

Plan Overview

A Data Management Plan created using DMPTool-Stage

Title: PALEOMETRIA APLICADA A ESTUDOS DE FRONTEIRA: PERCORRENDO LACUNAS ESTRATÉGICAS DO CONHECIMENTO PALEOBIOLÓGICO E ASTROBIOLÓGICO

Creator: Mírian PACHECO - ORCID: [0000-0002-8810-2321](https://orcid.org/0000-0002-8810-2321)

Affiliation: Universidade Federal de São Carlos (ufscar.br)

Data Manager: Paula Andrea Sucerquia, Flavia Callefo

Funder: São Paulo Research Foundation (fapesp.br)

Funding opportunity number: não há

Grant: ainda não há

Template: Digital Curation Centre (português)

Project abstract:

Recentemente, a NASA passou a considerar o registro fóssil como importante evidência de vida extraterrestre, a ser investigado em planetas como Marte. Neste contexto, atualizações técnicas e conceituais em paleobiologia, engenharia e física aplicada têm demonstrado implicações diretas não apenas na compreensão sobre os limites da biosfera da Terra, como também no planejamento de missões que visam detectar contextos de habitabilidade em outros planetas e luas. Este projeto tem por objetivos: (1) reconstituir histórias fossildiagnéticas de interesse paleoambiental, paleobiológico, paleoecológico e astrobiológico; (2) investigar novas formas e possibilidades de caracterização de amostras e detecção de informações, além de compilação, processamento e disponibilização de dados sobre matéria orgânica, minerais e outros materiais geológicos importantes para o estudo de bioassinaturas. O maior desafio deste projeto será iluminar os processos por trás dos padrões geobiológicos preservados no registro fóssil. Para tanto, vamos considerar um amplo espectro amostral de fósseis e unidades geológicas, do Pré-Cambriano ao Quaternário. Investiremos no uso de protocolos analíticos rigorosos por meio de técnicas espectroscópicas e espectrométricas, além de imageamento e impressão 3D. Serão observados: (1) a padronização de processamento de amostras (laminação, polimento, cominuição etc) para as análises; e (2) o teste de parâmetros analíticos ideais, considerando limitações, potencialidades e complementaridade técnicas. Tutoriais, protocolos e parâmetros utilizados, assim como dados obtidos nesse projeto serão disponibilizados em banco de dados para consultas e estudos comparativos.

Start date: 04-24-2023

End date: 04-24-2025

Last modified: 01-11-2023

Copyright information:

The above plan creator(s) have agreed that others may use as much of the text of this plan as they would like in their own plans, and customize it as necessary. You do not need to credit the creator(s) as the source of the language used, but using any of the plan's text does not imply that the creator(s) endorse, or have any relationship to, your project or proposal

PALEOMETRIA APLICADA A ESTUDOS DE FRONTEIRA: PERCORRENDO LACUNAS ESTRATÉGICAS DO CONHECIMENTO PALEOBIOLOGICO E ASTROBIOLOGICO

Serão coletadas amostras geológicas e biológicas (*e.g.* fósseis e rochas) em campo. Outras amostras, como minerais e sedimentos serão sintetizados ou adquiridos em lojas especializadas. Os dados coletados nesse projeto serão oriundos das análises dessas amostras ou de experimentos com elas realizados em laboratório. Esses dados abrangem informações elementares, moleculares, mineralógicas, além de rugosidade, textura e morfologia. Essas informações poderão ser convertidas em micrografias por microscópio eletrônico de varredura, imageamento por microscopia óptica, protótipos e réplicas de impressão 3D, além de dados em txt, xrdml, wdf e mca obtidos das análises de micro-Raman, fluorescência de raios-X e difração de raios-X. Todos estes formatos (incluindo os dados brutos) poderão ser compartilhados e disponibilizados em repositórios online. Também compartilharemos tutoriais sobre uso dos equipamentos e softwares envolvidos nas análises a serem realizadas nesse projeto.

Aqui seguem as principais técnicas a serem utilizadas e testadas na caracterização e estudo de nossas amostras: (1) todas as técnicas serão submetidas a um rigoroso teste de parâmetros (tensão, corrente, potência, tempo de exposição etc) para verificação de protocolos analíticos mais eficazes; (2) na medida do possível, amostras a serem utilizadas em estudos comparativos passarão pelos mesmos processos de preparo (polimento, laminação, cominuição etc) e serão analisadas sob os mesmos parâmetros; e (3) serão observadas abordagens multi-técnicas, considerando limitações, potencialidades e complementariedades técnicas, para melhor acesso aos dados.

Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Energia Dispersiva (MEV/EDS), catodoluminescência e fluorescência de micro-raios-X (μ XRF)

Catodoluminescência, MEV/EDS e XRF têm características vantajosas para bio e geociências, como a viabilização de análises morfológicas, topográficas e petrográficas (microscopia) e identificação de elementos químicos em diferentes pontos em pequenas áreas, permitindo a comparação entre a composição química de vários locais na mesma amostra e/ou entre amostras

Sob o ponto de vista das ciências dos materiais, os fósseis são quase sempre materiais heterogêneos (uma mistura de minerais e matéria orgânica) preservados em substratos também heterogêneos (rochas sedimentares). Devemos sempre ter isso em mente, principalmente nos estudos com foco na diagênese fóssil, geobiologia, morfologia e taxonomia.

EDS e XRF consistem na detecção de raios-X característicos emitidos pela amostra analisada. EDS é uma análise realizada por um equipamento acoplado ao MEV, que permite fazer uma avaliação química qualitativa e semi-quantitativa de amostras. Nesta técnica, a fonte de ionização do material é um feixe de elétrons que varre a amostra e os elementos químicos presentes são detectados por um detector de raios-X, enquanto que na técnica de XRF são utilizados raios-X para excitar o material para emissão de raios-X característicos. As análises com XRF podem ser realizadas com equipamentos de bancada, portáteis (PXRF) e/ou utilizando fontes de luz síncrotron. Como resultado da interação dos elétrons ou raios-X com os átomos da amostra, elétrons de camadas orbitais internas nos átomos são ejetados, deixando uma vacância em determinado estado de energia do átomo. Em consequência do estado atômico excitado, elétrons de camadas externas mudam de camada e ocupam estas vacâncias deixadas nas camadas internas. Devido a essa transição dos elétrons de camadas externas para as internas há emissão de radiação na forma de raios-X. Estes raios-X emitidos são característicos de cada elemento químico presente no material e são captados por detectores de radiação X, gerando espectros de intensidade em função da energia dos raios-X (Wagner, 1999). O conjunto de raios-X característicos emitido por cada elemento químico forma um padrão que pode ser utilizado na identificação dos elementos presentes na amostra analisada.

No caso de SEM/EDS, por exemplo, o uso de tensões elétricas mínimas (3 a 5keV) pode ser adequado para identificar

filmes orgânicos finos ou minerais de argila em algumas amostras. Por outro lado, tensões elétricas maiores (a partir de 15keV) podem revelar elementos mais pesados, importantes para a investigação da diagênese, como Sr e Elementos de Terras Raras (REE), mas que podem estar em formas de elementos traço.

Assim, o reconhecimento de parâmetros adequados para aplicações muito específicas, caracterizações geoquímicas, ou mesmo a identificação de estruturas únicas e texturas, devem ser feitos sob rigorosos testes de parâmetros.

As técnicas SEM-EDS permitem uma investigação geral das amostras, cobrindo tanto os elementos mais leves (como C) quanto os mais pesados (como Fe). Porém, mesmo os elementos mais pesados, quando em baixas quantidades, podem não ter suas intensidades detectadas. Na análise de XRF, a sensibilidade a esses elementos mais pesados pode ser muito maior. Dadas as limitações bem conhecidas, essas técnicas podem ser complementares em muitas caracterizações de amostras.

Utilizaremos dois tipos de MEV/EDS: (1) ME JEOL JSM6610LV; e (2) Hitachi TM3000, ambos modelos com um espectrômetro dispersivo de energia (EDS) acoplado.

Esses equipamentos têm sido utilizados para caracterização morfológica, textural e química de nossas amostras. Utilizamos o “2” para caracterizações prévias e tomadas de decisão sobre amostras a serem recobertas e caracterizadas de forma mais eficaz em “1” (que apresenta maiores variações de tensão e ajustes de feixe). **Quando necessário, as amostras serão recobertas por ouro/paládio.**

Serão capturadas imagens de elétrons secundários (SEI) ou retroespalhamento para auxiliar na detecção de heterogeneidades químicas nos materiais. As tensões (de 3 a 30 keV) serão combinadas a diferentes aberturas de feixes (de 10 a 70), dependendo do objetivo da análise. Para detecção de recobrimentos orgânicos superficiais, por exemplo, serão consideradas as menores tensões, de 3 e 5 keV. Já para identificação de elementos traços pesados, serão consideradas tensões a partir de 20keV. Contudo, testes de parâmetros deverão ser realizados caso a caso.

Para complementar as caracterizações de EDS, utilizaremos XRF. Embora a XRF não consiga detectar muito bem elementos com números atômicos menores que 15, ela é sensível a elementos traços pesados, como o Ti, que podem ser de difícil detecção por EDS. Neste projeto, **será utilizada uma configuração de equipamento portátil que consiste em um mini tubo de raios-X Amptek de ânodo de prata e um detector de desvio de silício (SDD), com FWHM de 125 eV para a linha de 5,9 keV de Mn. As medições serão realizadas com tensão de 30 kV e corrente de 5 µA, tempo de excitação/detecção de 300 s, e feixe de 1 a 2 mm (parâmetros já testados com sucesso, por nossa equipe, no estudo de rochas e fósseis). Os dados dessas análises serão gerados em MCA e processados no software PyMca.**

As imagens de catodoluminescência quente serão utilizadas para estudos comparativos e complementares às obtidas em MEV. No caso de sedimentos, a catodoluminescência gera informações sobre a morfologia dos grãos, textura, super crescimentos, zonações, inclusões e defeitos. Esta técnica consiste em um fenômeno eletromagnético onde o impacto de elétrons em um determinado material resulta na transferência de energia de um íon para um íon ativador, com emissão de um fóton, causando a luminescência.

As amostras submetidas à catodoluminescência devem ser processadas como seções finas polidas montadas com bálsamo. As análises serão realizadas em um CITL Mk5-2, com tensão entre 15,6 e 16,2 kV, corrente de 344 a 508 µA e vácuo entre 0,05 e 0,003 Pa, com tempo de exposição de 10 a 18 s. As imagens serão capturadas por um Leica DFC310 Câmera FX, acoplada a um microscópio Leica DM4500P LED, posteriormente processadas em Software LAS V4.4.

Difração de raios X e Espectroscopia Micro-Raman (µRaman)

EDS e XRF revelam informações sobre elementos químicos nas amostras. Já XRD e micro Raman fornecem informações sobre as moléculas. XRD revela a estrutura cristalina de minerais, enquanto micro-Raman mostra as diferenças entre os níveis de energia vibracional de compostos orgânicos e inorgânicos.

Quase todos os equipamentos de XRD requerem processamento de amostras por meio de cominuição e confecção de pastilhas. Embora esse tipo de análise capture uma boa média da composição mineralógica de uma amostra, o processamento inviabiliza medições de pontos específicos, além de detalhes sobre a relação entre heterogeneidade e composição química.

No caso da espectroscopia micro-Raman, quase nenhuma preparação especial é necessária para caracterização de uma amostra. Isso é possível graças ao sistema combinado de objetivas, lasers e diferentes potências da espectroscopia.

Quando usado em combinação, XRD e Raman não só podem gerar resultados complementares aos obtidos pelas técnicas elementares, como EDS e XRF, mas também servem como calibradores de os resultados uns dos outros.

Usaremos um espectroscópio Renishaw InVia™ micro-Raman acoplado a Lasers de 532, 633 e 785 nm. As análises serão realizadas em modo estático, com um centro de deslocamento Raman a ser determinado dependendo do objetivo das análises (geralmente entre 750 e 800 cm^{-1}), ou em modo estendido para caracterizações mais completas sobre minerais e matéria orgânica. As configurações de energia poderão variar entre 25 e 50mW, sob objetivas de 5x e longo alcance de 50x, com o mínimo de 30 acumulações e 2 segundos de exposição cada. Esses são os parâmetros recorrentes em nossas análises, que incluem sedimentos, minerais, rochas e fósseis. Entretanto, testes de parâmetros serão considerados caso a caso.

Usaremos os softwares Raman Environment (WiRE) e SpectraGryph 1.2 para tratamento dos espectros, incluindo subtração da linha de base, reconhecimento de picos, normalizações e cálculos sobre áreas das bandas. A base de dados consultada para identificar os picos característicos será o RRUFF, além dos espectros descritos pela literatura científica especializada.

As análises sob XRD serão realizadas em um difratômetro Bruker D8 (Cu $K\alpha$, 40 kV, 40 mA, passo 0,02 o, 153 s/passos, escaneamento de 3 a 105 o 2 θ) no Laboratório NAP Geoanalítica da Universidade de São Paulo. A análise qualitativa será realizada com o Panalytical software High Score 3.0 e o Crystallographic Open Database.

Outras técnicas podem ser consideradas além das descritas, como perfilometria, microsonda, proteômica ou imunofluorescência, além da luz síncrotron (nº CARNAUBA-20221809 submetida). Contudo, as técnicas acima descritas compõem o cerne fundamental de nosso projeto

Iremos prover toda documentação necessária para uso e interpretação de nossos dados, incluindo tutoriais para uso dos softwares, parâmetros e protocolos analíticos utilizados, em plataformas on-line, além da disponibilização de dados brutos em bancos de dados e acervos. Os dados também serão disponibilizados em nossas publicações em revistas especializadas, seguindo as normas propostas pela revista.

Não há questões éticas envolvidas nessa pesquisa.

Os direitos autorais e de propriedade intelectual seguirão o estipulado pelas revistas escolhidas para as publicações de nossos manuscritos.

Além de nuvens, google drive e computadores pessoais, os dados serão armazenados nos computadores acoplados

aos equipamentos em uso para as análises de XRF, XRD, micro-Raman e MEV-EDS (nos seguintes locais: Instituto de Física da USP, Instituto de Química da USP, Instituto de Geociências da USP, Faculdade de Medicina da USP de Ribeirão Preto, Departamento de Ciências Ambientais da UFSCar). Caso nossas propostas sejam aprovadas para uso das facilidades da Linha Carnaúba, alguns dados também serão no síncrotron Sirius (CNPEM),

Não há risco quanto à segurança dos dados, uma vez que os arquivos estarão armazenados em sistemas de periódicos e repositórios.

Micrografias de MEV/EDS, imagens catodoluminescência e de microscopia óptica, além de arquivos sobre análises elementares e moleculares (wdf, mca, xrdml e txt, por exemplo) que compõem resultados de manuscritos em preparo para publicações deverão ser retidos até a publicação dos artigos. Posteriormente, os dados brutos e as imagens poderão ser compartilhadas em repositórios e bancos de dados online, para preservação e disponibilização para consultas.

Utilizaremos o repositório internacional Dryad (ou outros similares). Os repositórios utilizados serão citados em nossos manuscritos, mídias sociais e outros canais de divulgação para que nossos dados sejam facilmente detectáveis.

Os dados serão compartilhados em artigos e repositórios de dados.

Não.

Mírian Pacheco, a proponente do projeto, será a responsável pelo gerenciamento de dados. Flavia Callefo e Paula Sucerquia, integrantes do projeto, auxiliarão no armazenamento, preservação, repositório e disponibilização.

Quando e se necessário: reserva técnica do projeto regular FAPESP e outros projetos que podem vir a estar associados.
