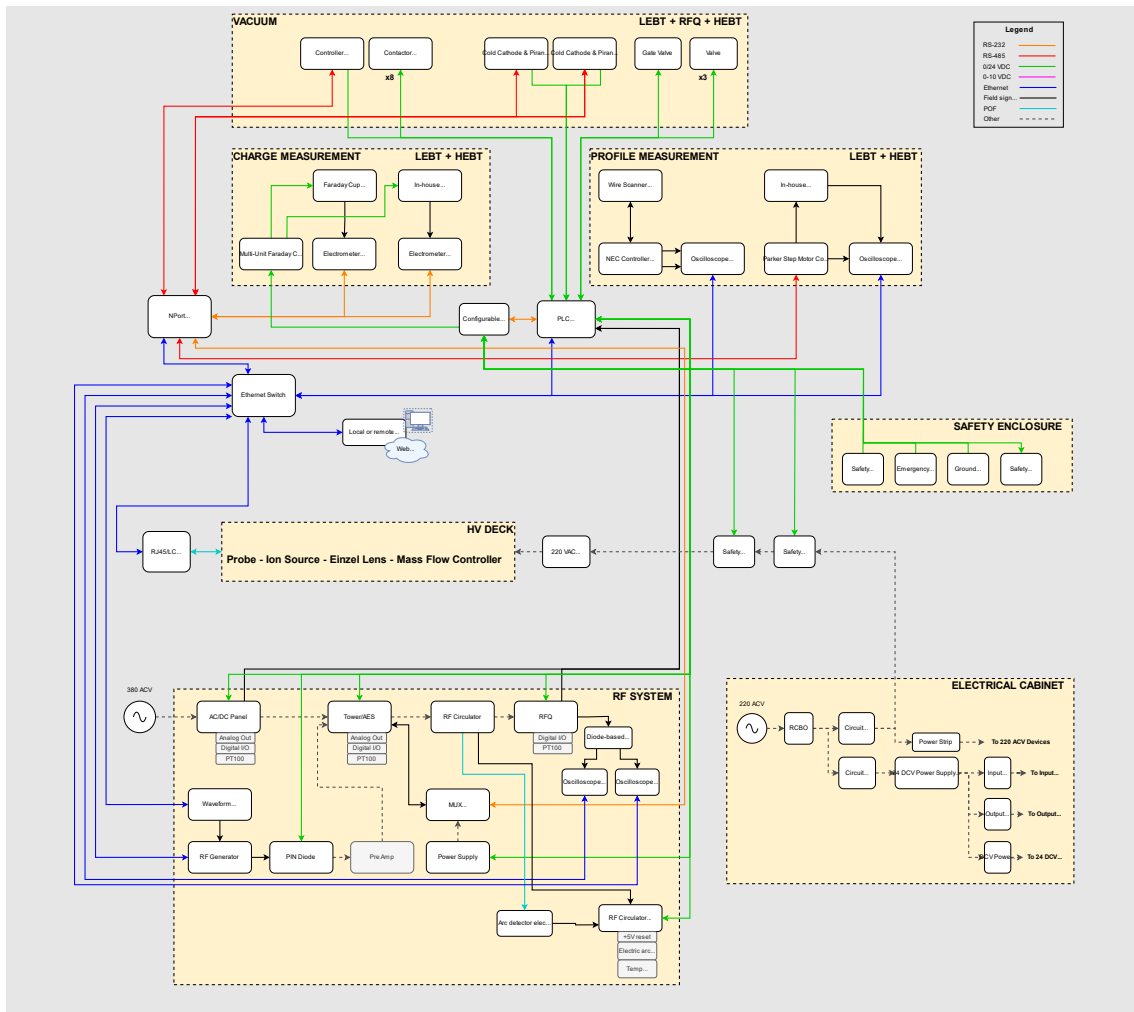


Figura 460: Blocos operacionais do acelerador com respectivos protocolos de comunicação.

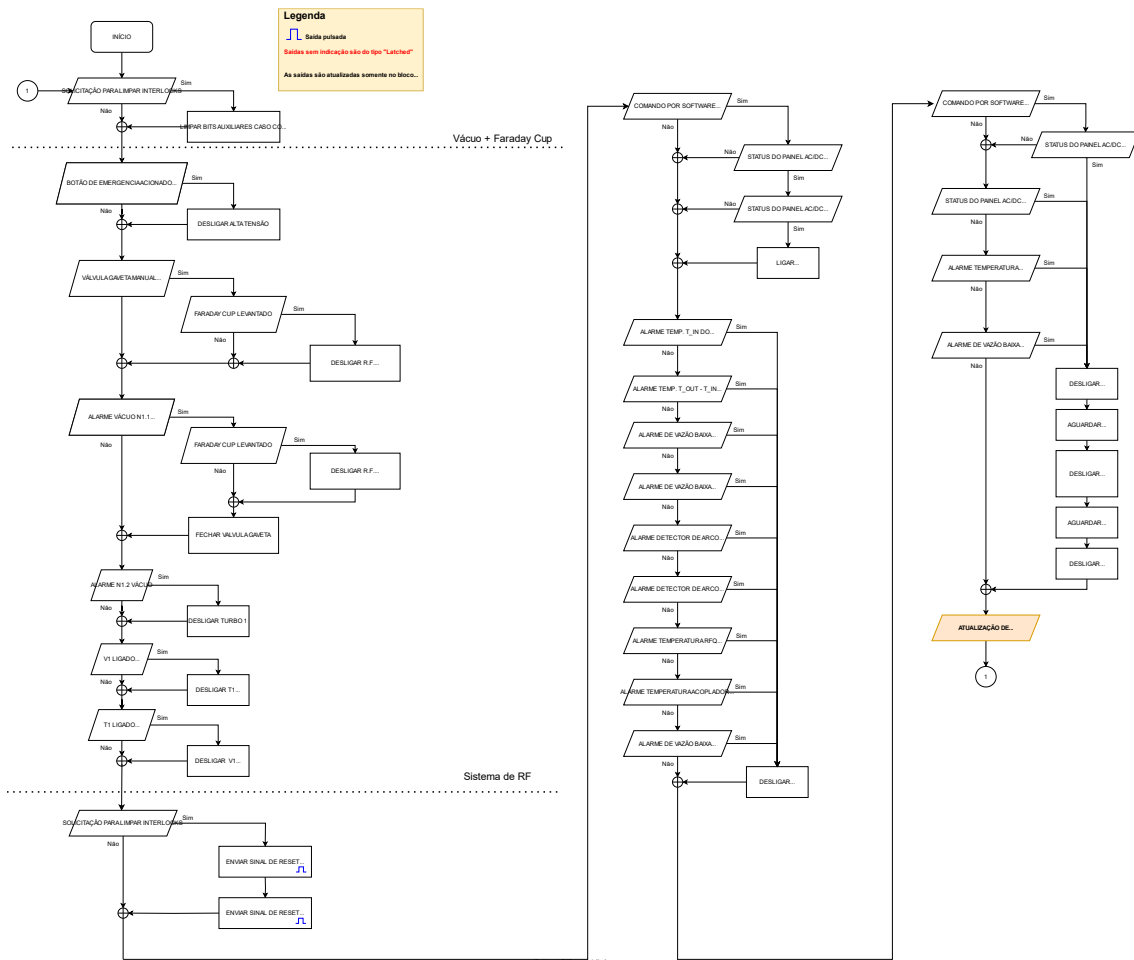


Figura 461: Proposta para o ciclo de interlock do acelerador de prótons protótipo.

**Projeto e Montagem do Sistema de Automação para Intertravamento**

O sistema de automação para *interlock* foi idealizado baseado nos blocos operacionais do acelerador e em modelos que a DAT utilizou para o Sirius. Tanto os softwares estão em desenvolvimento quanto os componentes físicos estão sendo montados à medida que os itens comprados para compor o rack de automação são entregues (Figura 462).



*Figura 462: Rack contendo o sistema de intertravamento do acelerador. Projeto e fotografia do seu estado atual de montagem.*

### Desenvolvimento de Interfaces Gráficas de Monitoramento e Controle

O acelerador como um todo é composto por sistemas que demandam controle computadorizado. Com o intuito de centralizar o controle desses sistemas, interfaces gráficas web estão sendo desenvolvidas. Essas interfaces são capazes de mostrar os valores lidos por sensores de pressão, de radiofrequência, osciloscópios e elementos de diagnóstico do feixe de uma forma conveniente para os operadores do acelerador. Além disso, elas também são capazes de enviar comandos para as fontes de tensão, instrumentos de radiofrequência, controlador de fluxo de gás, válvulas, bombas de vácuo e atuadores. Essa abordagem também permite a automatização de procedimentos que irão facilitar a operação do acelerador e serão úteis na fase de testes integrados do acelerador. A Figura 463 contém algumas das telas que estão sendo desenvolvidas.



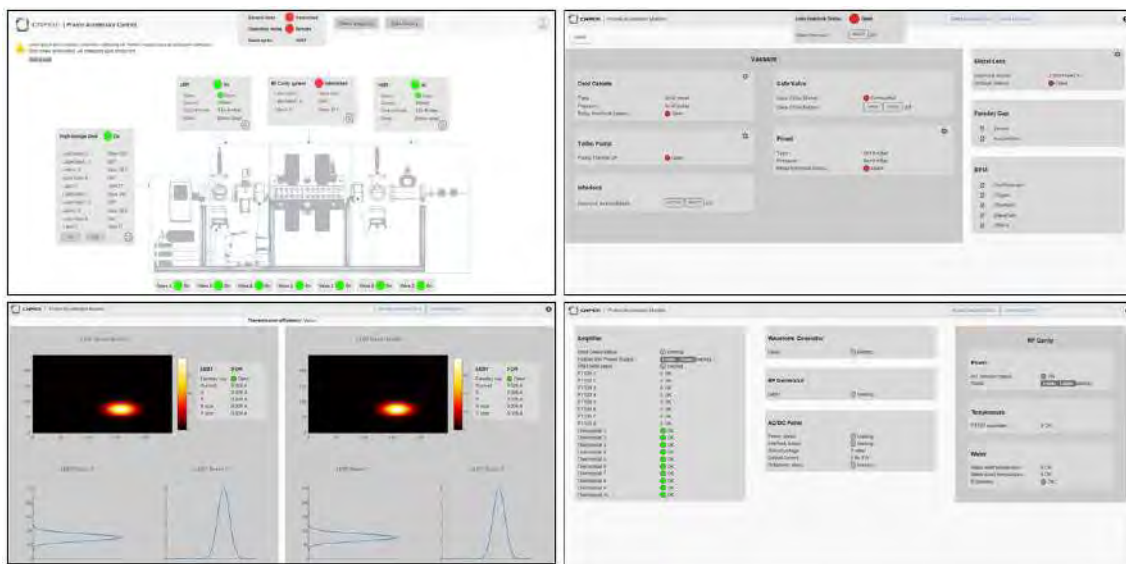


Figura 463: Interfaces gráficas em desenvolvimento para monitoramento e controle dos sistemas da cavidade e diagnóstico do feixe de prótons.

## 2. Projetos Estruturantes

### 2.1. Projeto Sirius

#### 2.1.1. Ondulador PAPU

O projeto PAPU21 visa desenvolver um ondulador de *gap* fixo menor que 6 mm, em especial, com uma tecnologia de vácuo compatível com blocos magnéticos em ar, permitindo a geração de radiação síncrotron de alta intensidade e energia a um custo reduzido em relação a onduladores em vácuo. Utilizando um design magnético baseado em 117 períodos de 21 mm e um campo de pico de 0,98 T, o ondulador será construído em dois módulos para validação e otimização. O projeto inclui a compensação magnética de forças com blocos adicionais, resultando em uma redução significativa das forças sobre a estrutura mecânica. A evolução tecnológica e a recente redução na seção transversal das câmaras de vácuo no CNPEM motivam e viabilizaram o desenvolvimento desse ondulador.

#### Estrutura mecânica e magnética

A determinação dos parâmetros da estrutura magnética do ondulador tiveram como alvo a produção de radiação síncrotron equivalente à obtida em ondulador em vácuo com 108 períodos de 18,5 mm e campo de pico 1,24 T (IVU18 adquirido para o Sirius, com *gap* de 4,2 mm), mantendo a compatibilidade com o *beam-stay-clear* de um trecho reto de baixo  $\beta$  do Sirius.

Dessa forma, foi definida a estrutura com 5,8 mm de *gap* e 117 períodos de 21 mm, atingindo um campo de pico de 0,98 T com blocos magnéticos de grade 52SH. Testes e simulações confirmaram a eficácia da compensação de forças magnéticas que, com a utilização de blocos de geometria otimizada, deve levar a mais de 99% da força longitudinal compensada. Segundo simulações via elementos finitos, sem compensação a força máxima era de 11 kN; com compensação, não excede 100 N. Simulações e análises experimentais em partes do protótipo fabricado levaram a um conceito de fixação dos blocos magnéticos, iniciando o design mecânico.

O projeto mecânico do ondulador foi concluído Figura 464, e utiliza o formato em "C", facilitando a caracterização magnética e a instalação da câmara de vácuo. O design se baseia em dois módulos idênticos a serem unidos por meio de tirantes de aperto para formar um ondulador de 2,52 m de comprimento. Os módulos contêm estruturas para fixação dos arranjos de blocos magnéticos de compensação de força ao lado do arranjo de blocos magnéticos principais, sendo que as forças dos dois arranjos se cancelam por possuírem o mesmo período magnético e sentidos opostos de momento magnético, com gap e geometria dos blocos de compensação otimizada com alvo na anulação da força.

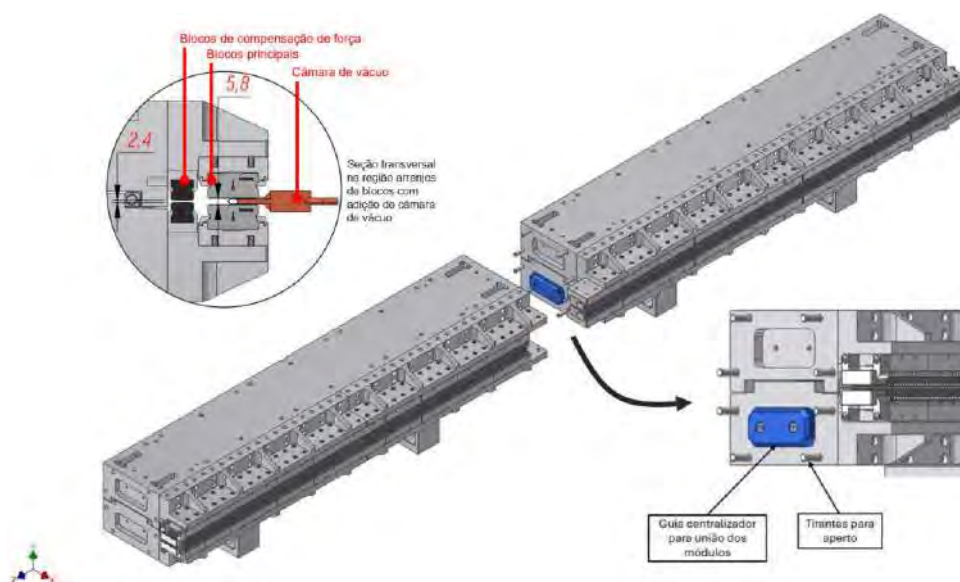


Figura 464: Módulos do ondulador a serem unidos para formar ondulador único com detalhe de união e visualização de seção transversal na região dos arranjos de blocos com adição de câmara de vácuo.

Partes para a construção de primeiro módulo mecânico do ondulador estão atualmente sendo fabricadas, sendo sua montagem prevista para janeiro de 2025. A Figura 465 mostra uma montagem realizada com dois conjuntos de blocos magnéticos (subcassetes) para validação da montagem e conceito de fixação dos blocos.

O subsistema de movimentação para o cassete superior do ondulador (necessário para o ajuste remoto da energia da radiação durante operação na linha de luz) foi desenvolvido sobre uma base convencional de projeto mecânico, com o emprego de componentes comerciais como fuso de esferas, mancal, acoplamento e redutor planetário, e peças usinadas conforme o projeto (Figura 466).

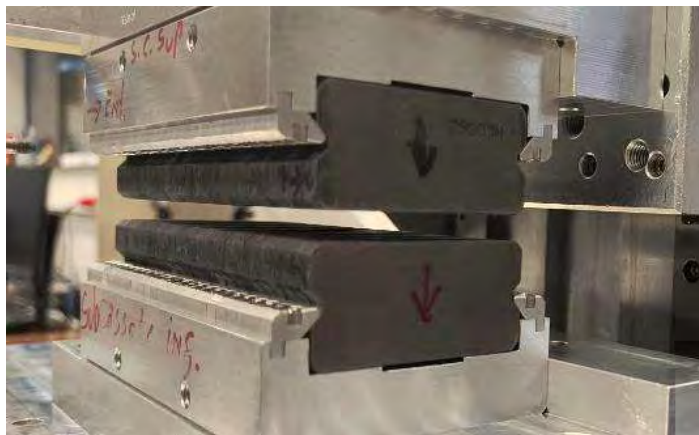


Figura 465: Primeira montagem de par de subcassetes (arranjos de fixação dos blocos) com blocos magnéticos, para validação de montagem e conceito de fixação.

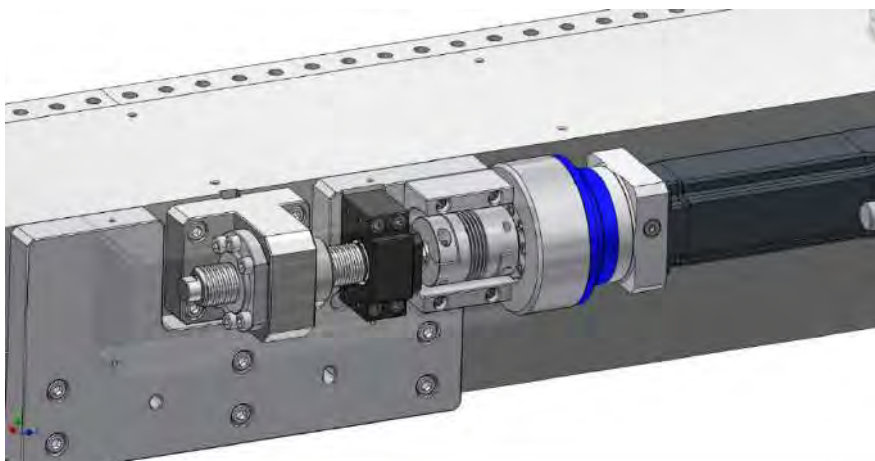


Figura 466: Conjunto mecânico do sistema de movimentação do cassetete.

Todos os cálculos para dimensionamento do sistema de movimentação foram baseados nas simulações das forças magnéticas geradas pela interação dos ímãs principais, com subtração da força total em 80%, devido ao sistema de compensação de forças magnéticas que agem contra as forças geradas pelos blocos magnéticos principais, auxiliando todo frame mecânico a suportar as cargas geradas. Também já foi considerado que apenas 1 sistema de movimentação deverá ser usado para atuar até dois módulos do ondulador PAPU21 conectados em série.

#### Teste de Deposição NEG (Nitrogênio, Enxofre e Germânio) em corpos de prova

No primeiro semestre de 2024, foram realizados diversos testes de deposição de filmes metálicos em tubos oblongos com o objetivo de aprimorar e determinar os parâmetros ideais para deposição em geometrias com gaps reduzidos. Esses testes foram conduzidos em condições controladas de ultra-alto vácuo (UHV), considerando a importância de garantir a uniformidade do filme mesmo em regiões de difícil acesso.

As amostras preparadas durante esta etapa consistiam em tubos com gap de 4,5 mm por 9,2 mm, simulando condições extremas para avaliação da capacidade do setup. Os resultados obtidos, apresentados na (Figura 467), foram analisados por meio de espectroscopia de

fotoelétrons excitados por raios X (XPS), que permitiu uma caracterização detalhada do filme depositado.

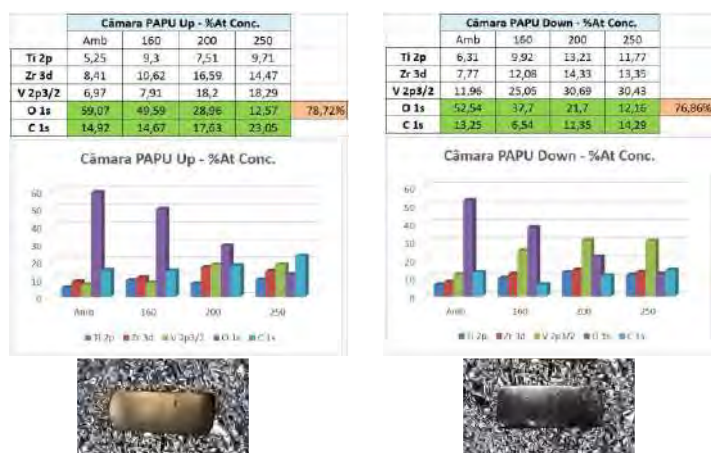


Figura 467: Resultados de análise realizados em XPS para amostras com filme NEG.

As análises revelaram que, para *gaps* reduzidos, os parâmetros para deposição selecionados proporcionaram um filme NEG (Nitrogênio, Enxofre e Germânio) com boa aderência e com excelente capacidade de bombeamento. A uniformidade obtida também está dentro do esperado com variações de espessura inferiores a 5% ao longo do comprimento dos tubos.

#### Protótipo de 1350mm sem aba lateral

No segundo semestre, foi concluída a fabricação de um protótipo de câmara de 1350 mm de comprimento (Figura 468), projetada sem aba lateral, com o objetivo de validar o setup do sistema de deposição. Essa câmara foi desenvolvida como parte de uma abordagem experimental para otimizar os parâmetros de deposição em ambientes de ultra-alto vácuo (UHV), assegurando maior precisão e reprodutibilidade no processo.

A ausência da aba lateral foi uma escolha de design estratégica, considerando tanto aspectos técnicos quanto operacionais, como a simplificação da montagem e o melhor alinhamento com os dispositivos auxiliares, como fontes de deposição, sensores e janelas de observação. Adicionalmente, o protótipo permitiu testar a interação do sistema com os componentes de suporte, incluindo o controle de temperatura, o sistema de bombeamento e os sensores de monitoramento de pressão.

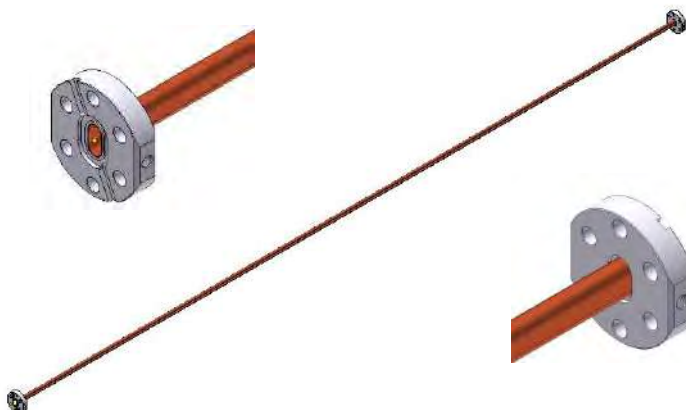


Figura 468: Protótipo de câmara de 1350mm sem aba lateral.

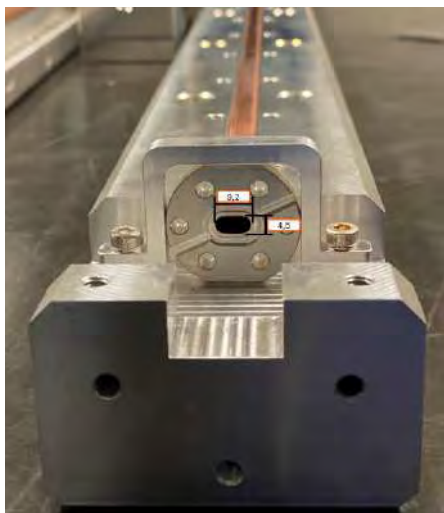


Figura 469: Dimensões internas para câmara de vácuo

#### Projeto conceitual de câmara de 1350mm com aba lateral

Atualmente, está em desenvolvimento o projeto conceitual de uma câmara de 1350 mm equipada com uma aba lateral (Figura 470) e um sistema integrado de refrigeração. O projeto da câmara e gabarito de suportação foi concluído e as usinagens serão realizadas por fornecedor. A chapa lateral possui a função de servir como reforço mecânico e para transferência de calor. O gabarito (Figura 471) será utilizado para os processos de usinagem, brasagem, limpeza, deposição de NEG e transporte da câmara ao longo dos diversos processos de fabricação.

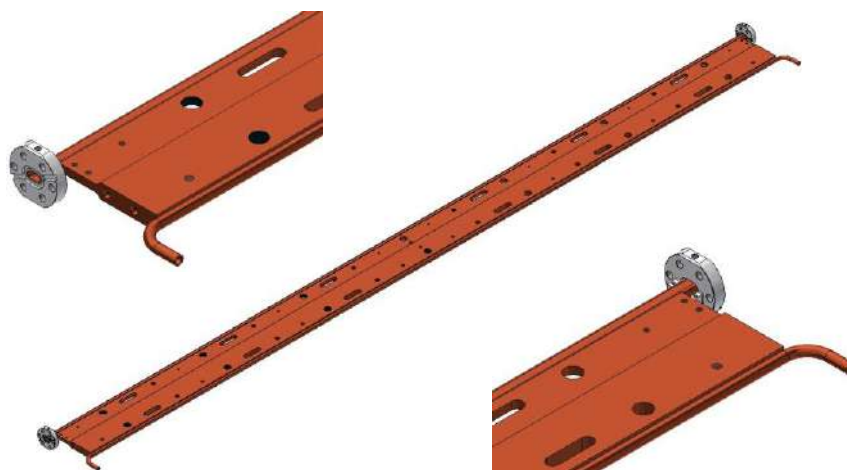
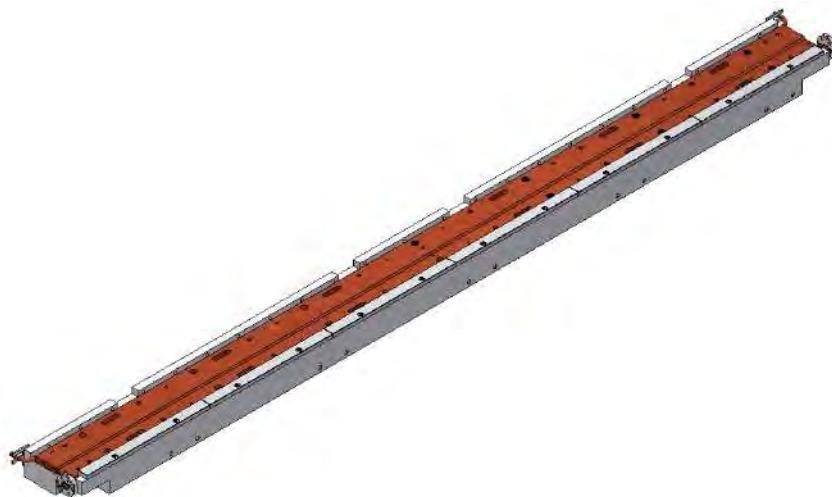


Figura 470: Projeto conceitual de câmara de 1350mm com aba lateral.



*Figura 471: Câmara e gabarito usado para processo de fabricação e montagem no Sirius.*

### 2.1.2. Instalação de onduladores planares verticais – Sirius

A instalação de dois onduladores planares verticais (VPU), está planejada para ocorrer em 2025, com um deles sendo instalado na parada de abril e outro na parada de julho. Para garantir a instalação desses dispositivos no prazo estipulado foi necessário realizar o projeto, prototipagem e fabricação de câmaras de vácuo e outros componentes. Os principais resultados e avanços do projeto de instalação dos VPUs são apresentados.

#### Câmaras de alumínio do ondulador planar vertical VPU

No decorrer do primeiro semestre, foi realizado o projeto conceitual, e detalhado das câmaras de alumínio dos VPUs, em que o design dela foi pensado de forma a atender todos os processos necessários para torná-la operacional para o Sirius. O material e perfil da câmara foram escolhidos de forma a aproveitar perfis já em estoque no CNPEM, que atendessem a demanda.

Para aprovação do projeto detalhado, foram realizadas análises termo estruturais utilizando método de elementos finitos, tendo como parâmetro de projeto as potências geradas pela incidência do feixe de luz gerado nas análises de *ray-tracing*, assim como da avaliação do envelope órbita seguro de desvio do feixe de elétrons na região do ondulador.

A partir das análises o projeto foi validado, e iniciou-se a fabricação da câmara junto com o gabarito de processos, que é um componente no qual a câmara é montada para evitar danos e auxiliar processos, como solda, análise dimensional e deposição de filme NEG. Atualmente a câmara protótipo, Figura 472, está na etapa de deposição de NEG, enquanto as duas câmaras oficiais que serão instaladas em 2025 deverão ser fabricadas até o final do ano.



Figura 472: Câmara protótipo do VPU montada no gabarito em setup para deposição de filme NEG

#### Câmaras de transição em cobre do ondulador planar vertical VPU

As câmaras de alumínio dos VPUs possuem seção transversal elíptica em seu interior, devido aos requisitos do próprio ondulador, entretanto esta não é compatível com a seção transversal circular padrão do Sirius, tornando necessário a fabricação das câmaras de transição que realizam a mudança de seção transversal no início e fim do ondulador.

Estas câmaras foram projetadas para atender essa mudança de seção transversal, respeitando requisitos de impedância, assim como a necessidade de proteger a câmara de alumínio de feixe do dipolo anterior. Após avaliação e projeto detalhado, decidiu-se fabricar 5 câmaras, quatro oficiais para instalação e uma reserva. Atualmente as câmaras estão aguardando para realizar a deposição de filme NEG, Figura 473, que deve ocorrer até o final do ano para então serem armazenadas em vácuo até a instalação em abril e julho de 2025.



Figura 473: Transições de instalação e reserva com fabricação e brasagem finalizadas, aguardando deposição NEG.

### Câmaras de trecho reto dos setores de instalação dos VPUs

Considerando o comprimento da câmara dos onduladores VPU que difere da dimensão das câmaras instaladas atualmente nos setores 6 e 7 do Sirius, além das transições, é necessária a fabricação de novas câmaras de cobre para trecho reto, que completem o comprimento total do trecho reto desses setores.

Tendo a necessidade de adaptação em mente, o projeto padrão das câmaras retas foi reutilizado adaptando o comprimento das câmaras para completar o trecho reto desses setores, com o projeto detalhado finalizado e revisado, optou-se por fabricar cinco câmaras (Figura 474), quatro oficiais de instalação e uma reserva, três delas utilizariam tubos de refrigeração longitudinais brasados no comprimento que irão antes do ondulador para neutralizar o feixe do dipolo B1 anterior, enquanto as outras duas terão tubo de refrigeração tipo sela apenas ao final para refrigerar a sombra no flange que protege a válvula localizada no final do trecho reto.

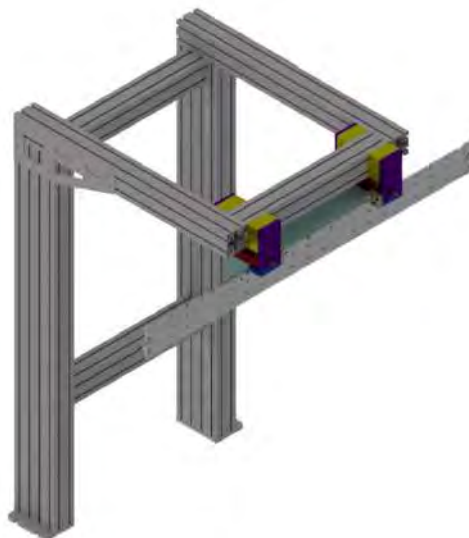


*Figura 474: Câmaras retas de instalação dos VPUs com flanges brasadas aguardando brasagem e deposição NEG.*

### Suporte e alinhamento das câmaras de vácuo dos VPUs

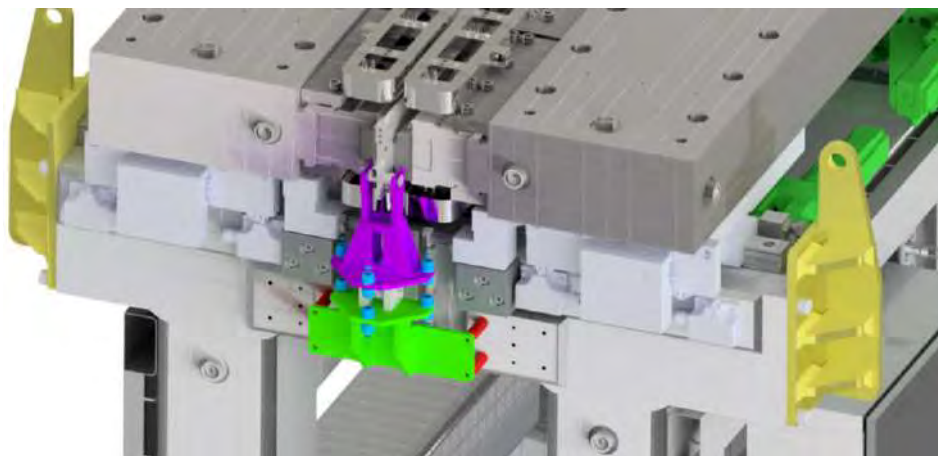
O maior desafio no projeto dos VPUs, em termos de inovação, é devido ao suporte dessas câmaras, diferente de outros onduladores que a câmara é posicionada na horizontal, no caso dos VPUs, ela deve ser posicionada na vertical, e não há espaço de manuseio para instalação e alinhamento com fixação por baixo, com o objetivo de solucionar esse problema, um suporte com fixação por cima da câmara foi proposto, conforme Figura 475.





*Figura 475: Suporte central da câmara do VPU com fixação por cima.*

Contudo, devido às bobinas corretoras nas extremidades essa fixação fica restrita apenas a 700mm de comprimento dos 1700mm totais da câmara. Dessa forma, para garantir um alinhamento não apenas no centro desta, mas nas extremidades também é elaborado o projeto de um dispositivo que será inserido nas extremidades, Figura 476, fixado no *frame* do ondulator com a possibilidade de deslocar e alinhar os limites da câmara.



*Figura 476: Desenho 3D do dispositivo de alinhamento das extremidades instalado no frame do VPU.*

Com o conceito e projeto desses dispositivos aprovados a partir de cálculos e simulações, o primeiro conjunto destes está 90% fabricado, e um teste de alinhamento na máquina de medição tridimensional está planejado para ocorrer com a câmara protótipo até o final do ano, assim como um teste de montagem com o ondulator fora do túnel está planejado para o início de fevereiro para validação final dos conceitos. O segundo conjunto que será instalado em julho está em fabricação e deve ser finalizado até março de 2025. O projeto 3D de todos os componentes montados no trecho reto do setor 6 do Sirius é ilustrado na Figura 477.

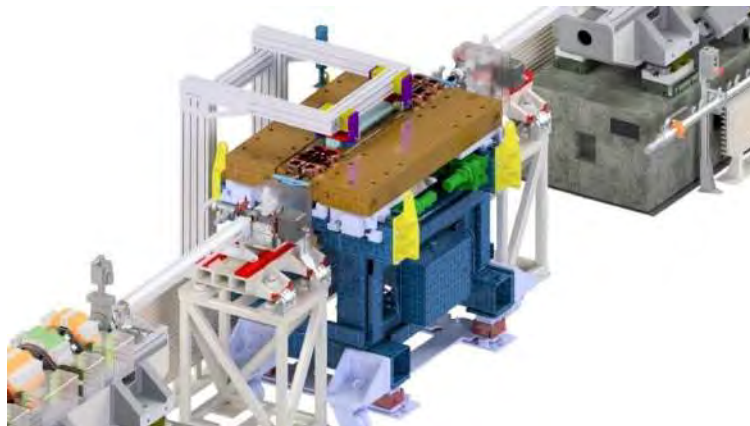


Figura 477: Projeto 3D do ondulador VPU, câmaras de vácuo e suportação no trecho reto do setor 6.

### 2.1.3. Instalação de onduladores IVU – Sirius

Os *In-Vacuum Undulators* (IVUs) são dispositivos de inserção projetados para operar em ambiente de vácuo. Esses equipamentos, utilizados em aceleradores de partículas, são compostos por elementos magnéticos que induzem a oscilação do feixe de elétrons, resultando na geração de luz síncrotron de alta intensidade. Essa luz é fundamental para a realização de experimentos científicos avançados.

#### Planejamento e Preparação para Instalação

No segundo semestre de 2024, dois onduladores IVU foram instalados nos setores 08 e 14 do Sirius, destinados às linhas EMA e Paineira, respectivamente. Devido à operação em vácuo, a instalação exigiu cuidados rigorosos para evitar contaminações que poderiam comprometer a pressão operacional especificada em projeto e afetar o funcionamento do anel de armazenamento de elétrons.

Os onduladores chegaram ao CNPEM em agosto de 2024 e foram inicialmente posicionados em uma área de testes no hall experimental. Nesse local, foi realizada a montagem de componentes desmontados durante o transporte, como bombas e sensores de vácuo, utilizando um sistema de fluxo laminar e controle de partículas para evitar contaminações.



Figura 478: Montagem de bomba iônica e sensores no IVU EMA em ambiente controlado.

### Testes e Transporte

Após a montagem, foram realizados testes de detecção de vazamentos para garantir a integridade dos sistemas. Concluídos os testes de estanqueidade e automação, os onduladores foram transportados para os setores de instalação utilizando uma ponte rolante (Figura 479).



*Figura 479: IVU EMA sendo transportado para o setor 08.*

### Processo de Instalação e alinhamento

Para a instalação dos IVUs, foi necessário remover onduladores previamente instalados para comissionamento e testes iniciais das linhas de luz. No setor 08, o ondulador KYMA foi retirado, e no setor 14, foi removido o ondulador Wiggler do antigo UVX. Após a remoção, foram feitas marcações de coordenadas no piso, utilizando *laser tracker*, para assim permitir o posicionamento e montagem dos novos dispositivos (Figura 480).



*Figura 480: Ondulador e suportes posicionados e alinhados*

Os IVUs foram posicionados em conjunto com os suportes adicionais para câmaras e estações de bombeamento de vácuo. Todos os componentes do setor (pilastras de suportação, berços, corretoras e Beam Position Monitors - BPM) foram alinhados utilizando a rede geodésica de referência do anel de armazenamento e o laser *tracker*, os desvios de alinhamento ficaram dentro das tolerâncias especificadas e por fim o alinhamento do próprio ondulator de 0,050mm para translações (Tx, Ty e Tz) e 0,1mrad para rotações ( Rx, Ry e Rz)

Em seguida, deu-se início à montagem das câmaras de vácuo, conectando os onduladores ao anel de armazenamento de elétrons. Esse processo foi realizado em ambiente controlado, com o auxílio de uma sala limpa móvel equipada com fluxo laminar e contador de partículas.

### Aquecimento e Ajustes Finais

Para atingir as condições de pressão especificadas no projeto, os onduladores IVU passaram por um procedimento de aquecimento. Este processo, realizado com resistências de alta potência, aquece o sistema durante o bombeamento, acelerando a remoção de partículas de gás residual na câmara de vácuo (Figura 481).



*Figura 481: Ondulador e câmaras de vácuo em processo de aquecimento*

Devido à grande massa dos elementos magnéticos internos, sustentados por cassetes no interior das câmaras, o aquecimento precisou ser conduzido de forma homogênea, com duração de 11 dias para cada ondulator. Ao final do processo, as pressões atingidas foram:

- Linha EMA (Setor 08): 4.0E-10 mbar
- Linha Paineira (Setor 14): 3.5E-10 mbar

Esses valores atenderam as especificações de projeto e garantiram as condições de operação do acelerador de partículas, os gráficos de aquecimento e pressão final dos onduladores IVU da linha EMA e Paineira são apresentados na Figura 482 e Figura 483, respectivamente.



Figura 482: Aquecimento e pressão final do ondulator IVU na linha EMA -  $4.0E-10$ mbar

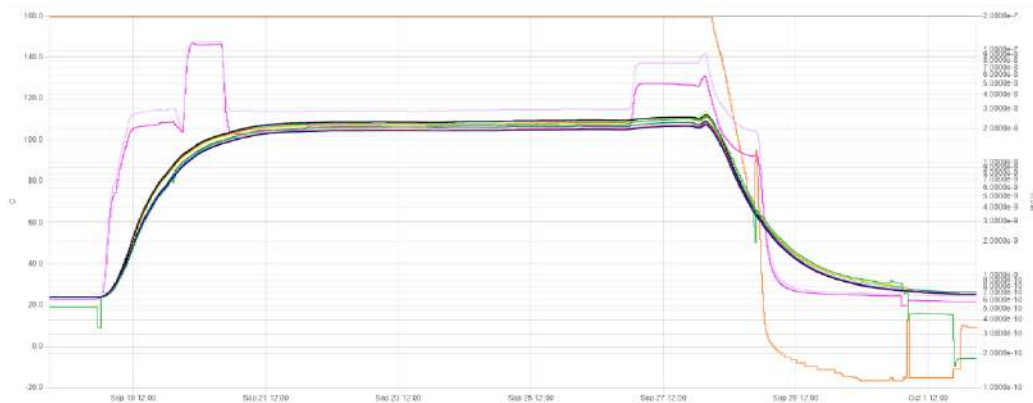


Figura 483: Aquecimento e pressão final do ondulator IVU na linha Paineira -  $3.5E-10$ mbar

### Sistema de Feedforward

Os onduladores IVU contam, cada um, com 4 bobinas de correção, utilizadas no sistema de controle de posição do feixe de elétrons, como *feedforward* da posição do ondulator. Essas bobinas precisam ser alimentadas por fontes que aplicam uma corrente na bobina baseada na referência enviada pelo sistema de controle. Além das bobinas corretoras, os onduladores contam, cada um, com uma bobina *long coil*.

A solução adotada para as fontes nessa aplicação foi a de utilizar o mesmo modelo de fonte que é utilizado no sistema de controle de posição lento do Sirius (SOFB), que foram desenvolvidas internamente no CNPEM, as Fontes de Baixa Potência (FBPs). Ao todo foram necessárias 5 fontes para cada ondulator, e um DC-Link de 15 V que foi necessário instalar devido as características elétricas das bobinas. A Figura 484 mostra uma foto das fontes e DC-Links que foram instaladas para este propósito.

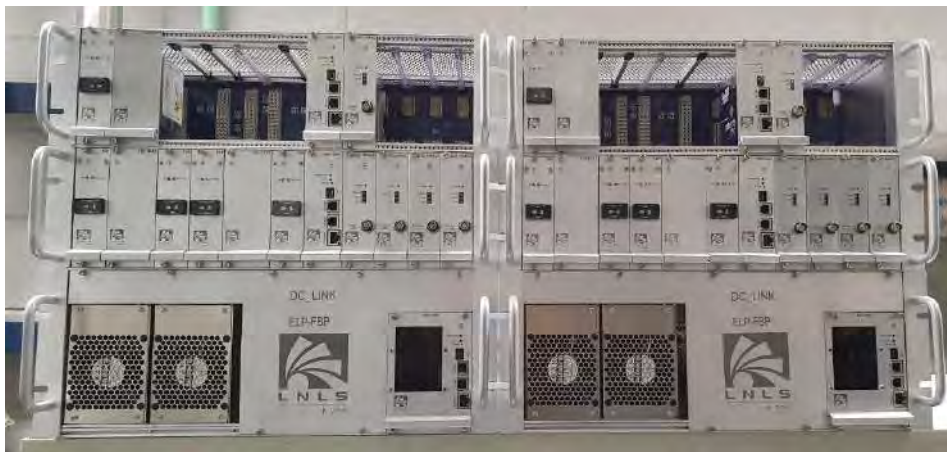


Figura 484: Foto dos bastidores de fontes usados na instalação dos dois onduladores IVU

Essas fontes foram integradas, testadas e só depois de validadas foram liberadas para instalação nos racks de fontes das salas de rack 08 e 14. Foram então realizados novos testes com as fontes alimentando as cargas originais (corretoras e *long coil* dos IVUs), para garantir que as especificações de ripple estavam adequadas à necessidade da operação, o que foi confirmado.

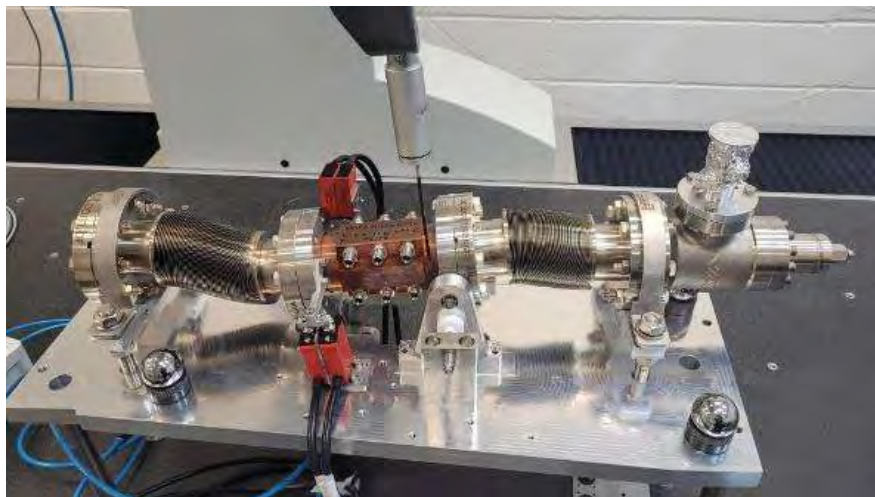
A princípio a operação das fontes foi um sucesso, porém durante o comissionamento a fonte começou a apresentar problemas de interlock de sobrecorrente quando o sistema de feedforward estava ativo. Foram realizados alguns testes e foi concluído que este interlock não era real. A suspeita é de que é um problema de firmware da fonte que só acontece nesse modo de operação, que é uma novidade. Em conjunto com o LNLS, foram realizados alguns testes para identificar e resolver o problema. Ele ainda não foi identificado com certeza, mas houve uma melhora ao diminuir a taxa de envio de setpoints para a fonte.

#### 2.1.4. Front-End máquina para linhas de luz

Em 2024, foram usinados, medidos e caracterizados, do ponto de vista de acionamento, três conjuntos de *photon shutters* para as linhas de ondulador e um conjunto para linha de dipolo central de 3.2 Tesla. Esses *shutters* servem como uma proteção adicional ao acelerador principal de elétrons, sendo utilizados para bloquear o feixe de luz síncrotron em caso de manutenção ou problemas na linha de luz.

#### Photon Shutter para front end máquina de dipolo central (BC)

A Figura 485 ilustra um conjunto de *photon shutter* para a linha de dipolo central sendo caracterizado na máquina de medição tridimensional do CNPEM.

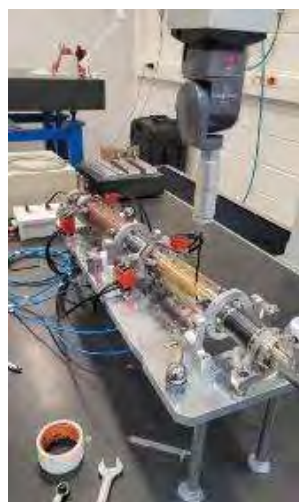


*Figura 485: Conjunto de photon shutters montado na máquina de medição por coordenadas tridimensional do CNPEM.*

O processo de caracterização foi desenvolvido para garantir a conformidade com as tolerâncias e ajustes necessários de posicionamento, além de validar o funcionamento mecânico do sistema, incluindo os movimentos de abertura e fechamento. Também foram avaliados os sensores de fim de curso, responsáveis por identificar com precisão as posições do *shutter* durante operação no Sirius.

#### Photon Shutter para front end máquina de ondulador (Projeto Orion)

Durante o ano, os *photons shutters* (Figura 486) destinados às linhas de ondulador do Projeto Orion foram fabricados e caracterizados conforme os requisitos técnicos estabelecidos pelo projeto. As três novas linhas de luz previstas foram projetadas para expandir significativamente a capacidade de pesquisa em áreas como materiais avançados, biologia estrutural, e nanotecnologia.



*Figura 486: Conjunto de photons shutters montados na máquina de medição por coordenadas tridimensional do CNPEM.*

Com o Projeto Orion será ampliado o acesso à luz síncrotron de alta energia, assim como serão introduzidas novas funcionalidades específicas para experimentos de ponta, com ênfase na customização de feixes de radiação para aplicações científicas e industriais. A integração desses dispositivos às linhas de luz está em andamento, com previsão de conclusão alinhada ao cronograma geral do Projeto Orion.

#### Instalação do pré front end para Linha Sapê (B2)

O *photton shutter* para linha de ondulador da linha Sapê, Figura 487, foi instalado em setembro e está em operação no Sirius, enquanto os demais *shutters* têm sua instalação prevista para meados de 2025.



Figura 487: Instalação do Pré Front End para Linha Sapê realizada em funcionamento.

#### Câmaras de Aço Inoxidável para os fronts end máquina das linhas de luz.

Após a fabricação das câmaras de aço inoxidável dos *front-ends*, elas passam pelo processo de condicionamento, também conhecido como *baking* (Figura 488). Esse procedimento é realizado para remover a umidade e os contaminantes das superfícies internas das câmaras, garantindo um ambiente de ultra-alto vácuo (UHV) ideal para o funcionamento do acelerador. O *baking* é essencial para minimizar a liberação de gases indesejados durante a operação, contribuindo para a estabilidade e eficiência do sistema no Sirius.





Figura 488: Câmaras de aço inoxidável condicionadas e prontas para instalação.

A Figura 489 ilustra um modelo 3D do trecho de pré *front-end* com o *photon shutter* montado. O layout é padrão para todos os pré *front-ends* de linhas de ondulador, que consiste em câmaras de aço inoxidável tubulares que conectam os *photon shutters* ao sistema de vácuo do acelerador principal do Sirius e às estações experimentais das linhas de luz.



Figura 489: Modelo 3D de um trecho de pré front end com photon shutters.

A Tabela 8 apresenta as linhas de luz que receberam ou receberão os novos pré *front ends*, incluindo o tipo de linha, a pressão, o projeto e os valores de pressão medidos quando a corrente armazenada no Sirius é de 100 mA. Os valores de pressão obtidos estão em conformidade com os requisitos de projeto estabelecidos para a operação do Sirius.

Tabela 8 - Linhas novos pré-front ends

Linha de Luz	Setor do Sirius Tipo de Linha	Projeto	Data de Instalação	Pressão (mbar) Dezembro 2024
Sapê	13-B2	Fase 1	Setembro	2x10 <sup>-9</sup>
Jatobá	14-BC	Fase 1	2025	-----
Timbó	05-ID	Orion	2025	-----
Hibisco	04-ID	Orion	2025	-----
Sibipiruna	04-B2	Orion	2025	-----

### 2.1.5. Desenvolvimento de câmaras de cobre pelo processo de eletroformação

O projeto contempla o desenvolvimento de um processo alternativo de fabricação de câmaras de vácuo em cobre visando a obtenção de geometrias complexas e peças de diâmetros menores que os possíveis pelo processo de fabricação convencional. Isso permite a aplicação de gaps menores nos onduladores e, conseqüentemente um ganho do campo magnético, possibilitando a geração de feixe de luz síncrotron de alta intensidade e colimação. A técnica desenvolvida nesse projeto poderá ser utilizada para futuro *upgrade* no Sirius.

O escopo do projeto prevê o estudo do desenvolvimento de técnicas de produção de câmaras de vácuo por eletroformação de cobre (Cu), utilizando um processo inverso ao convencional, partindo da deposição desse filme de NEG sobre um substrato de alumínio seguido da etapa de eletroformação de filmes de Cu sobre o filme de NEG. Uma das grandes vantagens da utilização de processos de eletrodeposição se dá pela possibilidade de produção de peças com geometrias complexas, além de câmaras longas e finas, as quais não seria possível por métodos convencionais. Outra grande vantagem do processo de eletroformação está na capacidade de unir a câmara aos flanges através do processo de eletroformação (*electrojoining*), sem que haja um aquecimento local, como ocorre com procedimentos convencionais como a brasagem ou solda TIG, evitando que ocorram alterações nas propriedades mecânicas do cobre. O conceito do projeto prevê a obtenção de peças tubulares de até 10 cm de comprimento, e em uma segunda etapa os protótipos serão desenvolvidos com comprimento de até 50 cm. Após a conclusão dessas etapas iniciais, uma estrutura física será necessária para a obtenção de câmaras com 1 a 3 metros de comprimento.

Ao longo de 2024, o marco do projeto foi a obtenção de tubos em cobre, estanques para uso em ultra-alto vácuo, obtidos através do processo de eletroformação, apresentado na Figura 490.



Figura 490: Tubo de cobre eletroformado após corrosão do mandril de alumínio.

Essa etapa consistiu em crescimento de filme de cobre usando tubos de alumínio de 10 cm como substrato, seguido de corrosão do alumínio.

No início de 2024, o sistema de eletrodeposição de cobre sobre tubos de alumínio foi melhorado, possibilitando a obtenção de deposição mais homogênea ao longo do comprimento do tubo e com uma qualidade da superfície superior aos resultados anteriores. Com o processo de

eletroformação do tubo de cobre estabelecido, na sequência foi realizado o desenvolvimento de sistema para deposição do filme NEG, utilizado para garantir o nível de vácuo em operação. Esse sistema, Figura 491, foi instalado no interior das bobinas de *magnetron sputtering*, que são utilizadas para deposição dos filmes NEG no interior das câmaras de vácuo utilizadas no Sirius.



Figura 491: Sistema de deposição de filme NEG no mandril de alumínio utilizado no magnetron sputtering e amostra de tubo após deposição.

Com a consolidação do processo de deposição de NEG sobre o substrato de alumínio, a etapa seguinte foi a formação completa do tubo, consistindo das seguintes fases:

- Deposição do filme NEG no mandril de alumínio;
- Deposição de uma camada fina de cobre por *magnetron sputtering* sobre o filme de NEG para proteção do filme durante o processo de eletrodeposição;
- Processo de eletrodeposição do cobre na superfície do mandril de alumínio já recoberto pelo NEG e a camada preliminar de cobre;
- Corrosão do mandril de alumínio.
- Corrosão da camada de cobre depositada por *magnetron sputtering*.
- Para evolução até o estágio atual do processo, foram necessárias diversas otimizações nos sistemas e nos parâmetros de processo, resultando em um processo de deposição das camadas de cobre e NEG mais confiável para este tipo de amostra. Na sequência, as amostras obtidas foram caracterizadas pelas técnicas de XPS, MEV, Focus Ion Beam (FIB) e EDS.

Os resultados obtidos no XPS apresentam a efetividade da deposição do filme NEG. Nesse aspecto, o processo está próximo ao ideal. O resultado mostrou que o bombeamento de oxigênio apresentou um rendimento de 45,73%, sendo a meta de 60%, como mostrado na Figura 492.

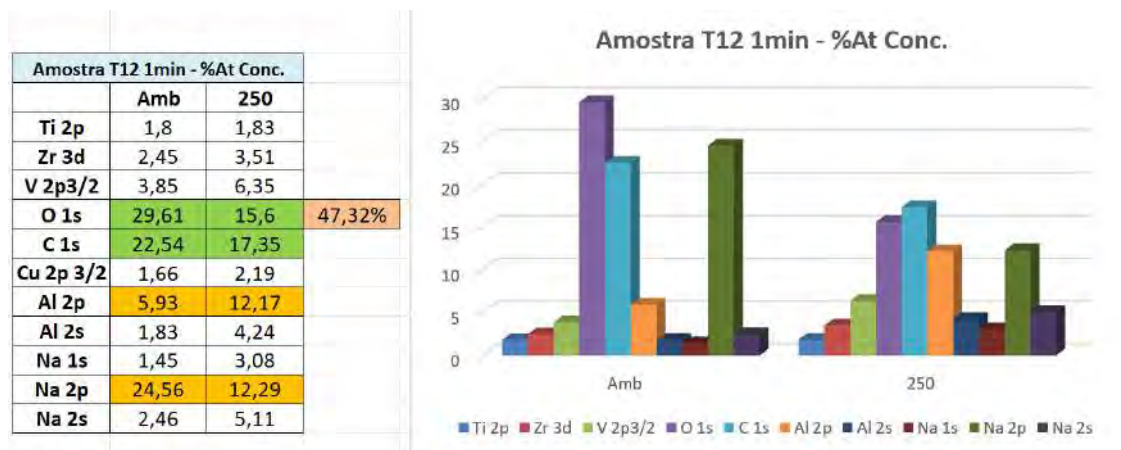


Figura 492: Análise de XPS do filme TiZrV após corrosão

Além disso, foi extraída uma lamela, Figura 493, da seção transversal do tubo utilizando a técnica de Focus Ion Beam (FIB), isso permitiu se observar com mais exatidão a região do NEG. O resultado observado foi a formação de uma camada com cerca de 1  $\mu\text{m}$  do filme NEG, composto por Zr, V e Ti.

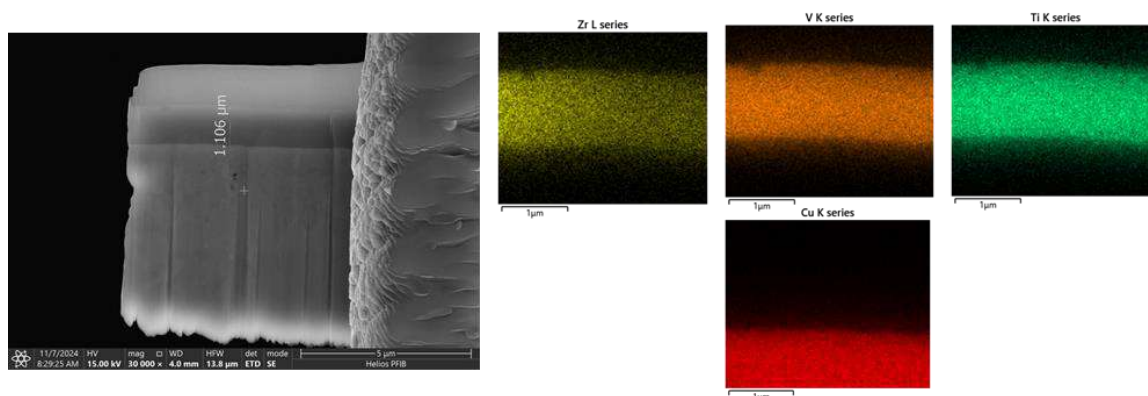


Figura 493: Lamela obtida por FIB da região de deposição de filme NEG com a base de cobre eletroformado.

Parte dos resultados obtidos nessa pesquisa foram publicados no 25º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (25º CBECIMat), organizado pela Universidade Federal do Ceará (UFC) e pelo Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), com o título “Development of Copper Vacuum Chambers via Electroforming Process for Use in Synchrotron Accelerators”, em Fortaleza - CE.

Para o ano de 2025 a expectativa é que continuemos com novos testes de remoção das camadas protetivas do filme NEG visando melhorar sua eficiência de bombeamento. Posteriormente, o processo será escalado para fabricação de câmaras de 50cm de comprimento.

#### 2.1.6. Novas Gavetas de Comando para fonte de Potência do Booster

Este projeto consiste em instalar novas gavetas de comando em todas as fontes de alta potência do Sirius. O circuito de comando em si não sofreu grandes modificações em relação a solução original, por isso a estratégia adotada para o projeto foi a de comprar componentes para montar 4 gavetas completas e depois reaproveitar todos os componentes possíveis da solução original, que serão substituídas, para integração das novas unidades. Com isso, a instalação desses módulos só é possível de ser feita de 4 em 4 unidades e em períodos de parada de manutenção do Sirius, com pelo menos uma semana de duração.

Durante este ano foi feita a integração e testes das quatro primeiras gavetas (Figura 494), as quais foram instaladas na parada de máquina de julho de 2024. As Figura 495 e Figura 496 mostram fotos comparativas do antes e depois da instalação dessas gavetas.

Essas gavetas estão operacionais desde o fim da parada de máquina de julho de 2024 em quatro módulos da fonte 1 dos dipolos do *Booster*, e até então estão funcionando como esperado, sem apresentar qualquer sinal de defeito, mostrando que a instalação foi um sucesso.



Figura 494: Foto das 4 primeiras gavetas montadas e armazenadas temporariamente em um rack



*Figura 495: Fotos da traseira do módulo antes (esquerda) e depois (direita) da instalação*



*Figura 496: Foto do frontal antes (esquerda) e depois (direita) da instalação*

Nos meses após a instalação, foi feita a desmontagem das quatro gavetas originais que foram retidas e iniciada a integração das outras 4 novas gavetas, utilizando os componentes reaproveitados.

### 3. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas

#### 3.1. Aumento de Confiabilidade metrológica com a manutenção e calibrações dos equipamentos de grandeza dimensional.

A metrologia tem desempenhado um papel fundamental na busca pela confiabilidade e rastreabilidade metrológica. O grupo vem atuando principalmente no gerenciamento da calibração dos equipamentos de medição dos grupos da Diretoria Adjunta De Tecnologia (DAT), bem como em outras atividades ligadas a metrologia como manutenção, ajuste, verificação e treinamentos dos equipamentos de medição. O processo de calibração compreende o envio dos equipamentos para laboratórios acreditados pelo INMETRO, onde após o retorno é realizada uma análise crítica dos certificados de calibração.

Na busca pelo aprimoramento das atividades do grupo, estudos e ações vem sendo desenvolvidas para obter a acreditação do laboratório de metrologia para a calibração de equipamentos de medição dimensional, atendendo aos requisitos da Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (CGCRE) e da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. A acreditação ou a adequação a norma irá trazer diversos ganhos, como: redução de custos com calibração externa, aumento da confiança nos resultados de medição, possibilidade de conquista de novos mercados e aumento da capacidade metrológica por meio de ensaios de proficiência.

Como parte desse processo de aprimoramento, o Grupo de Metrologia está conduzindo as seguintes ações e atividades específicas:

- **Aquisição de padrão escalonado:** Aquisição de referência metrológica com diferentes níveis para calibração e verificação de instrumentos, como paquímetros e traçadores de altura.
- **Calibração do termohigrômetro:** Garantia de confiabilidade no monitoramento das condições ambientais, das grandezas temperatura e umidade relativa, sendo essenciais para padrões metrológicos.
- **Desenvolvimento de selo adesivo de validade:** Criação de um controle visual para identificação rápida da validade das calibrações realizadas.
- **Calibração da torre micrométrica:** Assegurar a rastreabilidade metrológica para permitir a calibração de traçadores de altura e ensaios dimensionais.
- **Calibração do calibrador de relógio:** Assegurar a rastreabilidade metrológica para permitir a calibração de relógios comparadores, relógios apalpadores e transdutores do tipo LVDT.
- **Desenvolvimento de procedimentos de calibração:** Estruturação formal de métodos de calibração em conformidade com as normas técnicas e regulatórias.
- **Treinamento de cálculo de incerteza de medição:** Capacitação da equipe em desenvolvimento do cálculo de incertezas, garantindo rastreabilidade metrológica e conformidade com normas técnicas.
- **Aquisição de normas técnicas:** Atualização do acervo de normas para alinhamento com os requisitos mais recentes e melhores práticas do setor.

Conforme pode ser visto na Figura 497 ilustram os itens citados acima. Essas ações consolidam a posição do Grupo de Metrologia como um pilar fundamental na manutenção da confiabilidade metrológica, contribuindo para a excelência operacional do CNPEM e ampliando sua capacidade de atender às demandas internas e externas de forma ágil, precisa e eficiente.



Figura 497: Imagens de padrões metrológicos e selo de validade.

### 3.1.1. Desenvolvimento de nova Bobina de Helmholtz para Medidas de Magnetização de Blocos Mangetopermanentes.

O projeto tem como objetivo desenvolver uma nova Bobina de Helmholtz para utilização no laboratório de caracterização magnética da Diretoria Adjunta de Tecnologia (DAT). Os sistemas do tipo Bobina de Helmholtz permitem coletar sinais de tensão processados para determinar as componentes vetoriais do momento magnético de blocos magnetopermanentes. Durante o período, a equipe da DAT definiu as especificações técnicas e está finalizando o projeto mecânico (Figura 498), que será agora preparado para fabricação. O novo sistema foi planejado e otimizado para realizar medições em blocos de pequenas dimensões, como os utilizados na construção de onduladores.

As especificações, incluindo o raio de 150 mm e o fio 40 AWG de enrolamento, foram estabelecidas e otimizadas visando a medição de blocos com dimensões máximas de até 50 mm. Para a integração elétrica, serão mantidos os sistemas de aquisição de sinal e de medições auxiliares, garantindo a intercambialidade entre o novo sistema de Bobina de Helmholtz e o sistema já presente na DAT, adequado à medição de blocos magnéticos de maior dimensão. A decisão de utilizar componentes já disponíveis no estoque, incluindo motor, encoder rotativo e mancal, foi crucial para assegurar a compatibilidade do novo sistema com o atual.

A conclusão da próxima fase do projeto, que inclui a fabricação das partes mecânicas e posterior montagem e validação do sistema, representa um avanço no aprimoramento do processo de caracterização magnética, especialmente para a construção de dispositivos de inserção pela DAT.





Figura 498: Visão em perspectiva, frontal e lateral de projeto mecânico do novo sistema.

### 3.1.2. Estudo conceitual de electron beam welding – EBW

O projeto de desenvolvimento de um protótipo de equipamento de soldagem por feixe de elétrons (EBW) se justifica pela capacidade superior do processo em garantir uniões de alta qualidade em materiais diversos e geometrias complexas, crucial para setores como aeroespacial, médico, automotivo, eletrônica e energia. Além disso, o EBW se destaca por ser um método mais limpo e seguro comparado às técnicas tradicionais de soldagem, minimizando a emissão de poluentes e melhorando as condições de segurança no trabalho.

O projeto definido para execução no último trimestre de 2024 busca avaliar a viabilidade técnica e econômica da construção do equipamento, visando não apenas fortalecer a pesquisa e o desenvolvimento da DAT/CNPEM e entre colaboradores, mas também expandir o escopo de oportunidades frente os novos desafios presentes na atualidade.

Nesse período foram levantadas informações básicas sobre a técnica e elaborado um relatório técnico contemplando as etapas necessárias a serem exploradas para construção de um equipamento *in-house*, como classificação dos equipamentos comerciais; desafios e inovações na soldagem por EBW; manufatura aditiva por EBAM; análise e comparativos de canhões de elétrons; aplicações; simulações; sistema de vácuo; sistema de potência; bobinas; controle e automação; proteção radiológica.

Também, foi obtido um orçamento de um equipamento comercial, da empresa EVOBeam (Figura 499) para servir de comparativo na tomada de decisão sobre a fabricação ou possível compra do modelo comercial.



Figura 499: Imagem representativa do equipamento comercial da empresa Evobeam

Ao longo de 2025, os dados coletados ajudarão na definição da construção de um equipamento dedicado a ser executada uma nova etapa do projeto que contemplará o projeto e fabricação do equipamento com as características necessárias para as aplicações no CNPEM.

### 3.1.3. Friction Stir Channeling

O processo de *Friction Stir Channeling* é uma variante do processo de Friction Stir Welding que cria canais fechados subsuperficiais em um único processamento. Essa tecnologia permitirá a confecção de componentes com canais internos de refrigeração, eliminando a necessidade de canais com tampas de vedação ou a utilização de tubos instalados para circulação de água na superfície do componente, reduzindo as etapas de fabricação e melhorando significativamente a troca térmica dos elementos.

O projeto visa o levantamento bibliográfico sobre a tecnologia, a produção de ferramental e desenvolvimento de parâmetros para o processo de produção de canais que podem ser utilizados para refrigeração em componentes fabricados em alumínio ou cobre, com a técnica de *Friction Stir Channeling*.

Esse projeto teve início no mês de outubro de 2024. Até o momento foram feitos levantamentos bibliográficos com o que há de mais recente na técnica e iniciado o processo de aquisição de materiais para confecção de ferramental. Para o próximo ano, serão desenvolvidos ferramentas e parâmetros de processo para utilização da técnica em ligas de alumínio e cobre. Também, se espera a produção de um protótipo para avaliação da eficiência desse processo como solução na refrigeração de componentes.

### 3.1.4. Diffusion Brazing

O processo de *diffusion brazing* é uma técnica de união de metais que envolve o aquecimento dos materiais, e através da aplicação de pressão sob determinado tempo, o metal de preenchimento promove uma ligação sólida através da difusão. Uniões realizadas por este processo têm como mecanismo principal a interdifusão dos átomos entre as partes em contato

íntimo. O projeto de desenvolvimento de brasagem por processo de difusão tem como principal objetivo o desenvolvimento interno da técnica de *diffusion brazing* tal como sua aplicação na união de componentes compostos por materiais similares e dissimilares.

O desenvolvimento desse projeto se justifica pela aquisição de *know-how* na técnica de brasagem por difusão a vácuo, complementando a capacidade da equipe frente a diferentes técnicas de uniões especiais. O processo de *diffusion brazing* se demonstra eficaz principalmente na união de materiais dissimilares que demonstram difícil união por processos mais convencionais de brasagem, mantendo as propriedades mecânicas e estruturais das peças.

Esse projeto se iniciou em outubro de 2024 e, nesse primeiro momento, foram feitos levantamentos bibliográficos sobre os principais avanços na tecnologia, as principais combinações de materiais unidos com essa técnica e dos materiais de adição mais comumente utilizados. Para o ano de 2025 está previsto a elaboração de um relatório com detalhamento do processo de *diffusion brazing* a vácuo unindo materiais similares e dissimilares, assim como a aplicação desta técnica em corpos de prova e caracterização microestrutural e mecânica da junta de brasagem.

## 3.2. Projetos com LNBio

### 3.2.1. Monitoramento de Ambiente e Equipamentos dos Prédios do LNBio

O projeto de Monitoramento de Ambiente e Equipamentos do LNBio visou desenvolver uma solução para monitorar a temperatura de diferentes instalações, como geladeiras, freezers, ultra freezers e ambientes, com alertas sonoros e envio de e-mails caso a temperatura supere limites pré-definidos. Mesmo que muitos equipamentos como freezers e ultra freezers possuam suas próprias plataformas de monitoramento de temperatura, a comunicação e integração desses equipamentos são extremamente caros, o que justifica o desenvolvimento de um sistema de monitoramento de temperatura modular e personalizado. O projeto foi dividido em três fases principais: a primeira entrega envolveu o desenvolvimento e avaliação de 10 unidades do dispositivo; a segunda, após otimizações baseadas no feedback dos usuários, prevê a entrega de mais 5 unidades; a fase final consiste na produção de 150 unidades para o monitoramento completo das instalações do Laboratório Nacional de Biociências. O sistema integra sensores que podem medir entre  $-100^{\circ}\text{C}$  e  $50^{\circ}\text{C}$ , processados por um microcontrolador que exibe as informações em um display. Além disso, inclui uma interface gráfica dinâmica que permite o controle remoto, histórico dos dados e o monitoramento em tempo real das temperaturas. O design completo do case pode ser observado na Figura 500 abaixo.



Figura 500: Design completo do case com as montagens dos componentes e parafusos

## Diretoria Adjunta de Infraestrutura (DAI)

---

Nos últimos anos, o CNPEM tem experimentado um expressivo crescimento, impulsionado pela expansão de projetos estratégicos, como o Projeto Orion, e pelo aumento da demanda para manter as instalações de pesquisa e desenvolvimento plenamente operacionais. Para atender a esse cenário desafiador e crescente, a Diretoria-Geral adotou medidas para fortalecer as capacidades institucionais, aprimorar os processos de manutenção e organizar a operação das infraestruturas prediais, utilidades e facilidades compartilhadas. Como parte dessas ações, foi criada, em julho de 2024, a Diretoria Adjunta de Infraestruturas (DAI). A nova diretoria agregou a Divisão de Implantação de Projetos (DIP), anteriormente ligada à Diretoria Adjunta de Tecnologia (DAT), e a Divisão de Manutenção e Utilidades (DMU), antes vinculada à Diretoria de Serviços Compartilhados (DSC) e conta com um Grupo de Segurança Operacional (SOP), responsável pela segurança patrimonial, avaliação da segurança de experimentos e ambientes laboratoriais, bem como pela gestão de riscos associados às operações.

Uma das motivações para a criação da DAI foi reunir sob a mesma governança ações referentes a três áreas: operações, novos projetos e manutenção. As operações técnicas têm foco predial das infraestruturas existentes, incluindo conservação e limpeza, segurança patrimonial e segurança do trabalho. A implantação de novos projetos de infraestrutura atua nas novas necessidades do CNPEM, incluindo obras de engenharia civil e novos sistemas técnicos de diversos tipos, por exemplo, sistemas de ar-condicionado, mecânica, hidráulica, elétrica e automação. As ações de manutenção, sejam corretivas, sejam preventivas, incluem as obras de *retrofit* e melhorias em espaços já em operação, nas mesmas áreas de implantação de projetos, com a diferença de também atuar com sistemas de refrigeração baseados em criogenia.

Outra importante motivação para a criação da DAI foi permitir a segregação de responsabilidades no âmbito dos sistemas prediais e infraestruturas do CNPEM. Esse conceito, amplamente adotado na indústria, promove a separação entre os responsáveis pelo projeto e implantação de novos sistemas e aqueles encarregados da operação das infraestruturas após sua entrega. Da mesma forma, são mantidas áreas distintas para a implementação de programas de manutenção das infraestruturas, assegurando maior eficiência e especialização em cada etapa.

### 1. Projetos Estruturantes

#### 1.1. Projeto Sirius

##### 1.1.1. Planta de Liquefação de Hélio do Sirius

A Planta de Liquefação de Hélio do Sirius fornece hélio líquido para as cavidades supercondutoras que foram instaladas no segundo semestre de 2024 no anel de armazenamento em substituição a cavidade Petra 7 normal-condutora.

Em janeiro de 2024, foi concluída a análise de risco de ausência de O<sub>2</sub> junto a um consultor externo. Com isso, diversas ações para proteção das pessoas foram mapeadas e executadas durante 2024.

Em fevereiro de 2024, foi concluída a instalação das tubulações de água de processo e as tubulações de água gelada em aço carbono do circuito C2. Foi concluído o isolamento térmico das tubulações de água gelada. Realizados os testes de estanqueidade desse circuito,

alimentação elétrica e a automação. Após comissionamento, o circuito de processo, que é responsável por alimentar os compressores de Hélio a Cold Box e as cavidades supercondutoras foi liberado.



Figura 501: Montagem do Circuito C2 na Casa de Bombas 1

Após automação o circuito de processo C2 foi incluído no Supervisório do Prédio do Sirius, testado e liberado.

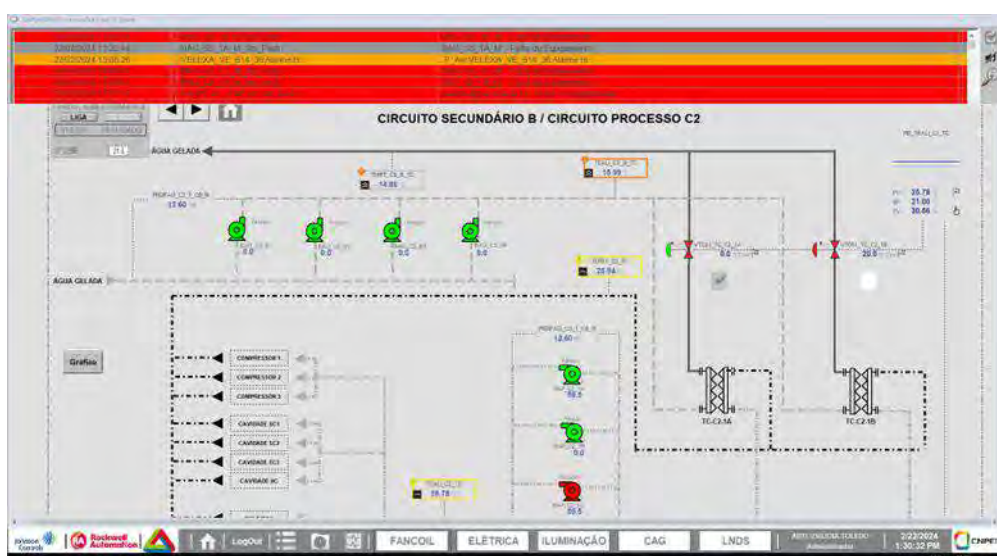


Figura 502: Tela do Supervisório para o Circuito C2

Conclusão da infraestrutura elétrica para a planta criogênica e sala de compressores de Hélio. Instalada a UPS para o sistema de controle e Painel elétrico para alimentação de todos os equipamentos da Planta. Os compressores de Hélio foram ligados em gerador a diesel.



Figura 503: UPS e Painel Elétrico da Planta Criogênica

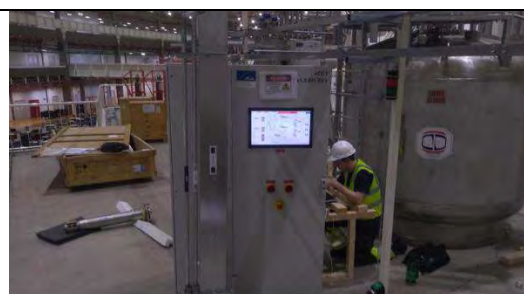


Figura 504: Painel CC1 energizado



Todas as montagens mecânicas da parte quente da planta criogênica foram concluídas pela empresa White Martins. Foram montadas todas as peças remanescentes dos equipamentos da planta criogênica, como por exemplo: instrumentação do Dewar e bomba de vácuo turbo da Cold Box. Foi concluído o teste de vazamento com hélio e teste de pressão nas conexões pendentes. Foi realizado *pump and purge* dos tanques com Nitrogênio.

Em fevereiro, foi iniciado o pré-comissionamento da Planta Criogênica com a presença de um Engenheiro da empresa Linde, que forneceu os componentes principais da planta. Durante o pré-comissionamento, a Linde fez a inspeção de todos os subsistemas e utilidades de cada equipamento da planta criogênica antes de iniciarmos o comissionamento. Entre fevereiro e março, os tanques passaram por processos de evacuação e *pump and purge* com Hélio 4.5. Todas as tubulações e equipamentos da planta criogênica passaram 3 vezes por este processo para garantir a limpeza de todo o sistema antes do abastecimento com Hélio 5.0. Em março, o CNPEM concluiu a instalação dos dutos de exaustão dos dois compressores.



Figura 507: Exaustão dos Compressores de Hélio

Em março, a Linde realizou teste de atuação de sistemas de segurança SIL2 e concluiu a instalação mecânica da planta, na qual, o CNPEM assinou o termo de aceite. No final de março, foi realizado o comissionamento e testes de aceitação da planta, conforme descrito a seguir:

- Teste de Liquefação: Foi demonstrada uma vazão de liquefação de 207 l/h por mais de duas horas. Sendo que a Linde deveria demonstrar uma vazão maior que 183 l/h em modo liquefação por 2 horas.
- Teste de Refrigeração, excluindo o sistema de distribuição: Foi introduzida uma carga térmica de 837,6 W no aquecedor do Dewar. Não foram necessárias 48 horas para realização do teste. Sendo que a Linde deveria demonstrar no mínimo 723 W @ 4,5K.
- Teste de Refrigeração incluindo o sistema de distribuição: Foi introduzida uma carga térmica média de 772,0 W no aquecedor do Dewar. Os testes foram realizados em menos de 48 horas.

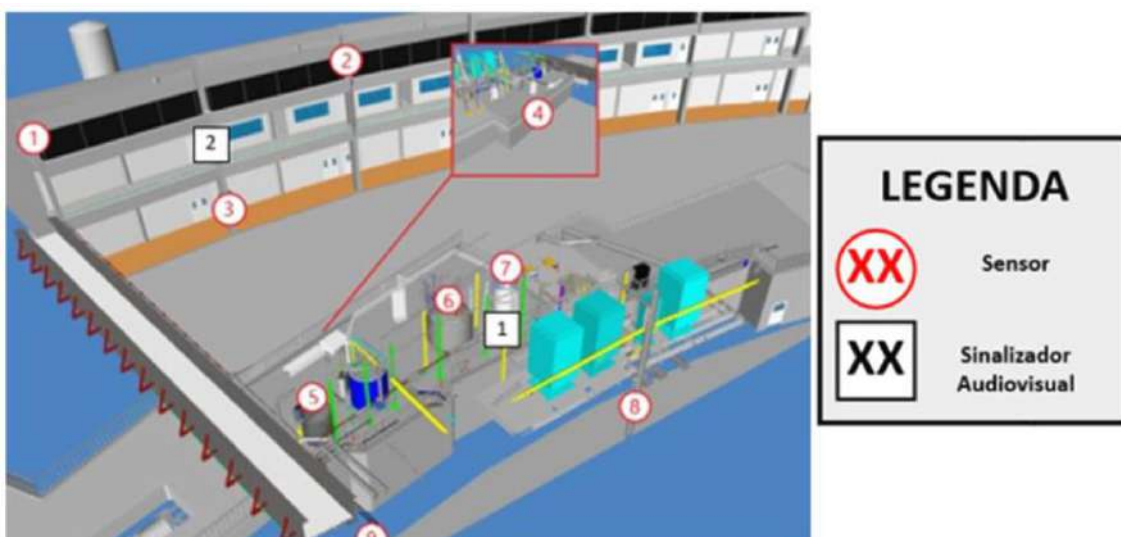
Em resumo, os testes de aceitação da planta criogênica em modo de liquefação e refrigeração excederam as entregas especificadas e a planta de liquefação de Hélio foi aceita pelo CNPEM.

Em abril, concluímos a extensão do circuito de processo C3 para estabilização dos equipamentos de RF referentes as cavidades supercondutoras.



*Figura 508: Circuito de processo C3 estendido na sala de RF*

No segundo semestre de 2024, instalamos o sistema de renovação de ar forçado do Hall Experimental. Foram instalados 18 sensores de oxigênio e 12 torres sinalizadoras no Hall experimental do Sirius e na sala de compressores de hélio. Esses instrumentos foram instalados próximo a cada Degasser do Anel de Distribuição de Nitrogênio Líquido e na região da planta criogênica.



*Figura 509: Sensores e sinalizadores planta criogênica*

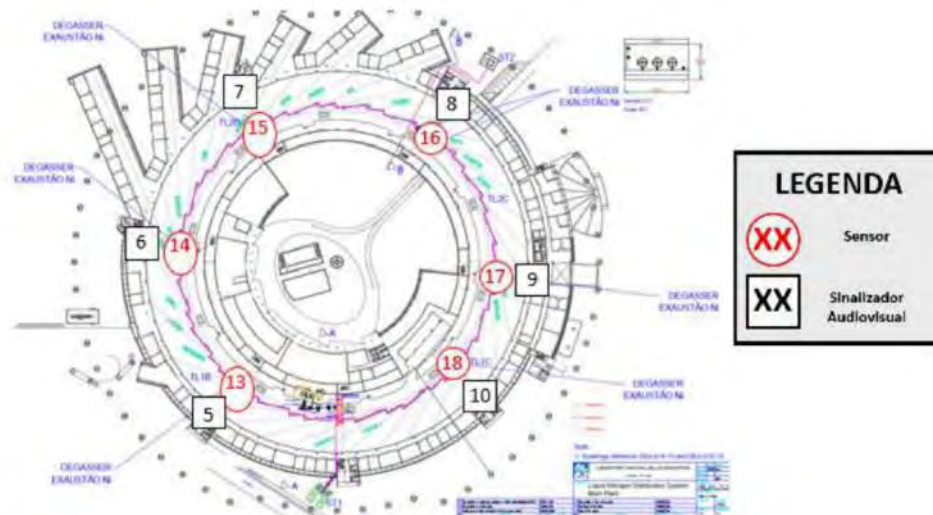


Figura 510: Sensores e sinalizadores próximos a Degassers das passarelas



Figura 511: Sensor de oxigênio instalado no eixo D

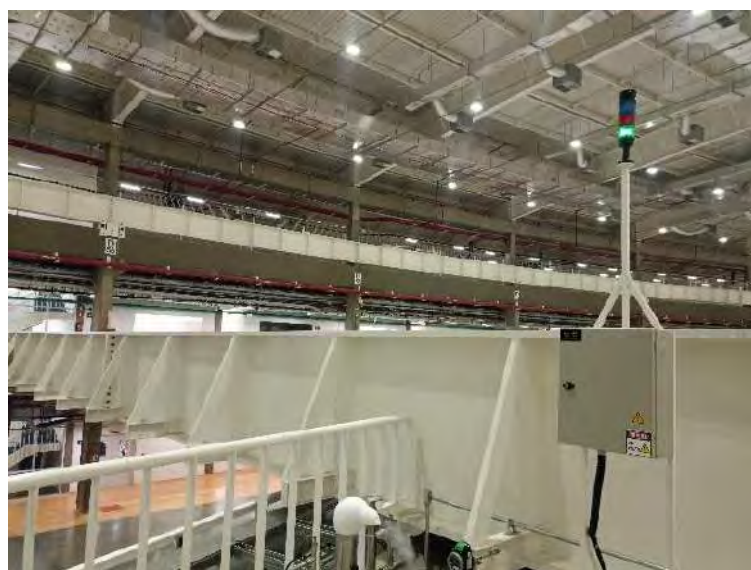


Figura 512: Quadro, torre de sinalização e sensor de O<sub>2</sub> próximo ao degasser



Além disso, foram instalados 12 ventiladores para garantir a renovação de ar do Hall Experimental.



*Figura 513: Ventilador de Renovação de ar (operante + reserva)*

Os sensores monitoram os níveis de oxigênio, e em caso de insuficiência de oxigênio (<19,5% de  $O_2$ ), as torres sinalizadoras indicam através de sinal luminoso e sonoro. Além disso, em caso de insuficiência de  $O_2$ , a vazão dos ventiladores de renovação de ar aumenta. Os 12 ventiladores instalados no Hall Experimental operam normalmente com uma vazão individual de  $2.800\text{m}^3/\text{h}$  e atingem  $5.600\text{m}^3/\text{h}/\text{ventilador}$  quando detectada deficiência de oxigênio. O acionamento de cada ventilador de renovação de ar se dá conforme Diagrama de Instalação mostrado abaixo:

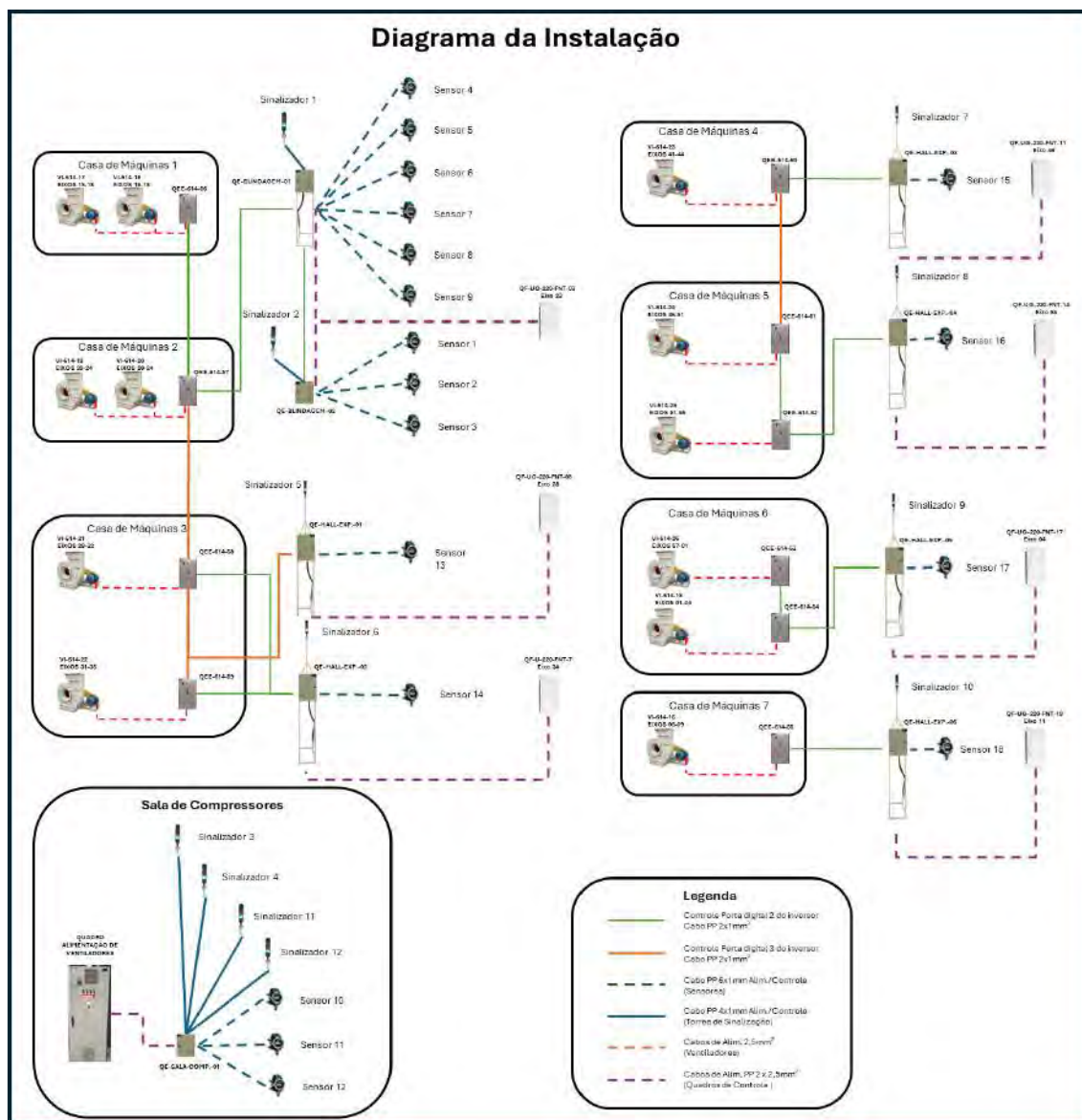


Figura 514: Diagrama de Instalação da Renovação de Ar e Sensor de O<sub>2</sub> do Hall Experimental

Em junho, foi concluída a instalação dos ventiladores para renovação de ar das salas de compressores. Também foram instalados na sala de compressores de hélio, 3 sensores de O<sub>2</sub> e 4 sinalizadores visuais e sonoros.



Figura 515: Posição dos sensores de O<sub>2</sub> na sala de compressores de hélio.

Por fim, seguindo as recomendações de melhoria sugeridas pela Linde:

- Foi construída uma nova linha de exaustão de Nitrogênio isolada para Válvulas de segurança da Manifold Box e Válvula de Segurança do Separador de fases de Nitrogênio para evitar sobre pressão nos equipamentos.
- Foi instalada uma válvula de retenção na saída da linha de exaustão de nitrogênio de processo, bem próximo do final da tubulação. Essa medida tem o objetivo de evitar a entrada de ar e conseqüentemente a formação de gelo na linha de exaustão.



Figura 516: Exaustão das válvulas de segurança da Manifold Box

A planta criogênica do Sirius entrou em operação plena no início de out/2024, abastecendo duas cavidades que atingiram o estado de supercondutividade com o abastecimento de hélio líquido, atendendo os pré-requisitos de temperatura e estabilidade de pressão. Após dois meses de operação o conjunto formado por planta criogênica e Cavidades Supercondutoras opera de normalmente de forma confiável. Com isso, consideramos concluído o projeto e execução da Planta de Liquefação de Hélio do Sirius.

### 1.1.2. Área faseada do prédio do Sirius

Um projeto importante iniciado em 2024 refere-se à conclusão de boa parte das áreas do prédio do Sirius que contempla a construção de novas estações de trabalho, incluindo infraestrutura técnica e predial. O faseamento consiste em executar o *fit-out* de parte da edificação que se encontra inacabada (aproximadamente 2.600 m<sup>2</sup>), por não ter feito parte da primeira fase da construção. Este processo irá atender os pesquisadores e colaboradores que atuarão em novas estações de pesquisa.

Estão incluídas no processo de contratação:

- Instalação de utilidades no nível 614, entre os eixos 09-36, para as estações de pesquisa: água gelada, água de processo, nitrogênio gasoso, ar comprimido, elétrica, câmeras de monitoramento e controle de acesso para as áreas técnicas do prédio.

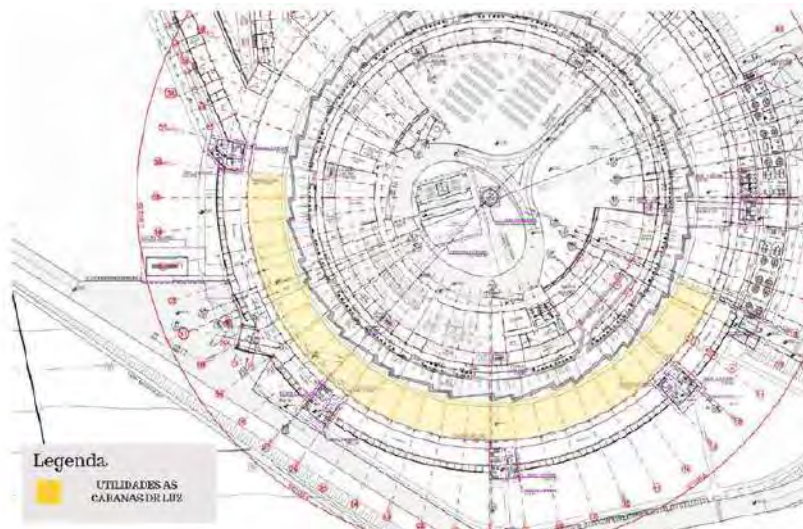


Figura 517: Ilustração da região onde serão realizadas as utilidades para as estações de pesquisas, no nível 614

- Nível 619 entre os eixos 09-26: execução das salas de escritórios e reunião, no padrão do existente, com todas as instalações e acabamentos.
- Níveis 614 e 619 eixos 12-13, 19-20 e 26-27: execução de *fit-out* das caixas de acesso, considerando todos os acabamentos, sistemas de refrigeração, água gelada, SDAI, sistema de combate a incêndio, controle de acesso, CFTV, cabeamento estruturado, elétrica, hidráulica, iluminação, fornecimento e instalação dos elevadores.

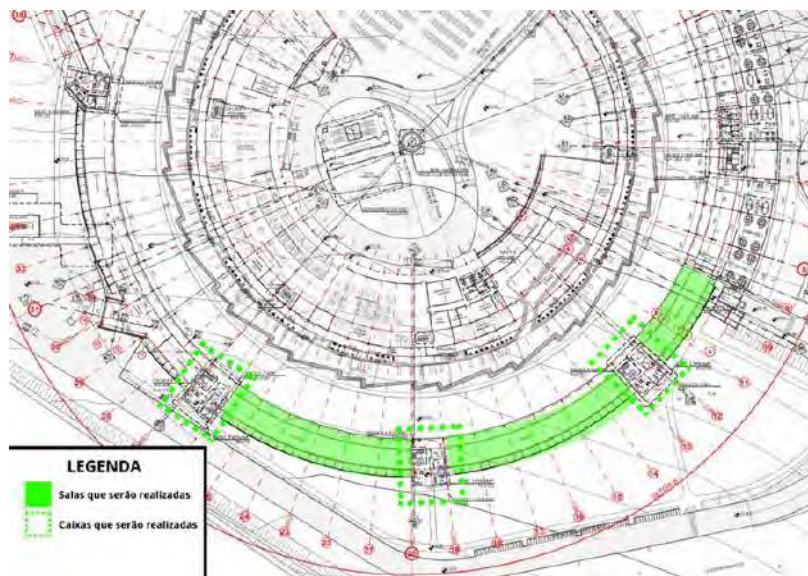


Figura 518: Ilustração da região com intervenção no nível 619.

- Nível 623 entre os eixos 09-36: fornecimento e instalação de equipamentos (fancoils e ventiladores) nas casas de máquinas, bem como toda a infraestrutura necessária para atendimento da refrigeração das salas e caixas de acesso. Instalação de fancolets para atendimento da refrigeração do nível 623 do Sirius, assim como toda infraestrutura de distribuição de água gelada, dutos e drenos. Execução dos sanitários e DML do entre eixos 4-5, linha F, e execução do piso de borracha referente ao corredor de acesso aos banheiros (entre eixos 2-5) e trecho compreendido entre os eixos 7-8 linha F.

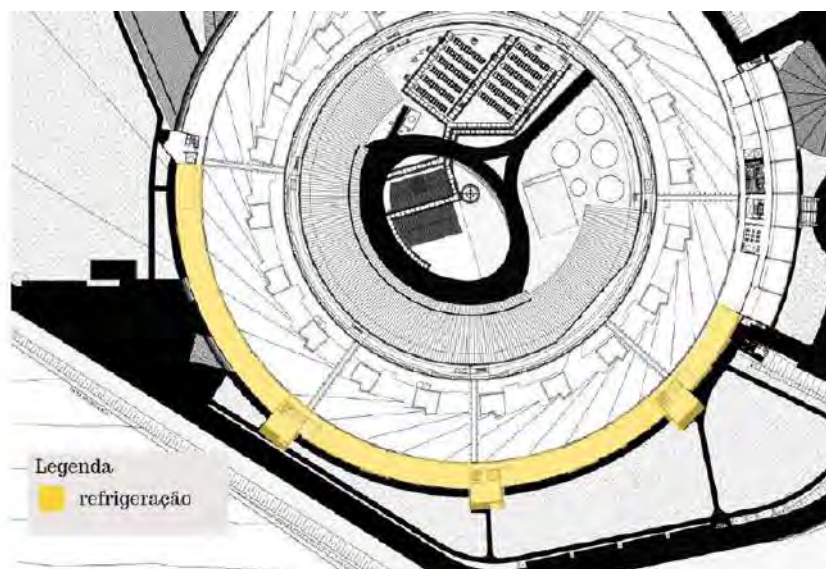


Figura 519: Ilustração da região com intervenção no nível 623

- Aquisição, instalação e comissionamento de 2 *chillers* para atendimento da nova demanda, assim como suas bases e toda infraestrutura necessária.

O processo foi lançado no mercado em 23 de agosto de 2024 e, atualmente, o CNPEM está respondendo aos questionamentos dos proponentes. A previsão é de que as propostas sejam

recebidas até 6 de janeiro de 2025, com a assinatura do contrato final prevista para fevereiro de 2025. A mobilização tem previsão de início para março de 2025, com conclusão da obra prevista para julho de 2026.

### 1.1.3. Distribuição de nitrogênio líquido – SIRIUS

O sistema de distribuição de Nitrogênio Líquido foi projetado e fabricado para abastecer 40 linhas de luz e a planta de liquefação de Hélio no Sirius. Durante o comissionamento do sistema de distribuição de nitrogênio líquido, no final de novembro de 2023, foram detectados problemas que impediram a entrega do sistema. Ocorreu um vazamento no separador de fases de nitrogênio para o vácuo. E em 40 trechos de tubulação para abastecimento das linhas de luz foi observada condensação. Deste modo, foi necessário a remoção do separador de fases e dos trechos de alimentação de cada linha de luz e envio para retrabalho na fábrica da DEMACO na Holanda.



Figura 520: Trechos das linhas de luz embalados para envio para retrabalho na DEMACO



Figura 521: Separador de fases removido para envio para retrabalho na DEMACO

A fim de atender o prazo do comissionamento da Planta Criogênica em janeiro de 2024, a DEMACO enviou um separador de fases de 40 litros e flexíveis isolados a vácuo aéreo para uma montagem provisória.



*Figura 522: Separador de fases provisório montado*

O separador de fases e os trechos de alimentação das linhas de luz, chegaram na DEMACO para retrabalho no final de março, que realizou o retrabalho do separador de fases e dos trechos de linha.



*Figura 523 - Separador de fases de Nitrogênio em retrabalho na DEMACO*

Em julho de 2024, o CNPEM acompanhou o “Factory Acceptance Test” do separador de fases na fábrica da DEMACO na Holanda. Foram executados no separador de fases: teste de pressão, teste de vazamento de Hélio, testes de funcionamento de válvulas, transdutores de pressão, temperatura, nível e sistema de controle e testes a frio. No mesmo mês, o material foi enviado para o Brasil.

Em agosto de 2024, o separador de fases e os trechos de alimentação das linhas de luz chegaram no porto de Santos. No entanto, o material ficou retido na alfândega com canal vermelho até 20 de setembro de 2024. No mesmo mês a equipe da DEMACO esteve no CNPEM e concluiu a instalação do separador de fases e trechos de alimentação das linhas de luz. Em 27 de setembro, todos os testes de pressão e resfriamento do sistema de distribuição de nitrogênio líquido e separador de fases foram concluídos.



*Figura 524: Tanque de Nitrogênio e linhas de distribuição*



*Figura 525: TL1A e TL3 instalados na passarela*



*Figura 526: Separador de fases instalado*

No “Site Acceptance Test” realizado no CNPEM, foi validado que o anel de distribuição de nitrogênio para abastecimento das linhas de luz é capaz de alimentar simultaneamente até 3 linhas com vazão de 500 litros/hora/linha com a pressão de operação entre 2 bar e 5 bar.



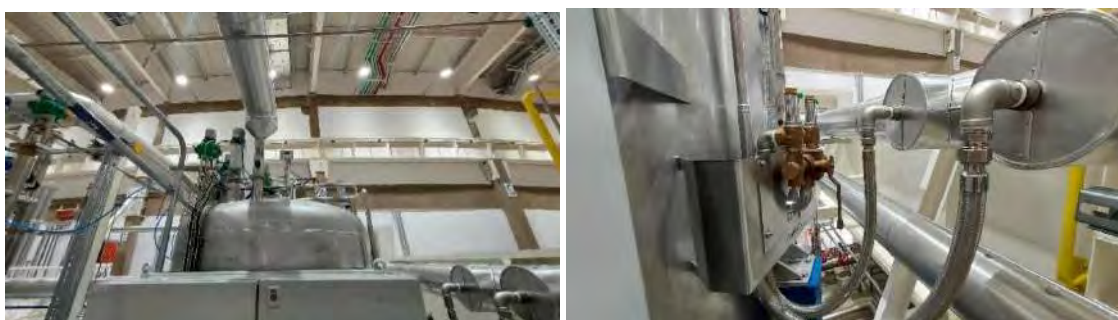


*Figura 527: Picagem para linha de luz do sistema de distribuição de Nitrogênio*



*Figura 528: Transdutores de pressão, temperatura, degasser e válvula de setor*

A exaustão da válvula de alívio de pressão e válvulas de segurança do separador de fases de nitrogênio também foi realizada.



*Figura 529: Exaustão de Nitrogênio Gasoso do Separador de Fases*

#### 1.1.4. Sistema de abastecimento AAB e AD- C6 – SIRIUS

Os componentes dos aceleradores e linhas de luz do Sirius geram carga térmica, que é dissipada através de nove circuitos de água de processo. Para o correto funcionamento desses componentes, a qualidade da água utilizada nos circuitos deve ser controlada. Por isso, utiliza-se água desmineralizada, com propriedades específicas ideais para tal aplicação. Um desequilíbrio na qualidade da água pode ter impacto direto no desempenho do acelerador, gerando problemas como corrosão e incrustações, que podem obstruir a passagem de água e afetar a troca de calor.

Adicionalmente, existem os circuitos de água gelada, que são utilizados em sistemas de ar-condicionado e para estabilização térmica da água de processo. Esses circuitos são abastecidos por água abrandada. O abrandamento é realizado para reduzir a dureza da água através da remoção dos cátions  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$ . Uma concentração excessiva destes íons, gera a presença de silicato de magnésio ( $\text{MgSiO}_3$ ) e carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) que se incrustam nos trocadores de calor e tubulações e reduzem a eficiência da troca térmica.

Atualmente, a reposição de água abrandada e desmineralizada é realizada com água da concessionária (com cloro e alta condutividade). Nesse contexto, é necessário realizar um projeto para os sistemas de fabricação, manutenção e distribuição do abastecimento de água abrandada e água desmineralizada para o Sirius.

O projeto do Circuito C6 será dividido em dois sistemas que visam produzir, fornecer e manter a água desmineralizada e água abrandada para os circuitos de processo e central de água gelada do Sirius, através da água de abastecimento proveniente da concessionária.

Baseado em um estudo da qualidade da água desmineralizada utilizada em outros aceleradores, definiu-se a seguinte especificação para nossa água desmineralizada para os circuitos de processo do Sirius: pH = 7,5; condutividade  $\leq 0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$ ; nível de  $\text{O}_2 \leq 10$  PPB.

Para a água abrandada foi realizado um projeto básico internamente, com encaminhamento das tubulações e especificação de alguns equipamentos que serão utilizados para a operação do circuito.

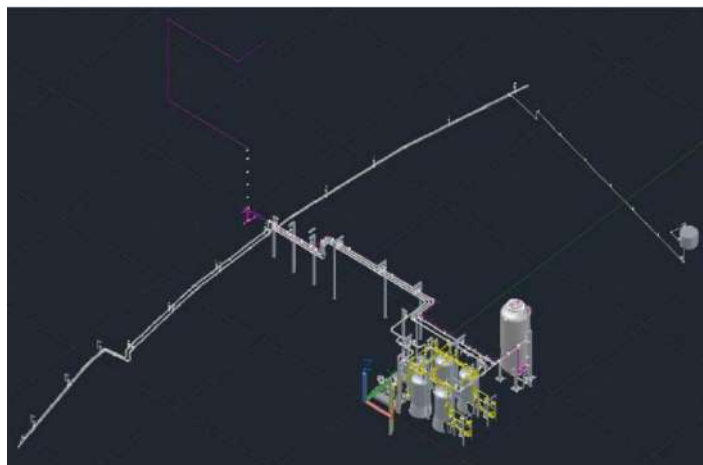


Figura 530: Layout orientativo 3D da instalação do circuito C6 de água abrandada do Sirius

No segundo semestre de 2024, o contrato com a empresa WSE foi assinado para desenvolvimento do projeto executivo para fabricação e manutenção da água desmineralizada e abrandada do Sirius. Análises da água da concessionária e de todos os circuitos de processo foram realizadas para que se iniciasse o estudo preliminar em 2025. Devido ao longo prazo de contratação do projeto do executivo do circuito C6, faz-se necessário a reprogramação do FDR para 30/06/2025 e a reprogramação da conclusão da obra para o primeiro semestre de 2026.

#### 1.1.5. Exaustão do Sirius

Nas linhas de luz do Sirius, são utilizados gases inertes, tóxicos, oxidantes e inflamáveis, sendo necessário a construção de um sistema de exaustão e direcionamento desses gases para o lado externo da edificação, seguindo normas regulamentadoras para descarte desses gases. A Exaustão do Sirius irá atender as linhas de luz do Sirius entre os eixos 32 e 11 e foi dividida em seis subsistemas, cada um composto por um conjunto de ventiladores (um reserva e um operante), dutos circulares em polipropileno para direcionamento dos gases para área externa do prédio, dispositivos de regulação de pressão, alimentação elétrica, sistema de controle e automação. A Figura 531 apresenta a posição dos seis sistemas contemplados neste projeto:

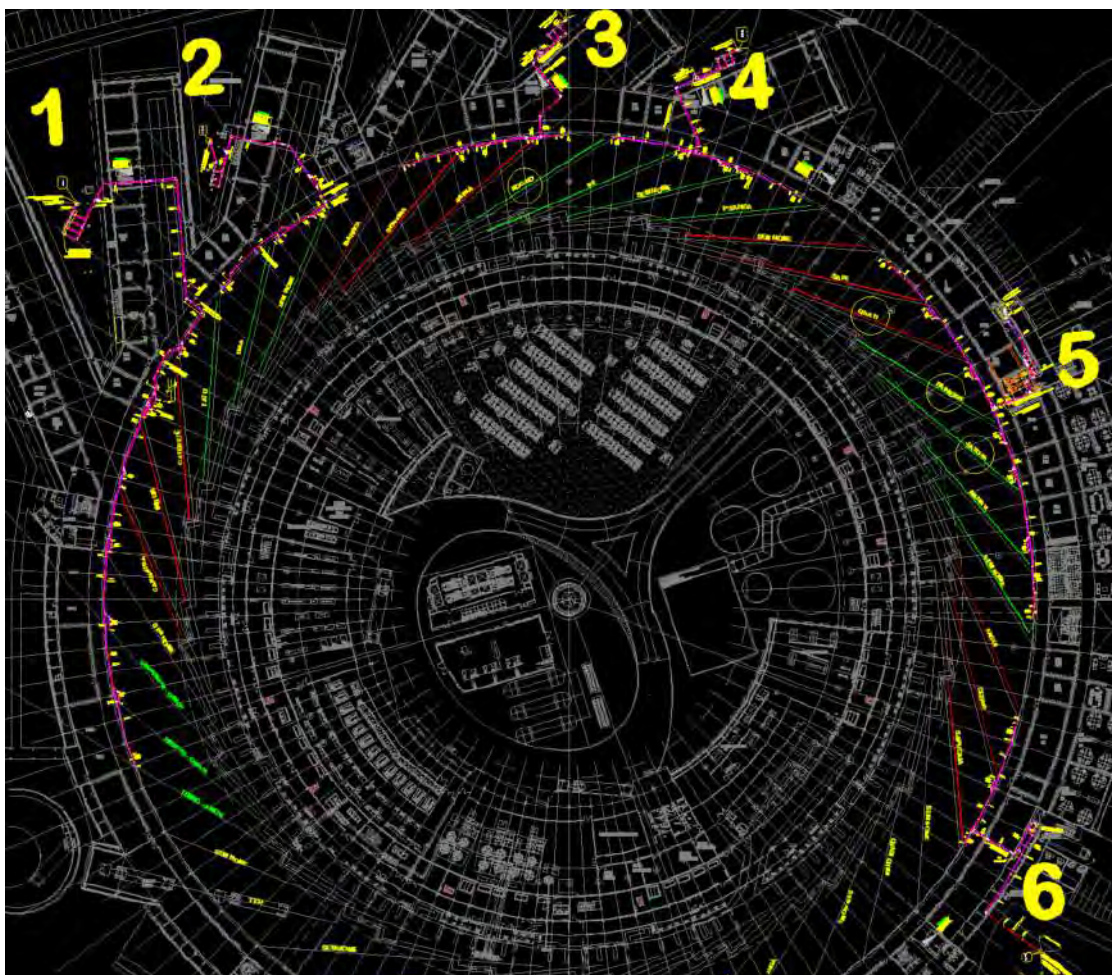


Figura 531: Layout dos subsistemas de Exaustão

Para cada linha de luz foi previsto exaustão para atender 04 pontos: 02 armários de gases e 02 braços extratores, conforme imagem abaixo.

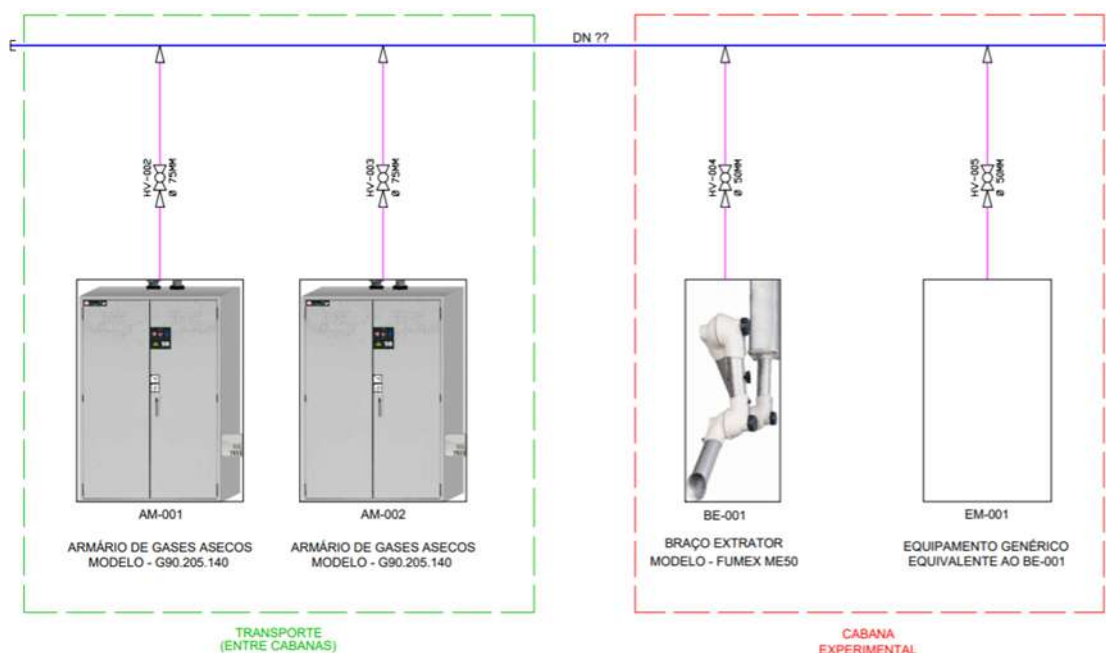


Figura 532: Modelo padrão das exaustões das linhas de luz

Em fevereiro de 2024, foi concluído o projeto preliminar da lógica de automação e aprovado com a equipe interna. Após a aprovação da lógica de automação, foi desenvolvido um FMEA (sigla em inglês para “Análise de modos de falha e seus efeitos”) para identificar possíveis riscos do projeto e prever ações preventivas. Este FMEA foi finalizado em abril de 2024. O projeto básico do sistema mecânico foi concluído pela equipe interna do CNPEM em julho de 2024. O processo de concorrência para instalação mecânica e elétrica finalizou com a assinatura de contrato com a empresa Inovector em novembro de 2024. A Inovector já iniciou a compra dos equipamentos e revisões de projetos. A mobilização da equipe ocorrerá em janeiro de 2025. Os dutos de polipropileno da Hoka, já foram comprados e estão fase de fabricação com previsão de chegada no CNPEM em março de 2025. A previsão de conclusão completa dessa instalação é setembro de 2025.

#### 1.1.6. Combate a Incêndio CPD e Carnaúba

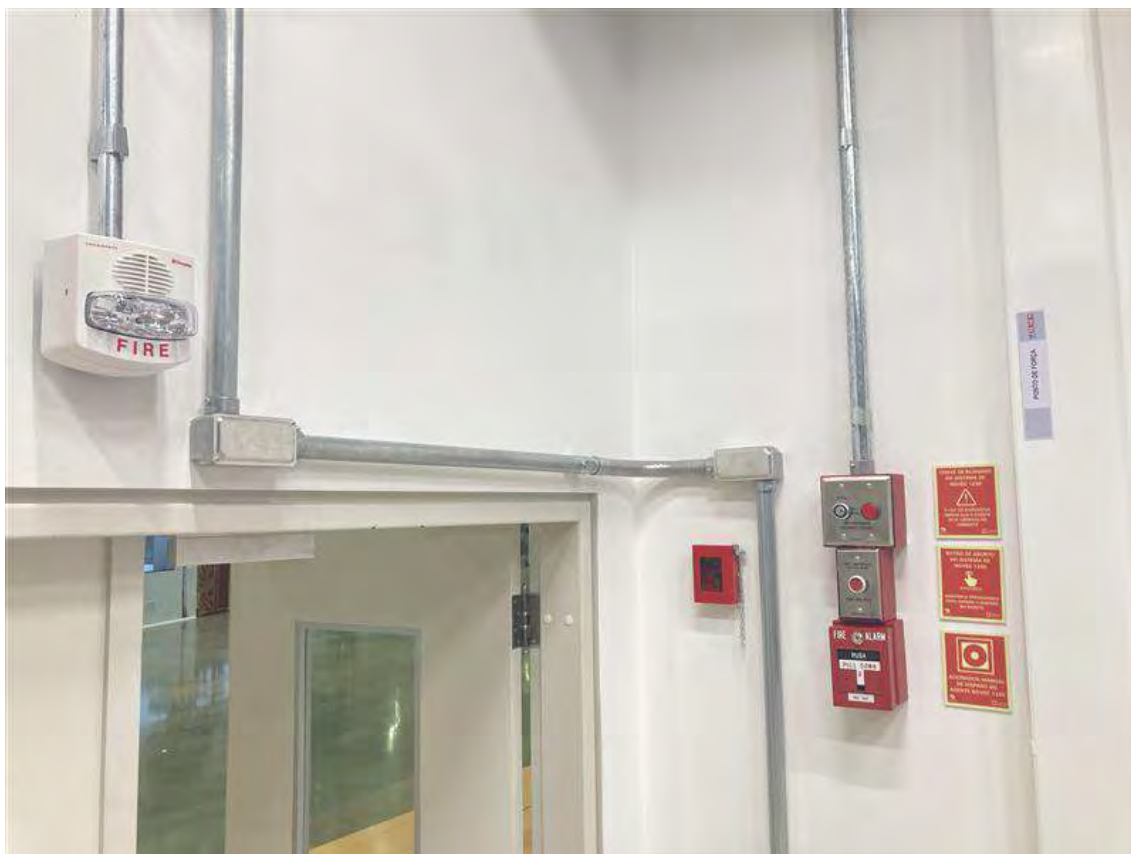
O projeto teve como objetivo implementar um sistema avançado de combate a incêndio utilizando gás inerte, NOVEC 1230, em dois ambientes críticos do prédio Sirius: o CPD e a Sala de Microscopia da Linha CARNAÚBA. Esses ambientes abrigam equipamentos sensíveis e de alta tecnologia, que não podem ser protegidos adequadamente por sistemas convencionais de combate a incêndio à base de água.

Como parte do escopo do projeto, foi realizada a instalação do sistema de supressão por gás inerte, projetado para garantir a proteção eficiente sem comprometer os equipamentos. Adicionalmente, o sistema foi integrado ao sistema de detecção, alarme e monitoramento já instalados no prédio, assegurando uma operação centralizada, contínua e em tempo real.

A empresa Sofister Soluções de Tecnologia Eletrônica LTDA (Engprotection) foi contratada para a elaboração dos projetos técnicos, fornecimento de materiais nacionais, instalação do sistema de supressão por gás inerte e integração ao sistema de detecção e alarme de incêndio existente.

Além disso, a empresa realizou a atualização das interfaces gráficas do supervisor para incorporar os novos dispositivos. Os equipamentos especializados necessários para os sistemas de combate e detecção foram adquiridos da empresa Qualyfire US.

Além disso, foi emitida a Anotação de Responsabilidade Técnica (ART) junto ao CREA, garantindo que todas as atividades realizadas estivessem em conformidade com as normas técnicas e de segurança aplicáveis. A entrega final do projeto assegura proteção otimizada para os ambientes críticos, reduzindo riscos de danos aos equipamentos e promovendo maior eficiência no controle de possíveis incidentes. A integração com o sistema existente também oferece uma operação mais segura e confiável, atendendo plenamente às necessidades do prédio Sirius.



*Figura 533: Audiovisual, acionador manual do sistema de combate, chave de manutenção, botão de aborto e chave de emergência instalados no ambiente do CPD.*



Figura 534: Audiovisual externo do CPD para indicação de acionamento do sistema de combate.



Figura 535: Cilindros de NOVEC 1230 instalados para atender o ambiente do CPD e casa de máquinas do local.



Figura 536: Sistema de combate incêndio com agente limpo NOVEC 1230 instalado no ambiente do CPD

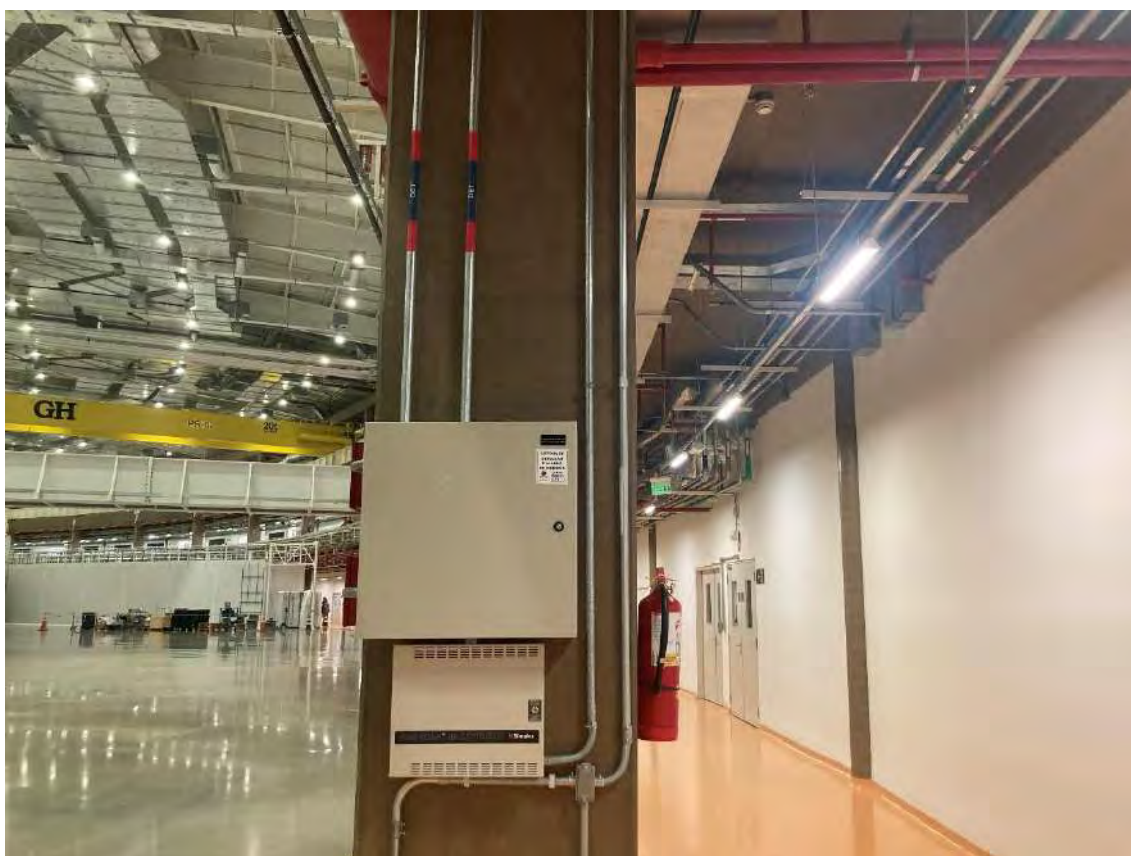


Figura 537: Dispositivos para integração do sistema de combate ao sistema de detecção e alarme de incêndio existente no prédio



Figura 538: Equipamentos de ação manual do sistema de combate instalados no ambiente do laboratório de microscopia (LAM)

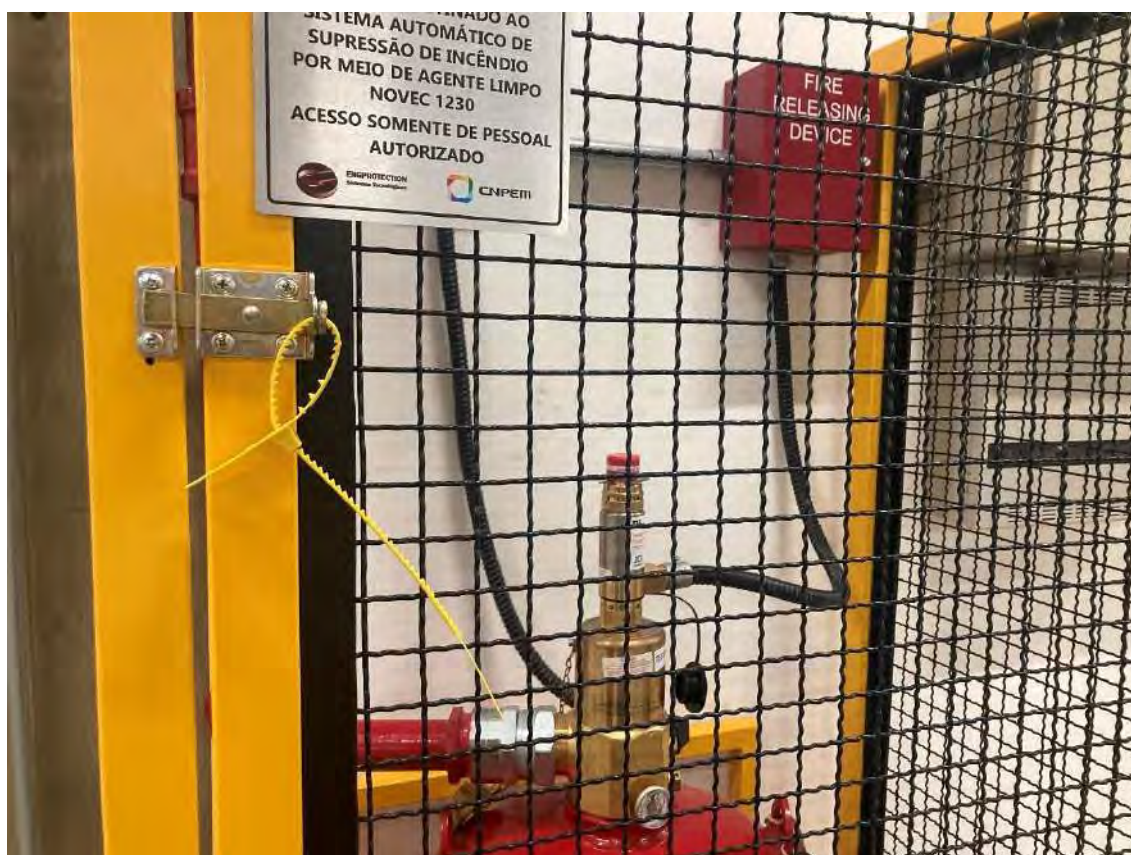


Figura 539: Acionador solenoide substituído pela garantia no ambiente LAM





*Figura 540: Sistema de combate a incêndio por meio de agente limpo NOVEC 1230 instalado no laboratório de análises microscópicas (LAM)*

### 1.1.7. Ar-condicionado das salas de rack do Sirius

As salas de racks abrigam os racks eletroeletrônicos necessários para o funcionamento dos aceleradores do Sirius. Devido à potência dissipada pelos racks e como essas salas não tem sistema de refrigeração ou troca de ar, a temperatura ambiente das salas sobe muito durante a operação. Consequentemente, a vida útil da eletrônica desses racks é reduzida. Dessa forma, faz-se necessário a climatização desses ambientes, para garantir temperaturas adequadas para o funcionamento dos componentes. Nesse sentido, foi realizado um projeto junto à empresa Climaspac, para garantir a climatização de todos esses ambientes. O projeto foi desenvolvido desde a etapa conceitual até a etapa executiva, finalizando em julho de 2024. Nesta data, foi dado como concluído o indicador Final Design Review.



Durante o ano, foram realizadas diversas etapas do projeto, incluindo adequações de infraestrutura necessárias para atender às novas demandas do sistema. Foram efetuadas a passagem de novos cabos e a adequação dos painéis elétricos, garantindo suporte às cargas projetadas. Além disso, todos os atuadores de válvulas foram enviados para revisão e, quando necessário, para reparo ou substituição, assegurando o pleno funcionamento do sistema. Na automação, as lógicas do sistema foram revisadas com as premissas solicitadas e atualizadas conforme o padrão atual do PlantPAX, para melhor eficiência do controle operacional.

O comissionamento completo do sistema não pôde ser realizado em 2024 devido a diversos desafios enfrentados ao longo do processo. Entre eles, destaca-se o atraso no reparo e entrega dos atuadores, problemas na atualização do sistema supervisorio que exigiram intervenções adicionais para correção, dificuldades de comunicação com os *chillers*, cuja programação fechada requer suporte técnico especializado do fabricante Mecalor, e corretivas de manutenção que deixaram um dos conjuntos de *chillers* inoperante, inviabilizando a realização dos testes integrados.

Como o comissionamento só pode ser realizado durante uma parada programada do acelerador, essa etapa está prevista para ocorrer em abril de 2025. Durante essa janela, serão realizados os testes finais, validações das lógicas implementadas e a integração completa do sistema. Até o momento, todas as ações realizadas garantem que o projeto está bem encaminhado para a conclusão dentro do cronograma revisado. O *retrofit* do sistema CAG e dos tanques de termoacumulação será fundamental para otimizar a operação, reduzindo custos energéticos e aumentando a confiabilidade do sistema.



Figura 542: Atuadores dos chillers e tanques instalados após revisão do equipamento e do seu cabeamento



Figura 543: Inserido sensor de nível nos tanques de termoacumulação

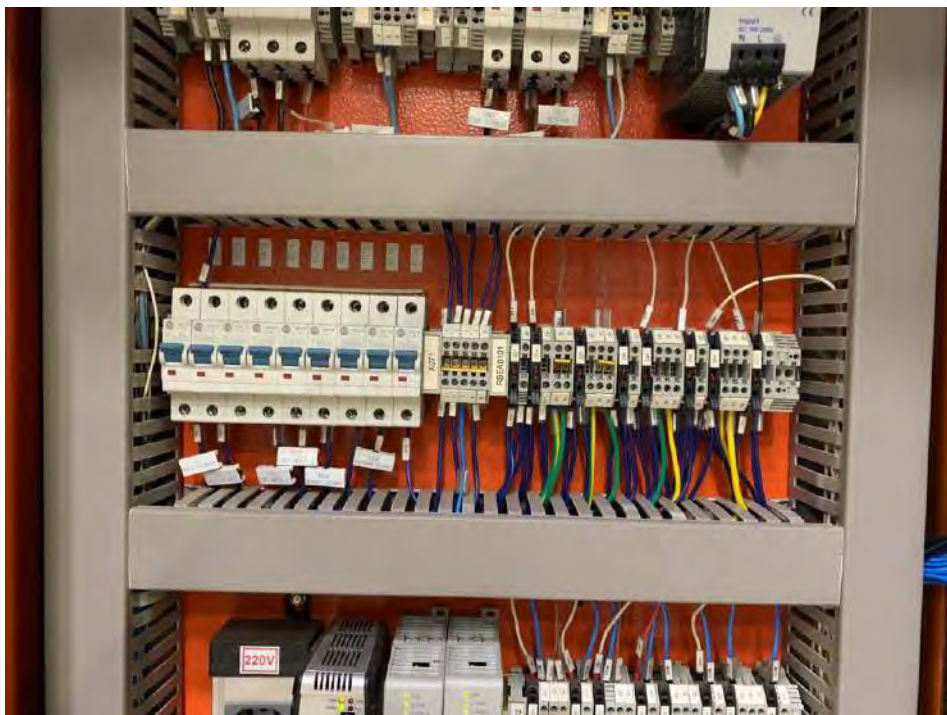
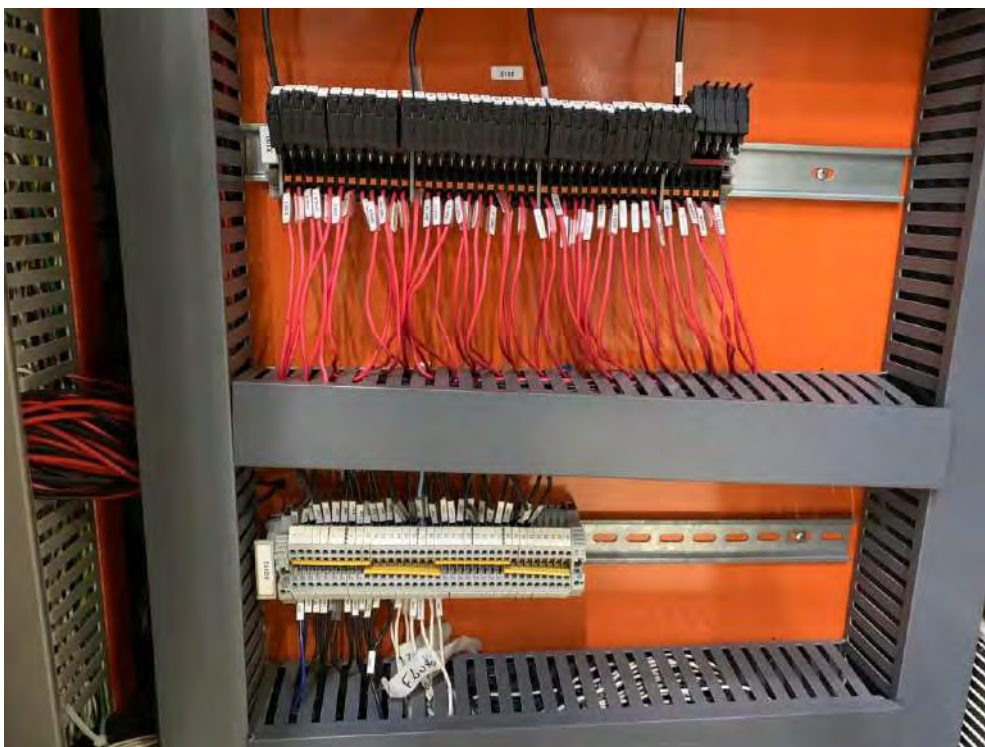
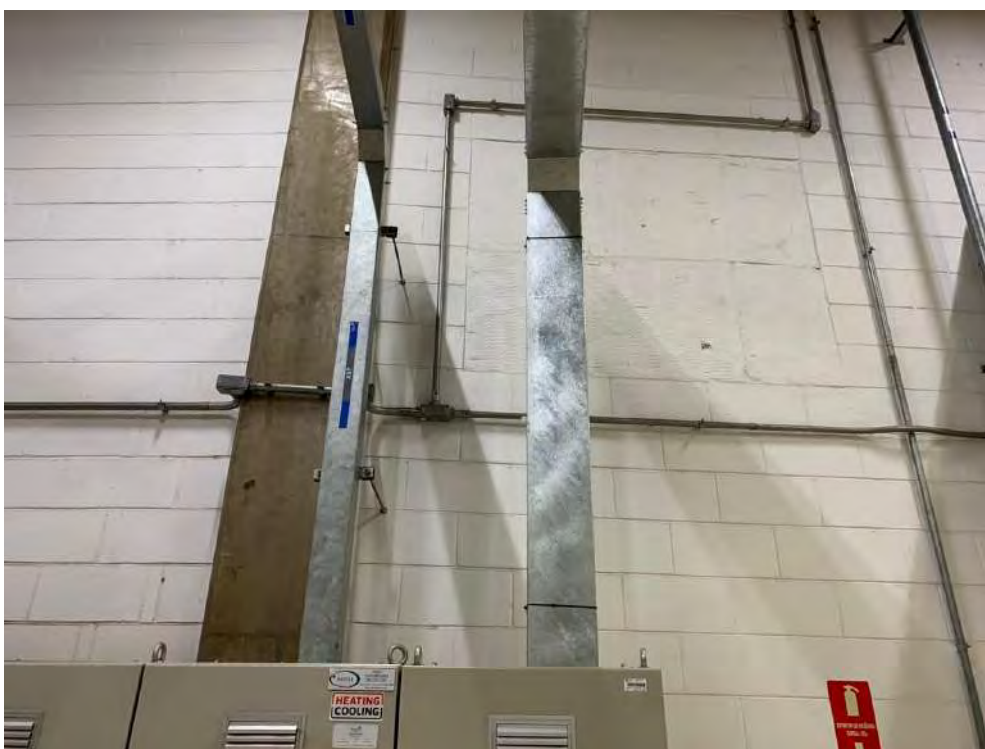


Figura 544: Identificação de cabos de acordo com as instalações



*Figura 545: Substituição dos bornes fusíveis para adequá-los a tensão dos equipamentos*



*Figura 546: Substituição de eletrocalha para atender a nova ocupação de cabos*

### 1.1.9. Detecção e combate a incêndio para linhas de luz do Sirius

O projeto de implantação do sistema de detecção por aspiração de fumaça nas cabanas das linhas de luz do Sirius tem como principal objetivo assegurar a conformidade dos ambientes com as normas de segurança, garantindo a proteção dos equipamentos e a detecção precoce de focos

de incêndio. O escopo da contratação com a empresa Tec and Tec abrange o fornecimento de materiais, a instalação de infraestrutura externa e interna as cabanas, implementação do sistema de detecção por aspiração em 14 linhas de luz (CARNAÚBA, CATERETÊ, IMBUÍIA, EMA, MANACÁ, IPÊ, MOGNO, SABIÁ, SAPÊ, QUATI, PAINEIRA, CEDRO, SAPUCAIA e CARCARÁ), integração com o Sistema de Detecção e Alarme de Incêndio (SDAI) do prédio e o comissionamento completo do sistema.

A Fase TIP teve início em fevereiro de 2024, com prioridade para a aquisição de materiais importados, devido ao prazo de entrega prolongado. Entre março e julho, foram realizadas as adequações de infraestrutura externas das cabanas e a criação dos pontos de interligação com o SDAI. Durante a parada programada do Sirius, foi feita a instalação dos pontos de amostragem e a passagem dos capilares pelas cabanas, além do pré-comissionamento para a configuração dos seis equipamentos VESDA.

Durante o comissionamento, foi identificado um defeito na válvula de rotação de um dos dispositivos, cuja substituição está prevista para janeiro de 2025, por meio do processo de garantia. Além disso, constatou-se o descolamento de alguns pontos de amostragem nas cabanas ópticas, o que inviabilizou a solução inicial de fixação com fita dupla face resistente à temperatura. Uma nova solução de fixação foi solicitada e contratada, sendo necessária uma intervenção adicional para correção, cuja execução está prevista para o próximo ano, a depender do cronograma das linhas de luz.

As próximas etapas envolvem o atendimento de garantia, programação das centrais, startup dos equipamentos, atualização do supervisório de incêndio e o comissionamento final, com conclusão prevista para o início de 2025. Até o momento, o projeto segue conforme o cronograma estipulado em contrato, com a evolução conforme o esperado e o cumprimento dos objetivos técnicos e de segurança.



*Figura 547: Quadro de módulos, isoladores e caixa de bateria instalados para atender um dos equipamentos VEA do sistema de detecção*



*Figura 548: Fonte, VEA e Stax instalados para atender o sistema de detecção das linhas de luz do Sirius*

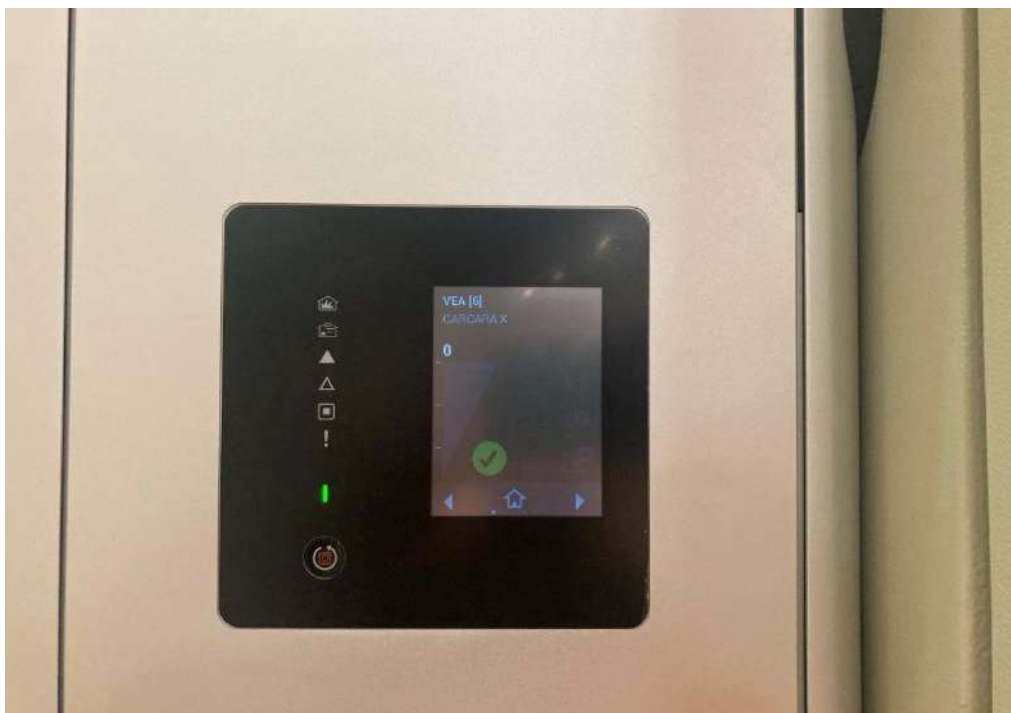


Figura 549: Equipamento VESDA VEA pré comissionado na linha Carcará-X



Figura 550: Dispositivos instalados para atender o sistema de detecção de incêndio precoce nas linhas de luz do Sirius



### 1.1.10. Tratamento de ar comprimido para o prédio do Detecção e combate a incêndio para linhas de luz do Sirius

Para atender à demanda de ar comprimido do Sirius, foi realizado internamente um projeto de ampliação da capacidade e melhoria da qualidade da fabricação de ar comprimido do Sirius. Foram executadas instalações de novos equipamentos, expansão das tubulações de ar comprimido e melhoria na ventilação mecânica da sala de compressores.

Durante o ano de 2024, foram instalados 1 compressor de ar e 1 secador por adsorção, cujo objetivo é garantir um ar com menor umidade (mais seco), atendendo aos requisitos da Planta Criogênica.



Figura 551: Compressor de ar comprimido n° 4



*Figura 552: Secador por adsorção n° 1*

Para atender a capacidade total de fabricação de ar comprimido do Sirius, foram instaladas novas tubulações, fabricados cavaletes com filtro para os compressores, realizada a expansão da tubulação principal para alimentação dos secadores e instalado um novo sistema de drenagem dos condensados dos compressores.



*Figura 553: Cavalete padrão dos compressores.*



*Figura 554: Sistema de drenagem dos condensados*

Com a instalação dos novos compressores, a geração de ar quente na sala aumentou, com isso temperatura ambiente da sala aumenta, reduzindo a eficiência dos compressores. Com isso, foi

necessária a melhoria da ventilação mecânica da sala de ar comprimido, garantindo menores temperatura ambientes de trabalho dos compressores. Foi adicionado um ventilador de insuflamento e substituídos os dois exaustores existentes, garantindo maior fluxo de trocas de ar na sala. Além disso, foram instalados dutos de captação de ar quente de saída dos compressores e direcionamento para o lado externo, para evitar aumento de temperatura da sala.



*Figura 555: Novos exaustores e dutos de exaustão de ar quente*



*Figura 556: Novo ventilador de insuflamento*

Por fim, há previsão de chegada de mais dois novos compressores e um novo secador em dezembro de 2024, cuja instalação será finalizada no primeiro trimestre de 2025, concluindo a expansão da capacidade do ar comprimido do Sirius, totalizando 6 compressores e 2 secadores de ar.

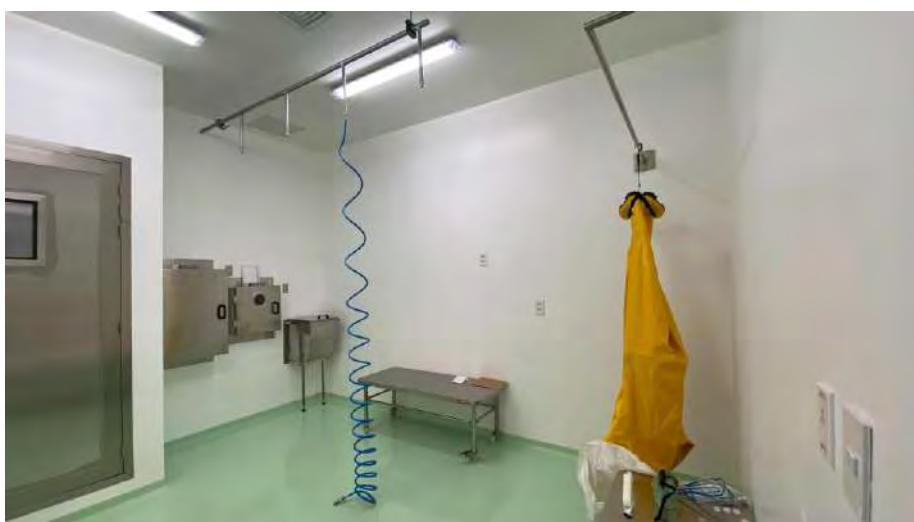
## 1.2. Projeto Orion

### 1.2.1. Laboratório de Treinamento

Em fevereiro de 2024, os equipamentos demonstrativos foram instalados e o sistema de ar respirável do laboratório de treinamento foi entregue.



*Figura 557: Laboratório de treinamento NB4 entregue*



*Figura 558: Sala de paramentação em sua totalidade.*



*Figura 559:Itens demonstrativos do laboratório de treinamento do NB4*

O primeiro treinamento realizado no laboratório ocorreu em fevereiro de 2024. Com a utilização da sala, foi identificada a necessidade de algumas adequações para aproximá-la ainda mais de um ambiente real. Em resposta a essa demanda, foram elaborados diferentes layouts de mobiliário, e a equipe responsável pelos treinamentos selecionou uma das opções. Com base nisso, o processo de concorrência para a aquisição dos móveis, foi iniciado. Além disso, a equipe solicitou a construção de um corredor técnico no lado externo do laboratório, a fim de tornar o ambiente ainda mais realista.

### **1.2.2. Desenvolvimento de projeto**

O aprofundamento das discussões a respeito do Projeto Orion, embasadas por workshops internos e com a comunidade científica, além de visitas técnicas a laboratórios nos Estados Unidos da América e Europa, levou ao desenvolvimento do Projeto Conceitual de Arquitetura, consolidado em abril de 2024. Nessa etapa, teve-se como objetivo a definição do perímetro básico da edificação e o zoneamento das grandes áreas e atividades, servindo como base para o detalhamento nas etapas subsequentes.

Após a finalização do Projeto Conceitual foi dado início a etapa de Estudo Preliminar, sendo engajados, além da arquitetura, as disciplinas de instalações, estrutura, fundações, infraestrutura (terraplanagem, desenho viário, drenagem e pavimentação), pisos de concreto e impermeabilização, além da consultoria internacional especializada em projetos de biossegurança - WSP, que auxilia o desenvolvimento do projeto a fim de garantir o cumprimento dos requisitos necessários buscando boas soluções de projeto e execução, dentro das exigências e parâmetros internacionais de certificação e operação.



*Figura 560: Implantação do Projeto Orion*



Nesse sentido, o resultado do Estudo Preliminar se deu pela consolidação das plantas e soluções gerais de projeto, com o dimensionamento dos ambientes, recursos e alimentações necessárias. A consolidação dessa fase também possibilitou o andamento da orçamentação e o avanço do processo de Pré-Construção e Construção, com o envio do material às proponentes para possibilitar a elaboração das propostas.

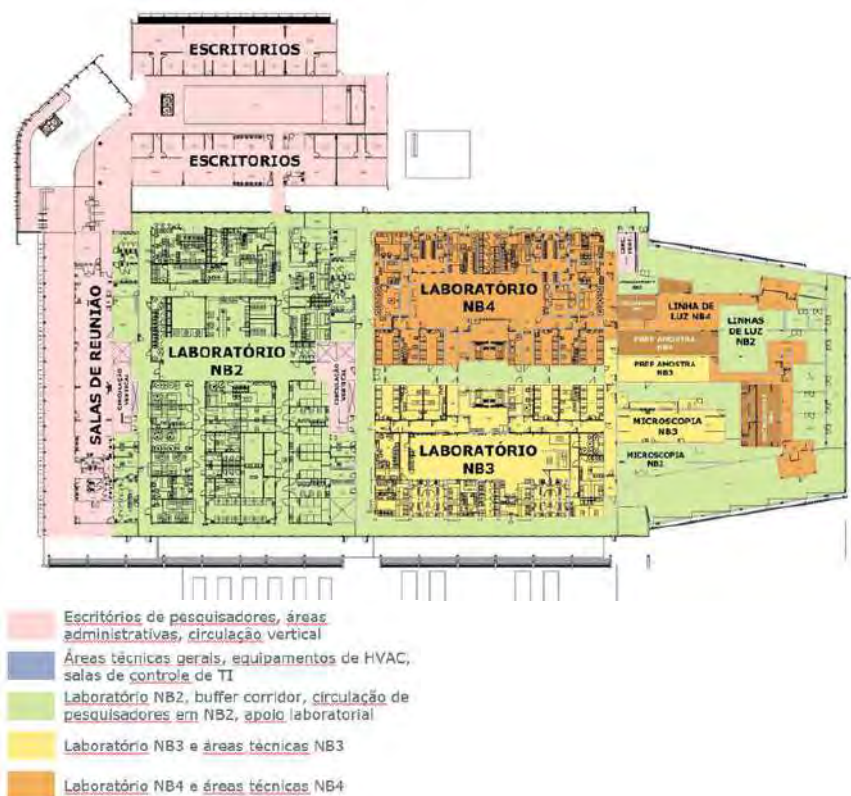


Figura 561: Planta geral do pavimento térreo

Nesse sentido, em setembro de 2024, iniciou-se a etapa de Anteprojeto, em que, com as consolidações atingidas na etapa anterior, tornou-se possível realizar um detalhamento por sala, definindo os layouts internos dos laboratórios com seus equipamentos e especificações, o encaminhamento das instalações elétricas, hidráulicas, de HVAC e utilidades, além de demais necessidades específicas dos ambientes laboratoriais. Também foi possível avançar em soluções estruturais, pensando, por exemplo, em minimizar os impactos de vibração.

A etapa de desenvolvimento atual do projeto e o uso da metodologia BIM também permitiu o início das compatibilizações, garantindo uma melhor integração entre as disciplinas e minimizando problemas de projeto futuros.

Assim, o término do Anteprojeto está previsto para janeiro de 2024, possibilitando o início do Projeto Básico, que contará também com o escopo de pré-construção, trazendo uma visão de obra para o projeto e, assim, também minimizando potenciais problemas na fase de construção.

### 1.2.3. Execução de Obra

Iniciou-se no primeiro trimestre de 2024 a elaboração dos documentos de solicitação de documentação e proposta para o processo de contratação da terraplanagem do NB4. Em fevereiro foi recebida a documentação e assinado o contrato em 27/03/2024. No segundo trimestre, a mobilização da equipe e dos equipamentos envolvidos na execução da terraplanagem ocorreu. As atividades iniciaram no dia 17/04/2024 com a execução de limpeza do terreno e o isolamento do local. O corte da fase 1 iniciou-se em 24/04/2024.

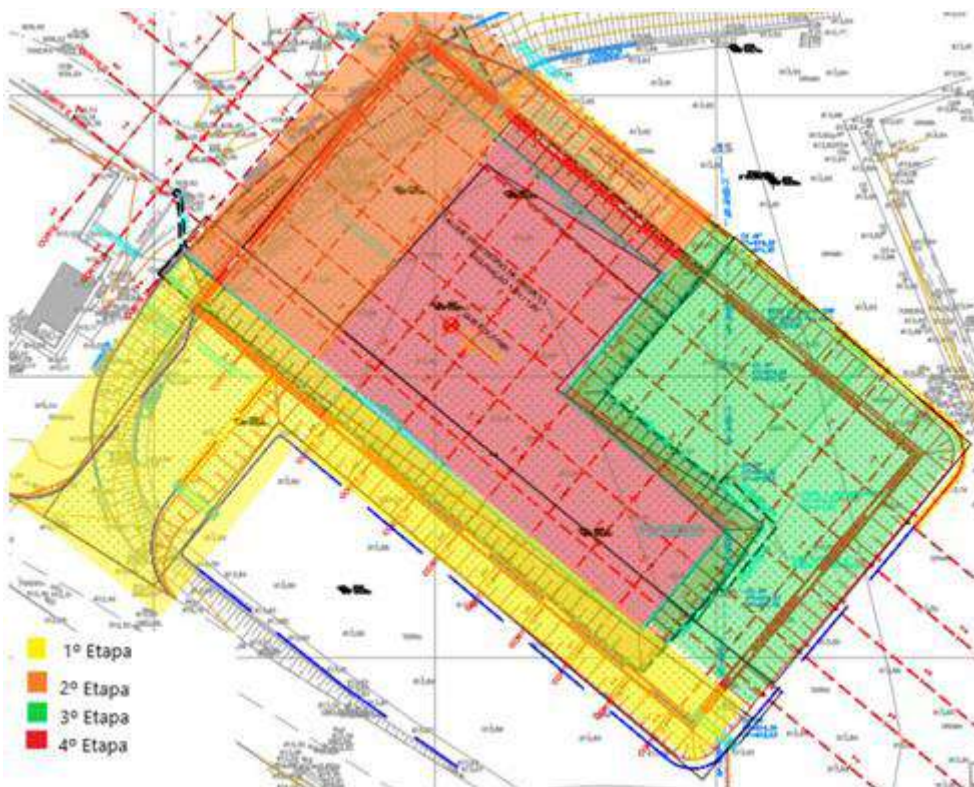


Figura 562: Etapas de execução de terraplanagem

No terceiro trimestre, identificou-se que o desenvolvimento do projeto Orion tornou a versão utilizada para contratação feita no início obsoleta, visto que a área do subsolo aumentou. Com isso, desenvolveu-se o aditivo TA-01, assinado em 29/08/2024. No quarto trimestre, foram concluídas todas as atividades de corte, drenagem e compactação do platô do subsolo do Projeto Orion. Existem ainda algumas atividades pendentes referentes à execução de drenagem, plantio de grama e barreiras ecológicas conforme constam no escopo do contrato.



Figura 563: Operação de corte, terraplanagem e compactação do platô do subsolo do Projeto Orion



### 1.1. Centro de Micro e Nanofabricação de Dispositivos

Em junho de 2024, foi contratada uma empresa de arquitetura para desenvolver o projeto conceitual do centro. Essa empresa ficou responsável pela elaboração dos estudos e projetos de áreas laboratoriais, salas limpas, áreas de utilidades, e demais estruturas necessárias para a realização das pesquisas, além das áreas de suporte e administrativas. O desenvolvimento do projeto foi concluído em setembro de 2024.



Figura 564: Planta situação campus.

O projeto arquitetônico foi concebido para atender às condicionantes do terreno, com uma solução geométrica otimizada para o pavimento das salas limpas, foco principal da edificação. A implantação organiza um retângulo de 68 x 42 metros, com *bays* (áreas limpas) e *chases* (áreas semi-limpas), além de três blocos conectados que abrigam núcleos externos para funções técnicas e de emergência, maximizando o uso interno do espaço.

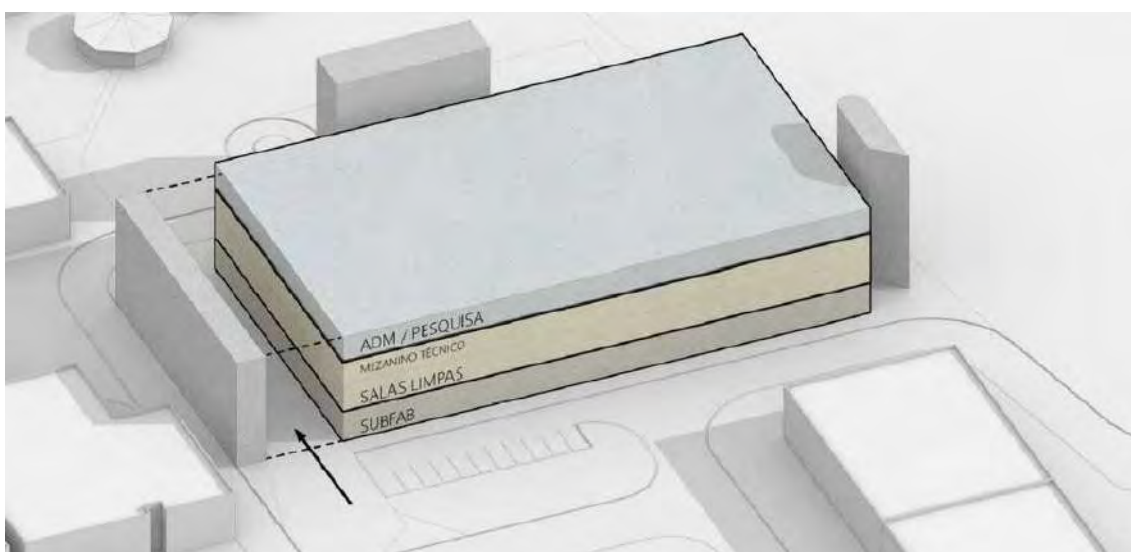


Figura 565: Conceituação do projeto.

A solução volumétrica e de fachadas reflete as funções de cada parte do edifício. A base, dedicada a funções técnicas, utiliza planos inclinados vegetados que suavizam o pavimento. O andar das salas limpas, com ampla transparência, funciona como uma vitrine tecnológica aberta ao campus, destacando sua importância. O último pavimento é fechado por vidro com proteção metálica para controle solar.



*Figura 566: Vista Frontal.*

Para assegurar a execução bem-sucedida do projeto, uma consultoria especializada está em processo de contratação e auxiliará nas etapas subsequentes do desenvolvimento. Além disso, será contratada uma empresa especializada para a elaboração dos projetos arquitetônicos e complementares (anteprojeto, básico e executivo), bem como uma gerenciadora, responsável por acompanhar o andamento desses projetos e gerenciar a execução da obra. O processo de concorrência está previsto para ser concluído no primeiro semestre de 2025.

## **1.2. Plataforma de Combate à Virose Emergentes – NB3**

### **1.2.1. NB3**

No primeiro trimestre de 2024, foram concluídas as últimas etapas do comissionamento da infraestrutura do NB3, avançando para o processo de certificação em biossegurança. Testes com base nas solicitações da certificadora contratada (World Biohaztec) foram realizados, visando minimizar riscos de desvios ou insucessos e antecipar a solução de possíveis inconsistências antes da data oficial de certificação.

No segundo trimestre de 2024, a visita da certificadora World Biohaztec ao CNPEM, organizada e agendada para os dias 15 e 16 de julho, ocorreu. Durante a espera até o dia de início dos testes, foram promovidas diversas reuniões com o time da certificadora para esclarecer dúvidas sobre

o projeto, nossa operação e os conceitos utilizados. Além disso, foram realizadas melhorias no layout e no balanceamento do sistema, com base nessas discussões.

No terceiro trimestre de 2024, os testes de toda a infraestrutura do NB3 foram concluídos, sem registros de problemas ou pendências significativas. Foram identificados pequenos desvios relacionados à vedação de dispositivos elétricos, prontamente corrigidos pela construtora, sem impacto no cronograma ou no processo de certificação.

Por fim, no quarto trimestre de 2024, o CNPEM recebeu a confirmação da certificação positiva pela World Biohaztec. O certificado, válido até julho de 2025, será emitido em formato físico e digital. Como esperado em processos dessa natureza, a certificação incluiu recomendações de melhorias, visando a renovação no próximo ciclo.



Figura 567: Certificado da World Biohaztec

### 1.3. Centro de Tecnologias para Saúde

#### 1.3.1. Setor A1

No primeiro trimestre de 2024, o comissionamento dos sistemas do laboratório foi concluído e foi iniciada a instalação do mobiliário em MDF, cuja contratação foi finalizada no início deste trimestre. Além disso, foi formalizada, na última semana de 2023, a contratação do mobiliário em inox para a sala limpa. Durante o trimestre, aprovações junto ao LNBio relacionadas ao projeto de fabricação desses itens foram formalizadas. Ao final do período, concluiu-se a instalação do mobiliário em MDF, e o LNBio foi liberado a iniciar a instalação de seus equipamentos no laboratório.



No segundo trimestre de 2024, um consultor especializado em Salas Limpas foi contratado para desenvolver, em parceria com os pesquisadores do LNBio, uma Especificação de Requisitos do Usuário (ERU) para orientar a solução de infraestrutura do projeto da Sala Limpa. A ERU foi finalizada ao final do trimestre, permitindo o avanço na elaboração de um datasheet e na preparação da documentação para a concorrência do projeto e da obra. Além disso, a entrega do mobiliário em inox contratado no trimestre anterior foi concluída.



No terceiro trimestre de 2024, foram elaboradas as documentações necessárias para a contratação de empresas de engenharia, responsáveis pelo projeto e execução das disciplinas envolvidas na adequação da sala para atender ao padrão de Sala Limpa ISO-8. O processo de

concorrência foi lançado no mercado, mas dificuldades surgiram para identificar empresas capazes de atender a todo o escopo dentro do target de custo estipulado. Como resultado, apenas duas propostas foram apresentadas.

No quarto trimestre de 2024, foi reavaliada a estratégia do pacote, optando por segmentar os serviços em dois pacotes distintos. A execução civil da área técnica foi destinada a uma empresa especializada, reduzindo a necessidade de subcontratações pelo fornecedor principal. Com base nessa decisão, foi emitida uma Solicitação de Compra (SC) para a parte civil da área técnica, que aguarda aprovação dos *stakeholders*. Para o restante do escopo, foi elaborada toda a documentação de contratação, criada uma vendor list e desenvolvida uma timeline alinhada aos prazos acordados com o setor de suprimentos. A previsão é que a documentação seja enviada aos proponentes até 17/12/2024, com recebimento das propostas até 15/01/2025.

## 2. Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas

### 2.1. Auditório Sirius

Em relação ao projeto do Auditório do Sirius, em abril de 2024 foi contratada uma empresa especializada para elaboração dos projetos executivos de acústica, áudio, vídeo, sonorização e iluminação cênica. Em outubro de 2024, esses projetos foram concluídos em nível executivo e as premissas apontadas pelos especialistas dessas disciplinas foram integralmente incorporados ao projeto arquitetônico em nível básico.



*Figura 568: Implantação (área do auditório e foyer).*

Dessa forma, o projeto foi definido com uma área de aproximadamente 2.500 m<sup>2</sup>, o auditório terá capacidade para mais de 400 pessoas e poderá ser subdividido em dois ambientes menores através de divisórias acústicas móveis, permitindo a realização de eventos concomitantes para mais de 200 pessoas cada.



Figura 569: Auditório em sua configuração aberta (capacidade 400 pessoas).



Figura 570: Auditório em sua configuração subdividida (capacidade 200 pessoas).

O projeto inclui salas de áudio e vídeo, áreas para imprensa/transmissão, salas de tradução, salas para comitivas e salas do tipo *speaker ready*. A acessibilidade será garantida por plataformas elevatórias em ambos os lados do palco. Além disso, a infraestrutura incluirá áreas de apoio como *foyer*, *catering*, depósitos, áreas de exposições para montagem de banners científicos e estandes de patrocinadores, salas de múltiplo uso que serão subdivisíveis por divisórias acústicas em quatro salas com capacidade para mais de 160 pessoas no total.



*Figura 571: Foyer.*

Em setembro de 2024, tendo em vista o status avançados dos projetos de arquitetura e de áudio, vídeo, sonorização e iluminação cênica, iniciou-se o processo de contratação da construtora responsável pela elaboração dos projetos complementares e de execução de obras. Realizou-se a habilitação das empresas, visitas técnicas, resolução de questionamentos sobre o escopo e o recebimento das propostas técnicas e comerciais. Para 2025, a previsão é de elaboração dos projetos complementares no primeiro trimestre e, em seguida, a mobilização da empresa para início de execução de obras. Para o escopo de obras, houve o alinhamento entre a equipe técnica, o grupo ACO (Assessoria de Comunicação) e o LNLS, tendo em vista a execução de obras durante o uso rotineiro do prédio pelos funcionários e para eventos do campus.

## 2.2. Portaria Sirius

Em relação ao projeto da Portaria do Sirius, em agosto de 2024 houve uma modificação no contrato do projetista e foi incluído no escopo o desenvolvimento do projeto luminotécnico, visando garantir qualidade e alinhamento ao partido arquitetônico. Além disso, houve uma reconfiguração do viário, cujas estratégias foram discutidas em conjunto com a equipe responsável pela aprovação do projeto. Essas modificações foram essenciais para garantir a conformidade com as normas regulamentares, viabilizando a aprovação legal e a obtenção do alvará de construção. As alterações foram concluídas em outubro de 2024.

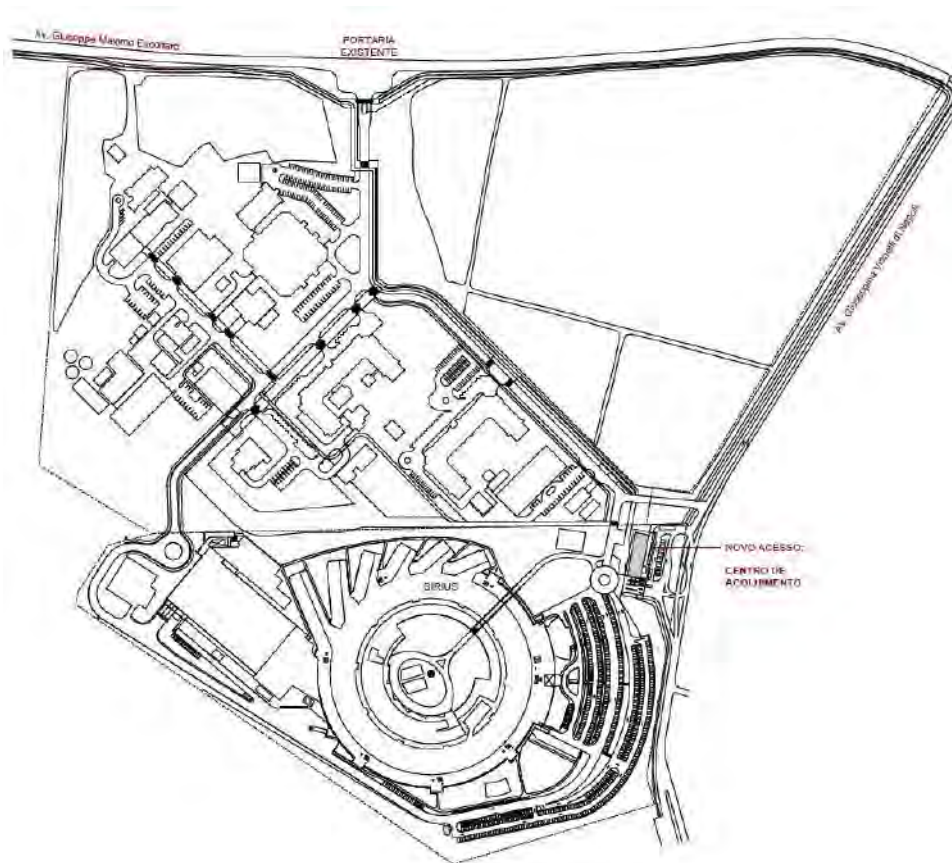


Figura 572: Implantação no campus.

A nova portaria, ou centro de acolhimento, locada em frente ao Sirius, se configura como o principal acesso e contempla espaços como: recepção, cadastramento de usuários, credenciamento de público externo, sala de reunião, consultório para exames admissionais e ambulatório, sala multiuso para apresentações, recebimento de fornecedores e treinamento de prestadores de serviço.



Figura 573: Vista Externa.





*Figura 574: Vista Interna.*

Atualmente, o projeto encontra-se na fase de processo de contratação da empresa especializada para elaboração dos projetos complementares e execução de obra. Durante o segundo semestre, o processo finalizou a primeira etapa de habilitação das empresas para participarem do processo e iniciou-se a Etapa 2, com a realização de visitas técnicas, resolução de questionamentos do escopo de contratação e recebimento de propostas técnicas e comerciais.

### **2.3. Centro de Visitantes**

Em abril de 2024, foi contratada uma empresa de arquitetura para desenvolver o projeto básico e seus complementares, com base nas diretrizes estabelecidas no projeto conceitual de 2023. O objetivo é criar uma edificação que valorize as contribuições à sociedade científica brasileira, inspire futuras gerações e fortaleça a comunidade por meio da interação pública com a ciência.

O projeto arquitetônico foi concluído em sua totalidade, e, atualmente, está em fase de desenvolvimento das disciplinas complementares, com previsão de finalização no primeiro semestre de 2025.



Figura 575: Planta situação campus.

O projeto do Centro de Visitantes abrange uma área de expansão adjacente ao atual campus do CNPEM, prevendo a construção de uma edificação de aproximadamente 5.000 m<sup>2</sup>. Este espaço abrigará um jardim lúdico, áreas de descanso e convivência, complementando a experiência dos visitantes.

O edifício assume uma verticalização que reforça sua presença no território, desempenhando três funções principais:

- Objeto de condição geográfica, com uma escala representativa na paisagem;
- Volume suspenso, oferecendo proteção e sombreamento à praça coberta de acesso, que é ventilada e pública;
- Percurso vertical, com elevador de experiência e escadas que conectam os diferentes espaços, orientando a visita.



Figura 576 - Vista frontal

## 2.4. Centro de Vivência

No primeiro semestre de 2024, foram executadas as atividades de encerramento do escopo de obra do prédio. A construtora realizou a instalação dos forros, paredes de *drywall*, pisos vinílicos, esquadrias, cobertura, luminárias, mobiliários e execução do paisagismo. No segundo semestre de 2024, após a inauguração, a equipe técnica do CNPEM realizou a análise dos documentos de encerramento, como *datobook*, que contém projetos *As Built*, manuais, relatórios e documentos de acompanhamento de obra, que está em vias de encerramento junto a construtora.

Abaixo são mostradas as fotos atualizadas do prédio após a inauguração.



Sala do Coworking



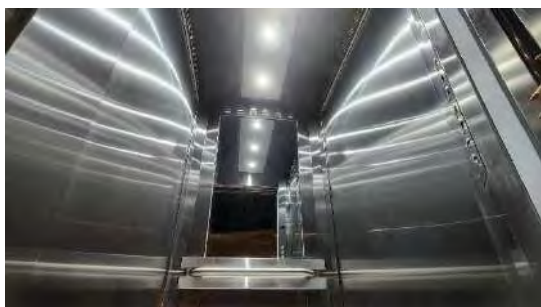
Sala de Aula



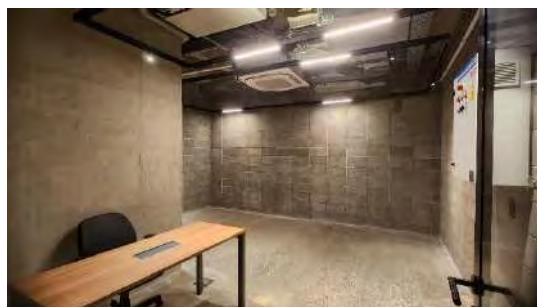
Jardim de estudos



Sala de Estudos Individuais



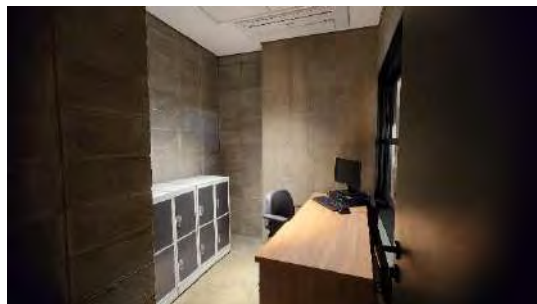
Elevador



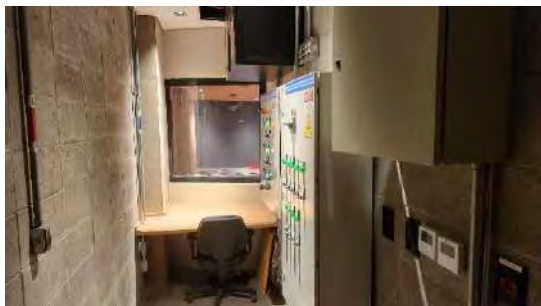
Biblioteca



Sala dos Professores



Recepção



Sala do Técnico



Pátio Central



Café



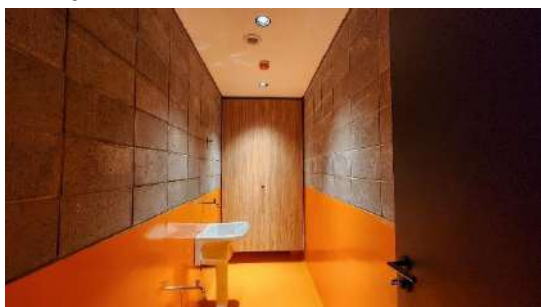
Sanitário



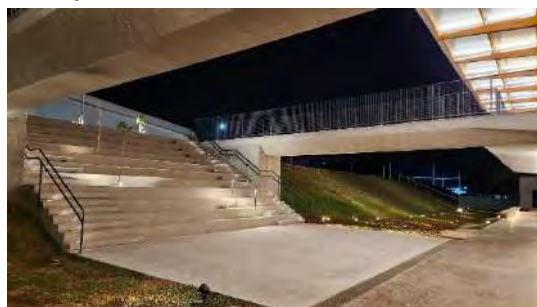
Terraço Leste



Terraço central



DML



Arquibancada



Auditório



Centro Acadêmico



Vista da fachada do prédio



Vista da fachada do prédio



Vista da fachada do auditório



Vista do pátio central



Vista superior da arquibancada



Vista do Centro Acadêmico e Centro de Vivência

A obra do Centro de Vivência Ilum foi iniciada em 05 de junho de 2023 e inaugurada no dia 02 de agosto de 2024.



*Figura 577 - Fotos da inauguração de 02 de agosto de 2024 com o Prof. Fazio palestrando.*



*Figura 578 - Público recebido em 02 de agosto de 2024 para a inauguração.*



*Figura 579 - Jardim de estudos e pátio no dia da inauguração.*



*Figura 580 - Pátio principal e arquibancada no dia da inauguração.*

## 2.5. Operação e manutenção de infraestruturas no campus do CNPEM

Em 2024, algumas ações voltadas para melhorar a operação das infraestruturas técnicas começaram a ser organizadas. Da mesma forma, ações para reestruturar os procedimentos de manutenção predial também se iniciaram.

No contexto de atendimento contínuo às demandas de operação e controle, a DAI implementará uma nova área de operação estratégica. Essa área será responsável por recepcionar e integrar as obras concluídas pela Divisão de Infraestrutura, estabelecendo uma interface direta e colaborativa com a Divisão de Manutenção. O objetivo principal é assegurar o pleno funcionamento e a longevidade das instalações do CNPEM, alinhando as operações às melhores práticas de gestão e eficiência.

Além de atender às demandas operacionais cotidianas, a nova área terá a missão de consolidar e aplicar as lições aprendidas em projetos e intervenções anteriores. Esse aprendizado será fundamental para criar um arcabouço técnico robusto que servirá de referência para enfrentar os desafios futuros. Entre as iniciativas estratégicas que demandarão sua atuação destacam-se o Projeto Orion, o Centro de Acolhimento (Portaria), o Auditório do Sirius, obras de finalização do prédio do Sirius e outros projetos de grande relevância para o CNPEM.

A área também será essencial para promover valores organizacionais que reforçam o compromisso do Centro com seus colaboradores e com a excelência institucional. Ela terá como missão suportar a garantia do bem-estar dos colaboradores, oferecendo instalações físicas adequadas e humanizadas, além de melhorar a qualidade do ambiente organizacional. Ao



mesmo tempo, buscará melhorar a produtividade da organização, otimizando processos por meio das operações.

Outro aspecto central será a promoção de um ambiente de trabalho seguro, sustentável, limpo e organizado, assegurando a conformidade com normas de segurança e regulamentações aplicáveis. Isso permitirá que os gestores concentrem seus esforços na atividade de pesquisa finalística da instituição, enquanto a área a ser criada gerenciará, de forma eficiente, as demandas operacionais e de manutenção.

A criação dessa nova área representa um marco no compromisso do CNPEM com a melhoria contínua, a sustentabilidade e o suporte eficiente às suas operações e infraestrutura. Ela será um pilar estratégico para assegurar que o Centro continue a atender às suas demandas atuais, preparar-se para os desafios futuros e manter-se alinhado à sua missão.

CENTRO NACIONAL DE PESQUISA EM ENERGIA E MATERIAIS