



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO
UNIDADE ACADÊMICA DO CABO DE SANTO AGOSTINHO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA FÍSICA

NIRALDO MATEUS MEDEIROS MELO

Avaliação de membranas de nanofiltração modificadas com PVA reticulado e óxido de grafeno para dessalinização em sistema de filtração portátil

Cabo de Santo Agostinho – PE

2025

NIRALDO MATEUS MEDEIROS MELO

Avaliação de membranas de nanofiltração modificadas com PVA reticulado e óxido de grafeno para dessalinização em sistema de filtração portátil

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Física, Unidade Acadêmica de Cabo de Santo Agostinho da Universidade Federal Rural de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Física.

Área de concentração: Materiais

Orientador: Prof. Dr. Marcos Gomes Ghislandi

Coorientadora: Prof^a. Ana Cláudia Vaz de Araújo

Cabo de Santo Agostinho – PE

2025

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Sistema Integrado de Bibliotecas da UFRPE
Gerada automaticamente, mediante os dados fornecidos
pelo(a) autor(a)

M528a Melo, Niraldo Mateus Medeiros.
Avaliação de membranas de nanofiltração modificadas com PVA reticulado e óxido de grafeno para dessalinização em sistema de filtração portátil / Niraldo Mateus Medeiros Melo. – Cabo de Santo Agostinho, 2025.
62 f.; il.

Orientador(a): Marcos Gomes Ghislandi.
Co-orientador(a): Ana Cláudia Vaz de Araújo.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica Cabo de Santo Agostinho - UACSA, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física, Cabo de Santo Agostinho, BR-PE, 2025.

Inclui referências.

1. Dessalinização da água. 2. Grafeno. 3. Membranas de nanofiltração direta. 4. Sistema de filtração portátil 5. Reticulação polimérica. I. Ghislandi, Marcos Gomes, orient. II. Araújo, Ana Cláudia Vaz de, coorient. III. Título

CDD 621

NIRALDO MATEUS MEDEIROS MELO

Avaliação de membranas de nanofiltração modificadas com PVA reticulado e óxido de grafeno para dessalinização em sistema de filtração portátil

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física da Unidade Acadêmica do Cabo de Santo Agostinho da Universidade Rural de Pernambuco para obtenção do título de Mestre em Engenharia Física

Aprovada em: 29/08/2025

Banca Examinadora

Prof. Dr. Marcos Gomes Ghislandi

Orientador

Prof^a. Ana Cláudia Vaz de Araújo

Coorientadora

Dr^a. Bárbara Souza Damasceno

Examinadora externa

Dr. Ramón Raudel Peña Garcia

Examinador interno

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Léa Medeiros Melo e Nivaldo Ferreira Melo, que sempre me auxiliaram e incentivaram

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por todas as oportunidades concedidas em minha jornada. Em seguida, aos meus pais, pelo apoio incondicional que me ofereceram em todos os momentos, inclusive nos mais desafiadores. Ao meu irmão, sou grato pelo suporte e pelos momentos de descontração que proporcionou. Meus familiares também merecem um agradecimento especial por seu apoio constante durante minha trajetória acadêmica. Aos meus amigos João e Talyson, sou grato pelo incentivo e parceria ao longo desses anos. Aos amigos da graduação — Apolo, Lucas, Ana Luiza, Rafael, Ginaldo, Adilson, Victor, Matheus, Jonathas, Webson, Jean e Caio —, meu reconhecimento por tornarem a rotina mais leve durante os cinco anos de curso e por nossa amizade que certamente perdurará. Sou grato ao meu amigo Apolo por compartilhar seu conhecimento e me auxiliar nas dificuldades acadêmicas. Gostaria de expressar minha gratidão a Ruan, Wesley e Wendel pela amizade sólida e pela ajuda constante que tive a honra de receber nos últimos tempos. Meu amigo Lucas merece um agradecimento especial por participar do projeto de pesquisa e me acompanhar em todos os passos, desde a graduação. Ao meu amigo Cazeca, sou grato por sua contribuição ao grupo de pesquisa, auxílio nos experimentos e, claro, pelas excelentes playlists. Aos membros do laboratório NanoA, especialmente Brenda e Walyson, agradeço pelo apoio em minha pesquisa e por tornarem o ambiente de trabalho tão agradável. No LabSiNaP, minha gratidão se estende ao Professor Dr. Ramón Raudel, Dr. Yonny Romaguera e Dra. Thaís Meira, que me auxiliaram prontamente com as caracterizações, e aos meus amigos membros do laboratório, Ricardo e Luan, meu muito obrigado pelo auxílio e apoio contínuo em minha pesquisa. Agradeço à Dra. Yana Brandão por me conceder a valiosa oportunidade de ingressar no campo da pesquisa científica sob sua orientação em um período árduo, mas fundamental para meu desenvolvimento. Meu profundo agradecimento ao meu orientador, Dr. Marcos Gomes Ghislandi, pela oportunidade desde a iniciação científica até o mestrado, permitindo-me trabalhar e contribuir em uma área pela qual tenho grande apreço e pretendo seguir, e pelo contínuo auxílio. À minha coorientadora, Profa. Ana Cláudia, minha gratidão por todo o conhecimento transmitido sobre experimentos laboratoriais. Por fim, aos professores Dr. Aureliano Xavier, Dra. Verônica Diniz e Dr. Rogério Leite, sou grato pelas excelentes aulas ministradas durante minha graduação e pelo apoio fornecido.

RESUMO

O semiárido pernambucano é uma região com escassez de água potável e altos índices de salinidade em seus recursos hídricos subterrâneos. A dessalinização por osmose reversa, embora eficaz, tem custo elevado do ponto de vista energético e de materiais, tornando-se muitas vezes inacessível para as comunidades mais vulneráveis e isoladas. O trabalho justifica a necessidade de desenvolver uma solução eficiente, portátil e que possa ser utilizada sem infraestrutura elétrica, tornando a dessalinização acessível para essas populações. Propôs-se o desenvolvimento de um sistema de filtração portátil e manual para água salobra, utilizando membranas de nanofiltração direta modificadas com óxido de grafeno (OG). O OG foi obtido a partir de grafite de baixo custo, usando o método de Hummers modificado. Para modificação das membranas de poliamida (PA), foi utilizada a técnica de reticulação polimérica otimizada por impregnação a vácuo, usando uma solução de álcool polivinílico (PVA) e ácido cítrico (AC) como agente reticulante, com proporções mássicas de PVA:AC (10:1) e PVA:OG (5:1) estabelecidas. As membranas foram, então, submetidas a diferentes temperaturas de secagem (90, 120 e 150 °C) em estufa, para otimizar a reticulação polimérica e consequente estabilidade mecânica do nanocompósito. Foram realizadas caracterizações via calorimetria diferencial de varredura (DSC, do inglês *Differential Scanning Calorimetry*), difração de raios X (DRX), espectroscopia Raman, microscopia eletrônica de varredura (MEV), além de testes de estabilidade mecânica e rejeição a sais, para analisar a estrutura, morfologia e a eficácia das membranas dessalinizadoras. Para entendimento do processo de reticulação polimérica e otimização da temperatura de secagem das membranas foram realizadas análises de DSC da solução de impregnação pré e pós-tratamento térmico. As análises de DSC revelaram que a membrana seca a 120 °C demonstrou a maior estabilidade térmica. Os padrões DRX e espectros Raman indicaram a presença dos polímeros e do óxido de grafeno, respectivamente, sem grandes modificações estruturais devido aos processos térmicos, enquanto o MEV mostrou a formação de uma camada de revestimento (solução de impregnação) uniforme com cerca de 0,3 µm de espessura em todas as membranas. As membranas reticuladas exibiram um recobrimento superficial de PVA/OG visualmente homogêneo, escurecendo gradativamente em função da elevação da temperatura de secagem. Nos testes de estabilidade, a membrana seca a 120 °C, que exibiu poucos defeitos ou perda de recobrimento após o teste. Em relação ao percentual de rejeição ao sal MgSO₄, a membrana reticulada a 90 °C mostrou maior consistência ao longo de cinco ciclos de filtração, com uma variação menor nos valores de

rejeição salina (de 17% no primeiro ciclo para 15% no quinto), indicando maior estabilidade operacional. A membrana de 120 °C alcançou a maior rejeição inicial de 40%; no entanto apresentou uma perda de eficiência, caindo gradativamente até alcançar 17% no quinto ciclo. Já a membrana de 150 °C demonstrou instabilidade ao longo do processo. Comprova-se que a tecnologia desenvolvida é promissora, necessitando de otimizações no sistema de dessalinização e nas membranas modificadas.

Palavras-chave: dessalinização; óxido de grafeno; membranas de nanofiltração direta; sistema de filtração portátil; reticulação polimérica.

ABSTRACT

The Semiarid region of Pernambuco, Brazil, is characterized by a scarcity of potable water and high salinity levels in its underground water resources. Reverse osmosis desalination, while effective, has high energy and material costs, often making it inaccessible to the most vulnerable and isolated communities. This work justifies the need to develop an efficient, portable solution that can be utilized without electrical infrastructure, thereby making desalination accessible to these populations. The development of a portable, manual filtration system for brackish water was proposed, utilizing direct nanofiltration membranes modified with graphene oxide (GO). The GO was obtained from low-cost graphite using the modified Hummers method. For the modification of the polyamide (PA) membranes, the technique of polymer cross-linking optimized by vacuum impregnation was employed, using a solution of polyvinyl alcohol (PVA) and citric acid (CA) as the cross-linking agent, with established mass ratios of PVA:CA (10:1) and PVA:GO (5:1). The membranes were then subjected to different drying temperatures (90, 120, 150 °C) in an oven to optimize the polymer cross-linking and subsequent mechanical stability of the nanocomposite. Characterizations were performed via Differential Scanning Calorimetry (DSC), X-ray Diffraction (XRD), Raman spectroscopy, Scanning Electron Microscopy (SEM), in addition to mechanical stability and salt rejection tests, to analyze the structure, morphology, and effectiveness of the desalination membranes. To understand the polymer cross-linking process and optimize the membrane drying temperature, DSC analyses of the impregnation solution were conducted before and after heat treatment. The DSC analyses revealed that the membrane dried at 120 °C demonstrated the highest thermal stability. The XRD patterns and Raman spectra indicated the presence of the polymers and graphene oxide, respectively, without significant structural modifications due to the thermal processes, while SEM showed the formation of a uniform coating layer (impregnation solution) with a thickness of approximately 0,3 μm on all membranes. The cross-linked membranes exhibited a visually homogeneous PVA/GO surface coating, which gradually darkened as the drying temperature increased. In the stability tests, the membrane dried at 120 °C exhibited few defects or loss of coating after the test. Regarding the MgSO_4 salt rejection percentage, the membrane cross-linked at 90 °C showed greater consistency over five filtration cycles, with a smaller variation in salt rejection values (from 17% in the first cycle to 15% in the fifth), indicating greater operational stability. The 120 °C membrane achieved the highest initial rejection of 40%; however, it showed a loss of efficiency, gradually decreasing to 17% in the fifth cycle. The 150 °C membrane, on the other hand, demonstrated instability throughout the process. It is

confirmed that the developed technology is promising, requiring optimizations in the desalination system and the modified membranes.

Keywords: desalination; graphene oxide; direct nanofiltration membranes; portable filtration system; polymeric cross-linking.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Esquema do processo de preparação das membranas modificadas: Membrana comercial de poliamida, impregnação via filtração à vácuo, pré-secagem a temperatura ambiente por 24 h, secagem via estufa (90, 120 e 150 °C) por 24 h.	28
Figura 2. Sistema de dessalinização manual adaptado (à esquerda); Perspectiva isométrica e vista lateral do sistema (à direita).	29
Figura 3. Esquema da preparação das amostras para caracterização via Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC): a) Síntese da solução de PVA+AC+OG para preparação das amostras b) Métodos de secagem utilizados (liofilizador e estufa) c) Pesagem das amostras d) Configuração dos parâmetros da caracterização.	31
Figura 4. Esquema do ensaio de estabilidade mecânica das membranas modificadas.....	33
Figura 5. Representação das áreas utilizadas para coleta das amostras na determinação da concentração (g/L) da dispersão de óxido de grafeno (OG) produzida.....	34
Figura 6. Gráficos dos 3 ciclos DSC das amostras PVA (à esquerda) e PA (à direita): Primeiro aquecimento, resfriamento e segundo aquecimento.	36
Figura 7. Gráficos da caracterização DSC das amostras puras: curvas de primeiro aquecimento das amostras de óxido de grafeno (OG) e ácido cítrico (AC) à esquerda; curvas de segundo aquecimento das amostras de álcool polivinílico (PVA) e poliamida (PA) à direita.....	38
Figura 8. Gráficos DSC de primeiro aquecimento das amostras de PVA:AC com secagem via estufa à 90,120 e 150 °C (A1, A2 e A3); Amostras de PVA:AC:OG com secagem via estufa à 90, 120 e 150 °C (B1, B2 e B3); amostras PVA:AC:OG com secagem via liofilizador à - 40 °C com diferentes proporções mássicas de PVA:OG, 2:1, 5:1 e 10:1 (C1, C2 e C3).....	39
Figura 9. Gráficos DRX do OG (superior central); das amostras puras de PVA e PA e membranas modificadas sem secagem (N1), e com secagem na estufa à 90, 120, e 150 °C (N2, N4 e N6) (inferior esquerdo); das membranas modificadas com secagem na estufa à temperatura de 90, 120 e 150 °C (N3, N5 e N7) (inferior direito).	42
Figura 10. Gráficos da espectroscopia Raman das membranas modificadas com PVA:AC:OG e secas na estufa à 90, 120 E 150 °C (N2, N4 e N6) à esquerda; Resultados da espectroscopia Raman das membranas modificadas com PVA:AC:OG, secas na estufa à 90, 120 e 150 °C pós 5 ciclos de filtração (N3, N5 e N7) à direita.....	43
Figura 11. Imagens MEV das membranas de poliamida modificadas com PVA:AC:OG secas à diferentes temperaturas. (a) superfície “1” da membrana PA:OG90 (b) superfície “2” da membrana PA:OG90 (c) cálculo da espessura do revestimento da membrana PA:OG90 (d) superfície “1” da membrana PA:OG120 (e) superfície “2” da membrana PA:OG120 (f) cálculo	

da espessura do revestimento da membrana PA:OG120 (g) superfície “1” da membrana PA:OG150 (h) superfície “2” da membrana PA:OG150 (i) cálculo da espessura do revestimento da membrana PA:OG150.....	45
Figura 12. Imagens MEV da poliamida pura (a), óxido de grafeno (b), membrana modificada sem secagem (c), superfície da membrana modificada seca á 90 °C (d), superfície da membrana modificada seca à 120 °C (e) e superfície da membrana modificada seca à 150 °C (f).....	46
Figura 13. Imagens das membranas modificadas sem tratamento térmico e sem a etapa de pré-secagem, antes e após teste de estabilidade mecânica via ultrassom (à esquerda); imagens das membranas modificadas secas à diferentes temperaturas (90, 120 e 150 °C) antes e após o teste de estabilidade mecânica via ultrassom (à direita).	48
Figura 14. Imagens das membranas modificadas secas à 90, 120 e 150 °C pós ciclos de dessalinização.	48
Figura 15. Gráfico da média dos resultados de rejeição salina ao sal $MgSO_4$, ao decorrer dos 5 ciclos de filtração, das membranas modificadas secas à 90, 120 e 150 °C.	50
Figura 16. Processo de dessalinização do sistema de nanofiltração portátil desenvolvido.....	51

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Reagentes e compostos utilizados para modificação das membranas.	26
Quadro 2. Propriedades da membrana comercial de poliamida (PA).	26
Quadro 3. Amostras caracterização via DSC.	35
Quadro 4. Amostras das membranas modificadas para caracterização via DRX, Raman e MEV.	41

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Resultados da análise gravimétrica da dispersão de óxido de grafeno (OG).....	35
Tabela 2. Resultados Id, Ig e Id/Ig das amostras caracterizadas via Raman.	44

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
1.1 Objetivo Geral	20
1.2 Objetivos Específicos	20
1.3 Justificativa	21
1.4 Fundamentação Teórica	22
1.4.1 Óxido de grafeno (OG).....	22
1.4.2 Reticulação polimérica	22
1.4.3 Sistemas de dessalinização	23
1.4.4 Dessalinização por membranas de nanofiltração.....	23
1.4.5 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e liofilização.....	23
1.4.6 Difração de Raios-X (DRX).....	24
1.4.7 Espectroscopia Raman.....	24
1.4.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	25
1.4.9 Rejeição Salina	25
2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	26
2.1 Materiais.....	26
2.2 Dispersão de OG	27
2.3 Preparação das soluções de Ácido Cítrico (AC) e Álcool Polivinílico (PVA)	27
2.4 Preparação das membranas modificadas.....	27
2.5 Desenvolvimento do Sistema de Nanofiltração Manual.....	29
2.6 Caracterizações e Testes.....	30
2.6.1 Preparação das amostras de DSC	30
2.6.2 Preparação das amostras de DRX.....	31
2.6.3 Preparação das amostras de Espectroscopia Raman.....	32
2.6.4 Preparação das amostras de MEV	32
2.7 Testes de Dessalinização	32
2.7.1 Solução Salina	32
2.7.2 Rejeição Salina	32
2.7.3 Estabilidade Mecânica.....	33
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	34
3.1 Análise Gravimétrica do OG	34
3.2 Estudo da Reticulação via DSC	35
3.3 Resultados de DRX.....	40

3.4 Resultados da Espectroscopia Raman	42
3.5 Resultados de MEV	44
3.6 Resultados do teste de estabilidade mecânica	47
3.7 Rejeição Salina e Dessalinização	49
3.7.1 Resultados do Teste de Rejeição Salina	49
3.7.2 Confeção do Sistema de Filtração e Mecanismos Químicos do Processo.....	50
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	53
4.1 Conclusões	53
4.2 Perspectivas	54
REFERÊNCIAS	55

1 INTRODUÇÃO

A demanda crescente por água, impulsionada pelo crescimento populacional, desenvolvimento econômico e consumo humano, tem gerado intensa pressão sobre os recursos hídricos mundiais. A escassez de água é uma realidade global, onde a demanda não é suprida devido ao esgotamento ou deterioração das fontes. Águas subterrâneas e outras fontes estão se esgotando mais rapidamente se comparada a reposição natural, agravada pelas mudanças climáticas. Além disso, muitas comunidades enfrentam desafios no abastecimento devido à seca, escassez e deterioração das fontes de água superficiais e subterrâneas, e da dependência de abastecimento (Liu *et al.*, 2017; Gude, 2017).

Segundo o Relatório da ONU sobre o Desenvolvimento Mundial da Água no ano de 2024, o consumo de água doce tem crescido cerca de 1% ao ano, devido ao desenvolvimento socioeconômico e às alterações nos padrões de consumo da sociedade. A agricultura é responsável por cerca de 70% do consumo de água doce, enquanto os consumos da indústria e doméstico, cerca de 20% e 10%, respectivamente (UNECLAC, 2023). De acordo com o Painel Intergovernamental sobre Mudanças Climáticas (IPCC), pelo menos metade da população global sofre com a escassez de água em uma parte do ano. Cerca de um quarto da população mundial enfrenta níveis catastróficos de estresse hídrico, pois retiram por volta de 80% de suprimento anual da água doce renovável (IPCC, 2023).

No Brasil a disponibilidade de água doce é de aproximadamente 12% das reservas superficiais do planeta. Porém, essa abundância não isenta o país de enfrentar desafios relacionados à demanda hídrica. Este cenário está relacionado aos seguintes fatores: o elevado consumo, a ocorrência de secas prolongadas, a distribuição precária da água, a inadequação dos sistemas de tratamento de água e esgoto (ETA's e ETE's) e a degradação da qualidade da água. Todos esses elementos são potencializados pelo crescimento econômico e populacional contínuo, que impulsiona a demanda e a pressão sobre o ecossistema hídrico, afetando principalmente regiões acometidas pela seca e que não possuem distribuição e tratamento de água eficientes (Silva *et al.*, 2018; Moreira *et al.*, 2021). O Semiárido Nordeste é caracterizado pelo reduzido volume de escoamento superficial dos rios, decorrente da variabilidade temporal das precipitações e de condições geológicas específicas da área, a predominância de solos rasos sobre rochas dificulta a troca hídrica entre os cursos d'água e o solo adjacente. Consequentemente, a região apresenta uma densa rede de rios intermitentes, com poucos rios perenes, destacando-se os rios São Francisco e Parnaíba (Cirilo; Montenegro; Campos, 2016; Silveira *et al.*, 2023).

Desde o século XIX, a perfuração de poços artesianos tem sido uma estratégia crucial para mitigar os efeitos da seca no Semiárido brasileiro. Contudo, um desafio persistente nessas regiões áridas está relacionado a seleção dos locais mais promissores para a obtenção de poços produtivos. A água proveniente de poços artesianos ilegais pode não estar em conformidade com os padrões de potabilidade, representando um risco sanitário significativo caso não receba tratamento adequado. Tais fontes podem conter sais diversos, microrganismos de origem fecal e outras substâncias deletérias, incluindo metais tóxicos, passíveis de contaminar as águas subterrâneas (Nunes *et al.*, 2023; Fahes *et al.*, 2025; Silvani *et al.*, 2023). O estudo realizado por Santos *et al.* (2024) apresenta resultados alarmantes em relação a contaminação de águas subterrâneas na região do Nordeste brasileiro. Nesse contexto, foram utilizadas ferramentas geoestatísticas e de geoprocessamento para avaliação e monitoramento da situação, alertando a população sobre os riscos do consumo inadequado de água proveniente de poços.

Para combater a crise hídrica, diversas abordagens são empregadas, incluindo a construção de barragens, a transmissão de água, a semeadura de nuvens, o tratamento de águas residuais, a otimização da distribuição de águas subterrâneas e, notadamente, a dessalinização (Shemer; Wald; Semiat, 2023). A dessalinização é um processo crucial que envolve a separação de sais e outras substâncias dissolvidas na água. Este método converte água salgada (seja salmoura, água do mar ou água salobra) em água doce e um subproduto altamente concentrado em sal, denominado salmoura (Esmaeilion *et al.*, 2021; Tarazona-Romero; Campos-Celador; Maldonado-Muñoz, 2022). Os métodos de dessalinização podem ser classificados em duas categorias principais, sendo aqueles que envolvem mudança de fase da água (como destilação multiefeito, destilação instantânea em múltiplos estágios e compressão mecânica de vapor), e os métodos que não envolvem mudança de fase da água, como o processo de dessalinização por membranas (Almasoudi; Jamoussi, 2024; Najim, 2022). A tecnologia de membrana é amplamente reconhecida como a mais comum e eficiente para dessalinização, sendo integrada globalmente em diversas estações de tratamento de água devido à sua viabilidade econômica e eficiência energética na mitigação da escassez hídrica (Mukherjee *et al.*, 2022; Wu *et al.*, 2025). Os processos de dessalinização por membranas surgem como uma solução promissora por sua alta eficiência energética e simplicidade de equipamentos em comparação com métodos térmicos. As membranas dessalinizadoras podem ser divididas em membranas de nanofiltração (NF), osmose reversa (OR), ultrafiltração (UF), osmose direta (OD) (baseada em concentração) e destilação por membrana (DM) (baseada em temperatura), cada uma com características e aplicações únicas para requisitos específicos de tratamento de água (Zhang *et al.*, 2025).

A problemática hídrica tem impulsionado o desenvolvimento e aprimoramento de técnicas de dessalinização, com destaque para o tratamento de água por tecnologia de separação por membranas, particularmente via NF e OR (Santos; De Souza, 2024). Esses processos são reconhecidos pela alta eficiência de separação, facilidade operacional e grande capacidade de tratamento. Em comparação a dessalinização por OR, a NF maior eficiência em termos de energia e menor custo (Silva *et al.*, 2011). A nanofiltração, é um eficaz processo de separação por membrana acionado por pressão, destacado pela capacidade de remover parcialmente sais da água, baseando-se na exclusão por tamanho e por carga, sendo especialmente eficiente para íons sulfato (Tian *et al.*, 2021). Membranas de NF são eficazes na rejeição de íons bivalentes e multivalentes, compostos orgânicos, amido, açúcar, pesticidas, herbicidas e outras macromoléculas. Considerada ecologicamente sustentável, a membrana de nanofiltração opera com baixa pressão, exigindo investimento mínimo, porém proporcionando alto fluxo de permeado, custos fixos controlados, maior retenção de sais multivalentes, alta rejeição de solutos e baixo consumo de energia (Usha *et al.*, 2025; Maroufi; Hajilary, 2023). As membranas NF comerciais mais comuns são compostas por filme fino de poliamida (PA) (Liu; Zhang; Geng, 2023).

Estudos recentes focam no desenvolvimento de membranas de filme fino de nanocompósito, utilizando por exemplo, nanomateriais de OG funcionalizados, seja pela combinação de OG com outros nanomateriais ou polímeros (Hegab; Zou, 2015; Kim *et al.*, 2018). O grafeno é como uma folha ultrafina, com a espessura de apenas um átomo de carbono. Sua organização segue um padrão hexagonal, semelhante a um favo de mel, e cada átomo de carbono se liga aos seus vizinhos (hibridização sp^2), o que permite a formação de uma ligação forte (Jena; Philip, 2022). O óxido de grafeno (OG) é definido como uma estrutura de carbono em camadas, funcionalizada com grupos que contêm oxigênio ($=O$, $-OH$, $-O-$, $-COOH$) ligados a ambos os lados da camada, bem como às bordas do plano, apresentando-se como monocamada, bicamada, poucas camadas (até cinco), multicamadas (cinco a dez) ou óxido de grafite (onze ou mais camadas). Sua síntese envolve a oxidação do grafite e posterior esfoliação do óxido de grafite, e as propriedades finais do OG estão relacionadas com o método de síntese, que determina a quantidade e o tipo dos grupos oxigenados (Jiříčková *et al.*, 2022). A funcionalização química confere efeitos sinérgicos, aprimorando a permeabilidade da membrana e propriedades antibacterianas. Embora o OG possua boa hidrofiliidade, apresenta baixa estabilidade em água (Matshetshe *et al.*, 2021; Ge *et al.*, 2023). Para superar esse problema, a reticulação polimérica surge como uma estratégia eficaz. Conforme o estudo de Sun *et al.* (2020), a reticulação química entre o álcool polivinílico (PVA) e o OG, mediada por

um agente reticulante, aprimora significativamente as propriedades físico-químicas das membranas poliméricas. Agentes reticulantes comumente empregados na fabricação de membranas de PVA incluem formaldeído, glutaraldeído, anidro maleico, ácido sulfosuccínico, succínico e AC (Zhao *et al.*, 2024; Zhang *et al.*, 2019; Pérez *et al.*, 2025). O AC, em particular, é valorizado por sua capacidade de reagir com grupos hidroxila, amina e imina de biopolímeros através de seus ácidos carboxílicos, promovendo ligações cruzadas (Birck *et al.*, 2016). A pesquisa de Huang *et al.* (2023), por exemplo, demonstrou que o uso de AC como agente reticulante na preparação de membranas dessalinizadoras melhora a hidrofilicidade e a atividade antibacteriana. Mediante a problemática hídrica, este trabalho propõe uma solução por meio do processo de dessalinização.

Esta pesquisa tem como objetivos:

1.1 Objetivo Geral

Desenvolver e avaliar membranas comerciais de poliamida modificadas com óxido de grafeno (OG) e polímeros reticulados, visando otimizar suas propriedades estruturais, mecânicas e de rejeição salina para aplicação em um sistema portátil e de baixo custo para dessalinização de água salobra.

1.2 Objetivos Específicos

- Sintetizar óxido de grafeno a partir de grafite pelo método de Hummers modificado, avaliando sua qualidade estrutural e potencial para incorporação em membranas.
- Investigar o processo de reticulação polimérica do álcool polivinílico (PVA) com ácido cítrico (AC), por meio de análises térmicas (DSC), correlacionando condições de tratamento com a estabilidade das membranas;
- Caracterizar estrutural e morfologicamente as membranas modificadas por técnicas de DRX, espectroscopia Raman e MEV, relacionando a presença do OG e do PVA reticulado com a formação de revestimentos homogêneos;
- Avaliar a estabilidade mecânica e a possibilidade de reutilização das membranas em diferentes condições de secagem, determinando os fatores que afetam sua durabilidade;

- Projetar e validar um protótipo de sistema manual de nanofiltração portátil, testando o desempenho das membranas modificadas em ensaios de rejeição salina e analisando sua aplicabilidade prática em regiões semiáridas.

1.3 Justificativa

O Semiárido de Pernambuco enfrenta uma crise hídrica agravada pelo crescimento populacional e industrial, o que gera uma demanda urgente por soluções de baixo custo para o abastecimento de água. Os sistemas atuais são ineficientes e vulneráveis, comprometidos por contaminantes e infraestruturas desgastadas, resultando em uma gestão hídrica inadequada para as necessidades da região. Comunidades remotas enfrentam insegurança hídrica devido à sua vulnerabilidade socioeconômica e ambiental. A alta concentração de sais frequentemente inviabiliza o uso de águas subterrâneas (de poços artesianos) para consumo e de efluentes industriais para reuso. Apesar dos avanços na descontaminação de outros poluentes, as tecnologias convencionais de dessalinização permanecem um desafio para muitas regiões, principalmente devido aos seus altos custos de manutenção e consumo energético, o que as torna inacessíveis.

Diante desse cenário, a presente pesquisa se justifica pela urgência em conceber alternativas realistas para a dessalinização de água salobra. O foco deste trabalho é desenvolver soluções de fácil utilização e alta acessibilidade, particularmente para municípios mais impactados pela crise hídrica. O projeto proposto baseia-se na otimização de técnicas consolidadas, que incluem a modificação de membranas porosas via reticulação polimérica do álcool polivinílico (PVA). Adicionalmente, serão conduzidos estudos sobre a eficiência do processo de dessalinização e as propriedades termomecânicas das membranas modificadas. A inovação reside na integração dessas abordagens para a produção de membranas aprimoradas com óxido de grafeno (OG), visando a dessalinização de água salobra por filtração direta. Essencialmente, o trabalho culminará na confecção e otimização de um sistema de dessalinização portátil manual que utiliza uma bomba pneumática, sem utilização de energia elétrica, e as membranas modificadas, representando uma solução autônoma e de baixo custo para o tratamento de água em regiões remotas e mais afetadas.

Esta dissertação está organizada em cinco capítulos para apresentar o estudo desenvolvido. O Capítulo 1 apresenta a introdução, objetivos, justificativa e fundamentação teórica do trabalho. O Capítulo 2 aborda a descrição detalhada dos materiais empregados, a confecção do sistema de dessalinização, das sínteses utilizadas para a obtenção das membranas

modificadas, e das técnicas de caracterização e testes aplicados para analisar as propriedades das membranas. No Capítulo 3 são apresentados os resultados decorrentes das caracterizações previamente mencionadas, assim como os testes de dessalinização e estabilidade mecânica. O Capítulo 4 condensa as conclusões obtidas a partir da análise dos resultados, e em sequência, as perspectivas. E por fim, as referências bibliográficas utilizadas.

1.4 Fundamentação Teórica

1.4.1 Óxido de grafeno (OG)

O OG pode ser sintetizado por diversos métodos, dentre eles, destacam-se três abordagens principais: os métodos de Brodie, Staudenmaier e Hummers. A principal distinção entre esses métodos está relacionada ao grau de oxidação alcançado, que varia conforme a estequiometria dos reagentes, os compostos empregados e as condições reacionais, como tempo e temperatura (Adetayo *et al.*, 2019). O método de Hummers, desenvolvido em 1958 pelos cientistas Hummers e Offeman, representou um avanço significativo, pois eles substituíram o ácido nítrico (HNO_3), utilizado anteriormente, por uma combinação de permanganato de potássio (KMnO_4), ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) e nitrato de sódio (NaNO_3) para induzir a oxidação do grafite. Atualmente, esse método é amplamente pesquisado, com modificações em seus parâmetros e componentes visando otimização, segurança e praticidade (Achache *et al.*, 2025; López-Díaz; Merchán; Velázquez, 2020).

1.4.2 Reticulação polimérica

Para melhorar as propriedades do PVA, em relação a resistência térmica, mecânica e degradação em água, o processo de reticulação polimérica é uma das alternativas mais utilizadas. A reticulação incita a interação entre as moléculas dos compostos, de maneira a formar uma rede tridimensional com ligações covalentes entre diferentes cadeias poliméricas. A reticulação limita a mobilidade das cadeias poliméricas, podendo afetar a estrutura cristalina do material, como a distribuição do tamanho dos cristais e o grau de cristalinidade (Gautam *et al.*, 2025). Os grupos hidroxilas presentes nas cadeias do PVA sofrem uma reação de esterificação em alta temperatura com a utilização de ácidos orgânicos ou anidridos, otimizando as propriedades do material (Heng *et al.*, 2020; Liu; Zhang; Guo, 2022). O AC tem sido utilizado como agente reticulante, por ser considerado atóxico e de baixo custo. Com a elevação da temperatura, o ácido esterifica os grupos hidroxila presentes nas cadeias poliméricas, formando a rede tridimensional (Ghorpade *et al.*, 2019).

1.4.3 Sistemas de dessalinização

Nos países em desenvolvimento, o custo é um fator crucial na construção de infraestruturas para o fornecimento de água potável, dada a renda familiar mais baixa. Por isso, a engenharia busca ativamente soluções que priorizem o custo-benefício e a sustentabilidade, com a dessalinização sendo uma alternativa. A relação custo-benefício dos sistemas de dessalinização é de suma importância, especialmente nessas nações, e tornou-se um dos focos dos Objetivos de Desenvolvimento do Milênio (ODM) (Armelle *et al.*, 2025). A dessalinização convencional demanda a queima substancial de combustíveis fósseis, com impactos poluentes, logo a transição para fontes de energia não poluentes, assim como o desenvolvimento de técnicas de dessalinização que não utilizem energia elétrica são, portanto, imperativas. Os sistemas de dessalinização portáteis são alternativas relevantes em situações de emergência nas quais a água potável é essencial para a sobrevivência, como desastres naturais, locais com tratamento e fornecimento de água ineficientes, e regiões afetadas pela seca (Etawil; Zhengming; Yuan, 2009; Chafidz *et al.*, 2014). Essas abordagens inovadoras transformam os sistemas de dessalinização em plataformas versáteis, eficientes e sustentáveis (Arunkumar *et al.*, 2025; Parsa *et al.*, 2025).

1.4.4 Dessalinização por membranas de nanofiltração

A utilização de membranas para dessalinização é uma tecnologia eficiente para redução da salinidade da água do mar, destacando-se em aplicações de separação e purificação. Os principais métodos incluem osmose reversa (OR), pervaporação, e nanofiltração (NF). A membrana de OR é amplamente empregada devido ao seu alto fluxo de permeação, à necessidade mínima de produtos químicos e à sua eficácia em soluções de baixa salinidade, mas apresenta alto custo de implementação. A pervaporação é um processo de dessalinização que consiste na remoção de sais de uma solução através de permeação e evaporação, sendo mais versátil que a osmose reversa. No processo de dessalinização por NF, a membrana é acionada por pressão, apresentando tamanho de poro e capacidade de corte similares às membranas de osmose reversa e de ultrafiltração. Em comparação com a OR, a NF opera sob pressões mais baixas, oferecendo fluxos de água mais elevados e exigindo menos investimento, além de apresentar altas taxas de rejeição de íons bivalentes, especialmente ânions que causam incrustações (Darmawan *et al.*, 2023; Zhou *et al.*, 2015).

1.4.5 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e liofilização

DSC é uma técnica utilizada para estudo de materiais que apresentam transição de fase em aplicações específicas, a partir da avaliação de suas propriedades térmicas, como a

temperatura de transição vítrea (T_g), temperatura de fusão, cristalização, cura, entalpia, calor específico, reticulação polimérica, dentre outros parâmetros. A caracterização via DSC também é empregada no estudo da estabilidade térmica, através do monitoramento de seu desempenho térmico ao decorrer de ciclos de fusão e solidificação (Fatahi; Claverie; Poncet, 2022). Liofilização ou “*freeze-drying*” é um processo no qual a água é congelada, seguida de sua remoção da amostra, inicialmente por sublimação (secagem primária) e, em seguida, por dessorção (secagem secundária). A liofilização é um processo de secagem no qual a água é sublimada do produto após o congelamento. É um processo de secagem aplicável primariamente à fabricação de certos produtos farmacêuticos e biológicos que são termolábeis ou de outra forma instáveis em soluções aquosas por períodos de armazenamento prolongados, mas que são estáveis no estado seco (Gaidhani *et al.*, 2015). O processo de liofilização foi empregado em algumas amostras para remoção do excesso de água e solidificação do PVA, e estudo do processo de reticulação polimérica (Li *et al.*, 2020).

1.4.6 Difração de Raios-X (DRX)

A difração de raios X (DRX) é uma técnica empregada na caracterização da posição dos átomos, de sua disposição em cada célula unitária e do espaçamento entre os planos atômicos. Essa técnica é considerada não destrutiva, podendo ser aplicada a uma gama de materiais, que incluem cerâmicas, polímeros, plásticos, metais e compósitos (Ali; Chiang; Santos, 2022).

1.4.7 Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman é uma técnica de caracterização analítica fundamentada no fenômeno do espalhamento inelástico da luz, empregada para caracterização de amostras via vibrações das ligações moleculares. Quando uma amostra é irradiada com luz laser, a maioria dos fótons é espalhada elasticamente (espalhamento Rayleigh), mantendo a mesma frequência da luz incidente, no entanto, uma fração muito pequena, aproximadamente 1 em 10^6 a 10^8 fótons, sofre espalhamento inelástico (espalhamento Raman). Este processo resulta em mudanças de frequência (desvios Raman) entre os fótons incidentes e espalhados, devido à transferência de energia entre o fóton e a molécula. A energia do fóton incidente pode ser ganha (espalhamento Raman *anti-Stokes*) por transferência de energia das moléculas para os fótons, ou perdida (espalhamento Raman de *Stokes*) por transferência de energia dos fótons para as moléculas. Os espectros Raman são construídos a partir desses desvios de frequência detectados, e cada pico presente no espectro Raman é característico de uma ligação molecular específica, o que permite a identificação molecular do componente ao gerar uma espécie de "impressão digital vibracional" única para cada substância. Esta caracterização é importante

pois permite identificar as bandas características materiais (Petersen; Yu; Lu, 2021; Orlando *et al.*, 2021).

1.4.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica utilizada para a obtenção de imagens da superfície de amostras, sendo considerada fundamental na análise de materiais porosos. Essa técnica fornece imagens detalhadas que são essenciais para a compreensão das propriedades dos materiais, sendo amplamente utilizada para análise morfológica de amostras de membranas compostas de grafite e óxido de grafeno, para estudar porosidade. (Papia; Kondi; Constantoudis, 2025; Sánchez *et al.*, 2025; Kołodziej *et al.*, 2021).

1.4.9 Rejeição Salina

A rejeição salina é um parâmetro crucial na avaliação de processos de dessalinização. Este conceito é definido pela razão entre a condutividade elétrica da solução após e antes do processo de filtração. Tal relação é fundamental, visto que os valores de condutividade elétrica estão diretamente relacionados à concentração salina presente na solução ou amostra de efluente (Mahlangu *et al.*, 2023; Anand *et al.*, 2018). Segundo o Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) (2005), os limites de salinidade nacional e internacional, para água doce e salobra são de, 500 mg/L e 30.000 mg/L, respectivamente.

2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

2.1 Materiais

Para obtenção da dispersão de óxido de grafeno e das soluções de PVA e AC, foram utilizados os reagentes presentes no Quadro 1:

Quadro 1. Reagentes e compostos utilizados para modificação das membranas.

Reagente e composto	Pureza	Fornecedor
Ácido Cítrico ($C_6H_8O_7$)	99,5%	Dinâmica química contemporânea
Ácido Clorídrico (HCl)	37%	Química Moderna
Álcool Polivinílico PVA	-	Sigma Aldrich
Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) P. A	95 – 98%	Nova Química
Grafite em pó	99,5%	Sigma Aldrich
Permanganato de Potássio ($KMnO_4$)	100%	Merk
Peróxido de Hidrogênio (H_2O_2)	30%	Vetec
Sulfato de Magnésio ($MgSO_4$) P. A	98%	Êxodo Científica

Fonte: elaborada pelo próprio autor.

A membrana comercial de microfiltração de poliamida (PA) foi escolhida para atuar como substrato de suporte para filtração, obtida através do fabricante Fitrilo Equipamentos Científicos. O Quadro 2 contém as informações, apresentadas pelo fornecedor, referentes as membranas.

Quadro 2. Propriedades da membrana comercial de poliamida (PA).

Descrição	PA
Material	Nylon
Diâmetro	47 mm
Porosidade	22 μm
Peso	0,5 g

Fonte: elaborada pelo próprio autor.

Todos materiais e soluções produzidas, assim como nos processos de limpeza de equipamentos e utensílios, foram realizados com água deionizada (DI).

2.2 Dispersão de OG

O OG foi produzido conforme o método de Hummers modificado, baseado nos estudos realizados por Porangaba *et al* (2023) e Araújo *et al* (2019). A síntese da dispersão de OG ocorreu em cinco etapas principais. Primeiro, 1 g de grafite em pó e 25 mL de ácido sulfúrico foram misturados em um béquer e agitados por 10 minutos (agitação magnética) sob controle de temperatura à 10 °C em banho de gelo. Em seguida, 3 g de permanganato de potássio (KMnO₄) foram adicionados lentamente durante 20 minutos, mantendo a agitação. A terceira etapa envolveu a continuação da agitação por mais 6 horas a 35 °C, após a remoção do béquer do banho de gelo. Na quarta etapa do processo, 46 mL de água DI foram adicionados lentamente, seguidos por 150 mL de água DI de maneira rápida (totalizando 196 mL de água DI) e 10 mL de peróxido de hidrogênio, com agitação por 24 horas à temperatura ambiente. Por fim, na quinta etapa foi adicionado 50 mL de ácido clorídrico a 5% à dispersão de OG, seguida por 50 mL de água DI.

Após as etapas iniciais de síntese, a dispersão foi cuidadosamente transferida para tubos *falcon* de 15 mL. Em seguida, os tubos foram colocados em uma centrífuga (Modelo DTR 1600 – Daiki) e submetidos a 8000 rpm por 10 minutos. Esse processo de centrifugação é repetido até que o pH da solução se estabilize entre 4 e 6. Antes de cada centrifugação o sobrenadante é removido e água deionizada é adicionada, até chegar à marcação de 15 mL do tubo. A dispersão obtida é submetida a um banho de ultrassom (Elma – E) à temperatura ambiente por 60 minutos

2.3 Preparação das soluções de Ácido Cítrico (AC) e Álcool Polivinílico (PVA)

A solução de álcool polivinílico foi preparada utilizando 1,5 g de polímero PVA, diluído inicialmente em 500 mL de água deionizada sob agitação mecânica e aquecimento constante de 90°C por aproximadamente 9 h. O volume final da solução foi de 332 mL, devido à evaporação da água deionizada, portanto a solução apresentou uma concentração de 4,52 g/L (Cheng *et al.*, 2017). Para preparação da solução de ácido cítrico, diluiu-se 1 g de AC em 500 mL de água deionizada, mantendo-se a solução em agitação mecânica por cerca de 5 minutos, e por fim, regulando o pH da solução para 1 utilizando uma solução de HCl.

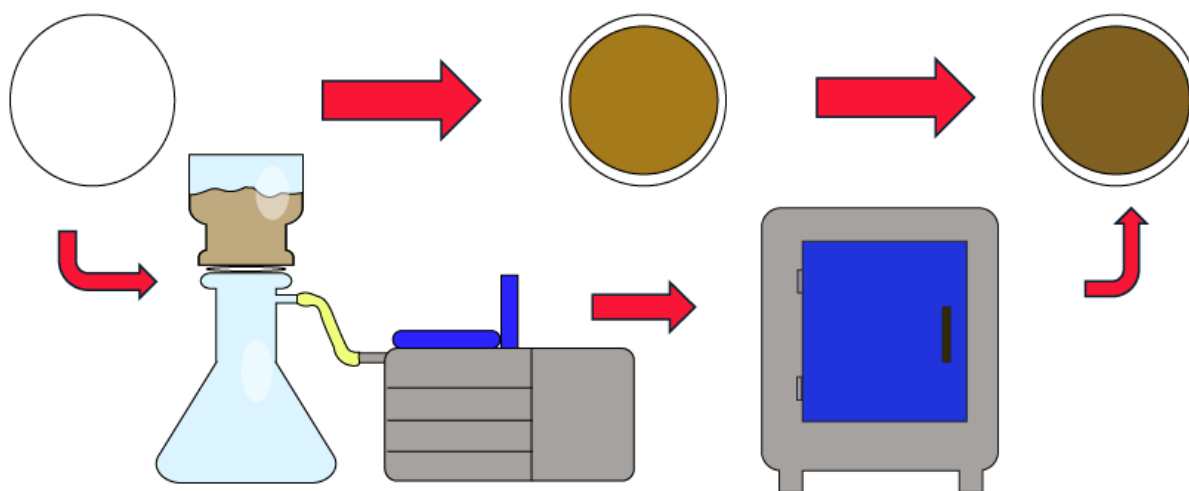
2.4 Preparação das membranas modificadas

Foram utilizadas membranas de poliamida comercial, descritas no Quadro 2, para modificação à base de PVA, AC e OG. Para preparação das membranas modificadas com 0,5 mg de OG foram estabelecidos parâmetros baseados no trabalho de Porangaba *et al* (2023). Com as soluções de álcool polivinílico (PVA), ácido cítrico (AC) e óxido de grafeno (OG) preparadas, foram estabelecidas relações mássicas para realização da mistura dos compostos,

em proporção mássica, sendo 5:1 (PVA:OG) e 10:1 (PVA:AC), mantendo a relação de volume 1:1 em ambas. Primeiramente, a solução de óxido de grafeno (0,7 g/L) foi diluída em 50 partes com água deionizada, e a solução de PVA (4,52 g/L) diluída em 30 partes, obtendo-se soluções de 0,014 mg/mL e 0,151 mg/mL, respectivamente. Levando em consideração as relações mássicas apresentadas anteriormente, a solução de impregnação utilizou 3 vezes a massa dos compostos (PVA, AC e OG), sendo uma solução para preparação de 3 membranas. Logo, 107 mL de dispersão de OG, à concentração de 0,014 mg/mL, foram adicionados a um béquer, em seguida, 49,5 mL de solução de PVA diluída à 0,151 mg/mL, e 1,5 mL de ácido cítrico à 0,5 g/L foram adicionados, totalizando uma solução de 158 mL. Para preparação de uma membrana modificada, 52,67 mL da solução é aferida em bureta, e posta em um béquer que é submetido à agitação mecânica por cerca de 10 min. A solução segue então para um sistema de filtração à vácuo para deposição nas membranas comerciais.

A Figura 1, representa o processo de impregnação das membranas. Neste processo, uma membrana comercial é posta no sistema de filtração à vácuo, evitando vazamentos e danos ao material, em seguida 52,67 mL da solução é despejada na parte superior do sistema, e a bomba de vácuo é acionada. O processo leva em torno de 8 horas para impregnação total da membrana, em seguida a membrana modificada é retirada do sistema e colocada em uma placa Petri para pré-secagem à temperatura ambiente por 24 h. A secagem e reticulação final foi realizada via estufa, utilizando 3 variações de temperatura, 90°C, 120°C e 150°C, com base nas análises DSC, ambas por 24 h, para posteriores análises térmicas e mecânicas.

Figura 1. Esquema do processo de preparação das membranas modificadas: Membrana comercial de poliamida, impregnação via filtração à vácuo, pré-secagem a temperatura ambiente por 24 h, secagem via estufa (90, 120 e 150 °C) por 24 h.



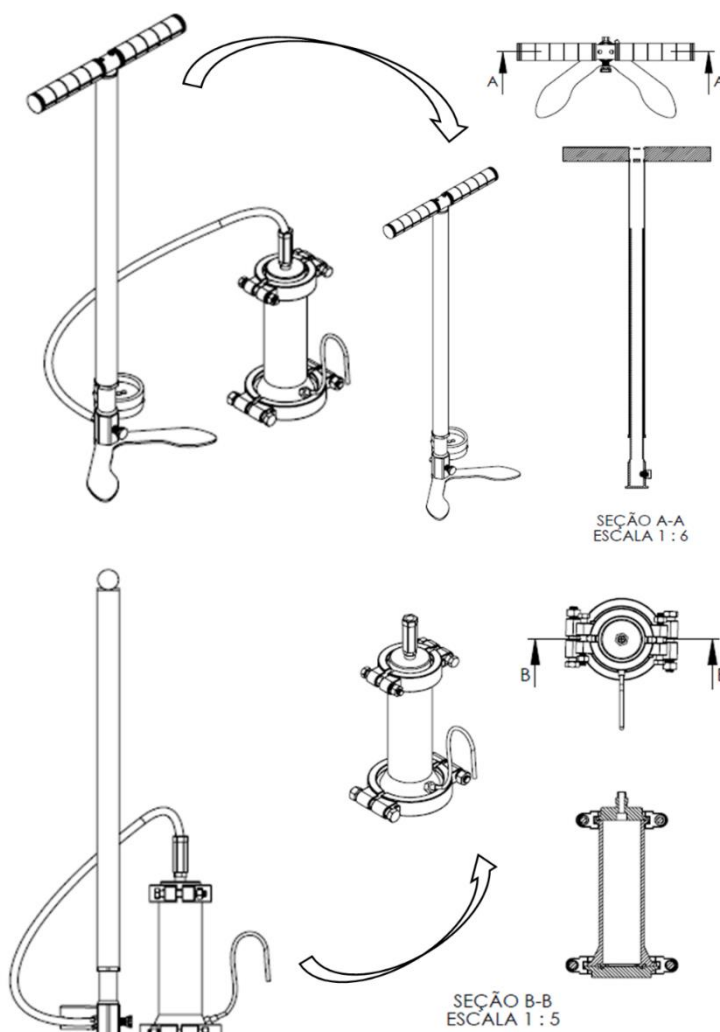
Fonte: elaborada pelo próprio autor.

2.5 Desenvolvimento do Sistema de Nanofiltração Manual

Construiu-se o sistema de dessalinização portátil por membranas modificadas, ilustrado pela Figura 2. Este é composto por uma célula de filtração conectada a uma bomba pneumática manual. Para um controle preciso, a bomba inclui um manômetro e um filtro de umidade. As membranas previamente modificadas por meio de impregnação são depositadas dentro da célula de filtração. Através do trabalho da bomba pneumática, há a aplicação direta, pressionando a solução salina contra a membrana, resultando na obtenção do filtrado.

O sistema desenvolvido é composto por uma célula de filtração Sterlitech HP4750 Stirred Cell, acoplada à uma bomba manual para carabinas modelo AS-77 (Daiblen) com manômetro embutido. Para confecção do sistema foram utilizados elementos de fixação (parafusos, arruelas) para acoplar as partes.

Figura 2. Sistema de dessalinização manual adaptado (à esquerda); Perspectiva isométrica e vista lateral do sistema (à direita).



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

2.6 Caracterizações e Testes

2.6.1 Preparação das amostras de DSC

As amostras de PVA, AC e PA foram retiradas diretamente dos reagentes comerciais armazenados à temperatura ambiente. No preparo da amostra OG, 50 mL da dispersão de óxido de grafeno (OG) é despejada em um tubo *falcon* de 50 mL, e posteriormente a amostra é mantida no refrigerador por 24 h para posterior secagem via liofilizador, modelo LUCA-LIO3 da empresa Lucadema, à temperatura de -40 °C, que devido à alta quantidade de água, permaneceu no equipamento por aproximadamente 168 h. A preparação das amostras restantes envolveu a formulação de uma solução polimérica de PVA e uma solução de AC. Inicialmente, 1,5 g de polímero de PVA foram dispersos em 500 mL de água deionizada. Essa mistura foi então submetida a agitação mecânica por 8 horas a aproximadamente 90 °C (Cheng *et al.*, 2017). Após o período de agitação, observou-se uma redução do volume da água por evaporação, resultando em um volume final de 149 mL e, conseqüentemente, em uma concentração final de PVA de 10,07 g/L. Paralelamente, a solução de ácido cítrico foi preparada pela diluição de 0,375 g de AC em 100 mL de água deionizada, atingindo uma concentração de 3,75 g/L. O pH dessa solução foi ajustado para 1,0 utilizando uma solução de HCl.

Para a amostra PVAF (solução de PVA com secagem via liofilizador), 15 mL da solução de PVA (10,07 g/L) foi despejada em um tubo *falcon* de 15 mL, seguindo os mesmos parâmetros de secagem por liofilização da amostra OG. Foi utilizada a relação mássica para junção das soluções, onde 5:1 (PVA:OG) e 10:1 (PVA:AC), mantendo a relação de volume 1:1 em ambas; as amostras A1, A2 e A3 foram preparadas com base na relação mássica do PVA e AC, apresentada previamente, onde 3,73 mL de PVA (10,07 g/L) e 10 mL de AC (3,75 g/L), pós agitação, foram adicionados a 3 placas de Petri, e cada uma foi submetida a diferentes temperaturas de secagem via estufa (90, 120 e 150 °C) por 24 h. As amostras B1, B2 e B3, seguiram o mesmo processo de mistura com base na relação mássica, com adicional de 10,7 mL da dispersão de OG (0,7 g/L), e secagem de 3 amostras via estufa à 90 °C, 120 °C e 150 °C, respectivamente. Para as amostras com PVA+AC+OG liofilizadas (C1, C2 e C3), a base foi a mesma das soluções das amostras B1, B2 e B3, alterando a relação mássica para 2:1, 5:1 e 10:1 em relação ao PVA:AC para preparação das amostras C1, C2 e C3, respectivamente, seguindo para secagem via liofilizador à -40 °C por 168 h.

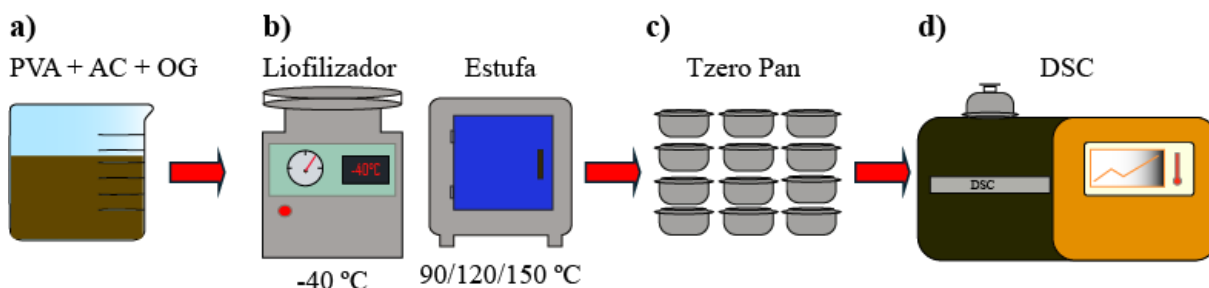
Todas as amostras de filme de PVA foram pesadas, com massa variando entre 5,0 mg e 10,0 mg, e então colocadas em recipientes de alumínio para a análise no DSC. As amostras foram postas na célula do equipamento, que é alimentado por gás nitrogênio, e posteriormente,

através do software TRIOS que é responsável pela execução do processo, foram configurados os parâmetros de temperatura e taxa de aquecimento:

- Temperatura inicial 25° C;
- Aquecimento até 260° C com taxa de aquecimento de 10° C/min;
- Resfriamento até 25° C com taxa de resfriamento de 10° C/min;
- Aquecimento até 260° C com taxa de aquecimento de 10° C/min.

O processo foi monitorado a partir do gráfico gerado simultaneamente com a caracterização pelo software TRIOS, assim como suas variáveis, como temperatura da célula, taxa de aquecimento, fluxo de gás, fluxo de calor. A Figura 3 apresenta o esquema da preparação e caracterização das amostras DSC.

Figura 3. Esquema da preparação das amostras para caracterização via Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC): a) Síntese da solução de PVA+AC+OG para preparação das amostras b) Métodos de secagem utilizados (lioofilizador e estufa) c) Pesagem das amostras d) Configuração dos parâmetros da caracterização.



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

2.6.2 Preparação das amostras de DRX

Para as análises por difração de raios X (DRX), foi utilizado um equipamento Bruker – D8 Advance com radiação Cu K α ($\lambda=0,15418$ nm). Os parâmetros operacionais para as análises consistiram em uma varredura angular (2θ) de 5 a 80°, com uma velocidade de varredura de 0,2°/s. O equipamento está localizado no Centro Multiusuário de Pesquisa e Caracterização de Materiais (CEMUPEC), da Universidade Federal Rural de Pernambuco. Foram separadas membranas modificadas com PVA:AC:OG com secagem à temperatura ambiente e com secagem à 90, 120 e 150 °C, membrana de PA pura e o filme de OG (dispersão de OG posta em placa de Petri para secagem em estufa à 80 °C) para DRX. As mostras de membranas e filme OG foram seccionadas com auxílio de uma tesoura, e postas em um porta amostras de acrílico, para realização da caracterização.

2.6.3 Preparação das amostras de Espectroscopia Raman

As análises de espectroscopia Raman foram conduzidas utilizando um espectrômetro Raman modelo Xplora (Horiba), acoplado a um microscópio. Para a excitação das amostras, empregou-se um laser com comprimento de onda de 785 nm, com uma abertura de feixe de 1200 nm e uma potência de apenas 1%. Para análise, as membranas modificadas foram cortadas cuidadosamente com uma tesoura, e presas em placas de vidro polidas, para efetuar a caracterização. O equipamento está localizado no Centro Multiusuário de Pesquisa e Caracterização de Materiais (CEMUPEC), da Universidade Federal Rural de Pernambuco.

2.6.4 Preparação das amostras de MEV

Para as análises, empregou-se um equipamento TESCAN VEGA3, dotado de um sistema de emissão termiônica de tungstênio, operando com uma diferença de potencial de 5 kV e uma magnificação de 2,5-15 kx. Este MEV é funcional para operações tanto em alto quanto em baixo vácuo. Para realizar a caracterização, as membranas PVA:AC:OG e pura foram seccionadas com auxílio de uma tesoura, e utilizando uma pinça para dobrar as membranas de maneira que possibilite a visualização da secção transversal. Em seguida as amostras foram submetidas ao processo de metalização e, em sequência, postas no equipamento. O microscópio está localizado no Centro Multiusuário de Pesquisa e Caracterização de Materiais (CEMUPEC), da Universidade Federal Rural de Pernambuco.

2.7 Testes de Dessalinização

2.7.1 Solução Salina

Para avaliar a capacidade de dessalinização das membranas comerciais de poliamida (PA) modificadas, foram elaboradas soluções aquosas contendo o sal bivalente sulfato de magnésio ($MgSO_4$). Cada ensaio foi conduzido com uma solução de $MgSO_4$ recém-preparada, utilizando água deionizada, em uma concentração de 2 g/L e volume de 0,1 L. Para garantir a reprodutibilidade e a confiabilidade dos resultados, foram feitas novas soluções para cada membrana analisada.

2.7.2 Rejeição Salina

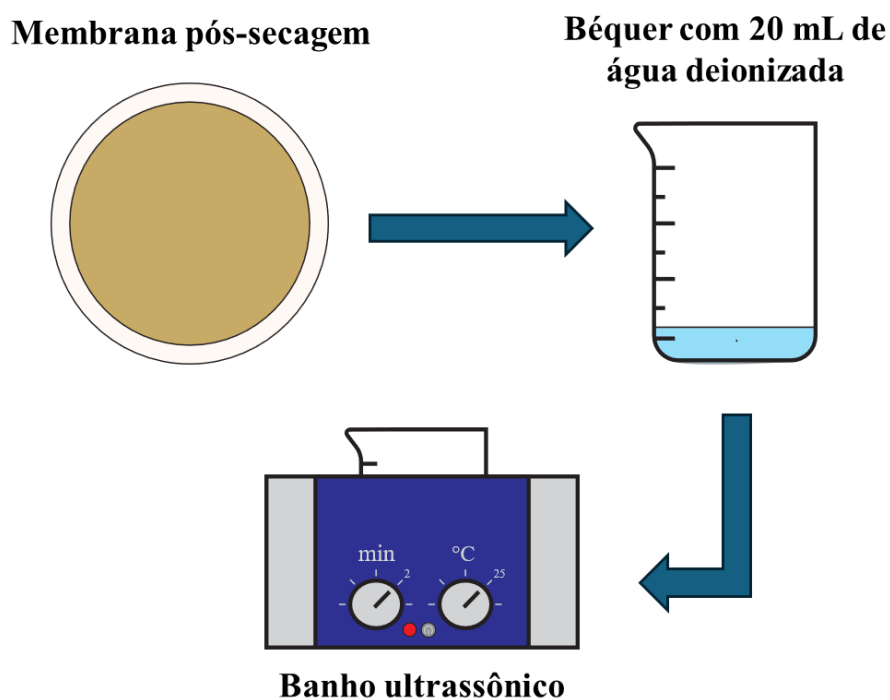
A avaliação do comportamento das membranas secas à diferentes temperaturas (90, 120 e 150 °C) foi realizada por meio de ensaios de reutilização em múltiplos ciclos de filtração no sistema de dessalinização manual. Onde a membrana é cuidadosamente posta na parte inferior interna da célula de filtração, para que não danifique a superfície modificada da membrana. Cada membrana foi submetida a cinco testes de filtração sequenciais. A cada ciclo,

correspondente à filtração de 100 mL da solução salina, a condutividade da solução salina era aferida antes e após a filtração por meio de um condutivímetro, e a membrana e célula de dessalinização eram removidas e lavadas cuidadosamente com água deionizada antes do próximo reuso (Porangaba *et al.*, 2023).

2.7.3 Estabilidade Mecânica

As membranas modificadas foram avaliadas quanto à sua estabilidade mecânica através de um teste de ultrassom, e teste de ciclagem. Estes ensaios, que permitem a análise visual da degradação superficial da membrana ao longo do processo. As membranas foram imersas em um béquer de 500 mL contendo 20 mL de água deionizada. Subsequentemente, foram submetidas a banho ultrassom (Elma – E) com frequência sônica de 40 kHz por 2 minutos, à temperatura ambiente (Sun *et al.*, 2020; Gomes, 2021; Porangaba *et al.*, 2023). A Figura 4 apresenta o esquema seguido para os ensaios de estabilidade mecânica das membranas modificadas.

Figura 4. Esquema do ensaio de estabilidade mecânica das membranas modificadas.



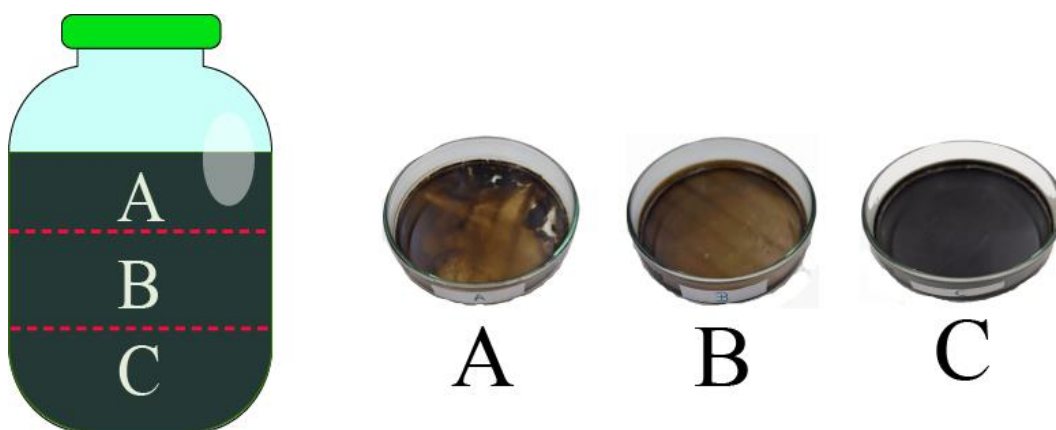
Fonte: elaborada pelo próprio autor.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Análise Gravimétrica do OG

A concentração do OG sintetizado foi determinada por meio de análise gravimétrica. Três placas de Petri vazias foram inicialmente pesadas. Em seguida, alíquotas de 10 mL foram coletadas de três profundidades distintas do recipiente de armazenamento da solução de OG, conforme representado na Figura 5. Cada alíquota foi então despejada em uma placa de Petri individual e submetida a secagem em estufa a 80°C por 24 horas. Após a secagem completa, as placas de Petri contendo o óxido de grafeno seco foram pesadas novamente. As amostras foram classificadas como A, B e C, conforme ilustrado na Figura 5, permitindo o cálculo da massa de OG presente em cada alíquota e, conseqüentemente, a concentração da solução.

Figura 5. Representação das áreas utilizadas para coleta das amostras na determinação da concentração (g/L) da dispersão de óxido de grafeno (OG) produzida.



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

Os resultados da massa e concentração de OG presentes na dispersão foram calculados a partir das Equações 1 e 2, respectivamente.

$$\text{Massa de OG (g)} = \text{Placa + OG (g)} - \text{Placa de Petri vazia (g)} \quad (1)$$

$$\text{Concentração OG } \left(\frac{\text{g}}{\text{L}}\right) = \frac{\text{Massa de OG (g)}}{\text{Volume (L)}} \quad (2)$$

A Tabela 1 apresenta os resultados referentes ao cálculo da concentração de óxido de grafeno (OG).

Tabela 1. Resultados da análise gravimétrica da dispersão de óxido de grafeno (OG).

Amostra	Placa de Petri vazia (g)	Placa + OG pós secagem (g)	Massa de OG (g)	Concentração (g/L)
A	19,553	19,560	0,007	$0,7 \pm 0,01$
B	20,599	20,607	0,008	$0,8 \pm 0,01$
C	19,525	19,531	0,006	$0,6 \pm 0,01$
Média	19,801	19,899	0,007	$0,70 \pm 0,01$

Fonte: elaborada pelo próprio autor.

3.2 Estudo da Reticulação via DSC

O Quadro 3, apresenta a nomenclatura e processos que envolvem as amostras voltadas para caracterização via DSC.

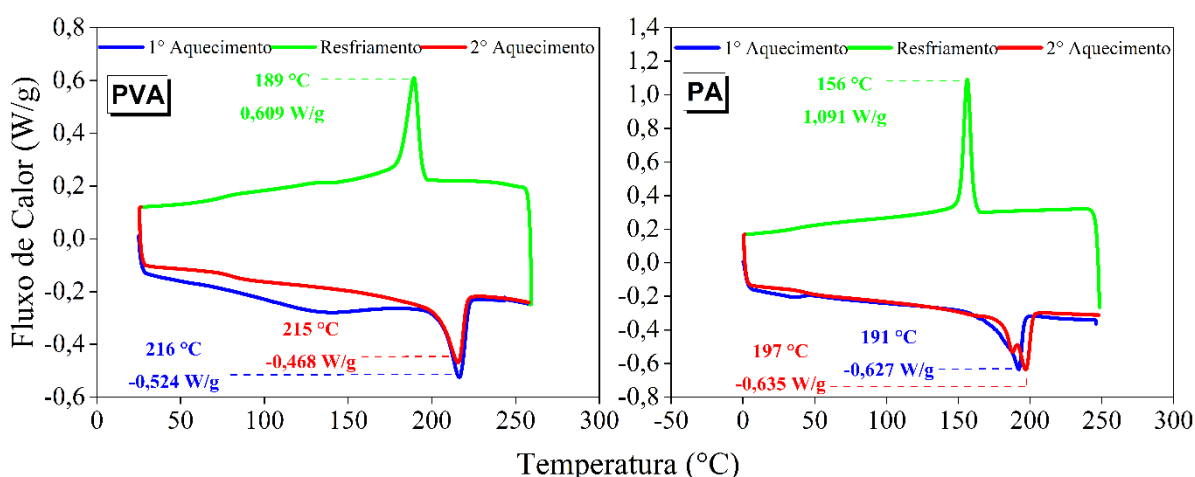
Quadro 3. Amostras caracterização via DSC.

Método	Amostra
PVA puro (pellet) - temperatura ambiente (25 °C)	PVA
Membrana PA - Temperatura ambiente (25 °C)	PA
Ácido cítrico puro em pó - temperatura ambiente (25 °C)	AC
Óxido de grafeno - Secagem à 40 °C no liofilizador (168 h)	OG
PVA + AC - Secagem à 90 °C na estufa (24h)	A1
PVA + AC - Secagem à 120 °C na estufa (24 h)	A2
PVA + AC - Secagem à 150°C na estufa (24 h)	A3
PVA + AC + OG - Secagem à 90 °C na estufa (24 h)	B1
PVA + AC + OG - Secagem à 120 °C na estufa (24 h)	B2
PVA + AC + OG - Secagem à 150 °C na estufa (24 h)	B3
PVA + AC + OG (2:1) - Secagem à -40 °C no liofilizador (168 h)	C1
PVA + AC + OG (5:1) - Secagem à -40 °C no liofilizador (168 h)	C2
PVA + AC + OG (10:1) - Secagem à -40 °C no liofilizador (168 h)	C3

Fonte: Elaborada pelo próprio autor.

Os procedimentos para a produção de filmes de PVA para caracterização por DSC, foram baseados nas técnicas de confecção de membranas modificadas com OG (Porangaba *et al.*, 2023), com algumas modificações em processos e parâmetros específicos. O objetivo principal foi analisar os eventos térmicos que ocorrem em membranas modificadas, com especial atenção ao processo de reticulação. A Figura 6 ilustra os ciclos de primeiro aquecimento, resfriamento e segundo aquecimento das amostras puras de PVA (álcool polivinílico) e PA (poliamida), que são os polímeros constituintes da membrana modificada. Visto que se tratam de polímeros termoplásticos, o segundo aquecimento é considerado uma representação mais precisa das propriedades térmicas intrínsecas do material (Callister; Rethwisch, 2012). Isso ocorre porque o primeiro ciclo de aquecimento e resfriamento permite a remoção de impurezas voláteis e a estabilização do histórico térmico da amostra, minimizando sua influência nas transições térmicas subsequentes.

Figura 6. Gráficos dos 3 ciclos DSC das amostras PVA (à esquerda) e PA (à direita): Primeiro aquecimento, resfriamento e segundo aquecimento.



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

No gráfico da amostra de PVA, observa-se uma temperatura de transição vítrea (T_g) próxima a 65 °C durante o primeiro aquecimento, o ponto de fusão do polímero é identificado a 216 °C, adicionalmente, uma variação endotérmica próxima a 100 °C indica a fusão da água residual presente no material (Patel; Bajpai; Keller, 2014). Em seguida, durante o resfriamento, a amostra de PVA exibe um pico exotérmico à 189 °C correspondente ao processo de cristalização, no segundo aquecimento, notam-se variações na temperatura de transição vítrea (T_g) para 67 °C e na temperatura de fusão para 215 °C. Essas alterações são atribuídas à

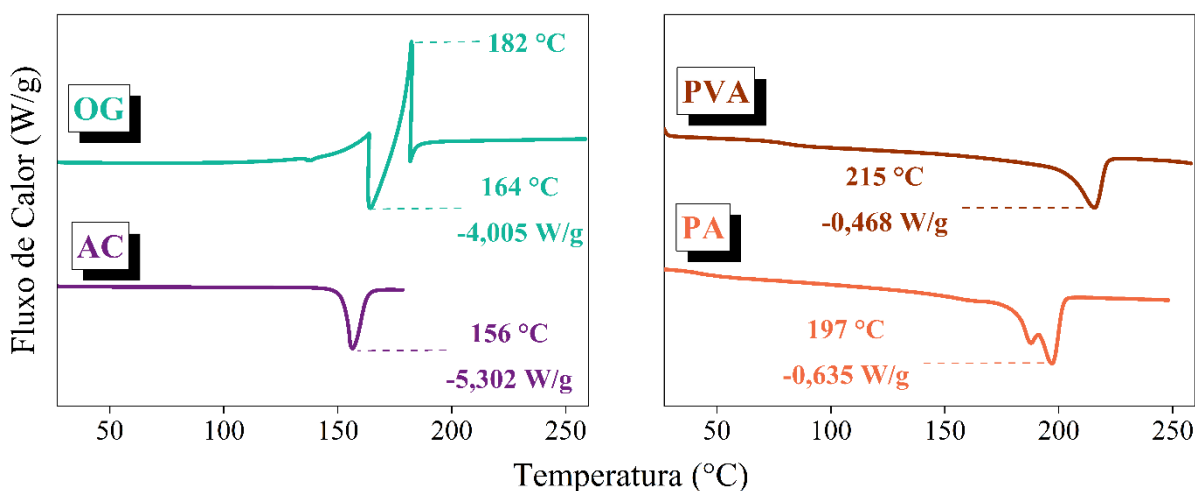
minimização de impurezas durante o primeiro ciclo de aquecimento (Falqi *et al.*, 2018; Menczel *et al.*, 2009).

A caracterização térmica da amostra de poliamida (PA) revelou um comportamento complexo durante os ciclos de aquecimento e resfriamento. No primeiro ciclo de aquecimento, foi identificado um ponto de fusão a 191 °C e uma temperatura de transição vítrea (T_g) a 55 °C. Durante o resfriamento subsequente, a amostra de PA exibiu um pico exotérmico a 156 °C, indicativo do processo de cristalização do material. No segundo aquecimento, foram observados dois picos endotérmicos, um proeminente a 197 °C e um secundário a 186 °C, semelhante aos picos encontrados por Baniasadi *et al* (2021) para uma amostra de copoliamida, que é um tipo específico de poliamida derivada da combinação de diferentes monômeros, pois esses múltiplos picos de fusão sugerem a presença de diferentes formas cristalinas dentro da estrutura polimérica da PA. Os resultados obtidos permitiram a compreensão do comportamento térmico dos compostos poliméricos. Em uma etapa subsequente, foi realizada uma análise comparativa dos componentes presentes na solução de impregnação: óxido de grafeno (OG), ácido cítrico (AC) e álcool polivinílico (PVA). Essa análise, detalhada na Figura 7, teve como objetivo principal identificar os eventos térmicos específicos presentes nas amostras reticuladas, contribuindo para a elucidação dos processos de interação e modificação induzidos pela impregnação.

No primeiro gráfico a amostra OG apresenta um vale endotérmico entre 130-164 °C referente a eliminação da água residual alocado nas galerias expandidas de óxido de grafeno, seguido por um crescente pico exotérmico que indica a redução (desfuncionalização) do óxido de grafeno (Patil *et al.*, 2014). Na amostra de ácido cítrico (AC), vemos o ponto de fusão do ácido orgânico à 156 °C, devido ao baixo ponto de fusão do composto, o parâmetro da caracterização foi alterado para esta amostra, diminuindo a temperatura máxima do aquecimento para 170 °C (Dhibar *et al.*, 2023).

No segundo gráfico são apresentados os resultados do segundo aquecimento das amostras PVA e PA separados, para um estudo mais específico em comparação ao gráfico completo ilustrados anteriormente. Nesse gráfico, é possível notar com clareza as temperaturas de transição vítrea (T_g) das amostras PVA e PA, com valores de aproximadamente 67 °C e 55 °C, assim como os pontos de fusão, em 215 °C e 197 °C, respectivamente. Além disso, o gráfico reforça o indício da presença de diferentes monômeros na composição da poliamida, reforçando que o composto seja do tipo copoliamida (Baniasadi *et al.*, 2021).

Figura 7. Gráficos da caracterização DSC das amostras puras: curvas de primeiro aquecimento das amostras de óxido de grafeno (OG) e ácido cítrico (AC) à esquerda; curvas de segundo aquecimento das amostras de álcool polivinílico (PVA) e poliamida (PA) à direita.

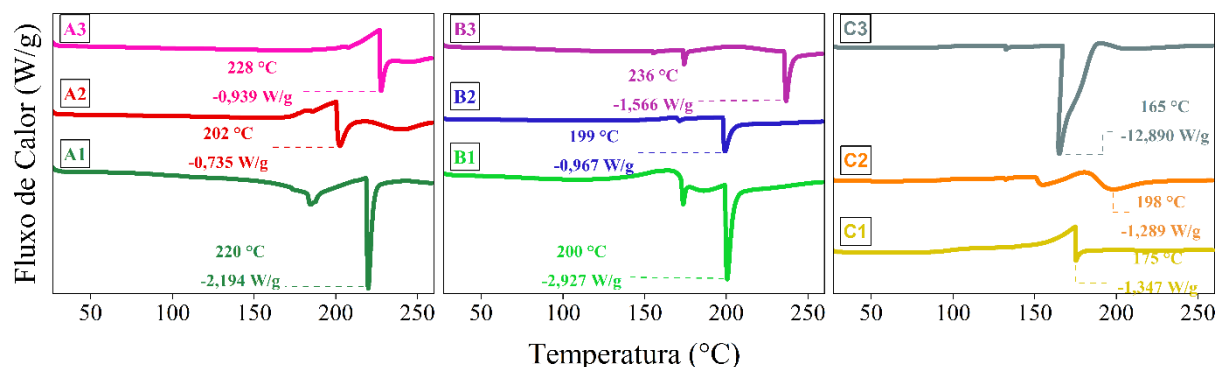


Fonte: elaborada pelo próprio autor.

A Figura 8 ilustra os resultados dos termogramas de primeiro aquecimento de amostras das soluções de PVA:AC:OG submetidas a processos de secagem por estufa e liofilização. O objetivo principal deste estudo foi analisar as variações nos eventos térmicos do provocadas pelo tratamento térmico do material, visando investigar o processo de reticulação polimérica. Como o processo de reticulação necessita de aquecimento para ser propagado, a ideia de secar as amostras via liofilização tem como objetivo observar em tempo real as variações térmicas da reação através da caracterização DSC (Yagizatli; Sahin; Ar, 2022).

As curvas correspondentes às amostras A1, A2 e A3 representam o comportamento de composições de álcool polivinílico (PVA) e ácido cítrico (AC) secas em estufa por 24 horas a diferentes temperaturas, sem a adição de óxido de grafeno (OG). Essa abordagem permitiu isolar e observar o efeito da reticulação nos eventos térmicos dos materiais testados. O ensaio evidenciou a influência do método e das temperaturas de secagem nas amostras, com variações notáveis nos valores das temperaturas de fusão do PVA (220, 202 e 228 °C) e nos valores de fluxo térmico (-2,194; -0,735; -0,939 W/g).

Figura 8. Gráficos DSC de primeiro aquecimento das amostras de PVA:AC com secagem via estufa à 90, 120 e 150 °C (A1, A2 e A3); Amostras de PVA:AC:OG com secagem via estufa à 90, 120 e 150 °C (B1, B2 e B3); amostras PVA:AC:OG com secagem via liofilizador à - 40 °C com diferentes proporções mássicas de PVA:OG, 2:1, 5:1 e 10:1 (C1, C2 e C3).



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

Destaca-se que a amostra A2, seca a 120 °C, apresentou o menor valor absoluto de fluxo de calor durante sua transição térmica (-0,735 W/g), correspondente ao ponto de fusão do PVA. As amostras B1, B2 e B3 referem-se a soluções de PVA:AC:OG secas em estufa a diferentes temperaturas. Nesses termogramas, observa-se uma variação próxima à temperatura de 160 °C, diferenciando-as das amostras anteriores. Essa variação é atribuída à presença da dispersão de óxido de grafeno (OG) na solução. Tais eventos térmicos são indicativos da remoção da água residual das cadeias de óxido de grafeno, seguida pela redução do óxido de grafeno, resultando em variações no fluxo de calor e na temperatura entre cada amostra, a queda na temperatura de fusão pode ser resultado da diminuição das interações intermoleculares entre os grupos hidroxila durante a reticulação, devido ao menor número de ligações de hidrogênio entre as cadeias poliméricas (Fraga *et al.*, 2023).

As amostras C1, C2 e C3 compreendem soluções de PVA (álcool polivinílico), AC (ácido cítrico) e OG (óxido de grafeno), submetidas à liofilização a -40 °C por 168 horas. Essas amostras foram preparadas com diferentes relações mássicas de PVA para OG, especificamente 2:1, 5:1 e 10:1, respectivamente. Observa-se uma variação nos valores de fluxo de calor dos materiais durante seus eventos térmicos, bem como nas temperaturas de fusão do PVA em cada amostra (175, 198 e 165 °C). Comparando esses valores com o ponto de fusão do PVA puro (215 °C), levanta-se a hipótese de que a adição de ácido cítrico resultou em uma diminuição considerável nos pontos de fusão. Essa redução pode ser atribuída à diminuição da cristalinidade devido à reação de reticulação entre o PVA e o AC. Tal reticulação, por sua vez, suprime a interação das ligações de hidrogênio nas cadeias poliméricas do PVA e restringe a mobilidade das cadeias, dificultando a formação de uma estrutura ordenada a partir da solução

durante a formação do filme. Isso implica que a interação entre o PVA e o AC, mediada pela reticulação, altera fundamentalmente a organização molecular do polímero, impactando diretamente suas propriedades térmicas (Jose; Al-Harthi, 2017).

As variações nas intensidades de fluxo de calor observadas nas análises térmicas provavelmente decorrem das diferentes proporções em que as amostras foram produzidas. Notavelmente, a amostra C2 exibiu os menores valores absolutos de fluxo de calor durante seus eventos térmicos (-0,764 e -1,289 W/g) em comparação com as demais amostras. Os resultados apresentados na Figura 7 indicam que a amostra A2 (seca em estufa a 120 °C por 24 h) demonstrou a menor variação de fluxo de calor em relação às outras, um comportamento similar ao observado na amostra C2, que foi seca por liofilização. Uma análise aprofundada do gráfico da Figura 7 permite inferir que a amostra B2, com um valor de fluxo térmico de -0,967 W/g, representa o material com maior estabilidade térmica, isso se fundamenta no princípio de que, quanto menor o valor absoluto do fluxo de calor, menor será a absorção ou liberação de energia durante suas transições térmicas, indicando uma maior estabilidade (Ghanbari; Picken; Van Esch, 2023; Khoshooei; Fazlollahi; Maham, 2019).

3.3 Resultados de DRX

A difração de raios X (DRX) foi empregada para identificar as fases cristalinas presentes no material base da membrana, a poliamida (PA), bem como nos compostos utilizados na modificação das membranas de dessalinização: álcool polivinílico (PVA), ácido cítrico (AC) e óxido de grafeno (OG). O Quadro 4 detalha as membranas selecionadas para análise por difração de raios-X (DRX), e também para as caracterizações Raman e MEV. Os padrões apresentados foram utilizados para calcular as distâncias interplanares através da Lei de Bragg (Equação 3) (Elton; Jackson, 1966):

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

sendo $n = 1$ e isolando d , temos a Equação 4:

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (4)$$

onde: d é a distância interplanar entre as camadas do componente; θ é o ângulo de difração; e λ é o comprimento de onda da radiação.

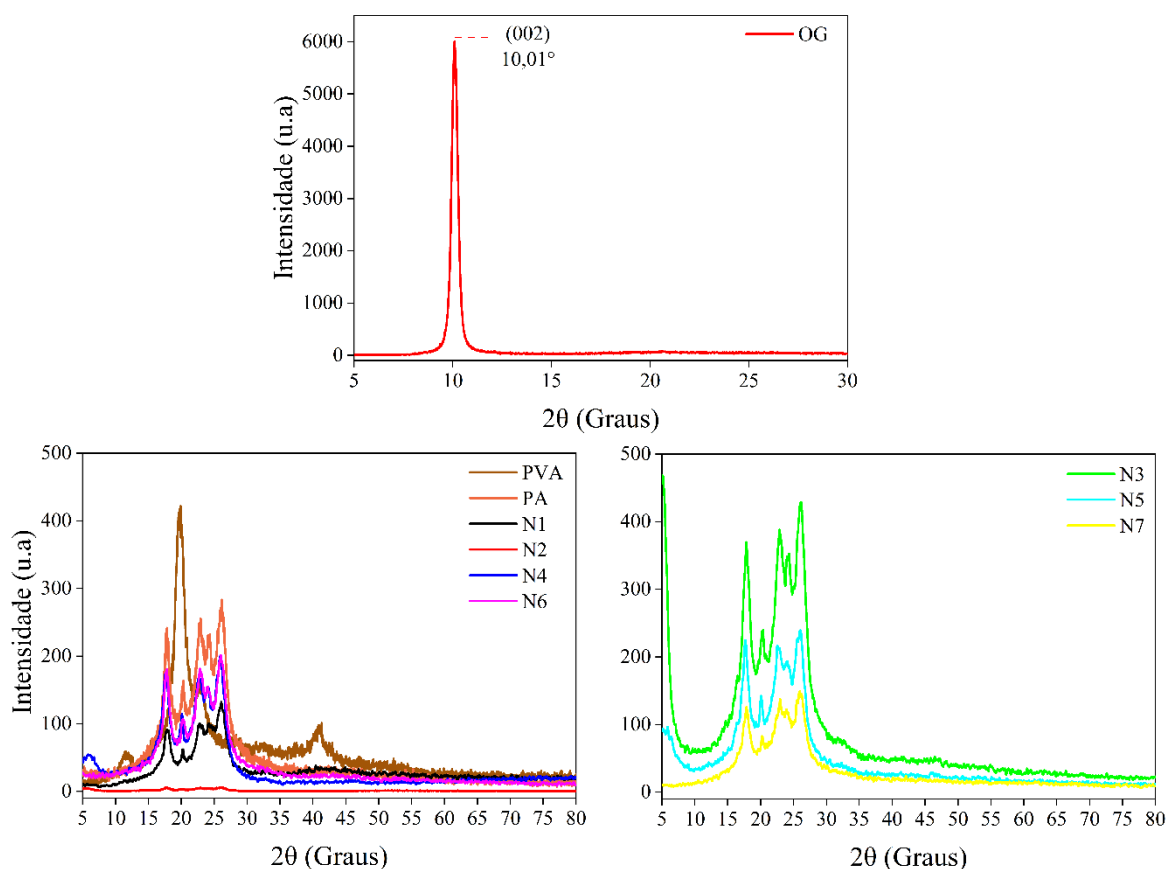
Quadro 4. Amostras das membranas modificadas para caracterização via DRX, Raman e MEV.

Método	Amostra
Dispersão de óxido de grafeno (OG)	OG
PVA puro (pellet)	PVA
Membrana comercial de PA pura	N0
Membrana modificada – Sem secagem (25 °C)	N1
Membrana modificada – Secagem à 90 °C na estufa (24 h)	N2
Membrana modificada (pós filtração) – Secagem à 90 °C na estufa (24 h)	N3
Membrana modificada – Secagem à 120 °C na estufa (24 h)	N4
Membrana modificada (pós filtração) – Secagem à 120 °C na estufa (24 h)	N5
Membrana modificada – Secagem à 150 °C na estufa (24 h)	N6
Membrana modificada (pós filtração) – Secagem à 150 °C na estufa (24 h)	N7

Fonte: elaborada pelo próprio autor.

A Figura 9 exibe os resultados dos difratogramas DRX para as amostras de OG (superior central), PVA e PA puras, além das membranas modificadas antes (N2, N4 e N6) (inferior esquerdo) e após os ciclos de filtração (N3, N5 e N7) (inferior direito). A amostra OG puro exibe um pico único em $2\theta = 10,01^\circ$, com espaçamento entre camadas (002) de 0,80 nm, calculados a partir da Lei de Bragg (Equações 1 e 2). Para as amostras reticuladas, picos em ângulos próximos a 5° puderam ser detectados, que baseado em estudos, também são atribuídos ao OG (Li *et al.*, 2020; Abdel-Aal *et al.*, 2018; Porangaba *et al.*, 2023). Na membrana de poliamida pura (PA), observam-se picos de difração bem definidos em aproximadamente 18° , 20° , 23° e 26° . De acordo com Shang, Li e Wang (2013), os dois picos principais a 20° e 23° são atribuídos à fase cristalina alfa (α) da poliamida. Os picos em 18° e 26° pode estar relacionada a outras fases semicristalinas presentes, já que se verificou através da análise de DSC tratar-se um copolímero. Esses padrões referentes à poliamida foram verificados em todas as amostras analisadas. O difratograma de raios X (DRX) do PVA (álcool polivinílico) em pó revela um único pico amplo em aproximadamente 20° , com uma significativa intensidade de ruído, indicando uma natureza semicristalina (Jose; Al-Harhi, 2017).

Figura 9. Gráficos DRX do OG (superior central); das amostras puras de PVA e PA e membranas modificadas sem secagem (N1), e com secagem na estufa à 90, 120, e 150 °C (N2, N4 e N6) (inferior esquerdo); das membranas modificadas com secagem na estufa à temperatura de 90, 120 e 150 °C (N3, N5 e N7) (inferior direito).



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

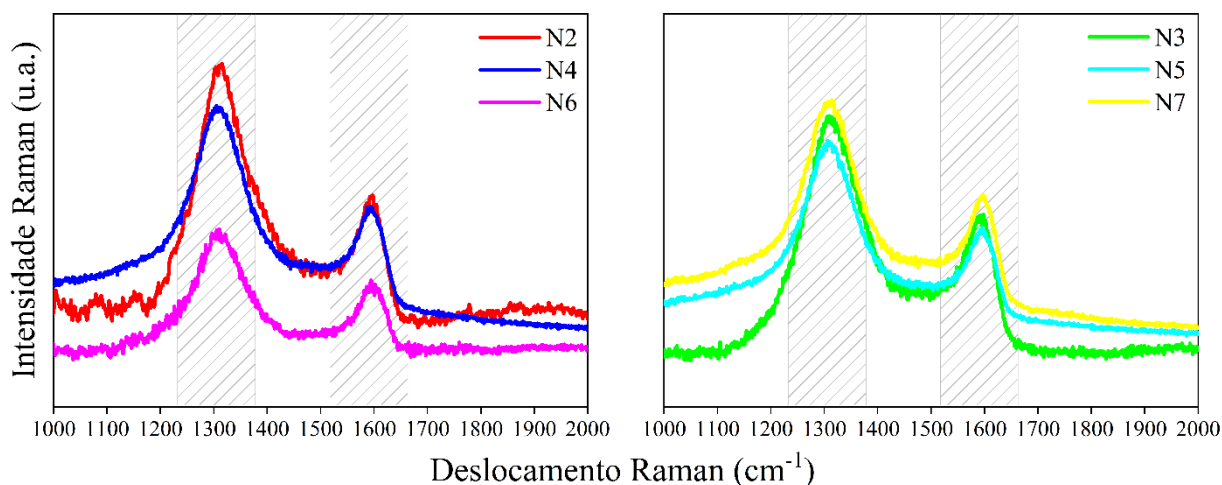
As amostras N1 (membrana modificada sem secagem) e N2 (membrana modificada com secagem a 90 °C) apresentaram baixa intensidade nos picos e uma quantidade elevada de ruídos, levando em consideração que o pico mais característico referente ao óxido de grafeno puro se encontra próximo aos $10,1^\circ$ (200).

3.4 Resultados da Espectroscopia Raman

A Espectroscopia Raman foi utilizada para investigar a estrutura química das membranas modificadas antes e após os testes de dessalinização. Para caracterização, foi utilizado laser a baixa potência (1%) devido à natureza polimérica das amostras apresentadas no Quadro 4, visando evitar a degradação do material. A Figura 10 ilustra os resultados obtidos por espectroscopia Raman, empregada para investigar a estrutura química de membranas modificadas tanto antes (N2, N4 e N6) quanto após (N3, N5 e N6) o processo de dessalinização. É importante ressaltar que a espectroscopia da amostra N1 (membrana modificada sem secagem) não pôde ser realizada, pois mesmo com a potência mínima de 1% do laser, a amostra

sofreu degradação térmica, o que gerou uma intensidade de ruído excessiva e, consequentemente, impediu uma leitura espectroscópica válida (Gonzalez-Rodriguez; Sissons; Robinson, 2011).

Figura 10. Gráficos da espectroscopia Raman das membranas modificadas com PVA:AC:OG e secas na estufa à 90, 120 e 150 °C (N2, N4 e N6) à esquerda; Resultados da espectroscopia Raman das membranas modificadas com PVA:AC:OG, secas na estufa à 90, 120 e 150 °C pós 5 ciclos de filtração (N3, N5 e N7) à direita.



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

O espectro Raman de todas as membranas modificadas apontam a presença do óxido de grafeno (OG), que exibe duas bandas principais características, a primeira, localizada próxima a 1600 cm^{-1} , corresponde ao estiramento da ligação C–C, típica de materiais à base de grafite, nomeada banda G, já a segunda banda é observada em aproximadamente 1300 cm^{-1} , decorrente da ligação de grupos funcionais como hidroxila e epóxi atreladas a estruturas de carbono, conhecida como banda D, que é relacionada aos defeitos estruturais do grafeno. Para materiais derivados de carbono grafite, as bandas Raman específicas e suas relações de intensidade (I_d/I_g) são úteis para quantificar a cristalinidade, defeitos, dopagem, deformação e arranjos atômicos (Sharma *et al.*, 2021). A Tabela 2 apresenta os resultados do cálculo I_d/I_g das amostras Raman, a intensidade foi calculada pela altura (módulo) dos picos.

Tabela 2. Resultados I_d , I_g e I_d/I_g das amostras caracterizadas via Raman.

Amostras	$ I_d $	$ I_g $	I_d/I_g
N2	1220	621	2,0±0,1
N3	688	505	1,3±0,1
N4	856	458	1,9±0,1
N5	694	408	1,7±0,1
N6	536	327	1,6±0,1
N7	788	528	1,5±0,1

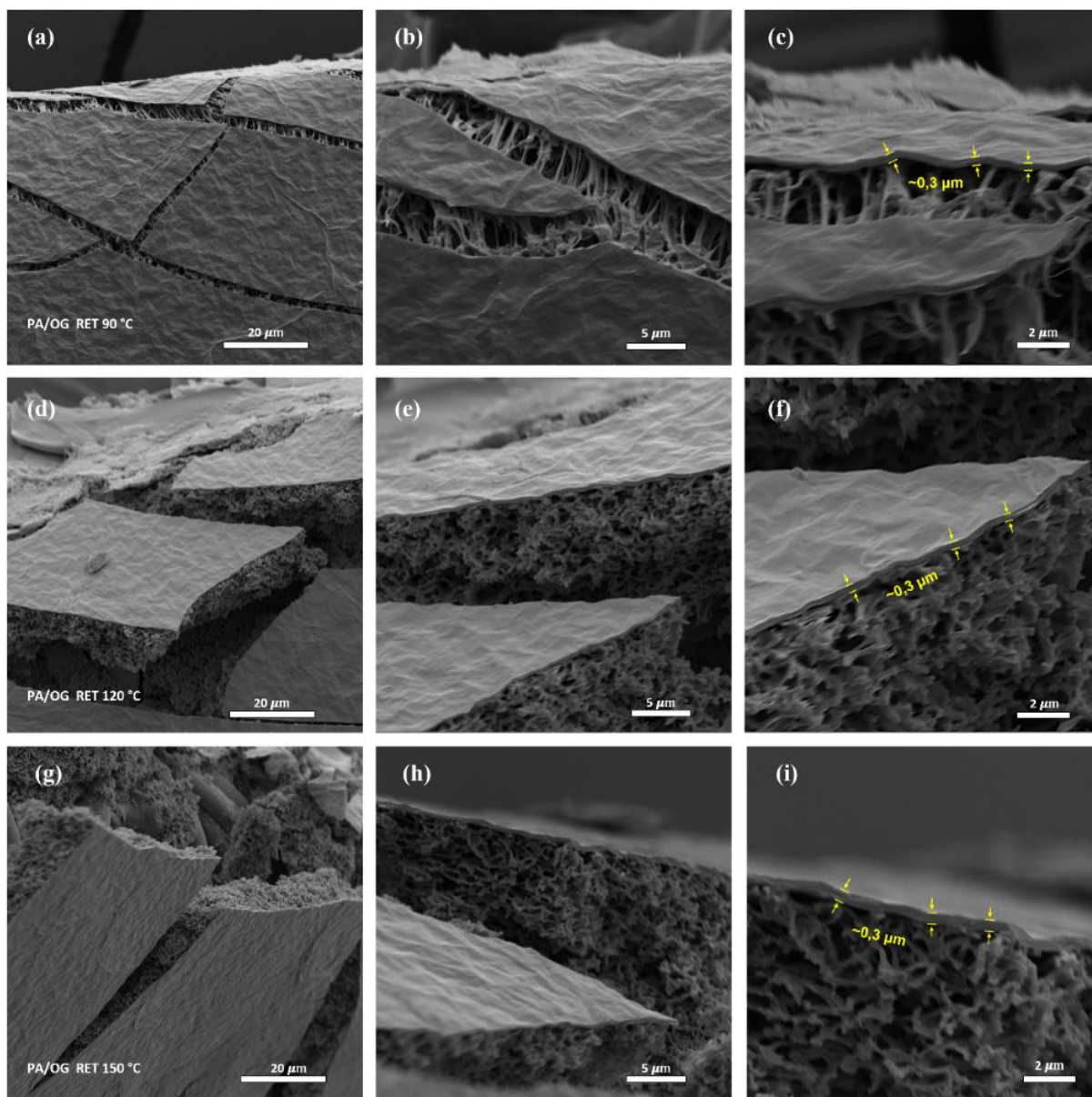
Fonte: elaborada pelo próprio autor.

Constatou-se que a intensidade dos sinais Raman tende a aumentar com o incremento da temperatura de tratamento térmico. Esse fator converge com resultados obtidos pela caracterização via calorimetria diferencial de varredura (DSC), indicando uma relação direta entre as condições de processamento térmico, a estrutura do material (Gupta *et al.*, 2022; Gourim *et al.*, 2016). Os resultados I_d/I_g mostram que as membranas modificadas secas à 90 e 120 °C apresentaram valores mais altos quando comparadas às membranas secas à 150 °C e membranas pós ciclagem, o que implica em um maior grau de cristalinidade nessas amostras, convergindo com os resultados das outras caracterizações.

3.5 Resultados de MEV

A caracterização via MEV foi empregada para investigar as modificações microestruturais induzidas nas membranas em função dos processos de secagem e ciclos de filtração. As análises abrangeram dois grupos principais, apresentados no Quadro 4: membranas modificadas sem tratamento de secagem e membranas submetidas à secagem. Para o segundo grupo, a caracterização por MEV foi realizada tanto antes dos ciclos de filtração. O objetivo primário dessa abordagem foi elucidar como a presença ou ausência de secagem, e a subsequente operação em ciclos de filtração, impactam a microestrutura das membranas modificadas. A nomenclatura das amostras foi adaptada, sendo a identificação PVA:AC:OG utilizada para referenciar as membranas modificadas, seguida pela temperatura de secagem.

Figura 11. Imagens MEV das membranas de poliamida modificadas com PVA:AC:OG secas à diferentes temperaturas. (a) superfície “1” da membrana PA:OG90 (b) superfície “2” da membrana PA:OG90 (c) cálculo da espessura do revestimento da membrana PA:OG90 (d) superfície “1” da membrana PA:OG120 (e) superfície “2” da membrana PA:OG120 (f) cálculo da espessura do revestimento da membrana PA:OG120 (g) superfície “1” da membrana PA:OG150 (h) superfície “2” da membrana PA:OG150 (i) cálculo da espessura do revestimento da membrana PA:OG150.

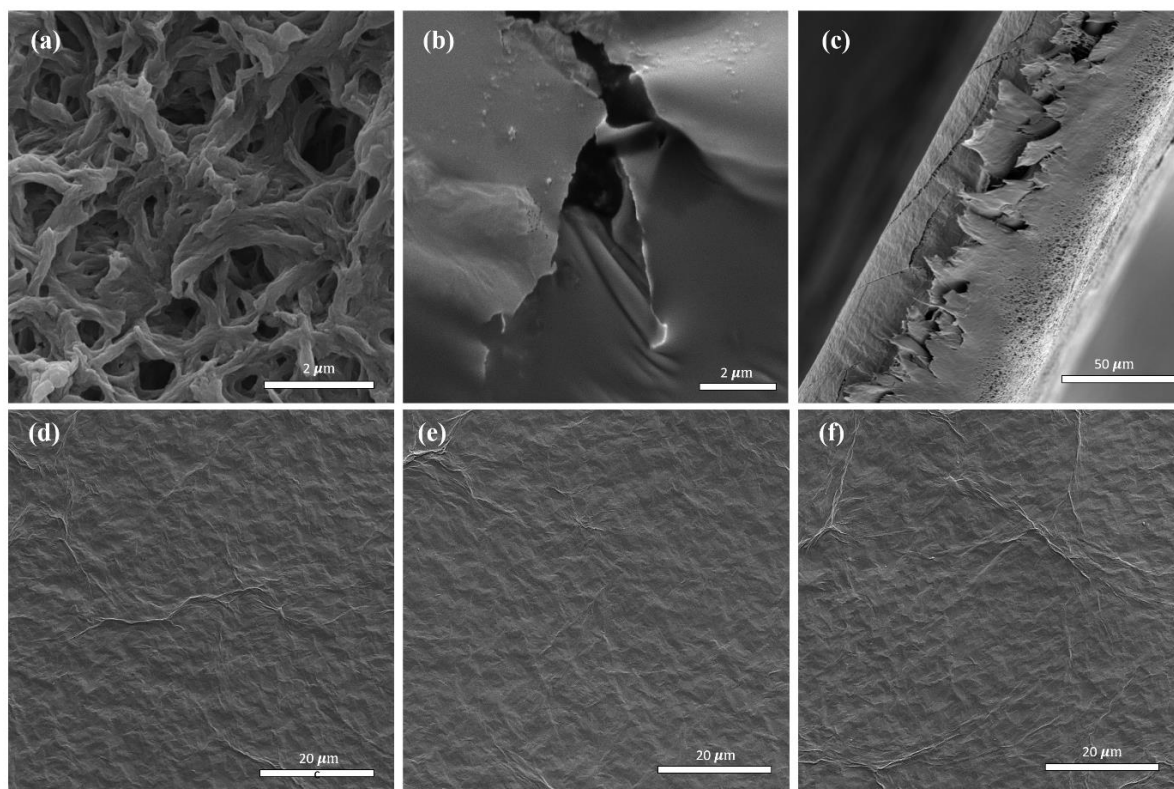


Fonte: elaborada pelo próprio autor.

As imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) apresentadas na Figura 11 (a, b e c) revelam que as membranas comerciais de poliamida modificadas com a solução de PVA:AC:OG, e secas a 90 °C, 120 °C e 150 °C, exibem uma superfície uniforme. Essa uniformidade é atribuída ao processo de reticulação polimérica do Polivinil Álcool (PVA) (Porangaba *et al.*, 2023). Ao analisar as seções transversais dessas membranas, observa-se o rompimento da superfície em determinadas áreas, o que permite a visualização da estrutura

porosa subjacente da poliamida. Esta estrutura é caracterizada por poros com dimensões variadas, abrangendo tanto a escala nanométrica quanto a micrométrica, e exibindo geometrias diversas, predominantemente ovais. A heterogeneidade na morfologia e no tamanho dos poros impede a determinação direta do diâmetro médio dos poros por meio de análise de imagens (Swaminathan *et al.*, 2013). O cálculo da espessura da camada polimérica depositada (PVA:AC:OG) foi realizado nas amostras PVA:OG90, PVA:OG120 e PVA:OG150 (c, f, i). Em todas as amostras, a espessura média da superfície polimérica foi de aproximadamente 0,3 μm . É importante ressaltar que essa consistência foi obtida mantendo as mesmas relações mássicas entre PVA:AC e PVA:OG, variando-se exclusivamente a temperatura de secagem por estufa. Adicionalmente, as análises de superfície das amostras secas a 90 °C, 120 °C e 150 °C (b, e, h) revelam uma relação inversa entre a temperatura de secagem e o tamanho dos microporos e nanoporos da poliamida: quanto maior a temperatura de secagem, menor o tamanho dos poros.

Figura 12. Imagens MEV da poliamida pura (a), óxido de grafeno (b), membrana modificada sem secagem (c), superfície da membrana modificada seca à 90 °C (d), superfície da membrana modificada seca à 120 °C (e) e superfície da membrana modificada seca à 150 °C (f).



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

A análise MEV da membrana PA (Figura 12a) revelou uma superfície não uniforme e poros com formas variadas. Essa heterogeneidade na morfologia dos poros, que compreendem tanto microporos quanto nanoporos, impediu a determinação precisa de seus diâmetros médios, um desafio também observado nas membranas modificadas. Em contraponto, as membranas modificadas pós secagem (Figura 12 d, c e f) apresentaram superfície uniforme, com poucas variações entre as mesmas.

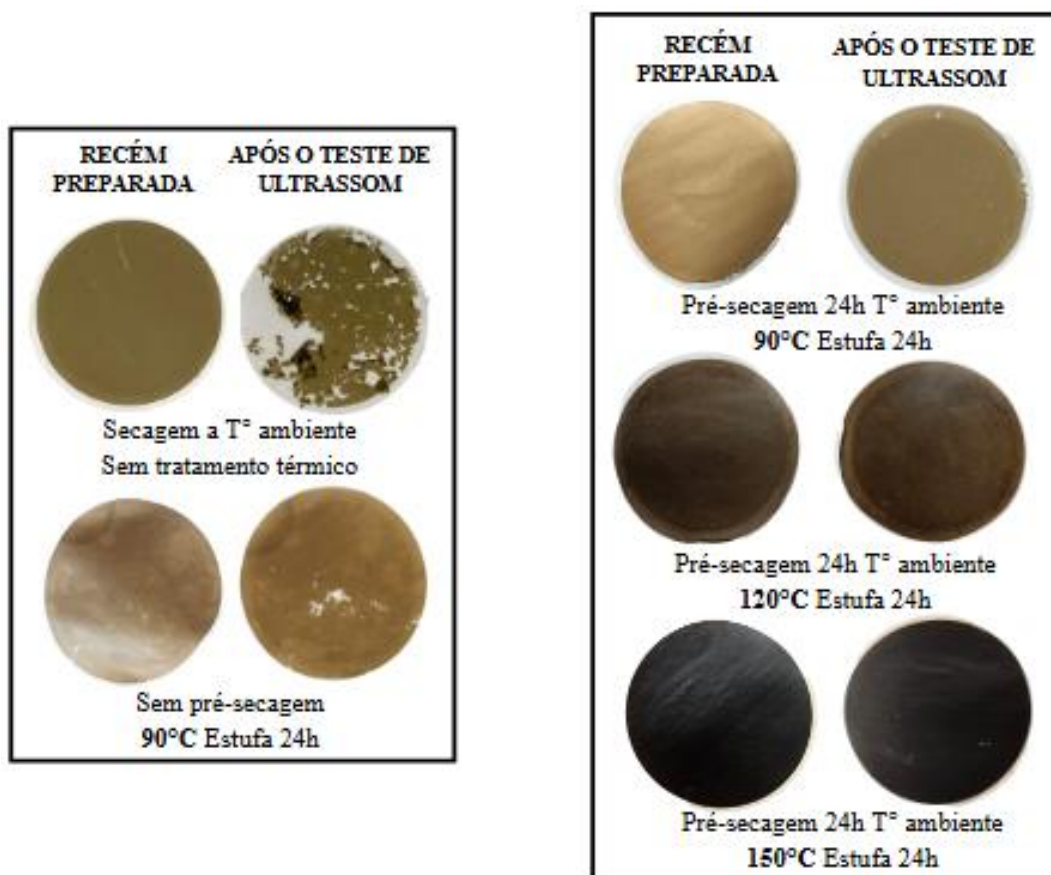
A variabilidade no tamanho dos poros é corroborada pelos resultados da calorimetria diferencial de varredura (DSC), que sugerem a natureza de copoliamida do material (Baniasadi *et al.*, 2021). Adicionalmente, a amostra OG foi caracterizada separadamente, conforme ilustrado na Figura 12b. As imagens de MEV demonstraram a morfologia característica de lâmina, resultante do empilhamento das camadas de OG, e uma superfície notavelmente uniforme. Por fim, a análise da região de corte transversal de uma membrana modificada antes da secagem (Figura 12c) forneceu insights sobre a interface entre os materiais. Esta imagem revelou a adesão superficial entre o filme fino composto por PVA:AC:OG e a membrana de poliamida (PA), indicando uma boa integração dos componentes antes do processo de secagem.

3.6 Resultados do teste de estabilidade mecânica

As membranas modificadas foram avaliadas em relação a estabilidade mecânica após banho de ultrassom, e através da ciclagem do processo. A Figura 13 apresenta os resultados visuais das membranas modificadas após processo de ultrassom. Os resultados demonstram que membranas recém-preparadas, sem qualquer tratamento térmico ou pré-secagem, sofreram danos significativos durante o processo de ultrassom. Isso evidencia a eficácia do processo de reticulação polimérica induzida pela temperatura na conferência de robustez estrutural (Jose; Al-Harhi, 2017).

Em contraste, as membranas modificadas que passaram pela etapa de pré-secagem à temperatura ambiente por 24 horas e, subsequentemente, foram secas em estufa, exibiram uma estabilidade mecânica notável. Observou-se um baixo grau de danificação na superfície do material, com apenas pequenas falhas visíveis. Comparativamente, a membrana reticulada seca a 120 °C parece apresentar o melhor desempenho sob o ensaio de estabilidade via ultrassom.

Figura 13. Imagens das membranas modificadas sem tratamento térmico e sem a etapa de pré-secagem, antes e após teste de estabilidade mecânica via ultrassom (à esquerda); imagens das membranas modificadas secas à diferentes temperaturas (90, 120 e 150 °C) antes e após o teste de estabilidade mecânica via ultrassom (à direita).



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

A Figura 14 ilustra os resultados de estabilidade obtidos ao longo de cinco ciclos de dessalinização realizados por essas membranas, fornecendo uma base visual para a compreensão de sua durabilidade em condições operacionais

Figura 14. Imagens das membranas modificadas secas à 90, 120 e 150 °C pós ciclos de dessalinização.



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

Os resultados obtidos revelaram que a temperatura de secagem exerce uma influência significativa na integridade mecânica das membranas. Observou-se que a membrana submetida à secagem a 90 °C apresentou uma perda notável do filme polimérico na região da borda. Em contrapartida, as membranas secas a 120 °C e 150 °C demonstraram uma perda consideravelmente menor. A análise da estabilidade mecânica das membranas, submetidas a um processo de ultrassom, revelou a crucial importância do tratamento térmico e da pré-secagem na modificação de membranas dessalinizadoras.

3.7 Rejeição Salina e Dessalinização

3.7.1 Resultados do Teste de Rejeição Salina

A dessalinização foi estudada a partir do cálculo de rejeição salina, levando em consideração a condutividade da solução salina antes e após o processo de nanofiltração. A metodologia para o cálculo é apresentada na Equação 5 (Malaguti *et al.*, 2024; Couto, 2017):

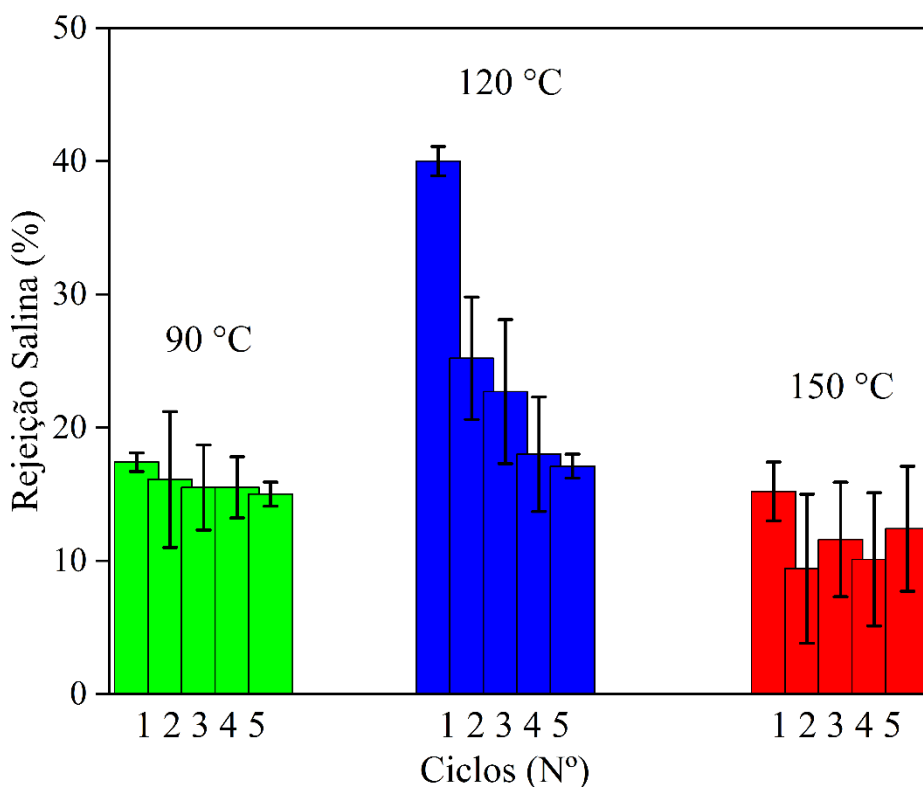
$$R (\%) = \frac{ca - cp}{ca} \times 100 \quad (5)$$

sendo: C_a a condutividade da solução de alimentação em mS/cm (Milisiemens por centímetro) e C_p a condutividade da solução permeada em mS/cm.

A Figura 15 ilustra a média dos resultados de rejeição salina de membranas modificadas ao sal $MgSO_4$, com o cálculo de erro padronizado para representar a variabilidade entre diferentes membranas preparadas sob os mesmos parâmetros e submetidas a múltiplos ciclos de filtração. O fluxo permeado médio das membranas foi de 20 mL/min. Essa padronização permite uma análise comparativa robusta da estabilidade de desempenho. A membrana reticulada a 90 °C demonstrou a maior consistência na rejeição salina ao longo de cinco ciclos de filtração. Observou-se uma variação mínima nos valores de rejeição, decrescendo ligeiramente de 17% no primeiro ciclo para 15% no quinto ciclo. Essa pequena oscilação é um forte indicativo de elevada estabilidade operacional e durabilidade, características desejáveis para aplicações em dessalinização. Em contrapartida, a membrana reticulada a 120 °C exibiu a rejeição salina inicial mais elevada, atingindo 40% no primeiro ciclo. No entanto, essa alta eficiência inicial não foi sustentada, revelando uma perda gradual e acentuada de desempenho, com a rejeição caindo para 17% no quinto ciclo. Essa diminuição progressiva sugere que, apesar do potencial inicial, a estabilidade de longo prazo desta membrana pode ser comprometida, tornando-a menos ideal para operações contínuas. A membrana reticulada a 150 °C apresentou instabilidade considerável ao longo de todo o processo de filtração. Essa flutuação significativa

no desempenho de rejeição indica que essa condição específica de reticulação pode não ser apropriada para a aplicação.

Figura 15. Gráfico da média dos resultados de rejeição salina ao sal MgSO_4 , ao decorrer dos 5 ciclos de filtração, das membranas modificadas secas à 90, 120 e 150 °C.



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

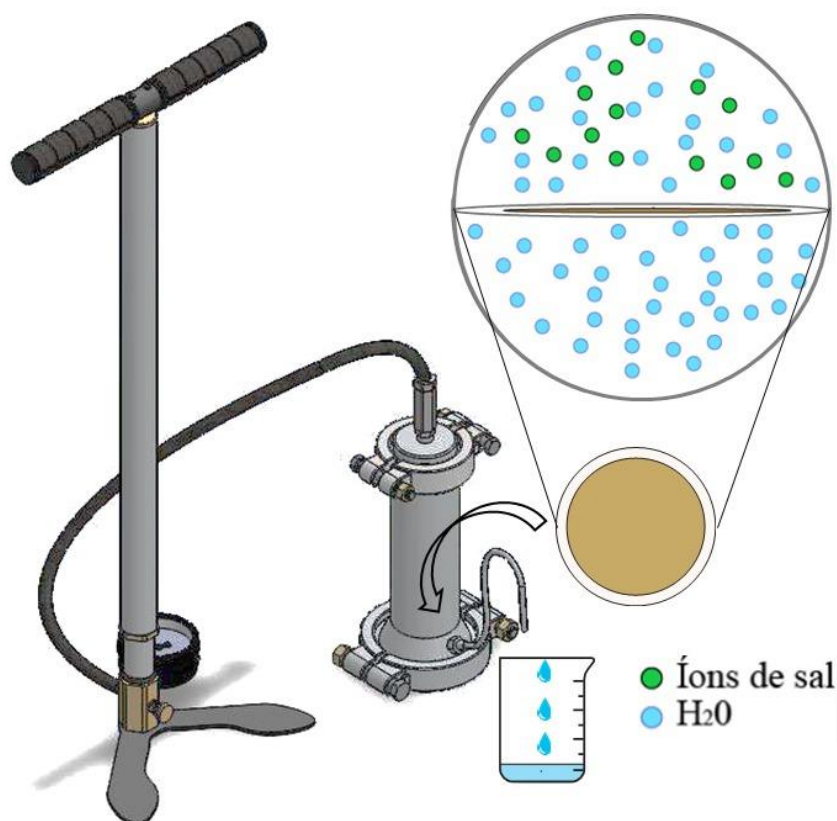
3.7.2 Confeção do Sistema de Filtração e Mecanismos Químicos do Processo

A Figura 16 aborda a representação sistemática do processo de nanofiltração direta, apresentando os detalhes e como ocorre a rejeição salina. As membranas previamente modificadas por meio de impregnação são depositadas dentro da célula de filtração. O sistema desenvolvido para dessalinização de soluções salinas e água salobra apresenta operação totalmente manual e independente de energia elétrica, o que o torna ideal para uso em campo e em contextos de municípios acometidos pela seca, com design simples e de fácil manuseio operacional.

Esse sistema visa um sistema de filtração que integre uma célula de filtração com membranas poliméricas comerciais, que assegure a alta performance na retenção de sais e durabilidade. Além da eficiência na retenção dos sais, o sistema também propõe o controle manual e preciso da pressão de filtração, com intuito de evitar danos à membrana e otimizar a

qualidade da água tratada. Em suma, os resultados obtidos reforçam o caráter promissor da tecnologia desenvolvida para membranas de dessalinização.

Figura 16. Processo de dessalinização do sistema de nanofiltração portátil desenvolvido.



Fonte: elaborada pelo próprio autor.

A camada de recobrimento observada na membrana da Figura 16 reflete as interações químicas entre o PVA, AC e OG, que são aderidos à membrana de poliamida. O AC, com suas três carboxilas, atua como agente reticulante, formando ligações cruzadas com as hidroxilas do PVA e do OG por meio de reações de esterificação. Adicionalmente, observa-se uma interação crucial entre os grupos amina da PA e as hidroxilas do OG. (Sabzi *et al.*, 2020; Porangaba *et al.*, 2023).

A adesão entre as camadas é atribuída à polimerização interfacial catalisada pela incorporação do óxido de grafeno (OG). Nesse processo, os grupos amina carregados positivamente da camada de poliamida estabelecem interações eletrostáticas favoráveis com os grupos funcionais oxigenados presentes na superfície do OG. Entretanto, é fundamental considerar que nem todas as moléculas de polímeros participam integralmente do processo de reticulação. As moléculas que permanecem não reticuladas podem se comportar como

plastificantes, e ao formarem ligações de hidrogênio com os grupos hidroxila do PVA, essas moléculas livres aumentam a mobilidade da cadeia polimérica. Embora a plastificação possa melhorar a flexibilidade do material, ela tem como consequência a redução da permeabilidade da membrana, comprometendo o transporte seletivo de fluidos (Inurria *et al.*, 2019).

No geral, esses mecanismos de interação e reticulação conferiram um aumento significativo na estabilidade química e mecânica da membrana, conforme comprovado pelos testes de estabilidade (Sobhy *et al.*, 2025). Tais resultados demonstram o potencial promissor dessas membranas para a dessalinização de águas salinas contendo tanto íons divalentes quanto monovalentes. No entanto, para maximizar seu potencial, é imperativo otimizar tanto o sistema de dessalinização quanto as membranas modificadas. Isso inclui investigações sobre a microestrutura das membranas, a otimização dos parâmetros de reticulação e a exploração de novas estratégias para aumentar a estabilidade e a rejeição salina.

Os resultados relacionados à rejeição salina levam em consideração a vazão média do sistema de filtração portátil manual é de 20 mL/min, equivalente à 1,2 L de água por hora. Essa medição foi realizada de forma manual, utilizando o sistema confeccionado, onde todos os ciclos de filtração de membranas individuais foram considerados. Levando em consideração que a média de consumo de água para ingestão e preparo de alimentos referente a uma família de quatro pessoas é em torno de 12 L, logo a operação do sistema por cerca de 10 horas seria suficiente para suprir a demanda de uma família (Ministério da Saúde, 2014).

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

4.1 Conclusões

- A síntese do óxido de grafeno foi bem sucedida, levando em consideração o processo e análises de DRX, espectroscopia Raman e MEV, que respectivamente apontam os padrões referentes ao composto e sua microestrutura. A dispersão produzida apresentou concentração de 0,75 g/L;
- Com base no estudo via DSC, as condições de processamento, foram elaboradas amostras com uma composição específica (relação em massa de 5:1 de PVA:OG e 10:1 de PVA:AC) e submetidas à secagem em estufa a 90, 120 e 150 °C. Com indícios de que a relação PVA:AC, baseada na reticulação polimérica, tende a apresentar melhor estabilidade térmica à 90 e 120 °C, pois as membranas modificadas com tratamento térmico à tais temperaturas exibiram intensidades menores no fluxo de calor. Além disso, a membrana de PA pura apresentou dois picos de fusão, indicando que trata-se de copoliamida;
- Os resultados DRX exibiram os padrões referentes ao OG de baixa intensidade, devido a proporção mássica do composto na modificação das membranas, por volta dos 5°. Além de apresentar os padrões referentes à poliamida, em 20 e 26°, validando a natureza semicristalina da membrana suporte de PA e a incorporação do óxido de grafeno através de alterações nos picos característicos. Nos resultados da espectroscopia Raman foi possível notar as bandas *d* e *g* referentes ao OG, e o calcular a razão das intensidades I_d/I_g , onde a maior cristalinidade foram das membranas modificadas à 90 e 120 °C. O MEV permitiu visualizar a morfologia da superfície da membrana, revelando uma estrutura mais homogênea após a incorporação do óxido de grafeno e PVA reticulado, com a formação de uma camada de revestimento uniforme com cerca de 0,3 µm de espessura em todas as membranas.;
- As membranas modificadas apresentaram resultados consistentes de estabilidade mecânica quando submetidas ao teste via banho de ultrassom. No entanto, ao avaliar a estabilidade mecânica das membranas após os ciclos de filtração, observou-se que as membranas preparadas a 120 °C e 150 °C demonstraram um desempenho superior em comparação com a membrana preparada a 90 °C. Sugerindo que temperaturas de reticulação mais elevadas conferem maior resistência mecânica às membranas em condições de operação prolongada;

- O Sistema de dessalinização portátil manual foi confeccionado. Com funcionamento independente de energia elétrica, utilizando membranas de nanofiltração comerciais modificadas. Ao decorrer do trabalho, uma patente foi gerada, sobre o sistema elaborado, através do Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI), cujo número do processo é BR 10 2025 013611 2;
- Os resultados de rejeição salina mostram que a membrana modificada seca à 90 °C apresentou melhor estabilidade operacional em comparação às outras, e a membrana seca à 120 °C exibiu melhores resultados de rejeição em porcentagem, com média de 40% de rejeição à MgSO_4 após o primeiro ciclo. Com base nisso, o processo de modificação das membranas e de dessalinização devem ser otimizados para posterior aplicação do sistema *in situ*.

4.2 Perspectivas

Apesar dos resultados positivos, a pesquisa também revelou desafios e oportunidades para trabalhos futuros.

- A longo prazo, a estabilidade do óxido de grafeno na matriz polimérica precisa ser investigada mais a fundo para garantir que não ocorra deteriorações do material;
- Realizar estudos sobre distintos agentes reticulantes, para melhor interação com PVA:OG;
- A otimização da dosagem do óxido de grafeno e PVA pode ser ainda mais explorada para encontrar o equilíbrio entre fluxo e rejeição salina, minimizando o custo de produção;
- Aplicação da membrana para o tratamento de outros tipos de sais, com água salobra e contaminantes.

REFERÊNCIAS

- ABDEL-AAL, S. K. *et al.* Simple synthesis of graphene nanocomposites MgO-rGO and Fe₂O₃-rGO for multifunctional applications. **Applied Physics A**, v. 124, n. 5, p. 365, 2018. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00339-018-1748-5> Acesso em: 20 jul. 2025.
- ACHACHE, M. *et al.* Synthesis, physicochemical and electrochemical characterization of graphene oxide nanosheets obtained through improved and modified Hummers methods. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 174, p. 114120, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1387700325002345> Acesso em: 18 jun. 2025.
- ADETAYO, A. *et al.* Synthesis and fabrication of graphene and graphene oxide: a review. **Open journal of composite materials**, v. 9, n. 02, p. 207, 2019. Disponível em: https://www.scirp.org/html/10-1810295_92162.htm Acesso em: 14 jul. 2025.
- ALMASOUDI, S.; JAMOSSI, B. Desalination technologies and their environmental impacts: A review. **Sustainable Chemistry One World**, v. 1, p. 100002, 2024. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2950357424000027> Acesso em: 22 jul. 2025.
- ALI, A.; CHIANG, Y. W.; SANTOS, R. M. X-ray diffraction techniques for mineral characterization: A review for engineers of the fundamentals, applications, and research directions. **Minerals**, v. 12, n. 2, p. 205, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2075-163X/12/2/205> Acesso em: 23 jul. 2025.
- ANAND, A. *et al.* Graphene-based nanofiltration membranes for improving salt rejection, water flux and antifouling – A review. **Desalination**, v. 429, p. 119-133, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916417308767> Acesso em: 19 jul. 2025.
- ARAUJO, C. M. B. *et al.* Adsorptive removal of dye from real textile wastewater using graphene oxide produced via modifications of hummers method. **Chemical Engineering Communications**, v. 206, n. 11, p. 1375-1387, 2019. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00986445.2018.1534232> Acesso em: 15 jul. 2025.
- ARMELLE, N. N. *et al.* Characterization and treatment of hospital wastewater with three lowland plants. **Desalination and Water Treatment**, p. 101486, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1944398625005028> Acesso em: 17 jun. 2025.
- ARUNKUMAR, T. *et al.* Electrical power generation and utilization in advanced desalination systems. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 210, p. 115211, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032124009377> Acesso em: 22 jul. 2025.
- BANIASADI, H. *et al.* Sustainable composites of surface-modified cellulose with low-melting point polyamide. **Materials Today Chemistry**, v. 22, p. 100590, 2021. Disponível

em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2468519421001701> Acesso em: 20 jul. 2025.

BIRCK, C. *et al.* Antimicrobial citric acid/poly (vinyl alcohol) crosslinked films: Effect of cyclodextrin and sodium benzoate on the antimicrobial activity. **LWT-Food Science and Technology**, v. 68, p. 27-35, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0023643815303637> Acesso em: 22 jul. 2025.

BRASIL. Ministério da Saúde. **Guia Alimentar Para a População Brasileira**. Brasília: Ministério da Saúde, 2014. Disponível em: https://bvsms.saude.gov.br/bvs/publicacoes/guia_alimentar_populacao_brasileira_2ed.pdf Acesso em: 15 jul. 2025.

BUENO, M. Z. **Nanofiltração e osmose inversa aplicadas à remoção de agrotóxicos (carbamatos) em águas de abastecimento: avaliação em escala de bancada**. 2013. 194 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental) – Universidade Federal de Santa Catarina, 2012. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/122612> Acesso em: 20 jul. 2025.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 8. ed. LTC. Rio de Janeiro, 2012.

CIRILO, J. A.; MONTENEGRO, S. M. G. L; CAMPOS, J. N. B. The issue of water in the Brazilian Semi-Arid Region. **Waters of Brazil: Strategic Analysis**, p. 59-71, 2016. Disponível em: https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-319-41372-3_5 Acesso em: 21 jul. 2025.

CHAFIDZ, A. *et al.* Portable and integrated solar-driven desalination system using membrane distillation for arid remote areas in Saudi Arabia. **Desalination**, v. 345, p. 36-49, 2014. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S001191641400232X> Acesso em: 18 jul. 2025.

CHENG, C. *et al.* Robust construction of a graphene oxide barrier layer on a nanofibrous substrate assisted by the flexible poly (vinylalcohol) for efficient pervaporation desalination. **Journal of Materials Chemistry A**, v. 5, n. 7, p. 3558-3568, 2017. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2021/mw/c6ta09443k/unauth> Acesso em: 21 jul. 2025.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE. **Resolução nº 357, de 17 de março de 2005**. Brasília: CONAMA, 2005. 23 p. Disponível em: https://conama.mma.gov.br/?option=com_sisconama&task=arquivo.download&id=450 Acesso em: 20 jul. 2025.

COUTO, V. **Aplicação de membranas para recuperação de água residual industrial produzida em máquina de hidrocorte**. 2017. 75 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia Nucleares) – Instituto de Engenharia Nuclear, PPGIEN, Rio de Janeiro, 2017. Disponível em: <https://www.gov.br/ien/pt-br/ensino/programa-de-pos-graduacao/dissertacoes/2017/aplicacao%20de%20membranas%20para%20recuperacao%20de%20agua%20residual.pdf/view> Acesso em: 25 jul. 2025.

DARMAWAN, A. *et al.* New design of graphene oxide on macroporous nylon assisted polyvinyl alcohol with Zn (II) cross-linker for pervaporation desalination. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 195, p. 54-64, 2023. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263876223003192> Acesso em: 21 jul. 2025.

DHIBAR, S. *et al.* A novel citric acid facilitated supramolecular Zinc (II)-metalloge: Toward semiconducting device applications. **Journal of Molecular Liquids**, v. 375, p. 121348, 2023. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167732223001514> Acesso em: 18 jul. 2025.

ELTAWIL, M. A.; ZHENGMIN, Z.; YUAN, L. A review of renewable energy technologies integrated with desalination systems. **Renewable and sustainable energy reviews**, v. 13, n. 9, p. 2245-2262, 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032109000987> Acesso em: 19 jul. 2025.

ELTON, L. R. B.; JACKSON, D. F. X-ray diffraction and the Bragg law. **American Journal of Physics**, v. 34, n. 11, p. 1036-1038, 1966. Disponível em: <https://aapt.scitation.org/doi/abs/10.1119/1.1972439?journalCode=ajp> Acesso em: 21 jul. 2025.

ESMAEILION, F. *et al.* Renewable energy desalination; a sustainable approach for water scarcity in arid lands. **International Journal of Sustainable Engineering**, v. 14, n. 6, p. 1916-1942, 2021. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/19397038.2021.1948143#abstract> Acesso em: 21 jul. 2021.

FAHES, F. *et al.* Chemical, physical and microbiological analyses of different drinking water sources among diverse governorates in Lebanon. **Scientific Reports**, v. 15, n. 1, p. 10539, 2025. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-025-89048-3> Acesso em: 23 jul. 2025.

FALQI, F. H. *et al.* Preparation of miscible PVA/PEG blends and effect of graphene concentration on thermal, crystallization, morphological, and mechanical properties of PVA/PEG (10 wt%) blend. **International Journal of Polymer Science**, v. 2018, n. 1, p. 8527693, 2018. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1155/2018/8527693> Acesso em: 23 jul. 2025.

FATAHI, H.; CLAVERIE, J.; PONCET, S. Thermal characterization of phase change materials by differential scanning calorimetry: a review. **Applied Sciences**, v. 12, n. 23, p. 12019, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2076-3417/12/23/12019> Acesso em: 23 jul. 2025.

FRAGA, G. N. *et al.* Dressings produced from PVA nanofibers containing chloramphenicol. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 674, p. 131760, 2023. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927775723008440> Acesso em: 20 jul. 2025.

GAIDHANI, K. A. *et al.* Lyophilization/freeze drying—a review. **World J. Pharm. Res.**, v. 4, n. 8, p. 516-543, 2015. Disponível em: https://wjpr.s3.ap-south-1.amazonaws.com/article_issue/1438321656.pdf Acesso em: 28 jul. 2025.

GE, R. *et al.* GO-based membranes for desalination. **Membranes**, v. 13, n. 2, p. 220, 2023. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2077-0375/13/2/220> Acesso em: 21 jul. 2025.

GHANBARI, E.; PICKEN, S. J.; VAN ESCH, J. H. Analysis of differential scanning calorimetry (DSC): determining the transition temperatures, and enthalpy and heat capacity changes in multicomponent systems by analytical model fitting. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 148, n. 22, p. 12393-12409, 2023. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10973-023-12356-1> Acesso: 22 jul. 2025.

GHORPADE, V. S. *et al.* Citric acid crosslinked carboxymethylcellulose-polyvinyl alcohol hydrogel films for extended release of water soluble basic drugs. **Journal of Drug Delivery Science and Technology**, v. 52, p. 421-430, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1773224718315107> Acesso em: 18 jul. 2025.

GOMES, D. F. **Membranas poliméricas modificadas com nanomateriais de grafeno para descontaminação/dessalinização de água**. 2021. 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Física) – Universidade Federal Rural de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física, Cabo de Santo Agostinho, 2021. Disponível em: <http://www.tede2.ufrpe.br:8080/tede2/handle/tede2/8542> Acesso em: 23 jul. 2025.

GONZALEZ-RODRIGUEZ, J.; SISSONS, N.; ROBINSON, S. Fire debris analysis by Raman spectroscopy and chemometrics. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 91, n. 1, p. 210-218, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165237011000416> Acesso em: 17 jul. 2025.

GOUMRI, M. *et al.* Tuning the luminescence and optical properties of graphene oxide and reduced graphene oxide functionalized with PVA. **Applied Physics A**, v. 122, n. 3, p. 212, 2016. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/S00339-016-9725-3> Acesso em: 20 jul. 2025.

GUDE, V. G. Desalination and water reuse to address global water scarcity. **Reviews in Environmental Science and Bio/Technology**, v. 16, n. 4, p. 591-609, 2017. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11157-017-9449-7> Acesso em: 28 jul. 2025.

GUPTA, O. *et al.* Graphene oxide-carbon nanotube (GO-CNT) hybrid mixed matrix membrane for pervaporative dehydration of ethanol. **Membranes**, v. 12, n. 12, p. 1227, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2077-0375/12/12/1227> Acesso em: 16 jul. 2025.

HEGAB, H. M.; ZOU, L. Graphene oxide-assisted membranes: fabrication and potential applications in desalination and water purification. **Journal of Membrane Science**, v. 484, p. 95-106, 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0376738815001878> Acesso em: 22 jun. 2025.

HENG, Y. *et al.* Raw cellulose/polyvinyl alcohol blending separators prepared by phase inversion for high-performance supercapacitors. **Nanotechnology**, v. 32, n. 9, p. 095403, 2020. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1361-6528/abcb62/pdf> Acesso em: 18 jul. 2025.

HUANG, S. *et al.* Effect of citric acid on swelling resistance and physicochemical properties of post-crosslinked electrospun polyvinyl alcohol fibrous membrane. **Polymers**, v. 15, n. 7, p. 1738, 2023. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2073-4360/15/7/1738#B23-polymers-15-01738> Acesso em: 23 jul. 2025.

INURRIA, A. *et al.* Polyamide thin-film nanocomposite membranes with graphene oxide nanosheets: Balancing membrane performance and fouling propensity. **Desalination**, v. 451, p. 139-147, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916418302005> Acesso em: 22 jul. 2025.

IPCC (Intergovernmental Panel on Climate Change). 2023: Summary for Policymakers. H. Lee and J. Romero (eds.), **Climate Change 2023: Synthesis Report. Contribution of Working Groups I, II and III to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change**. Geneva, IPCC, pp. 1–34. Disponível em: www.ipcc.ch/report/ar6/syr/downloads/report/IPCC_AR6_SYR_SPM.pdf Acesso em: 18 jul. 2025.

JENA, G.; PHILIP, J. A review on recent advances in graphene oxide-based composite coatings for anticorrosion applications. **Progress in Organic Coatings**, v. 173, p. 107208, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944022005057> Acesso em: 23 jul. 2025.

JIRÍČKOVÁ, A. *et al.* Synthesis and applications of graphene oxide. **Materials**, v. 15, n. 3, p. 920, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1996-1944/15/3/920> Acesso em: 20 jul. 2025.

JOSE, J.; AL-HARTHI, M. A. Citric acid crosslinking of poly (vinyl alcohol)/starch/graphene nanocomposites for superior properties. **Iranian polymer journal**, v. 26, n. 8, p. 579-587, 2017. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s13726-017-0542-0> Acesso em: 21 jul. 2025.

KIM, S. *et al.* Non-swelling graphene oxide-polymer nanocomposite membrane for reverse osmosis desalination. **Journal of Membrane Science**, v. 562, p. 47-55, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0376738818308895> Acesso em: 20 jun. 2025.

KHOSHOOEI, M. A; FAZLOLLAHI, F.; MAHAM, Y. A review on the application of differential scanning calorimetry (DSC) to petroleum products: Characterization and kinetic study. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 138, n. 5, p. 3455-3484, 2019. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10973-019-08244-2> Acesso em: 20 jul. 2025.

KOŁODZIEJ, A. *et al.* A Raman spectroscopic analysis of polymer membranes with graphene oxide and reduced graphene oxide. **Journal of Composites Science**, v. 5, n. 1, p. 20, 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2504-477X/5/1/20> Acesso em: 21 jul. 2025.

LI, Gang *et al.* A graphene oxide membrane with self-regulated nanochannels for the exceptionally stable bio-oil dehydration. **AIChE Journal**, v. 66, n. 1, p. e16753, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/aic.16753> Acesso em: 20 jul. 2025.

LI, L. *et al.* RO membrane fabricated via a facile modified heat-treating strategy for high-flux desalination. **Journal of Membrane Science**, v. 614, p. 118498, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376738820310759> Acesso em: 28 jul. 2025.

LIU, B.; ZHANG, J.; GUO, H. Research progress of polyvinyl alcohol water-resistant film materials. **Membranes**, v. 12, n. 3, p. 347, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2077-0375/12/3/347> Acesso em: 20 jul. 2025.

LIU, J. *et al.* Water scarcity assessments in the past, present, and future. **Earth's future**, v. 5, n. 6, p. 545-559, 2017. Disponível em: <https://agupubs.onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/2016EF000518> Acesso em: 28 jul. 2025.

LIU, M.; ZHANG, L.; GENG, N. Effect of interlayer construction on TFC nanofiltration membrane performance: a review from materials perspective. **Membranes**, v. 13, n. 5, p. 497, 2023. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2077-0375/13/5/497> Acesso em: 20 jul. 2025.

LÓPEZ-DÍAZ, D.; MERCHÁN, D. M.; VELÁZQUEZ, M. M. The behavior of graphene oxide trapped at the air water interface. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 286, p. 102312, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0001868620305819> Acesso em: 15 jul. 2025.

MALAGUTI, M. *et al.* Productivity, selectivity, and energy consumption of pilot-scale vacuum assisted air-gap membrane distillation for the desalination of high-salinity streams. **Desalination**, v. 582, p. 117511, 2024. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916424002224> Acesso em: 23 jul. 2025.

MAHLANGU, O. T. *et al.* Fouling of high pressure-driven NF and RO membranes in desalination processes: Mechanisms and implications on salt rejection. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 199, p. 268-295, 2023. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0263876223006020> Acesso em: 21 jul. 2025.

MAROUFI, N.; HAJILARY, N. Nanofiltration membranes types and application in water treatment: a review. **Sustainable Water Resources Management**, v. 9, n. 5, p. 142, 2023. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s40899-023-00899-y> Acesso em: 20 jul. 2025.

MATSHETSHE, K. *et al.* Antifouling and antibacterial β -cyclodextrin decorated graphene oxide/polyamide thin-film nanocomposite reverse osmosis membranes for desalination applications. **Separation and Purification Technology**, v. 278, p. 119594, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586621013022> Acesso em: 21 jul. 2025.

MENCZEL, J. D.; PRIME, B. P. **Thermal analysis of polymers: Fundamentals and applications**. Wiley. New Jersey, 2009. 704 p.

MOREIRA, F. S. *et al.* Future scenarios for the development of the desalination industry in contexts of water scarcity: A Brazilian case study. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 167, p. 120727, 2021. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0040162521001591> Acesso em: 21 jul. 2025.

MUKHERJEE, M. *et al.* Development of high performance pervaporation desalination membranes: a brief review. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 159, p. 1092-1104, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0957582022000866> Acesso em: 21 jul. 2025.

NAJIM, A. A review of advances in freeze desalination and future prospects. **Npj clean water**, v. 5, n. 1, p. 15, 2022. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41545-022-00158-1> Acesso em: 22 jul. 2025.

NUNES, D. R. C. *et al.* A robust stochastic programming model for the well location problem: The case of the Brazilian Northeast Region. **Sustainability**, v. 15, n. 14, p. 10916, 2023. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2071-1050/15/14/10916> Acesso em: 22 jul. 2025.

ORLANDO, A. *et al.* A comprehensive review on Raman spectroscopy applications. **Chemosensors**, v. 9, n. 9, p. 262, 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2227-9040/9/9/262> Acesso em: 23 jul. 2025.

PAPIA, E.; KONDI, A.; CONSTANTOUDIS, V. Machine learning applications in SEM-based pore analysis: a review. **Microporous and Mesoporous Materials**, p. 113675, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1387181125001891> Acesso em: 23 jul. 2025.

PARSA, S. M. *et al.* Understanding the role of small-scale solar desalination (solar still, humidification-dehumidification) to achieving sustainable development goals (SDGs) in developing nations: a review. **Sustainable Energy Technologies and Assessments**, v. 81, p. 104423, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2213138825002541> Acesso em: 22 jul. 2025.

PATEL, A. K.; BAJPAI, R.; KELLER, J. M. On the crystallinity of PVA/palm leaf biocomposite using DSC and XRD techniques. **Microsystem technologies**, v. 20, n. 1, p. 41-49, 2014. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00542-013-1882-0> Acesso em: 20 jul. 2025.

PATIL, V. *et al.* Graphene oxide and functionalized multi walled carbon nanotubes as epoxy curing agents: a novel synthetic approach to nanocomposites containing active nanostructured fillers. **Rsc Advances**, v. 4, n. 90, p. 49264-49272, 2014. Disponível em: Acesso em: 23 jul. 2025.

PÉREZ, G. B. *et al.* Preparation and Characterization of Polyvinyl Alcohol Films Crosslinked with Citric Acid and Reinforced with Microcellulose for Controlled Drug Release. **Materials**

Research, v. 28, n. Suppl 1, p. e20250131, 2025. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/mr/a/Fw6vz5BQjYDSMn CZJzZgNRz> Acesso em: 25 jul. 2025.

PETERSEN, M.; YU, Z.; LU, X. Application of Raman spectroscopic methods in food safety: A review. **Biosensors**, v. 11, n. 6, p. 187, 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2079-6374/11/6/187> Acesso em: 23 jul. 2025.

PORANGABA, M. A. O. *et al.* Portable desalinator using graphene oxide functionalized microporous membranes. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 193, p. 222-230, 2023. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263876223001879> Acesso em: 16 jul. 2025.

SABZI, M. *et al.* pH-dependent swelling and antibiotic release from citric acid crosslinked poly (vinyl alcohol)(PVA)/nano silver hydrogels. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 188, p. 110757, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927776519309014> Acesso em: 21 jul. 2025.

SÁNCHEZ, R. *et al.* SEM-EDS and hyperspectral images of vine leaves treated with antifungal products. **Data in Brief**, p. 111899, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352340925006237> Acesso em: 23 jul. 2025.

SANTOS, I. M.; DE SOUZA, C. A. C. Graphene oxide-based nanohybrids incorporated in nanofiltration and reverse osmosis membranes for desalination and dye separation: a review. **Frontiers of Materials Science**, v. 18, n. 4, p. 240700, 2024. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11706-024-0700-1> Acesso em: 20 jul. 2024.

SANTOS, R. S. S. *et al.* Groundwater contamination in a rural municipality of Northeastern Brazil: Application of geostatistics, geoprocessing, and geochemistry techniques. **Water, Air, & Soil Pollution**, v. 235, n. 3, p. 179, 2024. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11270-024-06972-2> Acesso em: 23 jul. 2025.

SHANG, L.; LI, X.; WANG, Y. Application of high-resolution transmission electron microscopy and electron energy-loss spectroscopy in the characterization of polymer nanotubes. **e-Polymers**, v. 2013, n. 1, p. 82-89, 2013. Disponível em: <https://www.degruyterbrill.com/document/doi/10.1515/epoly.2013.2013.1.82/html> Acesso em: 20 jul. 2025.

SHARMA, M. *et al.* Temperature dependent Raman modes of reduced graphene oxide: Effect of anharmonicity, crystallite size and defects. **Carbon**, v. 184, p. 437-444, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S000862232100806X> Acesso em: 20 jul. 2025.

SHEMER, H.; WALD, S.; SEMIAT, R. Challenges and solutions for global water scarcity. **Membranes**, v. 13, n. 6, p. 612, 2023. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2077-0375/13/6/612> Acesso em: 20 jul. 2025.

SIDDAIAH, T. *et al.* Structural, optical and thermal characterizations of PVA/MAA: EA polyblend films. **Materials Research**, v. 21, n. 5, p. e20170987, 2018. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/mr/a/3BkqHRmQv8WnmrLsnNmxbnr> Acesso em: 20 jul. 2025.

SILVA, V. *et al.* Multi-ionic nanofiltration of highly concentrated salt mixtures in the seawater range. **Desalination**, v. 277, n. 1-3, p. 29-39, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916411003195> Acesso em: 21 jun. 2025.

SILVA, W. F. *et al.* Reverse osmosis desalination plants in Brazil: A cost analysis using three different energy sources. **Sustainable cities and society**, v. 43, p. 134-143, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2210670718307819> Acesso em: 26 jun. 2025.

SILVANI, C. *et al.* Brackish water in swelling soil stabilization with lime and sugarcane bagasse ash (SCBA). **Soils and Rocks**, v. 46, p. e2023010022, 2023. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/soiroc/a/Tfvvnqzdc9wHTFzbdSRyZHp/> Acesso em: 23 jul. 2025.

SILVEIRA, N. *et al.* Temporal Analysis of Water Quality for the Nilo Coelho Reservoir, Terra Nova, Pernambuco, Brazil. **Water**, v. 15, n. 16, p. 2899, 2023. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2073-4441/15/16/2899> Acesso em: 20 jul. 2025.

SOBHAY, D. M. *et al.* High-Performance PVA/Functionalized Graphene Oxide Nanocomposite Membranes for Direct Methanol Fuel Cells. **Results in Engineering**, p. 105149, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2590123025012241> Acesso em: 25 jul. 2025.

SUN, J. *et al.* Tailoring the microstructure of poly (vinyl alcohol)-intercalated graphene oxide membranes for enhanced desalination performance of high-salinity water by pervaporation. **Journal of Membrane Science**, v. 599, p. 117838, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376738819335859> Acesso em: 15 jul. 2025.

SWAMINATHAN, E. *et al.* Separation of Ni²⁺, Cu²⁺ and Cr⁶⁺ metal ions from water by complexation micro filtration technique using synthetic polymer membranes. **Prog. Nanotechnol. Nanomater**, v. 2, n. 2, p. 47-54, 2013. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Saravanan-Nagappan-2/publication/236341009_Separation_of_Ni2_Cu2_and_Cr6_Metal_Ions_from_Water_by_Complexation_Micro_Filtration_Technique_Using_Synthetic_Polymer_Membranes/links/0a85e53759594ebfa2000000/Separation-of-Ni2-Cu2-and-Cr6-Metal-Ions-from-Water-by-Complexation-Micro-Filtration-Technique-Using-Synthetic-Polymer-Membranes.pdf Acesso em: 19 jul. 2025.

TARAZONA-ROMERO, B. E.; CAMPOS-CELADOR, A.; MALDONADO-MUÑOZ, Y. A. Can solar desalination be small and beautiful? A critical review of existing technology under the appropriate technology paradigm. **Energy Research & Social Science**, v. 88, p. 102510, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214629622000172> Acesso em: 20 jul. 2025.

TIAN, J. *et al.* Progress in research and application of nanofiltration (nf) technology for brackish water treatment. **Membranes**, v. 11, n. 9, p. 662, 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2077-0375/11/9/662> Acesso em: 20 jul. 2021.

UNECLAC. 2023. 2023 Regional water dialogues for Latin America and the Caribbean: towards the United Nations Water Conference. Santiago, UNECLAC. Disponível em:

www.cepal.org/sites/default/files/events/files/informe_dialogos_english_2may23_ns_0.pdf
Acesso em: 18 jul. 2025.

USHA, Z. R. *et al.* A comprehensive study of recent advances, challenges and factors of nanofiltration membrane in various industrial applications. **Desalination**, v. 599, p. 118461, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S001191642401172X>
Acesso em: 20 jul. 2025.

WU, S. *et al.* Next-generation desalination membranes empowered by novel materials: where are we now?. **Nano-Micro Letters**, v. 17, n. 1, p. 91, 2025. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s40820-024-01606-y> Acesso em: 23 jul. 2025.

YAGIZATLI, Y.; SAHIN, A.; AR, I. Effect of thermal crosslinking process on membrane structure and PEM fuel cell applications performed with SPEEK-PVA blend membranes. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 47, n. 95, p. 40445-40461, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319922017554>
Acesso em: 22 jul. 2025.

ZHANG, R. *et al.* High-performance sulfosuccinic acid cross-linked PVA composite pervaporation membrane for desalination. **Environmental technology**, v. 40, n. 3, p. 312-320, 2019. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/09593330.2017.1388852> Acesso em: 23 jul. 2025.

ZHANG, Y. *et al.* Evaluation of machine learning applied in membrane-based water desalination: A review. **Desalination**, p. 119041, 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S001191642500517X> Acesso em: 23 jul. 2025.

ZHAO, H. *et al.* Macromolecule crosslinked composite PVA membranes for pervaporation desalination. **Desalination**, v. 573, p. 117211, 2024. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916423008433> Acesso em: 23 jul. 2025.

ZHOU, D. *et al.* Development of lower cost seawater desalination processes using nanofiltration technologies—A review. **Desalination**, v. 376, p. 109-116, 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916415300564> Acesso em: 21 jul. 2025.