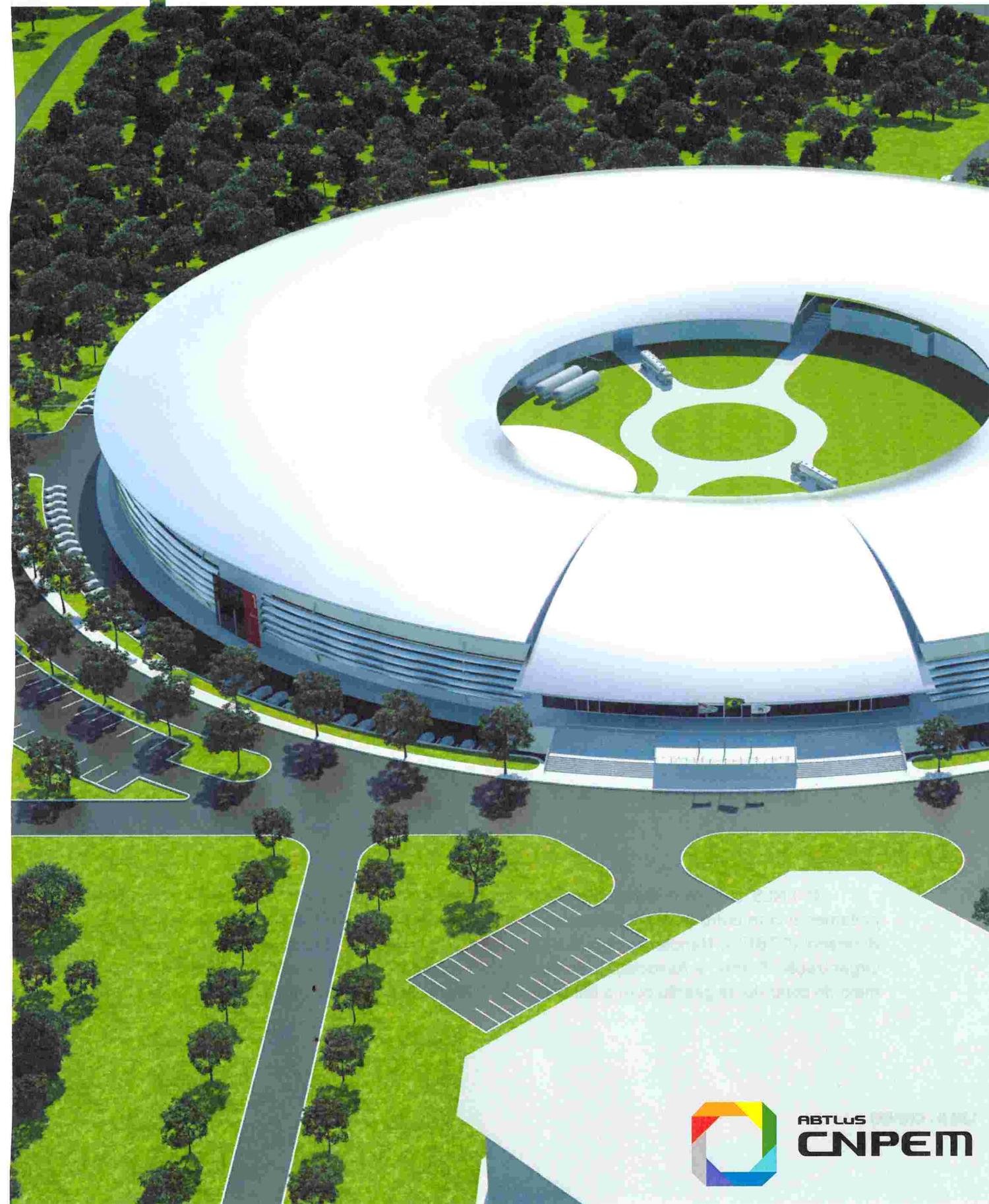




# Projeto Sirius

Mais competitividade para a ciência e indústria brasileiras



ABTLUS  
**CNPEN**



O LNLS integra o Centro Nacional de Energia em Pesquisa e Materiais – CNPEM, juntamente com outros três laboratórios nacionais: Biociências (LNBio), Ciência e Tecnologia do Bioetanol (CTBE) e Nanotecnologia (LNNano). Esse complexo de pesquisas é gerido por uma Organização Social, a Associação Brasileira de Tecnologia de Luz Síncrotron (ABTLuS), por meio de contrato de gestão com o Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação (MCTI)

## Conteúdo

Introdução .....	2
Sirius: Infraestrutura de Ciência e Tecnologia .....	4
A fonte de luz síncrotron .....	4
As estações experimentais (Linhas de Luz).....	6
Objetivos do projeto .....	8
Investimento total e impacto indireto no desenvolvimento tecnológico do País .....	9
Orçamento e cronograma do acelerador .....	9
Orçamento das linhas de luz .....	10
Cronograma das linhas de luz.....	12
Contratação de recursos humanos.....	13
Temas abordados e o seu estado da arte .....	13
Linhas de Luz de Espectroscopia .....	13
Micro espectroscopia de absorção e fluorescência por raios X .....	14
Espectroscopia Dispersiva de absorção de raios X .....	15
Nanospectroscopia de raios X moles .....	16
Espectroscopia de raios X moles de alta resolução .....	17
Espectroscopia de infravermelho .....	18
Linhas de Luz de Espalhamento e Difração de raios X .....	19
Difração de pó .....	20
Nano difração de raios X .....	21
Cristalografia de Proteínas .....	22
Espalhamento de raios X a baixos ângulos.....	23
Espalhamento Coerente de raios X com resolução temporal .....	24
Espalhamento Inelástico de raios X .....	25
Linhas de Imagem por raios X .....	26
Imagens por raios X de altas energias .....	27
Nanotomografia por raios X.....	28
Impacto do Sirius para o setor industrial.....	29
Comentários finais .....	31

## Introdução

Fontes de luz síncrotron são plataformas de pesquisa e inovação de praticamente todos os materiais sintéticos e biológicos dos quais a sociedade moderna depende - desde os fármacos até os chips de computadores. Estes equipamentos de grande porte produzem feixes de radiação eletromagnética de amplo espectro (infravermelho, luz visível, ultravioleta e raios x) e de alta intensidade – traduzindo-se numa espécie de “lâmpada universal”. De fato, a radiação eletromagnética é a “sonda” mais utilizada no estudo dos materiais, já que com ela pode-se observar dimensões e energias características dos materiais na escala atômica.

Em um mundo cada vez mais competitivo, o desenvolvimento social, econômico e ambiental do País está cada vez mais atrelado à sua capacidade de gerar conhecimento, bem como de convertê-lo de forma eficaz em produtos inovadores, de alto valor agregado. A fronteira do conhecimento avança rapidamente e novas áreas, como nanociência e biotecnologia, trazem a escala atômica para a realidade da engenharia e de novos produtos de mercado. Assim, a busca de um lugar de destaque na economia mundial requer, necessariamente, uma infraestrutura de pesquisa mundialmente competitiva. Dentre tantas outras, a luz síncrotron é a ferramenta experimental com o maior número de aplicações e de maior impacto sobre o conhecimento e desenvolvimento de materiais avançados.

O Brasil foi pioneiro entre os países em desenvolvimento, ao projetar e construir a primeira fonte de luz síncrotron do Hemisfério Sul. Esta fonte, de segunda geração, colocou o País em condições de desenvolver pesquisa avançada em nível internacional nos anos 90, beneficiando em 2011 mais de 2000 pesquisadores acadêmicos e industriais. Nos últimos 15 anos, o uso de luz síncrotron em pesquisa científica e tecnológica vem mostrando um enorme avanço: novas áreas do conhecimento passaram a usar esta ferramenta e, ao mesmo tempo, houve uma grande evolução nesse tipo de equipamento na direção das chamadas fontes de terceira geração, milhares de vezes mais brilhantes, e que permitem a realização de pesquisas impossíveis com as fontes de geração anterior, como é o caso do atual síncrotron brasileiro.

Atualmente, no mundo, existem cerca de 30 instalações de luz síncrotron cientificamente ativas, das quais 16 são de terceira geração (Figura 1). Outras oito estão sendo construídas, quatro delas por países pequenos e com economias fortes, baseadas em alta tecnologia: Coreia do Sul, Taiwan, Suécia e Dinamarca. Globalmente tem-se observado um significativo aumento no número de usuários: de 40% nas quatro principais instalações norte-americanas, no período de 2000 a 2008, e de 30% no Laboratório Europeu de Luz Síncrotron (ESRF), no período de 2003 a 2008. O desenvolvimento da tecnologia de luz síncrotron também vem atraindo cada vez mais empresas para estudos de fármacos, energia (catalisadores, baterias, células de combustível, etc.), microeletrônica, petroquímica, metalurgia, cosméticos, alimentos e materiais estruturais (cimentos, vidros, etc.).



Figura 1 – Fontes de luz síncrotron no mundo

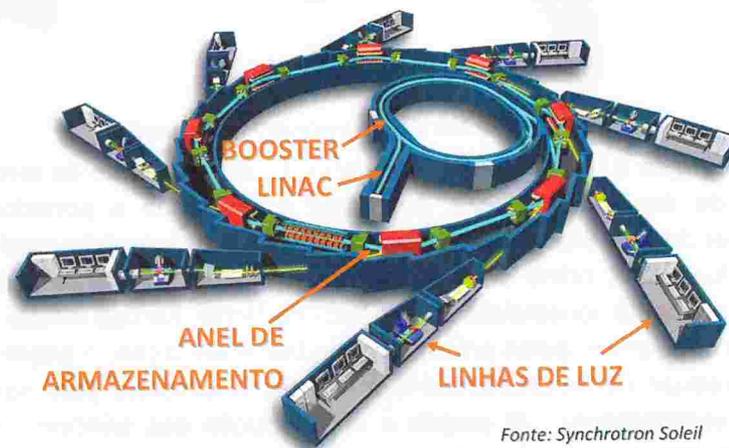
É fundamental que o Brasil invista na construção de uma fonte de terceira geração que assegure posição de destaque do País em áreas estratégicas e portadoras de futuro. O Laboratório Nacional de Luz Síncrotron vem trabalhando nesse projeto desde 2009. Batizada de Sirius, a nova fonte terá brilho comparável ou melhor do que o de todas as fontes em construção ou recentemente construídas na América do Norte, Europa e Ásia, permitindo que o Brasil se mantenha competitivo pelas próximas décadas. Além disso, o projeto inclui inovações tecnológicas para reduzir os investimentos e a energia necessária para sua operação, bem como aumentar a confiabilidade. O projeto e a construção dos principais equipamentos do sistema serão brasileiros, assim como o foram os da primeira fonte em operação no LNLS.

Sirius terá suas instalações abertas a usuários acadêmicos e empresariais, no mesmo modelo em que já opera a atual fonte síncrotron. O LNLS foi a primeira instituição no País a operar como Laboratório Nacional, um conceito surgido no período pós-guerra, nos Estados Unidos, com a finalidade de promover a construção e operacionalização de instalações de pesquisa de grande porte. Pressupõe a concentração de recursos financeiros, infraestrutura e competências em prol da constituição de centros de pesquisa sofisticados, abertos a uma ampla comunidade de pesquisadores e tecnólogos. Os Laboratórios Nacionais compartilham conhecimento e técnicas com seus usuários e lhes oferece orientações no uso dos equipamentos e na análise de resultados.

## Sirius: Infraestrutura de Ciência e Tecnologia

Todo laboratório síncrotron é composto por duas partes: um acelerador, onde a radiação síncrotron é produzida pela aceleração de elétrons (partículas elementares da matéria), e um conjunto de estações experimentais, conhecidas como linhas de luz, para as quais a radiação produzida no acelerador é guiada e condicionada e onde os experimentos são efetivamente realizados (Figura 2).

A energia e a emitância dos elétrons armazenados são dois dos parâmetros mais importantes do acelerador síncrotron e, conseqüentemente, da radiação eletromagnética produzida por ele. A energia dos elétrons determina a distribuição de intensidades de emissão de radiação no espectro eletromagnético. A emitância, por sua vez, determina o tamanho e a colimação (distribuição angular) desta emissão.



Fonte: Synchrotron Soleil

Figura 2 – A Luz Síncrotron é a radiação eletromagnética produzida por feixes de elétrons de alta energia circulando em anéis de armazenamento com velocidade próxima à da luz, quando tem sua órbita curvada pela ação de um campo magnético. A radiação eletromagnética, extraída tangencialmente da trajetória dos elétrons, é utilizada para experimentos nas Linhas de Luz.

### A fonte de luz síncrotron

Sirius, a nova fonte de luz síncrotron brasileira consistirá de um anel de armazenamento de elétrons de 3 GeV de aproximadamente 500 m de circunferência. Os elétrons ali armazenados serão produzidos por um síncrotron injetor operando de 100 MeV a 3 GeV que, por sua vez, será alimentado por um acelerador linear de elétrons (LINAC, na sigla em inglês) de 100 MeV (Figura 3).

Os aceleradores, bem como as linhas de luz síncrotron serão abrigados em um edifício com aproximadamente 43 mil metros quadrados de área construída a ser implantado no Campus do CNPEM, em Campinas (Figura 4 e Tabela 1)

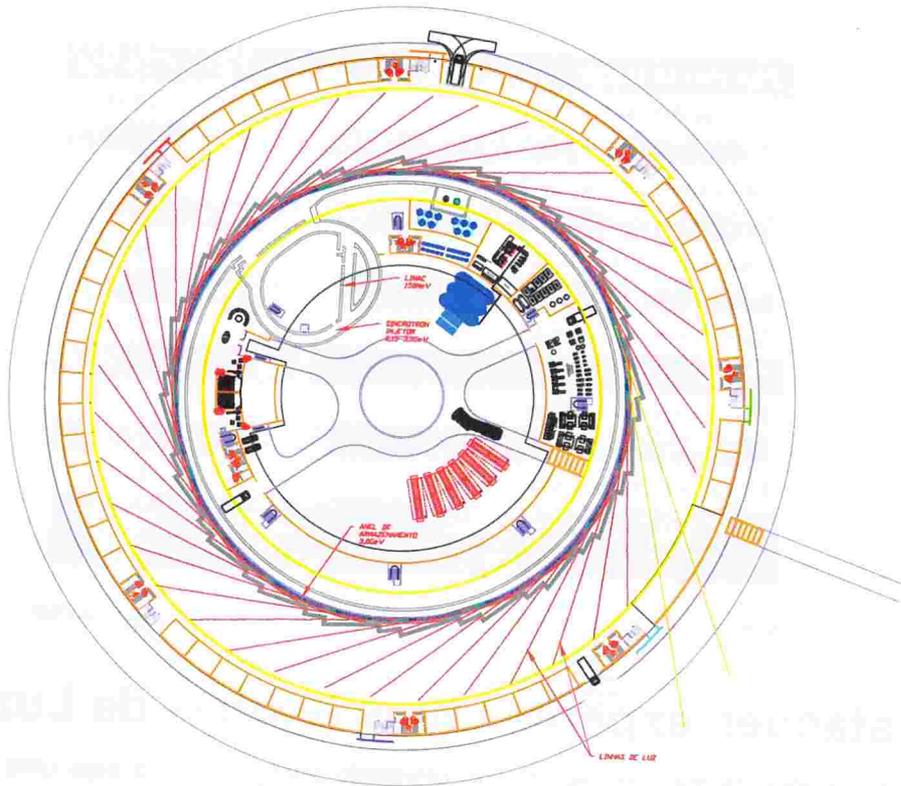


Figura 3 – Planta baixa do projeto arquitetônico básico do Projeto Sirius.

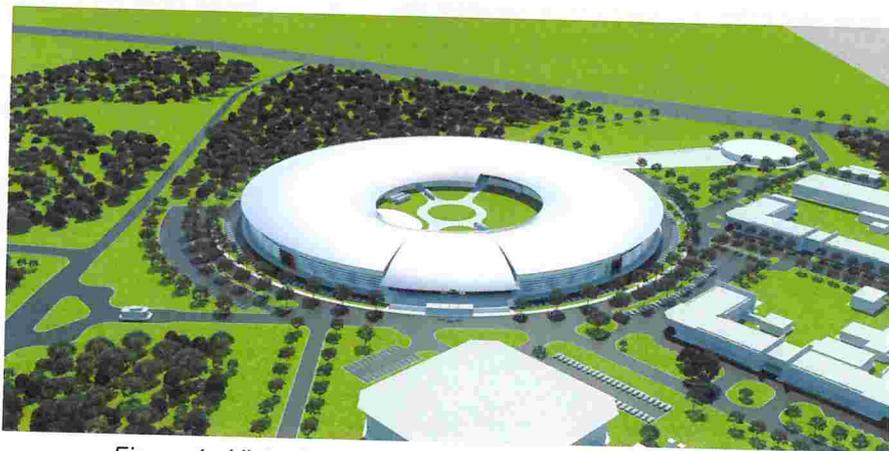


Figura 4 - Vista da implantação do edifício do projeto Sirius.

	Em m <sup>2</sup>
<b>Pavimento térreo</b>	<b>33424</b>
Anel de Armazenamento	3954
Corredor de Serviço (Fontes)	3582
Hall Experimental (Linhas de Luz)	14410
Síncrotron Injetor + Linac	1510
Laboratórios de Apoio	6675
Engenharia	2278
Seminários e Convívio	1015
<b>1º Pavimento</b>	<b>9655</b>
Escritórios / Científica	5073
Engenharia / Sala de Controle	1791
Entrada / Exposições / Apoio	1908
Auditório e Convívio	884
<b>Total</b>	<b>43080</b>

Tabela 1 - Distribuição da área a ser construída para o Projeto Sirius

## As estações experimentais (Linhas de Luz)

O acelerador de elétrons está sendo projetado para que Sirius seja uma das melhores fontes síncrotron do mundo, conforme ilustrado na Tabela 2. Esse parâmetros permitirão que as linhas de luz instaladas no acelerador (as estações experimentais) possam realizar experimentos que elevarão a qualidade e rapidez das análises feitas hoje no LNLS. Mais que isso: permitirá a realização de experimentos de interesse industrial e acadêmico que hoje não estão ao alcance do laboratório, mas que, atualmente, estão promovendo uma verdadeira revolução científica e tecnológica nos países que possuem fontes síncrotron de terceira geração.



Parâmetro	 atual <sup>[1]</sup>	 Sirius <sup>[2]</sup>	 Soletis <sup>[1]</sup>	 Diamond <sup>[1]</sup>	 Shanghai <sup>[3]</sup>	 NSLS II <sup>[3]</sup>
Energia dos elétrons [GeV]	1,37	3,0	2,75	3,0	3,5	3,0
Diâmetro médio [m]	30	153	113	179	137	252
Brilho relativo dipolos; em 10 keV*	1	5600	1560	3600	2200	370
Brilho relativo dipolos; em 50 keV*	1	$25 \cdot 10^9$	$1,9 \cdot 10^9$	$4,4 \cdot 10^9$	$5,8 \cdot 10^9$	2700 <sup>[4]</sup>
Emitância sem considerar dispositivos de inserção [nm.rad]	100	1,8	3,7	2,7	3,9	2,1

Tabela 2 – Comparação entre a fonte atual, o Projeto Sirius e outras instalações recentemente construídas ou em construção (Notas: \* Relativo à fonte em operação no LNLS; [1] em operação; [2] em projeto; [3] em construção; [4] o projeto não prevê o uso de linhas de dipolos).

Os experimentos realizados nas linhas luz síncrotron se dividem em três grandes categorias:

- **Espalhamento ou difração:** Utiliza os padrões espaciais produzidos quando os raios X são defletidos por átomos ou moléculas "empacotados" em estruturas organizadas em sólidos ou parcialmente organizados, como em líquidos. Essas técnicas são normalmente aplicadas na determinação da estrutura de cristais ou de grandes moléculas como, por exemplo, proteínas. Esta informação é fundamental na compreensão das propriedades mecânicas ou mesmo visco-elásticas de materiais, formato e tamanho de partículas e sua relação com a função das proteínas nos seres vivos.
- **Espectroscopia:** Utiliza os valores de energia das partículas emitidas ou absorvidas quando uma amostra é exposta ao feixe de radiação síncrotron. São técnicas utilizadas para determinar características das ligações químicas ou do movimento dos elétrons dentro de um material e são fundamentais na compreensão da reatividade, condutividade, propriedades óticas, entre outras.
- **Imagem:** Figuras 2D ou 3D, com alta resolução espacial e/ou química, que pode variar de micrometros a poucos nanômetros de praticamente qualquer tipo de amostra. As

técnicas podem variar entre tomografia, radiologia, varredura por infravermelho, emissão de elétrons, fluorescência, entre outras.

Em geral, nas linhas mais modernas do mundo é possível se fazer mais do que um dos três tipos de experimento descritos acima, embora, tipicamente uma linha de luz se especialize em uma destas grandes técnicas e seja construída de forma otimizada para ela (Figura 5).

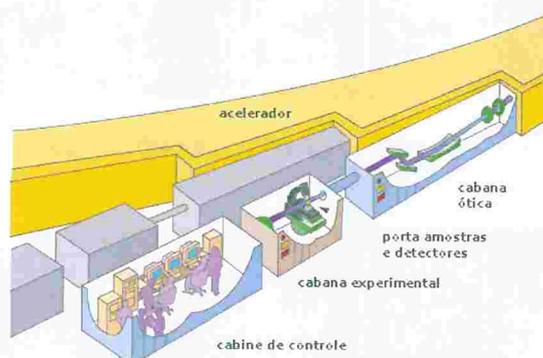


Figura 5 - Desenho esquemático dos principais componentes de uma linha de luz

## Objetivos do projeto

Os principais objetivos na construção desta nova fonte síncrotron para Brasil são:

Aprimorar a realização de experimentos de caracterização estrutural e espectroscópica para atingir desempenho milhares de vezes mais rápido e permitir análises muito mais precisas do que as atualmente realizadas.

- Explorar novas fronteiras da biologia estrutural, permitindo a resolução de estruturas de proteínas em complexos muito maiores, sem a necessidade da fabricação de cristais de centenas de microns (muito mais difíceis de obter), mas de apenas poucos  $\mu\text{m}^3$ .
- Trazer a resolução nanométrica para análises estruturais e espectroscópicas de materiais realizadas hoje no LNLS, por meio de técnicas como nano difração e nano espectroscopia.
- Permitir a obtenção de imagens 3D em tomografias por raios X de objetos grandes e densos com resolução micrométrica, ou mesmo de pequenos objetos como células micro-chips, com resolução nanométrica.
- Acessar novas escalas de tempo e comprimento dos fenômenos físicos elementares responsáveis pela resposta dinâmica de materiais (ótica, elétrica, mecânica, viscoelástica, etc.), por meio de técnicas inovadoras como

## Espalhamento Inelástico de Raios-X (IXS) e Espectroscopia por Correlação de Fótons (XPCS) e foto emissão com resolução angular (ARPES)

Para atingir esses objetivos, e tendo em vista a experiência de operação da atual fonte de luz síncrotron, assim como as demandas da comunidade de usuários acadêmicos e industriais, sugerimos a construção de um conjunto inicial de 13 linhas de luz da nova fonte Sirius que deverá cobrir as três grandes áreas técnicas: espalhamento ou difração, espectroscopia e Imagem. O orçamento estimado da fonte e seu cronograma de execução estão descrito na tabela XX e o orçamento das linhas de luz está descrito na tabela XX.

## Investimento total e impacto indireto no desenvolvimento tecnológico do País

O orçamento total previsto para a construção da fonte Sirius é de cerca de R\$ 447 milhões ao longo dos próximos seis anos (Tabela 3). Esse orçamento inclui também um aumento no quadro de pessoal necessário para construção da máquina.

	R\$ milhões
Acelerador	201
Linhas de Luz	204
Contratação de Recursos Humanos	42
<b>TOTAL</b>	<b>447</b>

Tabela 3 – orçamento total do Projeto Sirius

## Orçamento e cronograma do acelerador

O Projeto do acelerador do Sirius foi iniciado pelo LNLS em 2009. O projeto conceitual, incluindo os aceleradores e as obras civis necessárias, foi definido nos últimos dois anos. Além disso, novos conceitos propostos para a nova fonte já foram validados por meio da construção e testes de protótipos (fase 2009-2011 no cronograma abaixo), utilizando-se recursos especiais do MCTI para este fim.

A construção da fonte de luz síncrotron, as obras civis e as instalações especiais demandarão cerca de R\$ 200 milhões ao longo de seis anos (Tabela ), além dos recursos necessários para o projeto e a construção das linhas de luz síncrotron mencionadas neste documento (Tabela 4 e Tabela 5).

Tarefa	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Nova Fonte de Luz Síncrotron (Sirius)									
Obras Civas									
Anel de armazenamento									
Síncrotron Injetor									
Linac Pré-Injetor									
Fontes DC									
Sistema de Controle									
Software de controle em alto nível									
Linha de transporte LINAC/Síncr. Injetor									
Linha de transporte Síncr. Injetor/anel									
Sistema de Intertravamento									
Sistema de sincronismo									
Instalação									
Comissionamento									

Tabela 4- Cronograma Físico do Projeto Sirius

Em R\$ Milhões	2012	2013	2014	2015	2016	2017	Total
<b>Aceleradores</b>	<b>13,5</b>	<b>20,4</b>	<b>25</b>	<b>18</b>	<b>24,2</b>	<b>12,7</b>	<b>113,8</b>
Anel	9,7	11,5	12,5	12,5	19,5	11,5	77,2
LINAC	2,2	1,3	1,5	1,3	1,7		8
Booster	1,6	6,5	9,5	3,2	1,5		22,3
linhas de transporte		1,1	1,5	1			3,6
Instalação dos aceleradores					1,5	1,2	2,7
<b>Obras e instalações</b>	<b>22,5</b>	<b>16,5</b>	<b>14,5</b>	<b>20,2</b>	<b>13 500</b>		<b>87,2</b>
<b>Contratação de Recursos Humanos</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>21</b>
<b>TOTAL</b>	<b>38</b>	<b>39,9</b>	<b>43,5</b>	<b>42,2</b>	<b>28,2</b>	<b>16,7</b>	<b>222</b>

Tabela 5 - Recursos financeiros previstos para os aceleradores e obras civis

## Orçamento das linhas de luz

O investimento estimado para a construção das 13 linhas de luz que cobririam as três grandes áreas de técnicas de luz síncrotron é de cerca de R\$ 204 milhões, descrito na tabela \*. Esse investimento (em milhões de Reais) está dividido em cinco grandes itens que compõem cada uma das linhas (Tabela 5).

Em R\$  
Milhões

Técnica / Número de Linhas		Fonte	Ótica	Porta Amostras	Detectores	Infraestrutura Geral	TOTAL
Espectroscopia	5	16,50	17,50	5,25	20,50	12,25	72,00
Difração	6	24,00	26,00	11,00	21,50	19,50	102,00
Imagem	2	6,00	9,00	3,00	8,00	4,00	30,00
<b>TOTAL</b>	<b>13</b>	<b>46,50</b>	<b>52,50</b>	<b>19,25</b>	<b>50,00</b>	<b>35,75</b>	<b>204,00</b>

- Fonte:** Inclui o dispositivo de inserção que pode ser um dipolo do próprio anel de armazenamento, um wiggler ou um ondulator, o front-end que separa a câmara de vácuo do anel da linha de luz, as cabanas ótica e experimental para proteção radiológica, e os sistemas de proteção pessoal
- Ótica:** Inclui o monocromador e os espelhos que servem para definir as energias usadas nos experimentos com luz síncrotron, as óticas de micro-focalização, elementos de diagnósticos, filtros e fendas
- Porta amostras:** São fornos, criostatos dispositivos para deformação, aplicação de campos e demais condições a que são submetidas as amostras nos experimentos e os robôs destinados a troca automática de amostras no caso de linhas de "high-throughput"
- Detectores:** Incluem os detectores de área tipo CCD ou contadores de fótons, difractômetros, cintiladores de múltiplos canais, photo-diodos e etc..
- Infraestrutura geral:** Eletrônica, controle, tubulações e bombas de vácuo, criogenia para elementos óticos, fluidos e etc.

Tabela 6 -Recursos financeiros previstos para as linhas de luz síncrotron

Como ocorre tipicamente em projetos do porte do Sirius, os desafios tecnológicos da construção de instalações de ponta repercutem em ganhos tecnológicos indiretos em outros setores da economia. Alguns exemplos podem ser antecipados:

- As cabanas ótica e experimental de proteção de radiação são consideravelmente mais elaboradas que as utilizadas no LNLS devido à alta energia dos feixes produzidos num anel de 3 GeV. A tecnologia para construção dessas cabanas será desenvolvida em conjunto com empresas nacionais que se qualificarão para construções de proteção radiológica.
- Os espelhos utilizados para raios X exigem um grau de rugosidade e controle de curvatura que está quase duas ordens de grandeza acima dos exigidos pela indústria nacional. A Opto Eletrônica, localizada em São Carlos, fabricante de componentes óticos de alta qualidade, é excelente candidata a fornecer para Sirius esses espelhos, produtos de alto valor agregado, desde que conte com apoio para melhoramentos de sua infraestrutura técnica. Isso capacitaria a Opto Eletrônica também a fornecer componentes óticos para projetos de astronomia como é o caso do projeto internacional do maior telescópio já projetado, em fase inicial de projeto.
- Os robôs utilizados na automação da troca de amostras necessitam de precisão de movimento e controle de trajetória maior que nas aplicações atuais da indústria nacional. De forma indireta, a construção destes robôs para Sirius trará ganhos em aplicações de robótica de controle de solda, por exemplo, uma das linhas apoiadas pelo FUNTEC.

- Embora hoje o Brasil não tenha uma indústria de microeletrônica capaz de construir sensores ou mesmo eletrônica de detectores de forma competitiva mundialmente, as exigências impostas pelos experimentos do Sirius impulsionarão o desenvolvimento de centros como o Centro Nacional de Tecnologia Eletrônica Avançada (CEITEC), no Rio Grande do Sul.
- Com a exigência de transferência e processamento de dados de dezenas a centenas de GB/s nos experimentos de espalhamento com resolução temporal, as soluções tecnológicas utilizadas nestes experimentos estimularão o desenvolvimento de equipamentos e dispositivos inovadores para comunicações de dados, com potencial para impactar de forma significativa a implementação do Plano Nacional de Banda Larga.
- A exemplo do que aconteceu em outras máquinas de 3ª geração, os sistemas de controle e automação utilizados no anel e nas linhas de luz do Sirius poderão ser implementados em ambientes industriais, através de um processo aberto e colaborativo.

## Cronograma das linhas de luz

Tarefa	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Projeto detalhado das linhas						
Projeto dos Onduladores						
Encomenda de linhas de luz e ótica						
Encomenda de detectores e porta amostras						
Encomenda dos Onduladores e Front ends						
Construção da linha e ótica						
Construção dos Detectores e porta amostras						
Construção dos Onduladores e Front Ends						
Construção dos Hutches e Infra-estrutura						
Instalação dos Onduladores e Front Ends						
Instalação das linhas de luz e óticas						
Instalação de detectores e porta amostras						
Comissionamento das linhas de luz						

Tabela 7 – Cronograma físico das linhas de luz

	R\$ milhões						
	2012	2013	2014	2015	2016	2017	Total
Investimentos	13	32	36	46	61	16	204
Contratação de Recursos Humanos	1	2	3	5	5	5	21
<b>Total</b>	<b>14</b>	<b>34</b>	<b>39</b>	<b>51</b>	<b>66</b>	<b>21</b>	<b>225</b>

Tabela 8 – Cronograma de desembolso das Linhas de luz

## Contratação de recursos humanos

Hoje o LNLS conta com uma equipe de 125 técnicos, engenheiros e pesquisadores que operam e mantêm suas instalações para uma comunidade de mais de 2000 pesquisadores. Para execução do projeto Sirius, uma parte desta equipe será deslocada para o projeto e a construção da nova fonte. Estimamos que, para cobrir a operação do anel atual e projetar e construir o novo deverá haver um aumento no quadro de pessoal da ordem de 20 técnicos, 20 engenheiros e 10 pesquisadores. Isto representa, ao longo de seis anos, um gasto de R\$ 42 milhões, que se soma aos investimentos do acelerador e das linhas de luz.

## Temas abordados e o seu estado da arte

A seguir serão apresentadas brevemente as linhas de luz que seriam construídas inicialmente, com alguns exemplos mais representativos de suas aplicações em experimentos obtidos em outros síncrotrons de 3ª geração. Os exemplos escolhidos aqui cobrem os temas de apoio induzidos pelo Fundo Tecnológico (FUNTEC) do BNDES e estão alinhados aos programas e políticas públicas de Ciência, Tecnologia e Inovação (C,T&I) do Governo Federal, como descritos na Estratégia Nacional de Ciência, Tecnologia e Inovação (ENCTI 2012-2015).

O investimento necessário para a construção de cada linha está dividido em cada uma das três grandes técnicas de investigação. Essa estimativa considera a transferência para Sirius de parte dos equipamentos do LNLS, adquiridos mais recentemente e, portanto, alinhado às novas tecnologias da futura fonte de luz.

## Linhas de Luz de Espectroscopia

Neste grupo de linhas se utilizam os valores de energia das partículas emitidas ou absorvidas quando uma amostra é exposta ao feixe de radiação síncrotron. Trata-se de técnica utilizada para determinar características das ligações químicas ou do movimento dos elétrons dentro de um material. Essas características são fundamentais para a compreensão da reatividade, da condutividade, das propriedades óticas, entre outras.

As cinco linhas de espectroscopia propostas nesse projeto cobrem desde a faixa de infravermelho até raios X duros e poderão ser utilizadas em uma grande variedade de experimentos de ponta. Os investimentos em duas das linhas (Espectroscopia dispersiva e infravermelho) são inferiores aos previstos nas demais por utilizar os dipolos do anel de armazenamento como fonte e porque vários de seus componentes estão instalados na fonte atual e serão reaproveitados (Tabela 6).

Descrição	Características Diferenciadas	Técnicas	Investimento	Fonte (dispositivo de inserção, front-end e proteção Radiológica)	Ótica (Monocromador, microfoco, elementos de diagnóstico, Fendas, etc.)	Porta amostras (Fomos, Criostatos, Posicionadores, Robotização, etc.)	Detectores (Detector de área, Analisador, Diffractometro, etc.)	Infra-estrutura geral (Electrónica, Controles, computação, vácuo, liq-N2, fluidos, etc.)
Micro-espectroscopia de absorção raios-X	Resolução espacial (0.1 um)	uEXAFS, uXANES, UXRF,	18	5	5	1	4	3
Espectroscopia dispersiva de absorção de raios-X	Resolução temporal (nano sec)	EDXAS, TRXANES, TRXMCD	14	2	4	1	4	3
Nano-espectroscopia De raios-x moles	Resolução espacial (1 nm)	XMCD, PEEM, STXM	17	4	2	2	6	3
Micro-espectroscopia De UV e raios-X moles	Resolução de energia (50000)	ARPES, UPS, RIXS	20	4	6	1	6	3
Micro-espectroscopia De Infravermelho	Resolução espacial (10 nm com SNOM)	nano-FTIR	3	1,5	0,5	0,25	0,5	0,25
			72	16,5	17,5	5,25	20,5	12,25

Tabela 9 - Investimento nas linhas de espectroscopia do Sirius.

## Micro espectroscopia de absorção e fluorescência por raios X

**Técnicas:** XAS (x-ray absorption spectroscopy), EXAFS ( Extended x-ray absorption fine structure spectroscopy) , NEXAFS (near-edge x-ray absorption fine structure spectroscopy) XANES ( x-ray absorption near-edge structure spectroscopy, XMCD (x-ray magnetic circular dichroism).

**Potencial:** Permite distinguir elementos abundantes ou mesmo pequenos traços, seus estados de oxidação e simetria. Constitui uma das ferramentas mais elementares na investigação de composição de materiais, inclusive de elementos químicos diluídos e de alta toxicidade. A capacidade de se sintonizar a energia dos raios X em uma linha de luz síncrotron garante identificação precisa de elementos químicos através de suas "impressões digitais", conhecidas bordas de absorção de raios X. Quanto maior o brilho do feixe e mais alta sua energia (consequências da emitância do síncrotron, do dispositivo de inserção e da ótica da linha de luz), mais elementos da tabela periódica podem ser varridos, maior a resolução espacial (micro e nanométrica) e rapidez da medida.

**Pesquisa em Meio Ambiente:** A técnica de micro fluorescência por absorção de raios X é uma forte aliada no controle, prevenção e busca de soluções tecnológicas para recuperação de recursos hídricos contaminados por metais pesados. Em um estudo recente, feito numa linha de luz do SSRL, semelhante à que será instalada em Sirius, foi investigada a acumulação de mercúrio em larvas do peixe-zebra (também conhecido como paulistinha),

muito utilizados como organismos modelo para desenvolvimento embrionário e toxicidade de vertebrados (Figura 6).

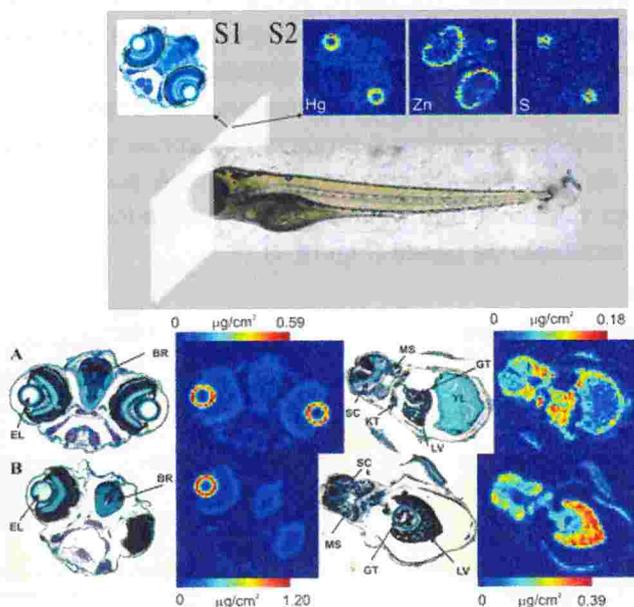


Figura 6 - Adaptada do artigo original [M. Korbas et al, Proc Natl Acad Sci USA 105, 12108, 2008] (Esquerda) Histologia (S1) e mapa de concentração de elementos Hg, Zn e S (S2) obtidas por fluorescência de raios-X em seções retiradas do embrião de peixe-zebra. (Direita) S1 e S2 (Hg apenas) de seções da cabeça e fígado de larvas intoxicadas com diferentes concentrações de metil-mercúrio cisteína (A) 2  $\mu\text{M}$  por 36 h (B) 200 nM por 84 h. Legenda: (BR)-cérebro, (EL)-lente ocular, (LV)-fígado, (GT)-vísceras, (KT)-tubo renal, (MS)-músculo, (SC)-espinha.

O estudo concluiu que a maior parte do acúmulo de mercúrio ocorreu na periferia da lente ocular do embrião (Figura 1, à direita), sugerindo que a disfunção visual causada pela intoxicação por mercúrio se dá não apenas por efeitos neurológicos, como se acreditava, mas também pela contaminação direta do tecido ocular. Esse método é igualmente aplicável na investigação de efeitos ambientais por acumulação de elementos como arsênio, selênio, tálio e chumbo, entre outros.

## Espectroscopia Dispersiva de absorção de raios X

**Técnicas:** EDXAS (energy dispersive x-ray absorption spectroscopy), além dos citados no item anterior.

**Potencial:** Tem as potencialidades da espectroscopia de absorção descritas anteriormente, com capacidade de alta resolução temporal. Essa técnica se baseia na incidência de um feixe de raios X policromáticos sobre um material e na observação da absorção desse feixe em várias energias simultaneamente, aumentando a rapidez da análise para até dezenas de nano segundos. É muito utilizada hoje no LNLS, principalmente em experimentos que simulam situações extremas, como altas pressões e condições reais de

operação simuladas (in-situ) em diversos tipos de materiais. A linha atualmente instalada no LNLS será reformada e poderá ser utilizada no acelerador de Sirius.

**Pesquisa em catalisadores:** Os conversores catalíticos são usados para reduzir a toxicidade das emissões dos gases de escape de um motor de combustão interna. Com a constante demanda mundial por inovação em catalisadores que permitam reduzir a poluição ambiental causada pelo transporte urbano, pesquisadores da Toyota no Japão utilizam linhas de luz do Spring 8 e do ESRF para otimizar o processo de conversão de gases como CO, NOx e HC em catalisadores de três vias. Nestes experimentos é possível observar *in situ* e em tempo real a redispersão oxidativa dos metais nobres utilizados como sítios catalíticos em condições simuladas de exaustão de gases (Figura 1).

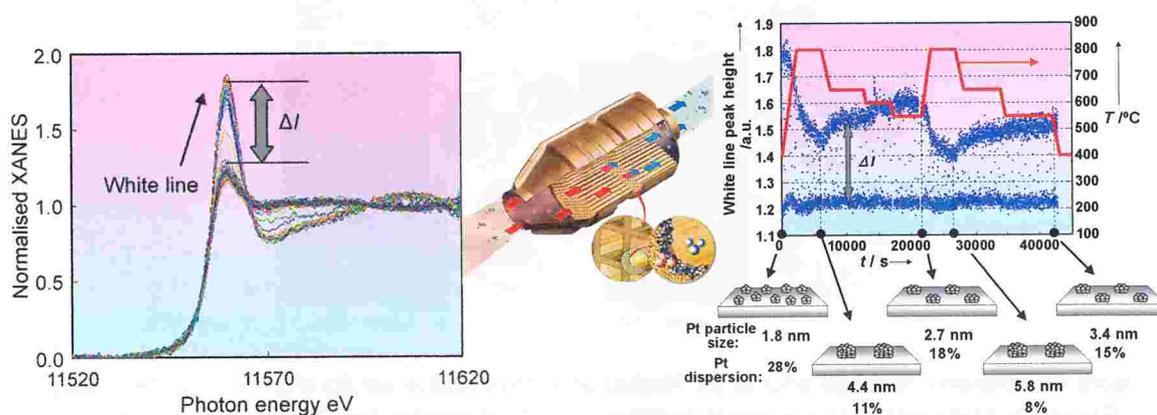


Figura 7 - Adaptadas do Spotlight on Science do ESRF vol 73. (Esquerda) Espectro de absorção de raios-X na borda LIII da Pt em tempo real. A altura da linha branca (white line) corresponde ao tamanho das nano partículas de Pt e portanto sua relação superfície volume. (Meio) Representação esquemática das nano-partículas em um conversor catalítico. (Direita) Alternância de fluxo oxidante e redutor no catalisador e a variação da linha branca, interpretada como sinterização e redispersão das nano-partículas

A compreensão do fenômeno de redispersão das nano partículas de Pt do catalisador, que causa sua desativação, está orientando a criação de catalisadores mais eficientes com tempo de vida mais longo.

## Nanoespectroscopia de raios X moles

**Técnicas:** NEXAS (near-edge x-ray absorption spectroscopy), SXES (soft x-ray emission spectroscopy), XMCD (x-ray magnetic circular dichroism), XPS (x-ray photoemission spectroscopy), STXM (Scanning Transmission X-ray Microscopy), PEEM (Photo Electron Emission Microscopy)

**Potencial:** A espectroscopia de raios X moles consiste em um conjunto de técnicas de análise de propriedades de um material por meio de varredura da energia do feixe incidente em uma região de energias entre os raios-X e o ultravioleta. Assim como as técnicas de absorção

de raios X (duros), a seletividade química é uma das suas maiores virtudes. Nessa técnica, no entanto, como as energias usadas são mais baixas, as excitações eletrônicas sondadas são menos energéticas e os elementos químicos, mais leves. Com a baixa emitância do feixe produzido em Sirius e o uso de componentes óticos específicos, a resolução espacial do feixe nesta linha poderá chegar a algo em torno de 10 nanômetros.

**Pesquisa em energias alternativas:** A conversão de luz em energia elétrica em células solares depende essencialmente das nanoestruturas que absorvem a luz e transportam cargas elétricas. Blendas de polímeros semicondutores são materiais promissores na construção de células solares mais eficientes. No entanto, a compreensão da maneira como a superfície destes materiais se acopla em seu interior quando em contato com eletrodos, é de suma importância na otimização de conversão fotovoltaica. Em um experimento de STXM (Scanning Transmission Electron Microscopy), realizado recentemente no síncrotron da Suíça, foram obtidas simultaneamente imagens de alta resolução da superfície e do interior de filmes de blendas 1:1 e de dois copolímeros polifluorenos semicondutores (Figura 8).

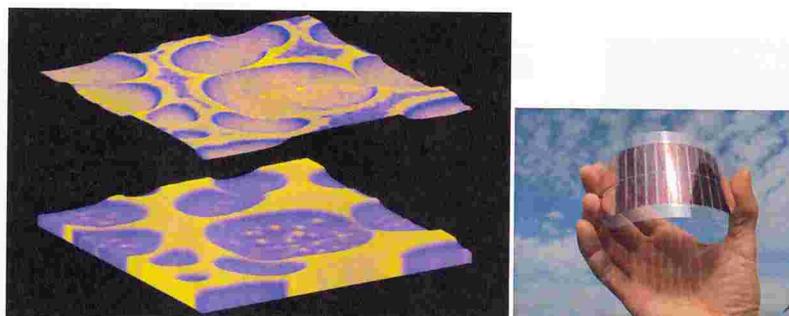


Figura 8 - Extraído da referência original [Watts, B, *Macromolecular Rapid Commun.* 31, 1706 (2010)]. As partes superior e inferior são imagens diretas da estrutura de segregação lateral dos copolímeros semicondutores (representados pelas cores roxa e amarela) na capa e interior do filme polimérico.

A alta resolução e a seletividade química da técnica evidencia a nanoestrutura de segregação lateral tanto da camada de molhagem da superfície do filme, fornecendo dicas importantes da conectividade dos polímeros com suas interfaces. Esta é uma informação essencial na engenharia de células fotovoltaicas baseadas em polímeros semicondutores.

## Espectroscopia de raios X moles de alta resolução

**Técnicas e seus acrônimos:** EXAS (near-edge x-ray absorption spectroscopy), ARPES (Angle Resolved Photo Emission Spectroscopy), RIXS (Resonant Inelastic X-Ray Scattering), SR-ARPES (Angle Resolved Photo Emission Spectroscopy)

**Potencial:** As técnicas de ARPES e RIXS com raios X moles estão revolucionando a física de materiais. Estas técnicas (complementares), além de sondarem as energias dos elétrons, como na espectroscopia convencional, também medem seus *momenta* de forma independente. Juntas essas informações fornecem a chamada estrutura de bandas dos materiais que determina suas propriedades elétricas, magnéticas e óticas. O uso de raios X moles, algo relativamente novo para estas técnicas, permite sondagem de estados de alguns

nanômetros abaixo da superfície das amostras e sua interpretação se torna mais simples e precisa em relação ao uso de radiação UV. No entanto, somente em fontes de alto brilho esta técnica pode ser utilizada, para compensar fraca secção de choque dos elétrons nesta faixa de energia.

**Pesquisa em energia:** Com as atuais taxas de crescimento socioeconômico do Brasil, estima-se que em poucas décadas a distribuição de energia nos grandes centros urbanos será um gargalo para o crescimento do País. Os cabos elétricos baseados em supercondutores de alta temperatura crítica (os chamados “*High-Tc*”) são uma das poucas alternativas para solucionar este problema em longo prazo. No entanto, o desenvolvimento destes materiais se encontra em estágio pouco avançado para que seja considerado neste momento como solução viável. Parte desse problema vem da falta de compreensão dos mecanismos fundamentais que “colam” os elétrons em pares, causando a supercondutividade. Num trabalho recente realizado no síncrotron BESSY II, na Alemanha, foi demonstrado que, em uma classe destes materiais, YBCO, provavelmente as flutuações magnéticas fazem o papel desta “cola” (Figura 9).

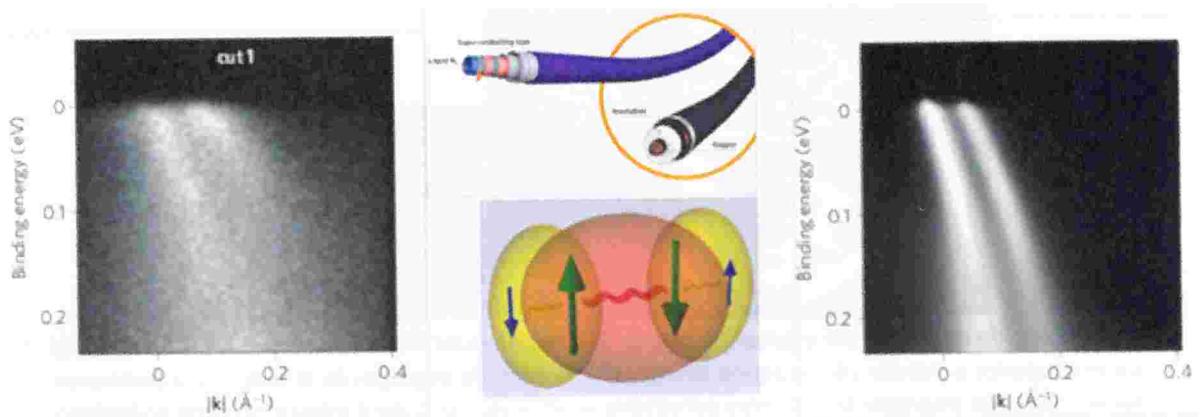


Figura 9 - Adaptada do artigo original [Dahm, T, Nature Physics 5 (2009)]. Comparação entre os a intensidade de ARPES (Esquerda) e o modelo teórico (Direita) onde os elétrons estão acoplados por meio de oscilações magnéticas microscópicas (Meio).

Uma linha como a aqui proposta aqui manterá propulsão a pesquisa brasileira na área para participar desta possível revolução em energia.

## Espectroscopia de infravermelho

**Técnicas:** FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy and Microscopy), **MIR** (Mid-Infrared reflectivity), **NSIM** (Near-field Scanning Infrared Microscopy)

**Potencial:** A técnica de espectroscopia de infravermelho é muito utilizada para identificação de moléculas por ser extremamente sensível aos seus modos de vibração. A radiação infravermelha emitida por um síncrotron é milhares de vezes mais intensa que a de uma fonte de laboratório, permitindo análises em tempo real e muito mais colimada, possibilitando a realização de experimentos com maior qualidade. Ainda assim, por se tratar de uma radiação não ionizante, é não destrutiva e permite estudo inclusive de organismos vivos.

**Pesquisa em Saúde:** Doenças cardiovasculares estão entre as principais causas de morte em países desenvolvidos e estão rapidamente se tornando também a principal causa em países em desenvolvimento. Até pouco tempo acreditava-se que a arteriosclerose fosse causada pelo entupimento de artérias, devido ao acúmulo de gordura nas placas arteriais. Sabe-se hoje que, na maioria dos casos de infarto do miocárdio, o que ocorre é a ruptura espontânea do fino tecido fibroso que cobre placas arteriais mais vulneráveis. No entanto, os métodos de diagnóstico tradicionais não são capazes de prevenir este problema. Na tentativa de desenvolver métodos mais eficientes de prevenção, um grupo de pesquisadores utilizou o síncrotron ALS nos EUA para observar a espectroscopia de infravermelho refletida de ateromas de ratos *in situ* para identificar placas mais vulneráveis (Figura 10).

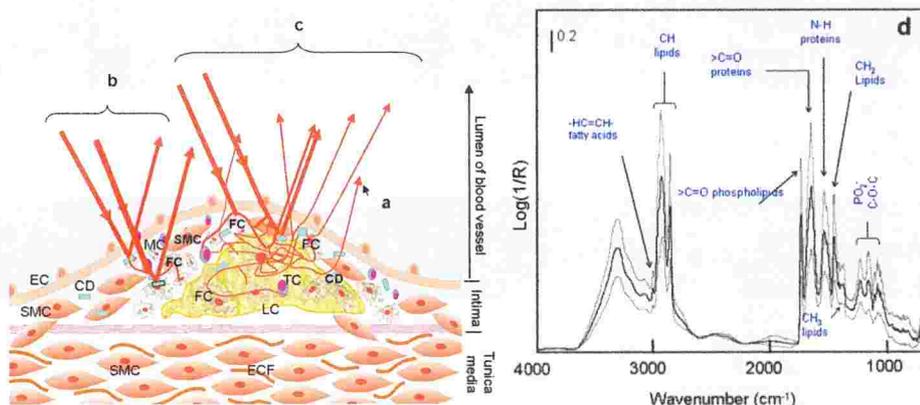


Figura 10 - Adaptado do artigo original [Holman et al. , J. of Biomedical Optics, 13, 2008] (Esquerda) Reflectividade do feixe de infravermelho de um ateroma da aorta. (Direita) Exemplos de espectros de reflectividade de Infravermelho de ateromas da aorta.

Foram encontradas diversas características do espectro que podem indicar acúmulo de gordura ou da formação de um tipo específico de colágeno formado principalmente durante o processo de arteriosclerose. Estes resultados estão caminhando para o desenvolvimento de diagnóstico em seres humanos *in vivo*.

## Linhas de Luz de Espalhamento e Difração de raios X

Nesse grupo de linhas se utiliza padrões espaciais produzidos quando os raios X são defletidos por átomos ou moléculas “empacotados” em estruturas organizadas em sólidos ou parcialmente organizadas, como no caso dos líquidos. São técnicas normalmente aplicadas na determinação da estrutura de cristais ou grandes moléculas como proteínas. Essa informação é fundamental para a compreensão das propriedades mecânicas, ou mesmo viscoelásticas, de materiais, do formato e tamanho de partículas e de sua relação com a função das proteínas nos seres vivos.

As seis linhas de espalhamento e difração propostas varrem os experimentos de alta demanda industrial para “screening” de amostras, assim como técnicas avançadas disponíveis em apenas alguns dos síncrotrons de 3ª geração. O investimento na linha de difração de pó é

menor que o das demais porque utilizará como fonte um dipolo de Sirius. Além disso, boa parte dos equipamentos de detecção desta linha está sendo adquirida para uso no LNLS e será posteriormente transferida para a nova fonte síncrotron (Tabela 10).

Descrição	Características Diferenciadas	Técnicas	Investimento	Fonte (dispositivo de inserção, front-end e proteção Radiológica)	Ótica (Monocromador, microfoco, elementos de diagnóstico, Fendas, etc.)	Porta amostras (Fornos, Criostatos, Posicionadores, Robotização, etc.)	Detectores (Detector de área, Analisador, Diffractometro, etc.)	Infra-estrutura geral (Eletrônica, Controles, computação, vácuo, liq-N <sub>2</sub> , fluidos, etc.)
Difração de pó	Robotização, Alto Fluxo	XPD, PDF, DAFS	9	2	2	2	0,5	2,5
Nanodifração de raios-X	Resolução Espacial (10 nm)	uXRD, CDI, Altas Pressões, DAFS	18	5	5	3	1	4
Cristalografia de micro-cristais de proteínas	Robotização, Resolução Espacial (1-10 um)	uMX, uMAD	18	5	5	1	4	3
Espalhamento de raios-X a baixos ângulos em líquidos	Robotização	TRSAXS, High Throughput SAXS	15	2	4	2	4	3
Espalhamento coerente com resolução temporal	Fluxo Coerente	XPCS, TRSAXS, uSAXS, ptychography	22	5	5	2	6	4
Espalhamento Inelástico de raios-X	Resolução de energia (1 meV)	IXS, HEPES	20	5	5	1	6	3
			102	24	26	11	21,5	19,5

Tabela 10 – Investimento nas linhas de espalhamento e difração do Sirius.

## Difração de pó

**Técnicas:** XRD (x-ray diffraction), XPD (X-Ray powder diffraction)

**Potencial:** Tudo o que se sabe sobre a estrutura de organização atômica dos materiais provém de resultados obtidos por difração de raios X ou nêutrons. A difração de pó é uma técnica de grande uso, tanto em equipamentos convencionais quanto em síncrotrons. As grandes vantagens de seu uso em síncrotrons em relação às fontes convencionais são a resolução angular, a escolha da energia dos raios X e, principalmente, a melhor relação da razão de sinal (picos) – ruído (linha de base). Essa última é consequência do alto fluxo em síncrotrons, que pode chegar a dezenas de milhares de vezes maior que as melhores fontes em laboratório. A linha de difração de pó do LNLS, após algumas reformas, será transferida para Sirius e terá capacidade de realizar experimentos com alta resolução temporal.

**Pesquisa em mineralogia:** Na metalurgia extrativa de metais ferrosos e não-ferrosos a tecnologia de lixiviação consiste na dissolução do mineral do metal de valor pela água ou por uma solução ácida. Em particular, a lixiviação ácida sob pressão é um método muito utilizado na extração de níquel, um metal muito utilizado em diversos setores da indústria.

Experimentos conduzidos recentemente na linha de difração de pó do síncrotron Australiano evidenciaram em tempo real as modificações estruturais causadas pela hidratação e lixiviação em lateritas de Ni *in situ* (Figura 11).

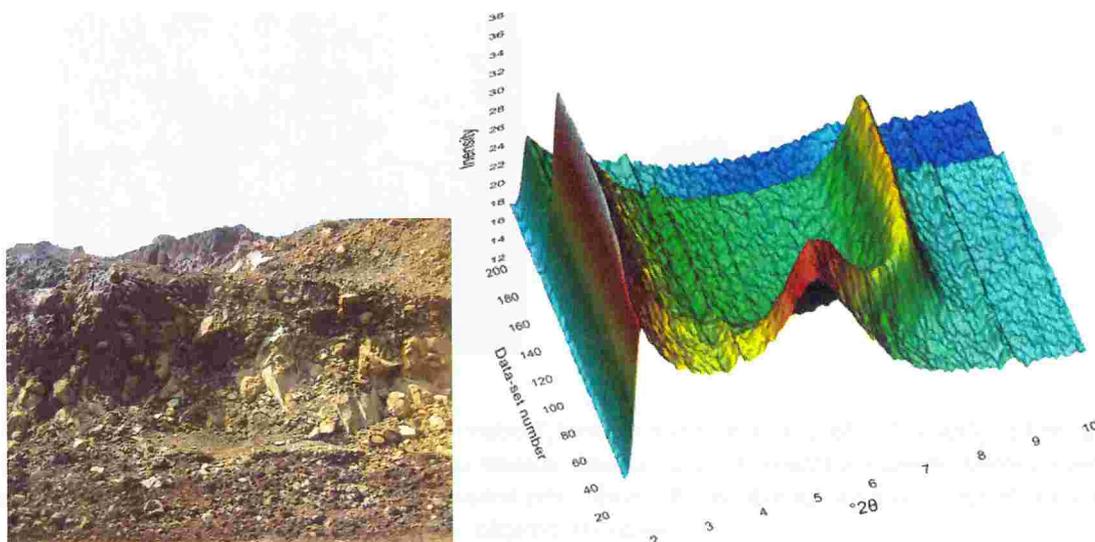


Figura 11 – Extraído da referência original [Scarlett, N. V. Y et al., *Clays and Clay Minerals*, 59, 2011]. (Esquerda) Minério de Níquel laterítico. (Direita) Sequência de difracftogramas obtidos durante o processo de lixiviação ácida sob pressão *in-situ*

Os resultados desse experimento, conduzidos em lateritas extraídas do sul da Austrália, revelaram que os mecanismos de hidratação e de ataque ácido competem entre si de uma forma que depende fortemente da fórmula estrutural da laterita considerada. Isto impacta diretamente a eficiência e seletividade do método de lixiviação.

## Nano difração de raios X

**Técnicas e seus acrônimos:** **XRD** (X-Ray Diffraction), **CDI** (Coherence diffraction Imaging), **CBI** (Coherent Bragg Imaging),

**Potencial:** Com o brilho das fontes de terceira geração é possível realizar difração de nano cristais individualmente, com alta resolução. Aliado à coerência da fonte, a técnica de difração ganhou uma nova dimensão de imageamento através da análise do padrão de *speckle* dos picos de difração. Também, com o uso de micro focalização é possível trabalhar com transformações na estrutura cristalina de materiais sujeitos a altas pressões *in situ*.

**Pesquisa em nanotecnologia de semicondutores:** Com o aumento da complexidade e miniaturização dos componentes eletrônicos, a análise estrutural individual de nanoestruturas semicondutoras se torna cada vez mais importante. Com o uso de feixes de nano foco e coerência das fontes e 3a geração, esta análise dos padrões de difração revela não apenas a estrutura cristalina do material mas também permite se obter uma imagem do seu formato e seus campos de deformação sem uso de lentes. No entanto para se ter uma

visão geral de uma grande área (um circuito por exemplo) é necessário, além da alta resolução, um grande campo de visão. Uma técnica desenvolvida recentemente no ESRF permite a análise de regiões extensas, com resolução nanométrica que fornece ainda a forma e os campos de distorção internos da nanoestrutura (Figura 12).

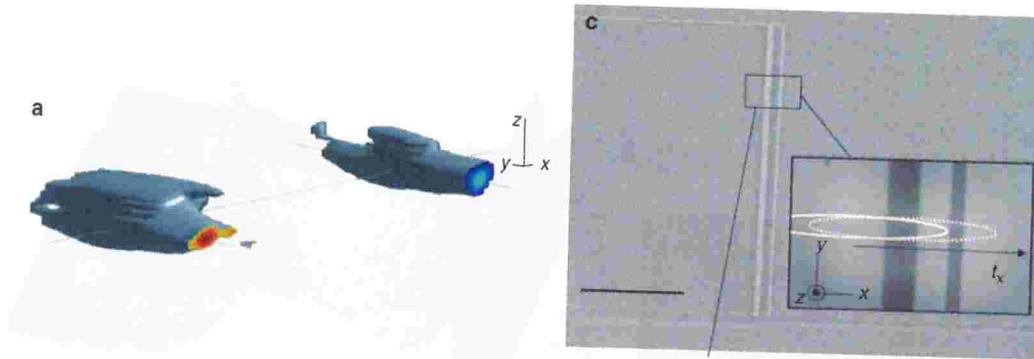


Figura 12 – Figura 12: Adaptada do artigo original [Godard et al. Nature Communications 2, 2011] (Direita) Linhas de silício cristalino em um material isolante observadas por microscopia eletrônica de varredura. Imagem 3D e campos de tensão (cores) das linhas cristalinas obtidas a partir da análise dos picos de difração.

Além da forma das trilhas, foram obtidos também as densidades e os campos de deformação interna das trilhas. Se comparada ao método de microscopia eletrônica de transmissão, esta técnica não exige afinamento da amostra, o que certamente causaria deformações além das intrínsecas. O potencial de imageamento tridimensional por difração de nanoestruturas semicondutoras, na forma de trilhas extensas, foi demonstrado neste experimento e esta técnica é promissora para revelar estruturas internas de trilhas em circuitos de microeletrônica.

## Cristalografia de Proteínas

**Técnicas:** **PX** (protein crystallography), **MAD** (Multiwavelength anomalous diffraction)

**Potencial:** É a técnica mais poderosa na determinação da estrutura tridimensional de grandes moléculas biológicas (macromoléculas) como proteínas. É também uma das grandes responsáveis pelo desenvolvimento e ampliação do uso de síncrotrons para desenvolvimento de tecnologias. Em função de seu tamanho e flexibilidade, as macromoléculas são de difícil cristalização e seus cristais tendem a ser pequenos, imperfeitos e de fraca interação com o feixe de raios X. A alta colimação, tamanho e fluxo do feixe de raios X de fontes de 3ª geração são vitais no estudo destas macromoléculas. Além disso, a possibilidade de sintonia da energia dos raios X permite a determinação mais rápida e precisa da estrutura 3D das macromoléculas através dos seus padrões de difração.

**Pesquisa em Saúde:** No desenvolvimento de biofármacos, o estudo da estrutura de enzimas conhecidas como quinases e de seus inibidores de atividade, tornaram-se um dos mais promissores alvos para medicamentos destinados ao tratamento de doenças oncológicas. Isto porque estas enzimas estão por trás dos mecanismos pelos quais células cancerígenas crescem e sobrevivem fora de suas condições fisiológicas normais. Por se tratar

de complexos de proteínas com pelo menos dois subdomínios e por terem tipicamente distribuições heterogêneas de fosforilação, os cristais de quinase são muito difíceis de serem obtidos. O sucesso depende cada vez mais de feixes intensos e com focos cada vez menores de síncrotrons de 3ª geração (Figura 13).

Embora pouco se saiba sobre a estrutura das quase 500 quinases existentes no genoma humano, a compreensão da base estrutural para seletividade das drogas inibidoras de quinases é chave no desenvolvimento de inibidores capazes de atacar seletivamente cada elemento do quinoma humano.

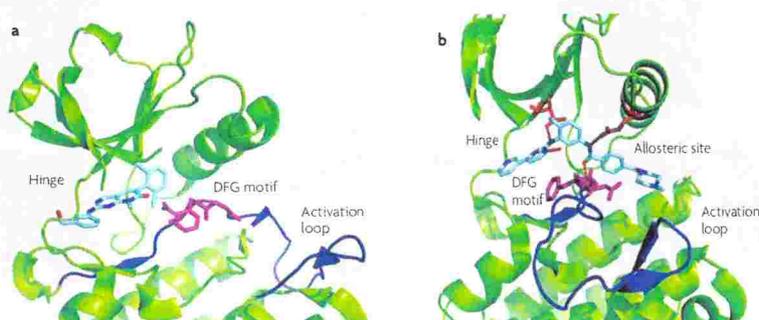


Figura 13 – Figura 13: Adaptadas do artigo original [J. Zhang et al., Nature 9, 29, 2009]. Modelos moleculares de interação entre a quinase e moléculas inibidoras (em azul claro) obtida a partir da cristalografia de proteínas. Figuras a e b representam dois tipos diferentes de inibidores, sendo o tipo 1 (a) mais comum.

## Espalhamento de raios X a baixos ângulos

**Técnicas:** SAXS (Small Angle X-Ray Scattering), **WAXS** (Wide Angle X-Ray Scattering)

**Potencial:** O espalhamento de baixo ângulo é uma técnica estrutural de baixa resolução que permite a determinação da forma e organização de objetos de escala entre poucos nanômetros até quase microns. Presente em praticamente todos os síncrotrons do mundo, ela usa o padrão espacial de espalhamento de raios X para determinar a distribuição de densidades eletrônicas dos mais variados tipos de materiais. Apesar de ser, como a difração de pó, uma técnica que também pode ser realizada em fontes convencionais, as vantagens de seu uso em síncrotrons em relação às fontes convencionais são a escolha da energia dos raios X e, principalmente, a melhor relação da razão de sinal (picos) – ruído (linha de base). Seu uso é muito frequente para análise combinatória de sínteses, muito utilizada nas indústrias químicas, alimentícias e de cosméticos.

**Pesquisa em nanotecnologia:** Na busca por novos materiais baseados em nanotecnologia, a técnica de SAXS é frequentemente utilizada para se testar como diferentes combinações de síntese de novos materiais afetam sua nanoestrutura e, conseqüentemente, as suas propriedades macroscópicas finais. Por se tratar de uma técnica não invasiva, rápida e que não exige preparação especial de amostras, permite a sondagem de diversas condições de síntese em curto espaço de tempo, ou mesmo da síntese *in situ*, observando em tempo

real. Um exemplo é o experimento realizado com suspensões de Laponita (uma argila sintética feita de nano discos, utilizada em diversos setores como cosméticos e revestimentos), realizada recentemente no ESRF, que mudam de comportamento dependendo de como os nanodiscos se organizam e se orientam espacialmente em função de sua concentração (Figura 14).

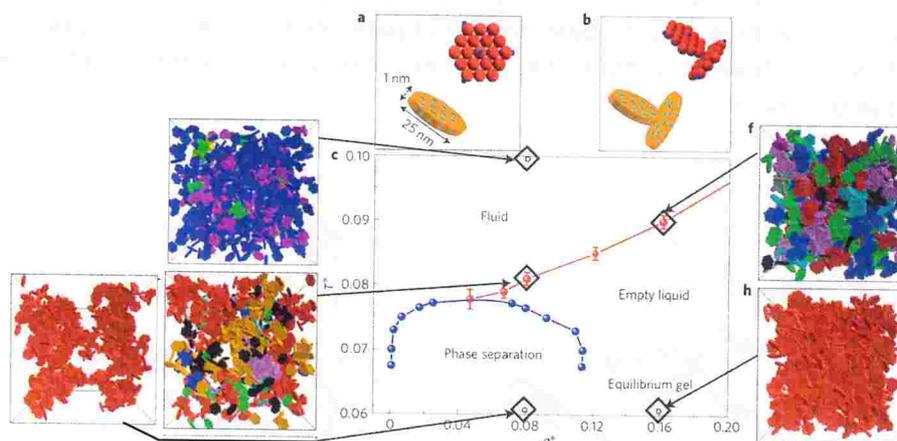


Figura 14 – Adaptado do artigo original [Ruzicka et al., Nature Materials, 10, 2010] Configurações de organização das suspensões de Laponita observadas por SAXS.

A varredura do diagrama de fases de sistemas como esse é essencial para o desenho racional de novos materiais com propriedades resultantes da sua organização nano estrutural. Uma linha de SAXS altamente automatizada guiará pesquisadores industriais e acadêmicos no desenho de novos materiais.

## Espalhamento Coerente de raios X com resolução temporal

**Técnicas:** **CXS** (Coherent X-Ray Scattering), **XPCS** (X-Ray Photon Correlation Spectroscopy), **CXI** (Resonant Inelastic X-Ray Scattering), **XRP** (X-Ray Ptychography), **CHX** (Coherence Hard X-Ray)

**Potencial:** As fontes de terceira geração são capazes de produzir feixes de raios X que, embora menos coerentes que lasers, permitem a observação de detalhes finos de difração - os *speckles* - resultantes do espalhamento da radiação coerente em materiais desordenados. Os *speckles* são sensíveis à posição exata de partículas em um arranjo desordenado. Analisando esses padrões, pode-se tanto fazer imagens de microscopia sem uso de lentes, com resolução teórica subnanométrica, ou mesmo, através da correlação temporal (XPCS) entre os *speckles*, observar a dinâmica nanoscópica da matéria em escalas de tempo mais longas (i.e., com frequências mais baixas) do que as sondadas em espalhamento inelástico de raios X. Essas escalas espaciais e temporais, no entanto, governam a dinâmica nano estrutural de vários fluidos complexos como micro emulsões, suspensões coloidais e mesofases de copolímeros.

**Pesquisa em suspensões coloidais:** A dinâmica de suspensões coloidais (substâncias mistas, onde uma das componentes tem tamanhos entre 1 nm e 1 µm) tem um impacto direto no nosso cotidiano, da circulação sanguínea à suavidade de cosméticos. Em

uma pesquisa recente, pesquisadores do APS conseguiram explicar, utilizando a técnica de XPCS, a relação entre a composição e a dinâmica de equilíbrio de suspensões coloidais bimodais modelo, ou seja, com duas distribuições de tamanhos (Figura 15).

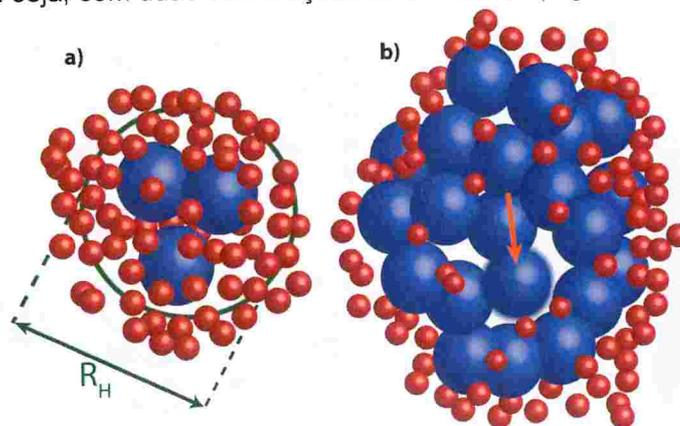


Figura 15 – Figura 15: Extraída do artigo original [M. Sikorski et al., Phys. Rev. Lett. 106, 188301, 2011] Modelo de agrupamento das esferas maiores na suspensão coloidal bimodal promovido pela pressão osmótica das esferas menores quando a concentração relativa de esferas maiores é pequena (a) ou quando é grande (b).

Dependendo da concentração relativa entre os dois tipos de esferas, um agrupamento das esferas grandes é induzido, fazendo com que a dinâmica da suspensão coloidal seja dominada pelo movimento coletivo dos agregados e pelo movimento das partículas dentro dos agregados. Este mecanismo permite "sintonizar" a viscosidade de fluidos, algo muito utilizado de forma empírica em processos industriais, mas que deverá passar por inovações com a melhor compreensão do fenômeno.

## Espalhamento Inelástico de raios X

**Técnicas:** IXS (Inelastic X-Ray Scattering), RIXS (Resonant Inelastic X-Ray Scattering)

**Potencial:** No espalhamento inelástico, ao contrário do que ocorre nas técnicas (estáticas) de espalhamento e difração de raios X, a energia dos raios X detectados é levemente menor do que a energia do feixe incidente. Parte da energia perdida é carregada por excitações vibracionais, eletrônicas ou magnéticas dos materiais. Para que a detecção seja possível é necessário um fluxo de raios X de altíssima monocromaticidade e um espectrômetro de alta resolução, o que só é possível em poucos síncrotrons de 3ª geração.

**Pesquisa em química:** As fibras naturais obtidas a partir da biomassa para desenvolvimento de novos produtos se encontram tipicamente na forma de nanocristais embebidos em uma matriz amorfa, menos rígida. Embora estes nanocristais sejam extremamente fortes na direção de alinhamento das cadeias de celulose, é muito difícil determinar suas propriedades mecânicas de forma independente da matriz. Esta determinação, por sua vez, é indispensável no desenvolvimento de novos produtos como compósitos de fibras naturais. Através da técnica de espalhamento inelástico de raios X realizada em uma linha do ESRF, foi possível determinar a velocidade de propagação de ondas de som dos nanocristais

de forma independente da matriz amorfa que os envolve, já que a técnica é particularmente sensível às propriedades cristalinas (Figura 16).

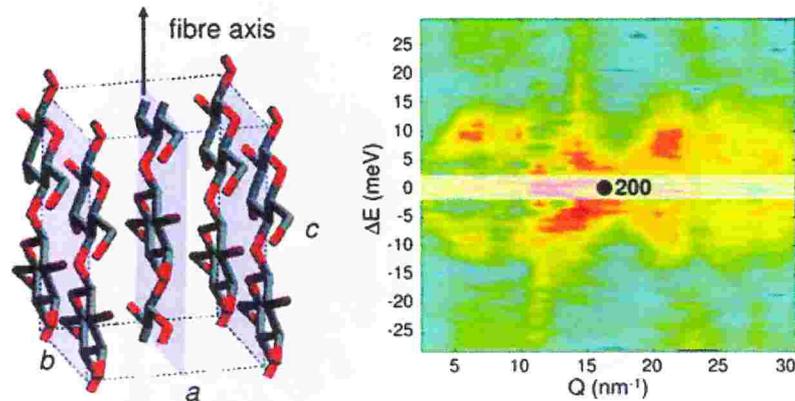


Figura 16 – Figura 16: Adaptada do artigo original [Imke Diddens et al., *Macromolecules* 41, 24 (2008)]. (Esquerda) alinhamento das moléculas de celulose. (Direita) Espectro de espalhamento inelástico que revela a velocidade de propagação das ondas de som e conseqüentemente os módulos elásticos dos nanocristais.

Utilizando os dados de espalhamento inelástico foi possível observar que o módulo elástico na direção perpendicular às fibras ( $G1 = 15$  Gpa) é bem menor que o módulo paralelo ( $G2 = 220$  Gpa). Este último tem um valor consideravelmente maior do que se havia determinado por outros métodos. Esse resultado terá um impacto significativo no desenho de novos compósitos obtidos a partir da biomassa.

## Linhas de Imagem por raios X

Neste grupo de linhas são obtidas figuras 2D ou 3D com alta resolução espacial e/ou química que pode variar de micrometros a poucos nanômetros de praticamente qualquer tipo de amostra. As técnicas podem variar entre tomografia, radiologia, varredura por infravermelho, emissão de elétrons, fluorescência, entre outras.

As técnicas de imagem que utilizam radiação síncrotron representam um dos principais avanços da ciência realizadas nos laboratórios síncrotron de 3ª geração. A construção da linha de imagem por raios X de alta energia será um grande desafio tecnológico. Embora o uso de um dispositivo de inserção já existente no LNLS (*wiggler superconductor*) reduza os custos de investimento nessa linha, as exigências de proteção radiológica serão muito maiores neste caso do que nos demais (Tabela 11).

Descrição	Características Diferenciadas	Técnicas	Investimento	Fonte (dispositivo de inserção, front-end e proteção Radiológica)	Ótica (Monocromador, microfoco, elementos de diagnóstico, Fendas, etc.)	Porta amostras (Fornos, Criostatos, Posicionadores, Robotização, etc.)	Detectores (Detector de área, Analisador, Diffractômetro, etc.)	Infra-estrutura geral (Eletrônica, Controles, computação, vácuo, liq-N <sub>2</sub> , fluidos, etc.)
micro-tomografia por raios-X de altas energias	Poder de penetração	micro-tomografia	20	4	6	1	6	3
nano-tomografia	Resolução espacial (10 nm)	nano-tomografia	10	2	3	2	2	1
			30	6	9	3	8	4

Tabela 11 – Investimento nas linhas de imagem por raios-X do Sirius.

## Imagens por raios X de altas energias

**Técnicas:**  $\mu$ XCT (micro x-ray computed tomography), TXM (Transmission X-Ray Microscopy), PCI (phase contrast imaging)

**Potencial:** As imagens por radiografia e tomografia obtidas em diagnóstico médico há décadas, baseiam-se no poder de penetração dos raios X na matéria para “enxergar dentro” dos materiais. O uso de fontes síncrotron, sobretudo as de 3ª geração, revolucionou essa técnica. Além de se ter um fluxo muito mais intenso, o que reduz o tempo de medida em milhares de vezes, é possível se explorar diversos outros mecanismos de contraste além do tradicional contraste por absorção utilizado em diagnósticos médicos. Isso permite enxergar detalhes invisíveis nos experimentos tradicionais de tomografia por raios X. Essa técnica tem aplicação em praticamente todos os campos da ciência, desde biologia e medicina até engenharia e arqueologia.

**Pesquisa em energia:** Um dos grandes desafios no uso de fontes de combustível renováveis - como é o caso do etanol em motores a combustão - está na otimização de seu consumo energético. Esse desafio passa pela completa compreensão do processo de quebra e atomização dos jatos de combustível do bico injetor para a câmara de combustão do motor. Utilizando a técnica de radiografia por contraste de fase (que explora a coerência de fontes de 3ª geração) em uma linha de luz do APS, semelhante à proposta para Sirius, foi possível enxergar a morfologia dos jatos altamente turbulentos gerados no processo de injeção direta de gasolina durante os primeiros instantes (micro segundos) da injeção (Figura 17 – Adaptadas do artigo original [Y. Wang et al., Nature Physics 4, 305, 2008] (Centro) Esquema do injetor de gasolina com dois bicos (Esquerda e Direita) Imagens obtidas do jato por contraste de fase de raios-X em 20  $\mu$ s e 10 ms (estado estacionário), respectivamente).

Neste trabalho, as imagens do spray no bico injetor permitiram traçar o perfil de velocidades do jato para otimizar o desenho do bico injetor. Esse tipo de informação será de valor inestimável para melhorar os motores movidos a etanol.

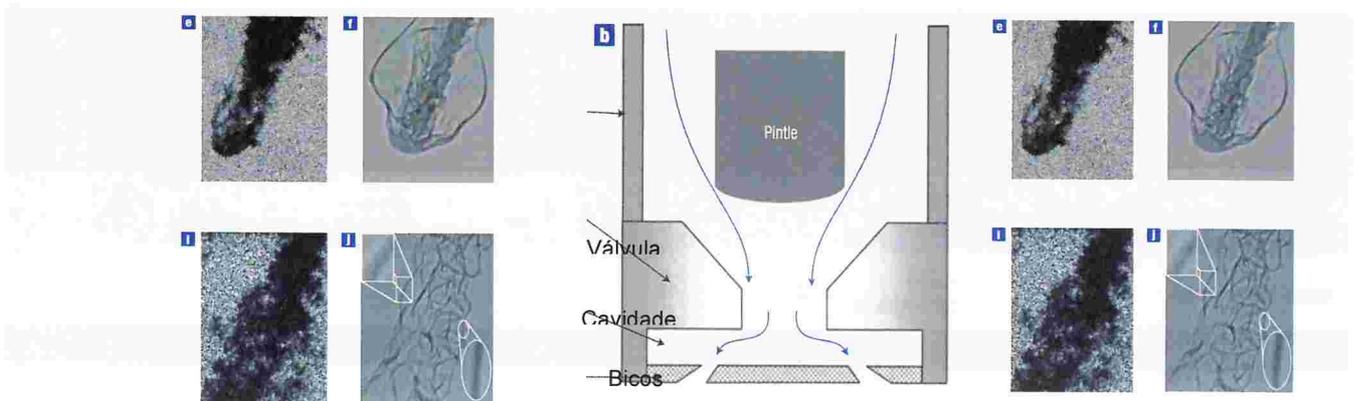


Figura 17 – Adaptadas do artigo original [Y. Wang et al., Nature Physics 4, 305, 2008] (Centro) Esquema do injetor de gasolina com dois bicos (Esquerda e Direita) Imagens obtidas do jato por contraste de fase de raios-X em 20  $\mu$ s e 10 ms (estado estacionário), respectivamente

## Nanotomografia por raios X

**Técnicas:** XNT (x-ray nano tomography), HRXMT (Transmission X-Ray Microscopy), PCI (phase contrast imaging)

**Potencial:** Utilizando uma combinação de instrumentos óticos de micro focalização de raios X é possível construir um microscópio de raios x de resolução que pode chegar a poucas dezenas de nanômetros. Embora microscópios eletrônicos tenham sempre resoluções espaciais muito melhores, o microscópio de raios X pode evidenciar estruturas de poros e superfícies internas enterradas.

**Pesquisa em petróleo e gás:** O Brasil possui a segunda maior reserva mundial de xisto betuminoso, rocha sedimentar com óleo em sua constituição. Quando aquecido, o óleo (betume) se separa da rocha e adquire características semelhantes às do petróleo. Para melhorar a compreensão do fenômeno de transporte nesse processo de pirólise, é essencial a análise das escalas de porosidade no xisto em diferentes temperaturas. Em uma linha de nano tomografia de raios X é possível obter a estrutura dos poros com resolução de dezenas de micro metros até dezenas de nano metros e utilizar essa estrutura para se calcular a permeabilidade da rocha (Figura 18).

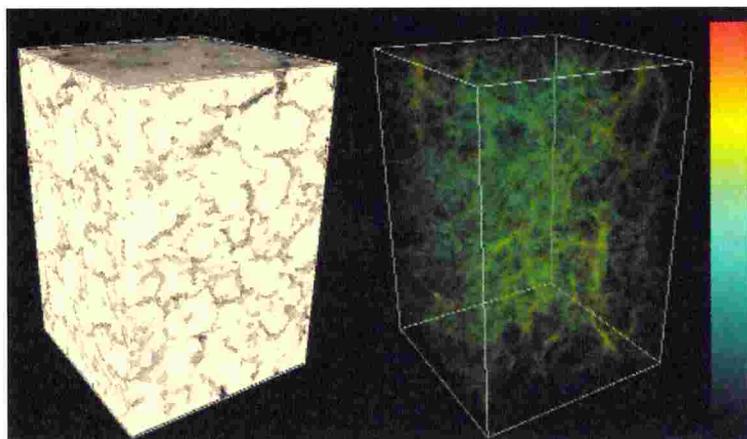


Figura 18 – Extraído da referência original [United States Department of Energy Topical Report, DOE Award No.: DE-FE0001243]. (Esquerda) Visualização 3D da estrutura porosa de uma região de 20x20x30  $\mu\text{m}^3$  de um pedaço de xisto betuminoso pirolisado revelando a estrutura de grãos. (Direita) Simulação do fluxo através da região digitalizada na imagem. As cores indicam as velocidades de escoamento de preto (sem fluxo) até vermelho (maior taxa de fluxo).

Nesse trabalho ficou evidente que as imagens com resolução nanométrica são essenciais na descrição da estrutura de poros das rochas. Parte da estrutura de poros criada na pirólise do xisto só é visível nessa resolução, que também permite distinguir claramente os produtos da reação da matriz rochosa hospedeira.

## Impacto do Sirius para o setor industrial

Observa-se em todo o mundo um uso cada vez maior de anéis de luz síncrotron por diversos setores industriais. Segue, abaixo, uma lista não extensiva dessas potenciais usos industriais:

- Petróleo e gás
- Química Fina
- Cosméticos
- Mineração
- Cimento
- Metalurgia
- Plásticos
- Têxtil
- Alimentos
- Farmacêutica e biotecnologia
- Automotiva
- Aviação e espacial
- Plásticos
- Semicondutores

- Papel
- Optoeletrônica
- Energias alternativas

Empresas Potencialmente Interessadas no uso do Sirius como plataforma de inovação:

#### PETROBRAS

- Catalisadores
- Micro reologia do petróleo
  - asfaltenos
  - agentes redutores de atrito
- Materiais avançados para uso na exploração do pré-sal
- Porosidade de Rochas e percolação de óleo

#### OXITENO

- Catalisadores (gás de síntese e hidrogênio, Hidrogenações & Desidrogenações, Biodiesel)
- Tensoativos (detergentes e auxiliares *têxteis*)
- Cerâmicas (construção civil)

#### RHODIA

- Catalisadores (automotivos)
- Terras raras e óxidos mistos (eletrônica)
- Surfactantes
- Plásticos de Engenharia
- Fios Têxteis

#### BRASKEM

- Plásticos (poliolefinas e vinílicos)
- Fibras Sintéticas e Naturais (IDEOM)
- Química Verde (PE e PP de etanol)

#### NATURA

- Cristais Líquidos
- Micro emulssões
- Estrutura elementar da pele

#### L'OREAL

- Ciência do Cabelo
- Ciência da Pele

#### UNILEVER

- Estrutura Alimentar
- Estrutura da pele e sua degradação por radiação UV

- Surfactantes e suas interações com tecidos sintéticos e biológicos (pele e cabelo)
- VALE
- Extração e processamento de minérios *in-situ*
  - Mudanças mineralógicas que ocorrem durante a lixiviação ácida sob pressão em lateritas de níquel, ferro
  - Dissolução de bauxitas em soluções cáusticas
  - Mudanças de fases que ocorrem durante processo de sinterização
  - Siderurgia

## Comentários finais

Uma das razões para o aumento do uso de luz síncrotron por empresas industriais é o avanço das novas tecnologias em anéis de 3ª geração. Uma analogia do impacto de novas técnicas de imagem em novos síncrotrons, por exemplo, pode ser feita com a popularização da execução de filmes. Antigamente essa era uma área que exigia equipamento especial e era restrita a alguns poucos usuários. Hoje, filmes podem ser feitos em celulares e editados em computadores pessoais. Essa facilidade de uso resultou em enorme popularização da técnica. Uma instalação como Sirius permitirá, em grande parte, que essa disseminação possa ocorrer nas áreas industriais, devido ao uso de técnicas de interpretação mais simples e mais direta, bem como de uma maior automação das linhas de luz.

Paralelamente à construção da fonte Sirius, será importante estabelecer programas específicos para o aumento do número de usuários industriais. O LNLS já liderou, com sucesso, esse esforço para o desenvolvimento de usuários acadêmicos, a partir de cursos, workshops, etc. Essas ações resultaram em um salto de aproximadamente 230 usuários em 1997 – ano de início das operações do atual anel – para mais de 2300 usuários em 2011 – um incremento de um fator de 10.

Finalmente, é importante salientar que o esforço brasileiro desenvolvido nos anos 80 e 90 será perdido se o País não investir num projeto nacional que permita prover a sua comunidade científica e tecnológica com uma fonte de luz de 3ª geração. Mais importante ainda: este investimento permitirá manter a competitividade do Brasil em áreas estratégicas e portadoras de futuro como nanociência, biologia molecular estrutural – base para o desenvolvimento de fármacos – materiais avançados e energias alternativas.