



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

MARKUS ANTONIO DE OLIVEIRA PORANGABA

Funcionalização de membranas microporosas com nanomateriais de grafeno e reticulação
polimérica para dessalinização de água

Cabo de Santo Agostinho - PE

2022

MARKUS ANTONIO DE OLIVEIRA PORANGABA

Funcionalização de membranas microporosas com nanomateriais de grafeno e reticulação polimérica para dessalinização de água

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física, Unidade Acadêmica do 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: Profa. Dra. Ana Cláudia Vaz de Araújo

Cabo de Santo Agostinho - PE

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal Rural de Pernambuco
Sistema Integrado de Bibliotecas
Gerada automaticamente, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

P832f

Porangaba, Markus Antonio de Oliveira

Funcionalização de membranas microporosas com nanomateriais de grafeno e reticulação polimérica para dessalinização de água / Markus Antonio de Oliveira Porangaba. - 2022.

100 f. : il.

Orientador: Marcos Gomes Ghislandi.

Coorientadora: Ana Claudia Vaz de Araujo.

Inclui referências e apêndice(s).

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física, Cabo de Santo Agostinho, 2022.

1. Dessalinização de água. 2. Membranas modificadas. 3. Nanofiltração. 4. Nanomateriais. 5. Óxido de grafeno. I. Ghislandi, Marcos Gomes, orient. II. Araujo, Ana Claudia Vaz de, coorient. III. Título

CDD 621

MARKUS ANTONIO DE OLIVEIRA PORANGABA

Funcionalização de membranas microporosas com nanomateriais de grafeno e reticulação
polimérica para dessalinização de água

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

Aprovada em: 30/09/2022

Banca examinadora

Prof. Dr. Marcos Gomes Ghislandi – UFRPE
Orientador

Prof. Dr. Mauricio Alves da Motta Sobrinho - UFPE
Membro Externo

Prof. Dr. Ramón Raudel Peña García– UFRPE
Membro Interno

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha mãe pelo exemplo de coragem e simplicidade.

AGRADECIMENTOS

À Deus por nortear minha vida;

À minha mãe Maria Graciene de Oliveira e meu irmão Marcondes Porangaba por estar sempre ao meu lado e pelo incentivo constante;

Ao meu companheiro de vida Luiz Fernando pela paciência, incentivo e o suporte contínuo;

À minha família e amigos que me ajudaram e me compreenderam nos momentos difíceis;

Aos meus orientadores Prof. Marcos Gomes Ghislandi e Profa. Ana Cláudia de Vaz por terem aceito esse desafio e não medirem esforços em todas as etapas deste processo;

Aos companheiros colegas do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física da Universidade Federal Rural de Pernambuco Cícera Pereira, Mariana Joyce e em especial Monaira Costa pelo suporte físico e emocional e por compartilharem todos os momentos que levaram a finalização deste trabalho;

Aos companheiros de laboratório Rafael Aldreen e Rode Tenório por todo suporte e descontração ao longo desse processo;

A meus colegas e professores do campus de engenharias e ciências agrárias da Universidade Federal de Alagoas pelo incentivo e ajuda ao longo da minha formação acadêmica e profissional;

A minha vizinha Edjane Maria e todos amigos feitos na cidade do Cabo de Santo Agostinho;

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física, a Universidade Federal Rural de Pernambuco - UFRPE e a Universidade Federal de Pernambuco – UFPE;

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES pelo apoio financeiro e à Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco - FACEPE pelo fomento e estruturação dos laboratórios de pesquisa;

A todos que de alguma forma contribuíram, meus sinceros agradecimentos.

RESUMO

Membranas poliméricas de poliamida (PA) e de éster de celulose misto (MCE) foram funcionalizadas com de óxido de grafeno (OG) e álcool polivinílico (PVA), e reticuladas com ácido cítrico. Um sistema prático de nanofiltração, utilizando estas membranas, foi projetado, desenvolvido e testado para retenção de íons de sulfato de magnésio ($MgSO_4$) e cloreto de sódio (NaCl) em soluções aquosas. As membranas foram avaliadas através de ensaios de capacidade percentual de remoção de sais e estabilidade mecânica. Para analisar as características estruturais e morfológicas do óxido de grafeno e das membranas produzidas foram utilizadas técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e difração de raio-X (DRX). O sistema de nanofiltração apresentou-se estável a pressões de trabalho entre 4-5 bar. Os resultados mostraram que o óxido de grafeno, obtido pelo método Hummers modificado, foi mais efetivo no revestimento de membranas porosas de PA do que de MCE. A estabilidade mecânica foi elevada devido a adesão dos grupos amina, presentes nas membranas de PA, às hidroxilas presentes no plano basal do OG. As membranas de poliamida modificadas com 0,75 mg de OG apresentaram o melhor desempenho nas filtrações, e foram responsáveis por retenção média de aproximadamente 55% e permeabilidade de 1,42 L/m².h.bar para o Mg^{+2} , além de retenção de 37% e permeabilidade de 2,08 L/m².h.bar para o NaCl. Além disso, podem garantir > 29% de retenção para íons de Mg^{+2} na terceira reutilização. As imagens de MEV mostraram que as membranas de poliamida revestidas com 0,25, 0,5 e 0,75 mg de OG exibiram um filme superficial de OG/PVA de aproximadamente, 0,3, 0,4 e 0,5 μm , respectivamente, na qual sua ampliação eleva a rejeição salina. Verificou-se que o grupo carboxila, presente na estrutura do ácido cítrico, reage e forma ligações cruzadas com as hidroxilas, presentes no PVA e no OG, através de uma esterificação. Estes resultados indicam que o mecanismo que domina o processo de retenção nas membranas produzidas é exclusão por tamanho, e mostraram o potencial para dessalinização de soluções com íons divalentes e monovalentes. Os avanços alcançados ao longo deste trabalho mostraram potencialidades práticas a serem aplicadas em sistemas de dessalinização portáteis.

Palavras-chave: dessalinização de água; membranas modificadas; nanofiltração; nanomateriais; óxido de grafeno.

ABSTRACT

Polyamide membrane and mixed cellulose ester were functionalized with graphene oxide and polyvinyl alcohol and cross-linked with citric acid. A practical nanofiltration system, using these membranes, was tested to retain ions of magnesium sulfate and sodium chloride in aqueous solutions. The membranes were evaluated through percent salt removal capacity and mechanical stability assays. To analyze the structural and morphological characteristics of graphene oxide and the membranes produced were used scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and X-ray diffraction (XRD). The nanofiltration system was stable at working pressures between 4-5 bar. The results showed that graphene oxide, obtained by the modified hummers method, was more effective in coating PA porous membranes than MCE. The mechanical stability was high due to the adhesion of the amine groups, present in the PA membranes, to the hydroxyl groups present in the basal plane of the OG. Polyamide membranes modified with 0.75 mg of OG showed the best performance in filtrations, and were responsible for an average retention of approximately 55% and permeability of 1.42 L/m².h.bar for Mg⁺², in addition to retention of 37% and permeability of 2.08 L/m².h.bar for NaCl. Furthermore, they can guarantee > 29% retention for Mg⁺² ions on the third reuse. SEM images showed that polyamide membranes coated with 0.25, 0.5 and 0.75 mg OG exhibited an OG/PVA surface film of approximately 0.3, 0.4 and 0.5 μm, respectively, in which its magnification increases the salt rejection. It was found that the carboxyl group, present in the citric acid structure, reacts and forms cross-links with the hydroxyl groups, present in PVA and OG, through esterification. These results indicate that the mechanism that dominates the retention process in the produced membranes is size exclusion and showed the potential for desalination of solutions with divalent and monovalent ions. The advances achieved during this work showed practical potentialities to be applied in portable desalination systems.

Keywords: water desalination; modified membranes; nanofiltration; nanomaterials; graphene oxide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação do ciclo de tratamento de água nas ETAs.....	22
Figura 2 – Valores de condutividade elétrica da água subterrânea aferidos <i>in loco</i> em poços nos estados PE, PB, CE e RN, no domínio das rochas cristalinas.	24
Figura 3 – Esquema representativo dos materiais rejeitado dos processos de separação por membranas.....	28
Figura 4 – Processos de separação por membranas e força motriz exercida.....	29
Figura 5 – Demonstrativo dos modos de filtração: perpendicular e tangencial	30
Figura 6 – Estrutura morfológica dos tipos de membranas.	31
Figura 7 – Estrutura química da poliamida.	32
Figura 8 – Estrutura química do (a) acetato de celulose e (b) nitrato de celulose.....	32
Figura 9 – Representação da preparação do óxido de grafeno.	34
Figura 10 – Interação PVA + OG, formação de ligação O-H.	36
Figura 11 – Esquema da determinação da concentração do OG.	38
Figura 12 – Esquema de obtenção da membrana modificada com OG e PVA.....	40
Figura 13 – Componentes utilizados no desenvolvimento do sistema de nanofiltração.	43
Figura 14 – Sistema de nanofiltração: (a) sistema totalmente montado e (b) sistema em perspectiva explodida.	44
Figura 15 – Óxido de grafeno: (a) na forma líquida; (b) filme de óxido de grafeno obtido da dispersão na forma sólida.	50
Figura 16 – Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura da amostra de OG-24 h: (a) ampliada 15000 vezes, e (b) ampliada 20000 vezes.	50
Figura 17 – Membranas produzidas conforme a massa de OG depositada: (a) MCE modificadas e não reticuladas, (b) MCE modificadas e reticuladas, (c) PA modificadas e não reticuladas; (d) PA modificadas e reticuladas.	52
Figura 18 – Imagens das membranas modificadas com OG após os estudos de estabilidade química e mecânica sob ultrassom.	53
Figura 19 – Microscopia Eletrônica de Varredura das membranas de poliamida pura e modificadas com OG reticuladas: (a) Superfície da membrana PA0,0 ampliada 5000 vezes, (b) PA0,0 ampliada 10000 vezes, (c) PA0,0 ampliada 30300 vezes, (d) Superfície da membrana PA0,25RET ampliada 5000 vezes, (e) PA0,25RET ampliada	

8000 vezes, (f) Corte transversal PA0,25RET ampliada 35000 vezes, (g) Superfície da membrana PA0,5RET ampliada 5000 vezes, (h) PA0,5RET ampliada 5000 vezes, (i) Corte transversal PA0,5RET ampliada 30000 vezes, (j) Superfície da membrana PA0,75RET ampliada 5000 vezes, (k) PA0,75RET ampliada 20000 vezes, (l) Corte transversal PA0,75RET ampliada 40000 vezes. 68

Figura 20 – Recobrimento de OG sob a camada de suporte da membrana poliamida: (a) MEV corte transversal membrana PA0,75/RET ampliada 80000 vezes, (b) esquema de filtração baseado no recobrimento de OG..... 70

Figura 21 – Proposta de esquema estrutural: (a) nanomateriais depositados no substrato poroso (b) efeito da interação do OG, PVA e AC no filme, e (d) interação do OG e a camada de suporte da membrana de poliamida. 71

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Difractometria de raios-X das amostras de grafite e OG.	51
Gráfico 2 – Resultados médios dos ensaios de desempenho das membranas de MCE e PA puras e modificadas com 0,25, 0,5 e 0,75 mg de OG.	58
Gráfico 3 – Avaliação dos desempenhos das membranas através de sua reutilização: (a) Ciclo A para todas as membranas MCE e PA modificadas com OG ao íon de magnésio; (b) Ciclo A para membranas MCE _{0,75} / para o íon de magnésio e PA _{0,75} /RET para íon de magnésio e sódio, e ciclo B para membrana PA _{0,75} /RET.....	62
Gráfico 4 – DRX das membranas PA _{0,0} , PA _{0,25} /RET, PA _{0,5} /RET, PA _{0,75} /RET e do polímero PVA.....	65
Gráfico 5 – FTIR do OG, PVA, das membranas PA _{0,0} , PA _{0,25} /RET, PA _{0,5} /RET e PA _{0,75} /RET.	67

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Características dos processos de separação por membranas.	28
Tabela 2 – Materiais utilizados na obtenção do OG e na síntese da membrana.....	37
Tabela 3 – Características das membranas avaliadas.	37
Tabela 4 – Diluições projetadas para modificação de membranas.....	39
Tabela 5 – Distribuição de massa em solução aquosa de OG e PVA depositadas nas membranas.	40
Tabela 6 – Distribuição de massa em solução aquosa AC aplicado na reticulação polimérica.	41
Tabela 7 – Concentração do óxido de grafeno em dispersão aquosa.	49
Tabela 8 – Resultados dos testes de desempenho para as membranas de MCE pura e membranas modificadas/reticuladas com 0,25, 0,5, e 0,75 mg de OG para solução contendo sulfato de magnésio (2 g/L).....	55
Tabela 9 – Resultados dos testes de desempenho para as membranas de PA pura e membranas modificadas/reticuladas com 0,25, 0,5, e 0,75 mg de OG para solução contendo sulfato de magnésio (2 g/L).....	57
Tabela 10 – Desempenho das membranas de PA pura e membranas modificadas 0,75 mg de OG reticulas para solução contendo cloreto de sódio (2 g/L).	60
Tabela 11 – Distâncias internucleares para os cátions testados.....	60
Tabela 12 – Desempenho de membranas sintetizadas com OG para retenção de sais.....	64
Tabela 13 – Resultado dos ensaios de adsorção aplicado a membrana PA0,75/RET.	65
Tabela 14 – Ângulos de difração de raio-X das membranas modificadas com 0,25, 0,5 e 0,75 mg de OG.	66
Tabela A1 -Testes de desempenho de membrana MCE0,0.....	91
Tabela A2 -Testes de desempenho de membrana MCE0,25/RET.	92
Tabela A3 -Testes de desempenho de membrana MCE0,5/RET.	93
Tabela A4 -Testes de desempenho de membrana MCE0,75/RET.	94
Tabela B1 -Testes de desempenho de membrana PA0,0.....	95
Tabela B2 -Testes de desempenho de membrana PA0,25/RET.....	96
Tabela B3 -Testes de desempenho de membrana PA0,5/RET.....	97
Tabela B4 -Testes de desempenho de membrana PA0,75/RET.....	98

Tabela B5 -Testes de desempenho de membrana PA0,75/RET, ciclo B.	99
Tabela B6 -Testes de desempenho de membrana PA0,75/RET com solução de cloreto de sódio.	100

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Uso da água salobra nas regiões semiáridas e os efeitos dos sais sobre as atividades	26
Quadro 2 – Procedimentos de produção de membranas modificadas com OG.	41
Quadro 3 – Itens utilizados no desenvolvimento de sistema de nanofiltração.....	43

LISTA DE SIGLAS E ABREVIACÕES

AC	Ácido cítrico
APAC	Agência Pernambucana de Águas e Clima
ANA	Agência Nacional de Águas
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CE	Condutividade elétrica
DRX	Difração de raio-X
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
ETA	Estação de Tratamento de Água
ETE	Estação de Tratamento de Esgoto
FACEPE	Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco
FTIR	Infravermelho por Transformada de Fourier
IPDI	Diisocianato de isoforona
MCE	Ésteres de Celulose Mistos
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MF	Microfiltração
MMA	Ministério do Meio Ambiente
NF	Nanofiltração
OG	Óxido de grafeno
OI	Osmose inversa
OMS	Organização Mundial da Saúde
ONU	Organização das Nações Unidas
OR	Osmose reversa
PA	Poliamida
PSU	<i>Practical Salinity Unit (Inglês)</i>
PVA	Álcool polivinílico
PVC	Policloreto de vinila
RET	Reticulado
rGO	Óxido de Grafeno reduzido
SI	Sistema Internacional de Unidades
UACSA	Unidade Acadêmica do Cabo de Santo Agostinho

UF	Ultrafiltração
UFPE	Universidade Federal de Pernambuco
UFRPE	Universidade Federal Rural de Pernambuco
WWDR	<i>World Water Development Report (Inglês)</i>

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	OBJETIVOS	21
2.1	OBJETIVO GERAL	21
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	22
3.1	SITUAÇÃO DA ÁGUA NO BRASIL E NO MUNDO	22
3.2	DESSALINIZAÇÃO DE ÁGUA	23
3.2.1	Característica, utilização e efeitos de sais da água salobra	25
3.3	SEPARAÇÃO POR MEMBRANA	27
3.3.1	Configuração física das membranas	30
3.3.3	Estrutura química das membranas	31
3.4	NANOMATERIAIS PARA O REVESTIMENTO DE MEMBRANAS	33
3.4.1	Óxido de grafeno	33
3.5	RETICULAÇÃO POLIMÉRICA	35
4	MATERIAIS E MÉTODOS	37
4.1	MATERIAIS	37
4.2	PREPARAÇÃO E OBTENÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO	38
4.3	PREPARAÇÃO E OBTENÇÃO DA MEMBRANA MODIFICADA	39
4.3.1	Preparação das soluções	39
4.3.2	Modificação e reticulação da membrana comercial	39
4.4	TESTE DE ESTABILIDADE ESTRUTURAL DAS MEMBRANAS	42
4.5	DESENVOLVIMENTO DO SISTEMA DE NANOFILTRAÇÃO	42
4.6	TESTE DE DESEMPENHO DAS MEMBRANAS	45
4.6.1	Retenção	45
4.6.2	Permeabilidade das membranas	45

4.6.3 Capacidade de reutilização das membranas (ciclos).....	46
4.7 ÁGUAS DE ALIMENTAÇÃO	46
4.8 TESTE DE ADSORÇÃO	46
4.9 APLICAÇÃO DE TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	46
4.9.1 Difração de raios-X (DRX).....	47
4.9.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	47
4.9.3 Espectroscopia no Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	47
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
5.1 OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO	49
5.2 Revestimento DAS MEMBRANAS	52
5.3 ESTABILIDADE ESTRUTURAL DAS MEMBRANAS	53
5.4 TESTE DE DESEMPENHO PARA REMOÇÃO DE SAIS.....	55
5.5 TESTE adsortivo em batelada DAS MEMBRANAS.....	64
5.6 Caracterização das membranas	65
5.7 MECANISMOS de INTERAÇÕES QUÍMICAs NA MEMBRANA.....	70
6 CONCLUSÃO.....	73
7 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....	74
REFERÊNCIAS	75
APÊNDICE A – ENSAIOS DE FILTRAÇÃO DIRETA COM AS MEMBRANAS MCE.....	91
APÊNDICE B - ENSAIOS DE FILTRAÇÃO DIRETA COM AS MEMBRANAS PA.....	95

1 INTRODUÇÃO

O crescimento das civilizações, inevitavelmente, tem implicado na necessidade de melhorarias dos serviços prestados à sociedade. O desenvolvimento urbano e industrial acelera a economia mundial, entretanto traz consigo processos responsáveis pelo desequilíbrio ambiental, entre tantos a poluição e a degradação dos ecossistemas naturais (FOMIN, 2019).

Devido à ação do homem, problemas como a poluição tem comprometido a disponibilidade de água potável. Com a escassez hídrica, cada vez mais as regiões do semiárido pernambucano têm sofrido com a seca prolongada (MARENGO, 2010). Ademais, o abastecimento de água é comprometido pela ineficiência de sua gestão, principalmente no que se refere ao desperdício e tratamento de água decorrente das atividades humanas e industriais, e desastres ambientais, o que tem comprometido seu ciclo (TORRAGA, 2021).

Soluções desatualizadas e muitas vezes ineficientes, além do desgaste excessivo da infraestrutura de distribuição de sistemas de abastecimento de água, ainda são utilizadas em várias regiões para gerenciar a grande quantidade de água utilizada para fins industriais, como por exemplo, no caso das lavanderias de tingimento de tecidos (FERREIRA *et al.*, 2019). Estima-se que para produzir 1 kg de tecido é necessário de 60 a 100 litros de água e geram de 2 a 180 litros de águas residuais para cada quilo de produto têxtil produzido (FERREIRA *et al.*, 2019).

A vulnerabilidade econômica, social e ambiental de populações distantes dos centros urbanos também marca uma insegurança no consumo de água potável, com possibilidade real de ocorrer contaminação. Muitas das águas utilizadas no consumo humano, provenientes de poços artesianos, assim como as de efluentes industriais a serem reutilizados no processo produtivo, possuem uma característica, que inviabiliza o seu uso, a presença de sais. Técnicas de descontaminação de água por poluentes, como impurezas suspensas, bactérias e moléculas de corantes, têm sido bastante estudadas e aplicadas. É salientado que, na maioria das vezes, as tecnologias de dessalinização convencionais possuem alto custo de manutenibilidade e alto consumo de energia (ALMEIDA, 2021).

Vale ressaltar que a região a do sertão apresenta solo cristalino, isso aumenta o teor de sais na água, está que já é salobra (FEITOSA; DINIZ, 2011). Com isso, eleva a necessidade premente de água doce nestas zonas, e as dificuldades associadas à minimização dos custos das soluções tecnológicas necessárias, tornam a dessalinização da água um desafio para o qual urge uma solução eficaz.

Pesquisadores traçam estratégias voltadas para a criação de alternativas tecnológicas que auxiliem no melhoramento da qualidade da água, como o desenvolvimento de membranas seletivas para aplicação em sistemas de nanofiltração e osmose reversa. Membranas revestidas com derivados de grafeno, como o óxido de grafeno (OG), têm ganhado destaque pelas diversas propriedades intrínsecas alcançadas para retenção de sais. O grafeno, uma camada de átomos de carbono entrelaçados numa estrutura bidimensional, tem atraído grande interesse desde sua descoberta, em 2004 (GEIM; NOVOSELOV, 2007). Devido a suas propriedades únicas, tais como área superficial e resistência mecânica extremamente elevada (FRANK *et al.*, 2007), o grafeno tem sido amplamente aplicado na síntese de nanocompósitos (KIM *et al.*, 2010 e TKALYA *et al.*, 2010).

Alguns estudos mostram a utilização direta de OG como membrana de filtração (JOSHI *et al.*, 2015) ou como substrato sólido para fabricação de membranas de matriz mista (GANESH *et al.*, 2013; FENG *et al.*, 2017). A seleção de nanopartículas de OG, reticuladas por uma matriz polimérica que possa conferir estabilidade mecânica a membrana, tem enorme potencial para a remoção, de corantes têxteis presentes em efluentes industriais (CARVALHO *et al.*, 2016) e sais orgânicos e inorgânico presentes na água, oferecendo uma alternativa atraente para dessalinização (GANESH *et al.*, 2013).

No revestimento especializado de membranas com óxido de grafeno, polímeros de baixo peso molecular e polares tem tido grande destaque para o processo de reticulação e produção de nanocompósitos poliméricos, como por exemplo, o álcool polivinílico (PVA) destinado para produções de embalagens alimentícias, devido às suas altas propriedades de barreira ao oxigênio e ao dióxido de carbono (FINCH, 1992). Atrelado a isso, o ácido cítrico (AC) e o ácido tartárico, além de serem utilizados como aditivos alimentares, possuem grande potencial como agentes de reticulação. Dentre estes, o ácido cítrico destaca-se devido ao seu baixo preço (WANG *et al.* 2014).

Justifica-se dessa forma, o desenvolvimento de meios eficazes e estratégicos para dessalinizar água salobra, imprópria para o consumo doméstico e/industrial. Baseado nisso, este trabalho apoia-se na otimização de técnicas usuais, tais como modificação de membranas porosas, otimização e testes de fluxo hidráulico e de qualidade da água; essencialmente a ideia gira em torno da integração dessas técnicas para confecção de membranas modificadas com óxido de grafeno para dessalinizar água salobra por filtração direta.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo primordial deste trabalho é utilizar óxido de grafeno (OG) na modificação de membranas comerciais, utilizando técnicas de reticulação polimérica que garantam a estabilidade das membranas.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

O desenvolvimento do trabalho compreende os seguintes objetivos específicos:

- Sintetizar óxido de grafeno a partir do grafite, através do método de Hummers modificado;
- Caracterizar, através de técnicas de microscopia e espectroscopia disponíveis, o óxido de grafeno;
- Revestir membranas comerciais, através de técnicas de deposição de OG e reticulação polimérica;
- Caracterizar, através de técnicas de espectroscopia e microscopia disponíveis, as membranas produzidas;
- Desenvolver um filtro portátil, utilizando as membranas, e testá-lo na remoção de sais de água salobra.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 SITUAÇÃO DA ÁGUA NO BRASIL E NO MUNDO

De acordo com a edição de 2020 do Relatório do Desenvolvimento Mundial da Água – WWDR (UNESCO, 2020), intitulada 'Água e Mudanças Climáticas', o clima do planeta está mudando e conseqüentemente afetará as populações por meio da água. Isto, comprometerá sua disponibilidade, qualidade e quantidade para as necessidades humanas básicas.

Segundo a UNESCO (2021) o planeta concentra aproximadamente 7,8 bilhões de pessoas, com uma previsão de 40% de crescimento até 2100¹. Conseqüentemente, esse aumento resultará em maiores demandas por alimento, energia e, sobretudo, de água. Entretanto, aumentará a pressão sobre os recursos naturais e da poluição, tanto da atmosfera quanto dos recursos hídricos. No Brasil a expectativa é de queda da população total para 2100, porém o país enfrenta grandes desafios na preservação e tratamento de seus recursos. Neste sentido, algumas regiões enfrentam severa crise de falta de água para o consumo da população e isto tem impactado em seu desenvolvimento social (TOGNI, 2021; UNESCO, 2003).

O Relatório das Nações Unidas sobre o Desenvolvimento Mundial da Água (2021) mostra que 69% dos recursos globais de água doce são destinados para alimentação e agricultura. No entanto, a escassez de água tem intensificado o questionamento da prática para a produção de alimentos, uma vez que é usada de forma ineficiente.

Apenas 30% dos municípios brasileiros possuem Estações de Tratamento de Esgoto - ETEs, o que tem agravado a poluição dos recursos hídricos disponíveis, principalmente os mananciais, fonte de água superficial e subterrânea (ANA, 2019). Aproximadamente 76% de toda água tratada no Brasil é oriunda de Estações de Tratamento de Água (ETA)², cujas etapas para seu ciclo completo são ilustradas na Figura 1.

Figura 1 – Representação do ciclo de tratamento de água nas ETAs.



Fonte: Autor (2022).

A escassez hídrica do semiárido nordestino é minimizado através de águas subterrâneas de poços tubulares, uma alternativa para as comunidades rurais dessa região ao acesso à água.

¹ Disponível em: <https://news.un.org/pt/tags/populacao-mundial>. Acesso em 12 dez 2021.

² Disponível em: <https://www.ibge.gov.br/estatisticas/multidominio/meio-ambiente/9073-pesquisa-nacional-de-saneamentobasico.html?=&t=resultados>. Acesso em 5 abr 2022.

Na maioria dos casos, essa água de característica salobra, apresenta elevado teor de salinidade e micro poluentes, limitando e restringindo sua utilização para o consumo humano (AYERS & WESTCOT, 1999; SILVA *et al.*, 2007; FERNANDES *et al.*, 2010; SANTOS *et al.*, 2011). Zoby (2005) relatam em seus estudos que as águas subterrâneas da região brasileira possuem propriedades físico-químicas e biológicas adequadas ao consumo humano, com exceção para as águas oriundas do semiárido nordestino, em decorrência da presença de minerais solúveis nas rochas calcárias que proporciona elevados valores de sólidos totais dissolvidos.

3.2 DESSALINIZAÇÃO DE ÁGUA

A dessalinização de água é um processo que consiste na remoção de sais presentes na água. Diferentemente do processo de abrandamento, na qual consiste em reduzir a dureza da água por meio da remoção de íons de cálcio e magnésio através de processos de precipitação química ou troca iônica (SILVEIRA *et al.*, 2015). Assim, viabilizar seu uso para consumo humano, produção de alimentos e na indústria. Sua aplicação torna-se necessária em regiões de escassez hídrica e/ou disponibilidade de água salina ou salobra (HASSON *et al.*, 2011).

A primeira usina dessalinizadora de água do planeta em grande escala foi instalada em 1930, em Arruda, nas Antilhas Holandesas, próximo da Venezuela (KHORDAQUI, 1999). Os maiores produtores de água doce e usuários desta tecnologia do mundo concentram-se em países do Oriente Médio (Kuwait, Japão, Arábia Saudita, Emirados Árabes Unidos), União Europeia (Espanha) e Estados Unidos³.

No Brasil, o Nordeste é a primeira região a receber uma usina de dessalinização, localizada em Fernando de Noronha. Em 2016, iniciou o primeiro projeto de usina de dessalinização de água em larga escala no estado do Ceará. O projeto prever produção de 1 metro cúbico (1000 L) por segunda por meio do processo osmose reversa⁴. De acordo com o Ministério do Meio Ambiente, através do programa Água doce, outras unidades de dessalinização estão sendo instaladas para minimizar a escassez de água potável para a população de baixa renda das Regiões semiáridas, principalmente Pernambuco, Paraíba e Rio Grande do Norte⁵.

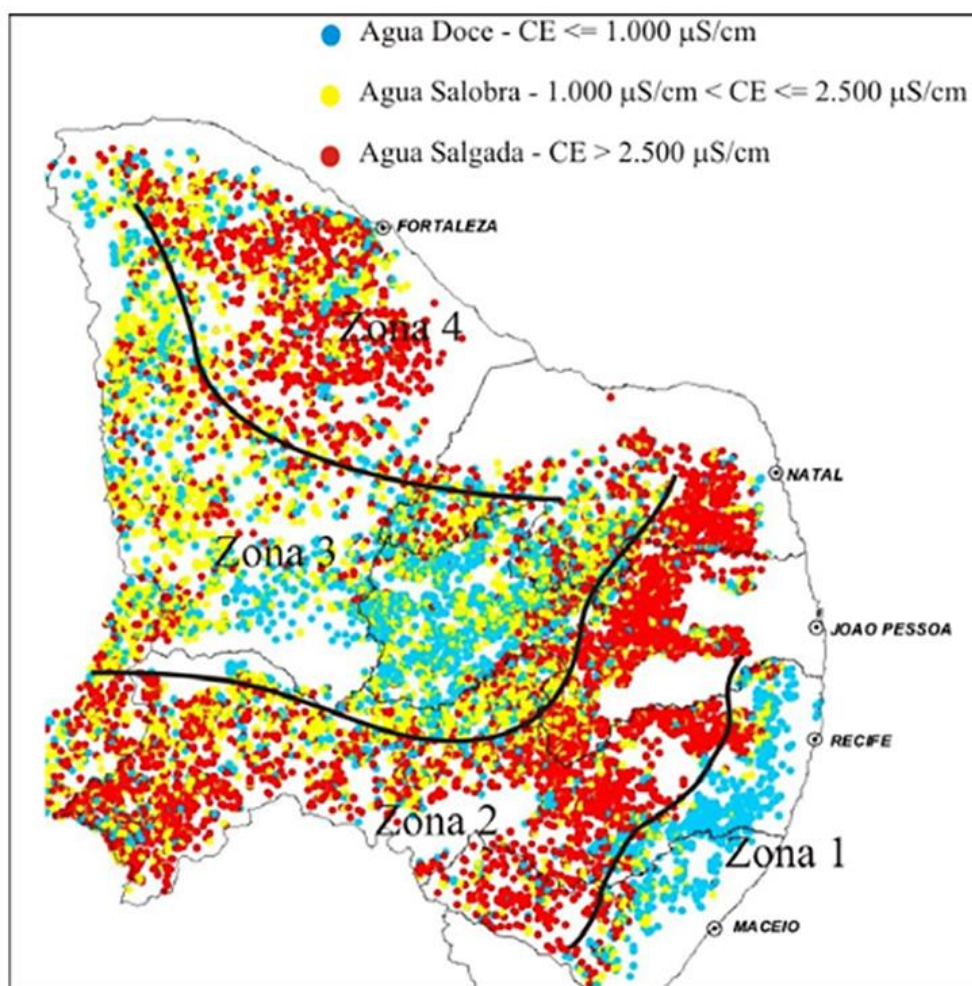
³ Disponível em: <https://www.revistaplaneta.com.br/dessalinizacao-voce-ainda-vai-beber-dessa-agua/>. Acesso em 15 mar 2022.

⁴ Disponível em: <https://revistapesquisa.fapesp.br/en/removing-salt-from-water/>. Acesso em 13 out 2022.

⁵ Disponível em: <https://www.revistaplaneta.com.br/dessalinizacao-voce-ainda-vai-beber-dessa-agua/>. Acesso em 15 mar 2022.

A região do semiárido brasileiro é marcada por 4 zonas de águas, cujas razões climáticas e distribuição irregular da chuva varia, em termos de concentração e dos teores de sais de seus mananciais (ALVES *et al.*, 2011; ALVES *et al.*, 2020). Na Figura 2, Feitosa e Diniz (2011) afirmam que 18.600 pontos de poços situados nos estados de Pernambuco, Paraíba, Ceará e Rio Grande do Norte, os valores de condutividade elétrica classificam as águas em: doce ($CE \leq 1000 \mu\text{S/cm}$), salobra ($1.000 \mu\text{S/cm} < CE \leq 2.500 \mu\text{S/cm}$) e salgada ($CE > 2.500 \mu\text{S/cm}$).

Figura 2 – Valores de condutividade elétrica da água subterrânea aferidos *in loco* em poços nos estados PE, PB, CE e RN, no domínio das rochas cristalinas.



Fonte: Feitosa; Diniz (2011).

Na classificação, a primeira zona é marcada pela água doce que se destaca no litoral sudeste. Já a segunda zona, na faixa nordeste-sudoeste, a predominância é água salgada. A terceira zona é marcada pela transição entre a água doce e salgada no centro-oeste, e por fim a quarta zona com água salgada. localizada no norte e noroeste (FEITOSA; DINIZ, 2011).

De acordo com a Agência Pernambucana de Águas e Clima – Apac, os reservatórios subterrâneos do Recife e sua região metropolitana sofrem grande exploração e isso compromete a

salinidade com poços mal perfurados, uma vez que desequilíbrio na pressão do subsolo leva a água do mar encontrar a água doce⁶.

Vale ressaltar que o teor de salinidade das águas corresponde, em valores no Sistema Internacional de Unidades, para água doce limite de sais 500 mg L^{-1} e para águas salobras 30.000 mg L^{-1} (TUNDISI, 2003). Na qual a salinidade mensura a concentração total de sólidos dissolvidos em uma solução aquosa, que está relacionada diretamente com a capacidade de transmitir corrente elétrica através de substâncias dissolvidas, condutividade elétrica - CE (MILLERO *et al.*, 2008).

3.2.1 Característica, utilização e efeitos de sais da água salobra

Naturalmente, as águas salobras são marcadas pela elevada concentração de ânions, como cloreto (Cl^-), bicarbonato (HCO_3^-) e sulfato (SO_4^{2-}) e cátions, como sódio (Na^+), potássio (K^+), cálcio (Ca^{2+}) e magnésio (Mg^{2+}). Estes íons estão presentes nas águas subterrâneas, encontradas principalmente compostos como sulfato de magnésio (MgSO_4) o cloreto de sódio (NaCl), carbonato de sódio (Na_2CO_3) e cloreto de magnésio (MgCl_2) (NAVARRO, 2021; SANTOS *et al.*, 2017; MATTOS *et al.*, 2018; SILVA JÚNIOR; GHEYI; MEDEIROS, 1999).

Estudos de Silva Júnior (2020), mostraram que as águas subterrâneas do município de São José do Belmonte, região do sertão Pernambucano, contém altos teores de metais (por exemplo: ferro e manganês) e sais dissolvidos. Isso ocorre devido aos minérios de seu solo rochoso.

A predominância de águas salobras é realidade no semiárido brasileiro, e tem sido utilizada em diversos segmentos, mesmo sendo rica em sais (BEZERRA, 2002; VIEIRA, 2002). Sabe-se, que a qualidade da água utilizada na indústria interfere no produto final e está diretamente ligada a integridade e vida útil de todo o maquinário que compõe o sistema. O Quadro 1 apresenta algumas atividades suprimidas com águas salobras e seus efeitos salinos sobre estas atividades.

⁶ Disponível em: <https://g1.globo.com/pernambuco/noticia/pocos-artesianos-do-grande-recife-nao-correm-risco-de-salinizacao-diz-agencia-de-aguas-e-clima-de-pe.ghtml>. Acesso 20 out 2022.

Quadro 1 – Uso da água salobra nas regiões semiáridas e os efeitos dos sais sobre as atividades.

Utilização	Efeito	Causa	Referência
Consumo humano/doméstico	Elevada taxa de contaminação de coliformes totais e <i>Escherichia coli</i> .	Agentes etiológicos da cólera, febre tifoide, leptospirose e giardíase.	Macedo <i>et al.</i> (2021)
	Presença de microrganismos patogênicos, como: bactérias, vírus, protozoários, helmintos e outros.	Numerosos casos de enterites, diarreias infantis e doenças epidêmicas, como a febre tifoide, que constituem grave risco para a saúde humana, podendo evoluir para surtos pandêmicos.	FUNASA (2014); ANVISA (2019)
Irrigação agrícola	O excesso de íons provoca estresse, baixando a assimilação de CO ₂ e diminui o conteúdo de clorofila a, b e carotenoides ocasionando clorose nas folhas.	Incapacidade fotossintética	Silva <i>et al.</i> (2020)
	A salinidade na planta diminui a disponibilidade de água e conduz à desidratação ao nível celular, afetando o RNA, DNA e proteínas. Assim, afeta vários aspectos da fisiologia vegetal, como queda das folhas e redução drástica da cultura de frutos devido à abscisão de flores e frutos.	Estresse osmótico	Rabiei <i>et al.</i> (2020); Gonzaga <i>et al.</i> (2019) Gomes <i>et al.</i> (2004); Tombesi <i>et al.</i> (2018)
Indústria têxtil	Altos teores de cloretos, silicatos de cálcio, magnésio, ferro e conseqüentemente o excesso da acidez ou alcalinidade oxidam e corroem caldeiras, rebites e tubos. Além disso, alguns corantes são sensíveis a presença de íons de Cl.	Manchas no processo de lavagem, tingimento e alveijamento	Abreu; Soares (2017)
	Presença de íons de Ca ²⁺ e/ou Mg ²⁺ , intensificam o processo de corrosão de caldeiras.	Intensificação de manchas no processo de tingimento e depósitos no substrato e perdas no rendimento do sistema.	
Geração de energia a vapor	Carbonatos de cálcio, magnésio dentre outros sólidos dissolvidos atingem a sua concentração de saturação, precipitando na caldeira e provocando a formação dos depósitos.	Corrosão e incrustações em caldeiras, perda de eficiência de troca térmica e conseqüentemente maior consumo de combustível. Entupimentos dos trocadores de calor, causando acidentes fatais em virtude de possíveis explosões do equipamento. Para casos em que o vapor gerado é utilizado em turbinas de cogeração, os depósitos ocasionam erosão das pás ou falhas prematuras no sistema.	Todd <i>et al.</i> (2004); Koo, Mohammad, Suja' (2011); Almeida (2021).

Fonte: Autor (2022).

Ferreira *et al.* (2019) avaliaram parâmetros físico-químicos e microbiológicos da água proveniente de poços tubulares nas propriedades rurais no município de Tabira-PE. Os autores concluíram que essas águas estão classificadas como impróprias para o consumo humano,

devido aos altos teores de *Escherichia coli* ou coliformes termotolerantes. Diversos estudos atestam a eficiência de sistemas de filtração convencional de águas para o consumo humano, utilizando filtros artesanais com carvão ativado, para a remoção de poluentes e bactérias. Entretanto, esses filtros são ineficientes na remoção de sais, o que evidencia a necessidade de métodos de filtração auxiliares, como a nanofiltração.

Amaral *et al.* (2009), Couto (2016) e Maia *et al.* (2018) investigaram o tratamento de águas de efluentes do tingimento de tecidos da indústria têxtil para reuso foi utilizado o processo de filtração que envolve membranas de microfiltração, e revelaram que 100% do corante foi retido pelo sistema. Produtos químicos auxiliares (inseridos no processo de tingimento), como sólidos inorgânicos e sais dissolvidos, não foram removidos de forma eficiente do efluente. A viabilidade desta reutilização, torna-se possível com etapas posteriores de filtração por exemplo sistemas de membranas de nanofiltração. Dentre as técnicas que usualmente são utilizadas na remoção de sais de águas, podem ser destacados os métodos de separação com membranas (ALMEIDA, 2021).

3.3 SEPARAÇÃO POR MEMBRANA

O processo de separação por membranas é uma técnica de separação físico-química cuja presença de uma fina barreira que separa duas fases, restringe parcial ou totalmente o transporte de uma ou mais espécies químicas presentes nas fases. Neste processo a membrana é capaz de separar macromoléculas, partículas coloidais, solutos dissolvidos, dentre outros (NOGUEIRA, 2012).

O processo de separação por membranas tem ganhado grande destaque por suas características vantajosas frente aos processos de filtração convencionais. A filtração por membrana dispõe de menor área de processamento, baixo gasto energético (quando comparado a destilação), modularidade e facilidade de escalonamento (FRANCO, 2021). Além disso, têm sido amplamente desenvolvidos para ampliar as possibilidades e condições de sistemas de descontaminação, dessalinização, purificação de água e reutilização de águas residuais.

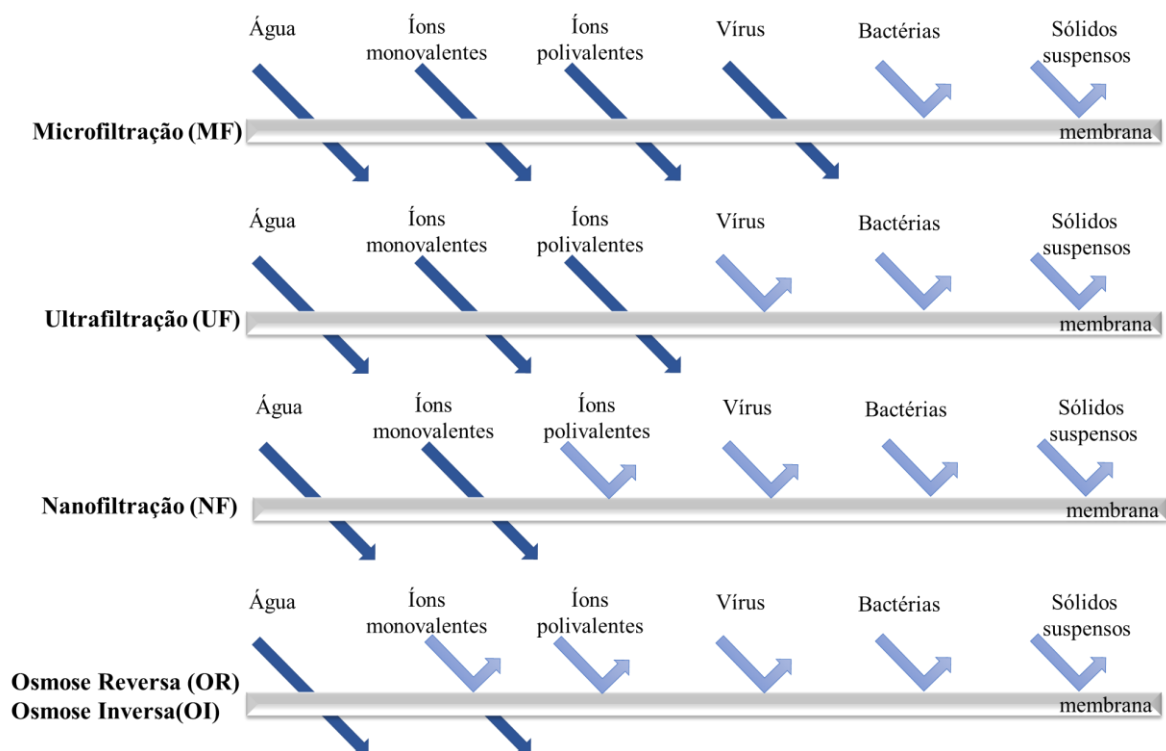
De acordo com Habert, Borges e Nobrega (2006), os processos de separação por membranas podem ser divididos de acordo com a capacidade de rejeição de compostos de acordo com sua porosidade, conforme é demonstrado na Tabela 1 e ilustrado na Figura 3.

Tabela 1 – Características dos processos de separação por membranas.

Processo	Tamanho do poro (nm)	Pressão (bar)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)	Aplicações
Microfiltração (MF)	100 - 1000	0,1 – 2	>50	Esterilização bacteriana; produção de água ultra pura para produção de semicondutores; clarificação para indústria de bebidas; tratamento de água; concentração de células; oxigenação de sangue, etc.
Ultrafiltração (UF)	1 – 100	1 – 5	10 – 50	Fracionamento/concentração de proteínas, polissacarídeos e vírus. (compostos orgânicos com peso molecular maiores que 800 g/mol); recuperação de pigmentos/óleos; tratamento de água, entre outras.
Nanofiltração (NF)	0,9 – 3	5 – 20	1,4 – 12	Purificação de enzimas; biorreatores a membrana e sais dissolvidos.
Osmose Reversa (OR) / Osmose Inversa (OI)	< 1	10 – 100	0,05 – 1,4	Dessalinização de águas; concentração de suco de frutas; desmineralização de águas.

Fonte: Autor (2022).

Figura 3 – Esquema representativo dos materiais rejeitados dos processos de separação por membranas.

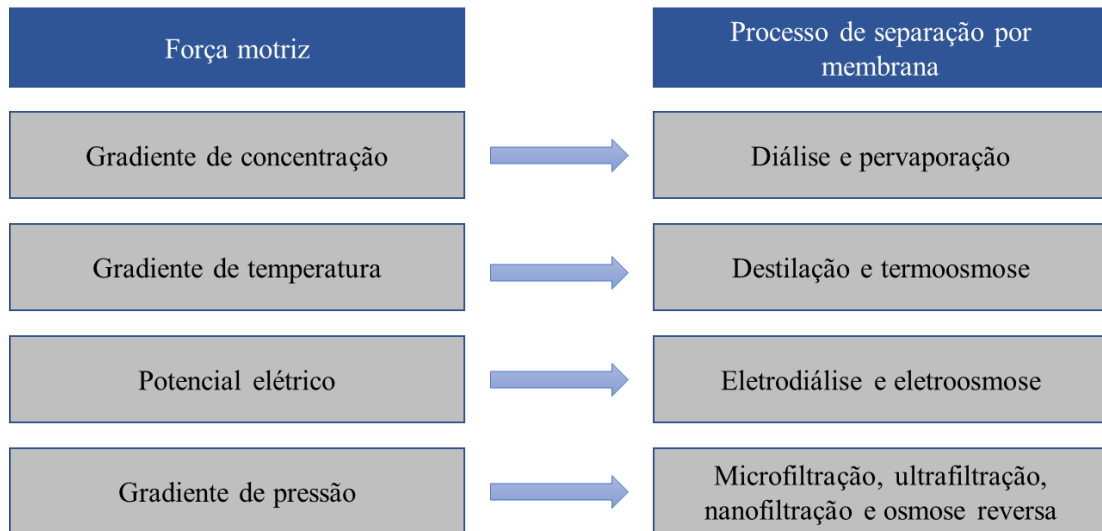


Fonte: Adaptado Habert, Borges e Nobrega (2006).

As membranas de NF têm retido até 99% de sais polivalentes (99%), principalmente na remoção de Ca^{2+} e Mg^{2+} , moderadas rejeições de sais monovalentes (até cerca de 70%) e elevada rejeição de compostos orgânicos (LI *et al.*, 2008; CRITTENDEN *et al.*, 2012).

As membranas de nanofiltração (NF) tem substituído os tratamentos de abrandamento e desinfecção (ALMEIDA, 2021), bem como a remoção de traços de compostos orgânicos em substituição a sistemas adsortivos ou de troca iônica (SCOTT, 1995; MUKIIBI; FEATHERS, 2009). Tornando-se assim uma alternativa economicamente atrativa frente aos processos de tratamento convencionais.

Figura 4 – Processos de separação por membranas e força motriz exercida.

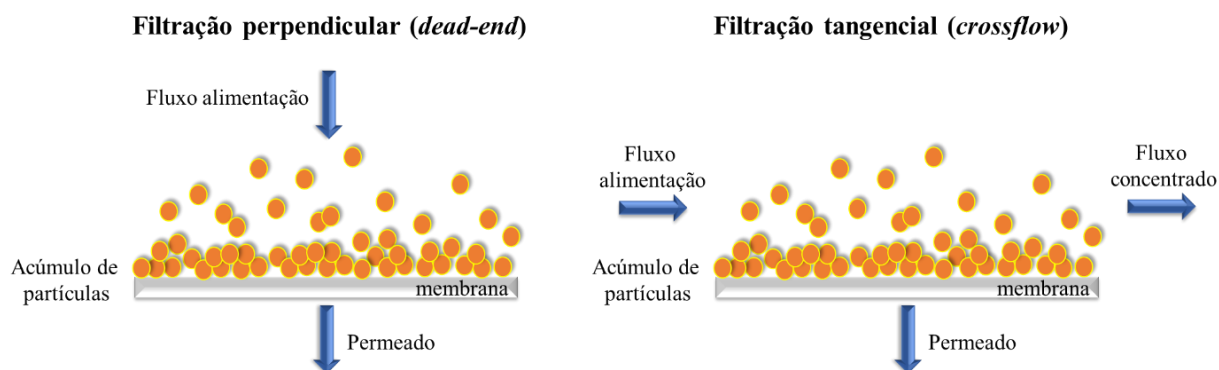


Fonte: Adaptado Bueno (2013).

O transporte de uma substância através de uma membrana é realizado por uma força impulsora que atua sobre a solução de alimentação. Bueno (2013) afirma que existem diferentes forças motrizes capazes de exercer esta função como mostrado no esquema na Figura 4.

Dentre os processos apresentados na Figura 4, o processo por gradiente de pressão será o aplicado neste trabalho, sendo assim as forças envolvidas no mesmo serão detalhadas. As filtrações com membranas por gradiente de pressão podem ser operadas sob duas configurações: via frontal ou perpendicular (*dead-end*) e cruzada ou tangencial (*crossflow*). Quando o fluxo da corrente de alimentação entra no sistema e flui verticalmente sobre a superfície da membrana e apenas uma corrente sai do sistema, tem-se o sistema de modo frontal, conhecido como filtração direta. No caso de o fluxo da corrente de alimentação fluir tangencialmente pela superfície da membrana e sair do módulo de membrana uma corrente de concentrado e outra de permeado, tem-se o modo tangencial (USEPA, 2005; CUI; MURALIDHARA, 2010). Os modos de filtração são apresentados na Figura 5.

Figura 5 – Demonstrativo dos modos de filtração: perpendicular e tangencial



Fonte: Adaptado Mukiibi; Feathers (2009).

Segundo Bueno (2013), as propriedades físicas e químicas das membranas estão diretamente ligados ao seu desempenho. Por este lado, a redução do fluxo de permeado em sistemas de membranas é ocasionada por dois fenômenos, a polarização por concentração e a incrustação. A polarização é a variação de concentração no eixo perpendicular a membrana. No caso da incrustação, também chamado de efeito de *fouling*, é a formação de uma espécie de uma camada de gel, semelhante a uma torta, e outros solutos adsorvidos na superfície da membrana. Outro fator que também influencia no desempenho das membranas é a colmatação, caracterizada pelo acúmulo de partículas nas membranas e bloqueio de seus poros (HUANG *et al.*, 2011).

3.3.1 Configuração física das membranas

Quanto a sua morfologia, as membranas podem ser divididas em densas e porosas. É considerada densa quando o transporte de massa através da membrana abrange sua dissolução e difusão. Quando o transporte ocorre preferencialmente em uma fase fluida contínua, que preenche os poros da membrana (MULDER, 1996; HABERT, BORGES, NOBREGA, 2006; NOGUEIRA, 2012). Existem membranas que apresentam as duas configurações morfológicas. Nestes casos considera-se o tipo de transporte predominante e a seção transversal característica (GONÇALVES, 2021).

De acordo com a variação da forma ao longo da seção transversal, as membranas são classificadas em isotrópicas (simétricas) e anisotrópicas (assimétricas). As isotrópicas contêm uma uniformidade da densidade ao longo de sua seção transversal. No caso das membranas anisotrópicas, a forma da densidade varia ao longo da seção transversal (MULDER, 1996; HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006; BAKER, 2004; NOGUEIRA, 2012).

De acordo com Mulder (1996), Habert, Borges e Nobrega (2006), as membranas anisotrópicas devem diferenciar o material que compõe o filme superficial denso e a parte porosa na sua seção transversal, que por sua vez, denomina-se de composta. Caso contrário, a membrana é chamada de integral, constituída de um mesmo material (NOGUEIRA, 2012). Na Figura 6 é apresentado a classificação das membranas conforme suas características morfológicas.

Figura 6 – Estrutura morfológica dos tipos de membranas.



Fonte: Adaptado Bueno (2013).

Gonçalves (2021) afirma que em membranas porosas a seletividade decorre da relação entre o tamanho dos poros e das partículas, uma vez que, o material da membrana deve ser apropriado às substâncias rejeitadas. No caso de membranas densas, a separação ocorre pela afinidade das espécies de interesse e a membrana aplicada. As membranas podem ter carga negativa, positiva, neutra ou bipolar. Em função da carga, a membrana poderá realizar retenções eficientes de partículas presentes no soluto (YALCINKAYA *et al.*, 2020).

2.3.3 Estrutura química das membranas

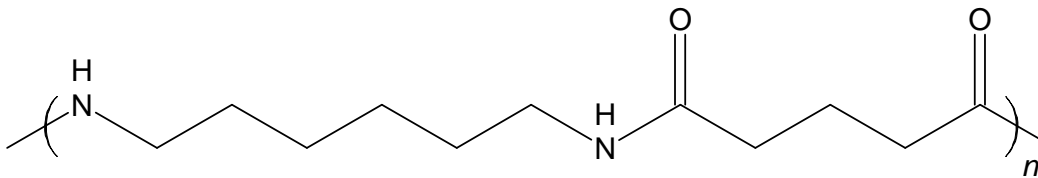
Os materiais utilizados na produção das membranas são: materiais inorgânicos (cerâmicos e metálicos), polímeros sintéticos (perfluoropolímeros, elastômeros, polipropileno, poliamidas e polisulfonas), produtos naturais à base de celulose (acetato de celulose, éster de celulose misto e diacetato/triacetato de celulose) (SCOTT, 1995; ALMEIDA, 2021). Membranas derivadas de celulose são fabricadas com matéria prima abundante e possuem boa resistência química (BUENO, 2013). As membranas poliméricas são marcadas por limitações de temperatura, pH, pressão e tolerância a agentes oxidantes. Entretanto, possuem boa resistência química, térmica e mecânica. No caso de as membranas inorgânicas possuem vida útil prolongada e suportam altos limites de pH, pressão, temperatura, mas são sensíveis a sistemas que contenham vibrações mecânicas (CUI & MURALIDHARA, 2010).

Os materiais derivados de celulose e poliamida estão cada vez mais empregados na fabricação de membranas de nanofiltração e osmose inversa (GONÇALVES, 2021). Estes

polímeros geralmente estão na forma de cadeia linear (DURANCEAU & TAYLOR, 2011), e proporcionam combinações de polímeros formando camadas compostas de filmes finos (FRANCO, 2021).

A poliamida, mais conhecida como Nylon, é um polímero composto de fibra sintética preparada com ácido dicarboxílico e diaminas ou de ácido aminocarboxílico, (KINOSHITA, 1959). As membranas de poliamida produzem fluxos pelas quais retém sais (KIM *et al.*, 2016; GOMES, 2021). A Figura 7 apresenta a estrutura molecular da poliamida 66, integrante da categoria poliamida.

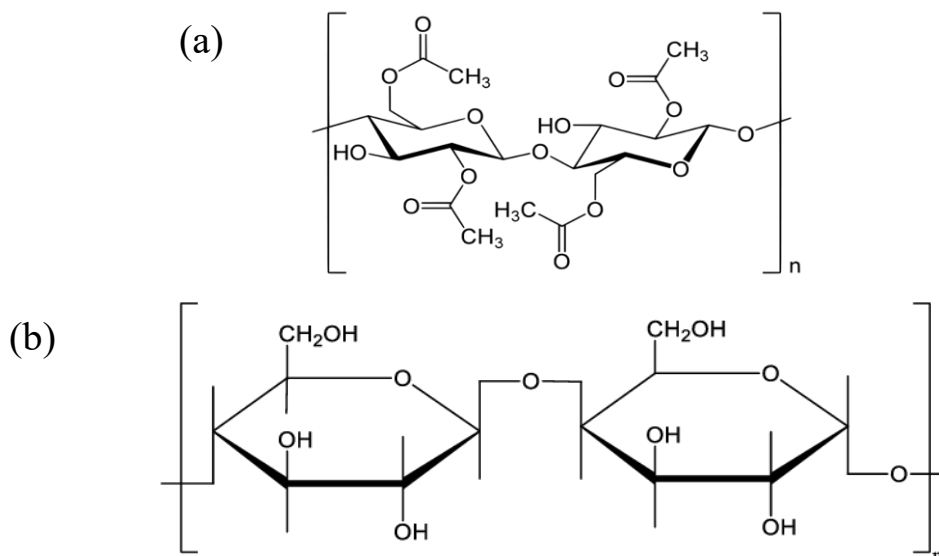
Figura 7 – Estrutura química da poliamida.



Fonte: Autor (2022).

A membranas poliméricas de Ésteres de Celulose Mistos (MCE) são consideradas polímeros semissintéticos, compostas de nitrato e acetato de celuloses (EDGAR, *et al.*, 2001), conforme apresentado na Figura 8. Estas membranas possuem boa resistência e capacidade de transporte de água, uma vez que dispõem de propriedades importantes, como a cristalinidade e a hidrofiliidade (TAYLOR; WIESNER, 1999).

Figura 8 – Estrutura química do (a) acetato de celulose e (b) nitrato de celulose.



Fonte: Autor (2022).

A mobilidade entre as cadeias poliméricas é uma característica importante dos polímeros para confecção de membranas (JIANG *et al.*, 2009; HABERT, BORGES, NOBREGA, 2006). Para processos de separação por membrana em que é necessária uma membrana hidrofílica, é comum o uso do álcool polivinílico – PVA na confecção de membranas de filme fino (SRIDHAR *et al.*, 2006).

O álcool polivinílico é um polímero sintético biodegradável, biocompatível e não tóxico, resultante da polimerização do acetato de vinila, seguido pela hidrólise parcial do éster em meio catalítico alcalino. Assim, o PVA proporciona à membrana propriedades físicas importantes, como, boa solubilidade, boa adesão em superfícies, alto poder de dispersão, e satisfatória resistência mecânica à tração (NOGUEIRA, 2012).

A combinação entre polímeros diversos, permite várias interações na camada da membrana por forças primárias (iônica e covalentes) ou forças secundárias do tipo dipolo, forças de dispersão e pontes de hidrogênio, cujas interações são promovidas por seus grupos funcionais (DURANCEAU & TAYLOR, 2011).

3.4 NANOMATERIAIS PARA O REVESTIMENTO DE MEMBRANAS

Segundo Kim *et al.* (2018), os nanomateriais tem desempenhado importante papel no desenvolvimento de membranas para dessalinização, visto que, isso é possível por meio da inserção de grupos funcionais dos nanomateriais na estrutura da membrana, os quais criam percursos de fluxos incomuns capazes de adsorver sais, e em alguns casos agindo como bactericida (CROLL *et al.*, 2019; ZHAO *et al.*, 2020; ALMEIDA, 2021).

Na matriz polimérica, o nanomaterial é capaz de interagir com o polímero e contribuir na orientação de suas cadeias poliméricas de superfície, resultando em um filme fino de textura característica, atuando como a estrutura de camada seletiva da membrana (ALMEIDA, 2021). Dentre os materiais que vem sendo estudados e que se apresentam com esse potencial, estão o grafeno e seus derivados, nanotubos de carbono, óxido de grafeno (OG) e o óxido de grafeno reduzido (rGO) (ZHAO *et al.*, 2020).

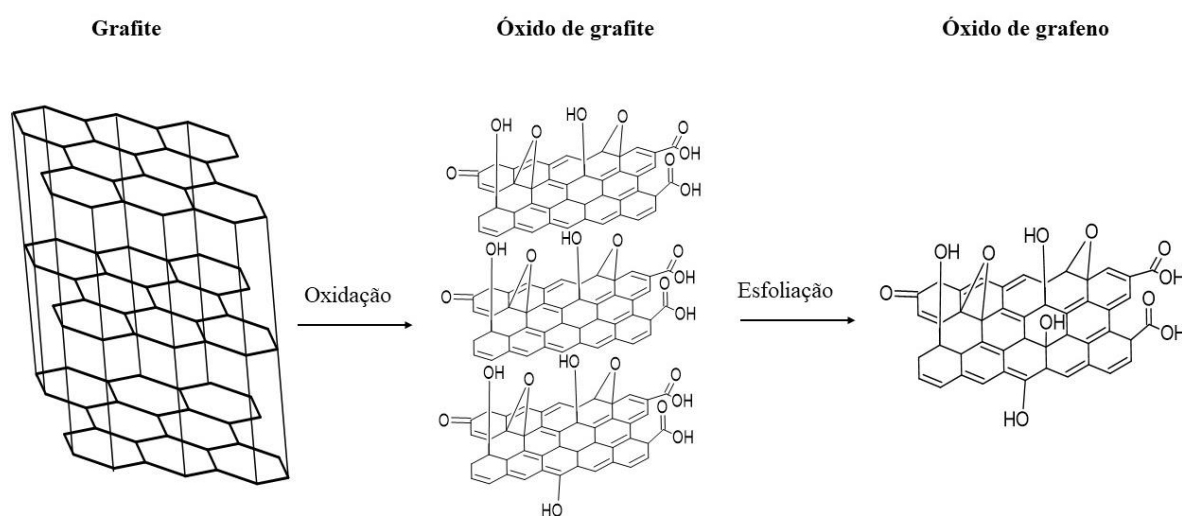
3.4.1 Óxido de grafeno

O óxido de grafeno é um material esfoliado do óxido de grafite, que tem atraído diversas aplicações tecnológicas e ambientais (PERREAULT; DE FARIA; ELIMELECH, 2015). O óxido de grafite foi sintetizado em 1859 pela primeira vez por Brodie (MA; PING; DONG, 2017). Brodie envolveu na reação a adição de cloreto de potássio $KClO_3$ na solução de grafite

(pastosa) em ácido nítrico, e percebeu aumento da massa total ao fim da reação comparada a do grafite. (SHAMAILA *et al.*, 2016)

Segundo Araújo (2018), dentre métodos químicos aplicados para obtenção do OG, o mais difundido é o Método de Hummers, cujo grafite é oxidado pelo permanganato de potássio em uma solução de ácido sulfúrico concentrado e nitrato de sódio. O material oxidado 3D é então esfoliado e alcançado o óxido de grafeno 2D, como mostra o esquema na Figura 9.

Figura 9 – Representação da preparação do óxido de grafeno.



Fonte: Adaptado Almeida (2021).

As folhas de óxido de grafeno em contato com a água, se dispersam em virtude de seus vários grupos funcionais (YEH *et al.*, 2015). Dentre os grupos funcionais do OG destacam-se os grupos hidrogenados e epóxi no plano basal, carboxilas e carbonilas nas bordas (SUK *et al.*, 2010), favorecendo características hidrofílicas e aniônica (LI; ZHU; ZHU, 2019). A espessura das folhas de OG permitem a formação de microcanais na membrana, o que favorece o aumento do transporte de água (INURRIA *et al.*, 2019), além de inibir o desenvolvimento de nanofilmes biológicos (CROLL *et al.*, 2019; ALMEIDA, 2021).

Morelos-Gomez *et al.* (2017), atestaram a aplicação do óxido de grafeno como material formador de membranas para retenção de sais de água salina e corantes da indústria têxtil. Os autores sinterizaram uma membrana de polissulfona com álcool polivinílico composto de óxido de grafeno e nanotubos de carbono, e obtiveram retenção de íons de NaCl de 85% e 96% dos corantes catiônicos.

Zhang *et al.* (2017), prepararam uma membrana de diisocianato de isoforona (IPDI) reticulada. A caracterização mostrou que a membrana melhorou a estabilidade e ampliou os

nanocanais entre as folhas de OG, obtendo uma maior permeabilidade à água. A membrana exibiu taxa de retenção acima de 96% para corantes, incluindo azul de metileno, metileno e vermelho congo. Contudo, a retenção foi moderada para os íons de Pb^{2+} , Cu^{2+} , Ca^{2+} , Cd^{2+} , Cr^{3+} com taxas entre 40% e 70%.

De acordo com os estudos de Presumido *et al.* (2021), os quais realizaram a síntese de uma membrana de multicamadas com 84 cm² de área superficial utilizando grafeno. Após os testes de filtragem a membrana obteve um desempenho superior a 95% na remoção de NaCl e KCl na água salobra.

3.5 RETICULAÇÃO POLIMÉRICA

Um dos processos mais realizados nos polímeros é a reticulação, a qual se dá por métodos de reticulação físicos ou químicos. A reticulação fornece algumas propriedades ao polímero, como estabilidade química e térmica, rigidez estrutural, permeabilidade, entre outras (MALI *et al.*, 2018; RASIA, 2014).

De acordo com Mali *et al.* (2018), no processo de reticulação física são formadas ligações químicas relativamente fracas, como ligações de hidrogênio, associação hidrofóbica, interação iônica ou segmento cristalino. Assim, podem ser facilmente quebradas por variações ambientais como temperatura, força iônica e pH do meio. Na reticulação química há formação de ligações fortes, como as covalentes formadas entre as cadeias poliméricas, que resultam em uma reticulação permanente (MALI *et al.*, 2018; RASIA, 2014).

Diversos reticulantes têm sido utilizados no processo de reticulação, dentre eles o formaldeído, glutaraldeído, tripolifosfato, ácido sulfúrico e epícloridrina. Alguns reticulantes apresentam um grau de toxicidade característico, e outros são atóxicos como os polissacarídeos, os ácidos policarboxílicos e o ácido cítrico (BERGLUND *et al.*, 2018; WIDSTEN *et al.*, 2014; MALI *et al.*, 2018; SILVA, 2015).

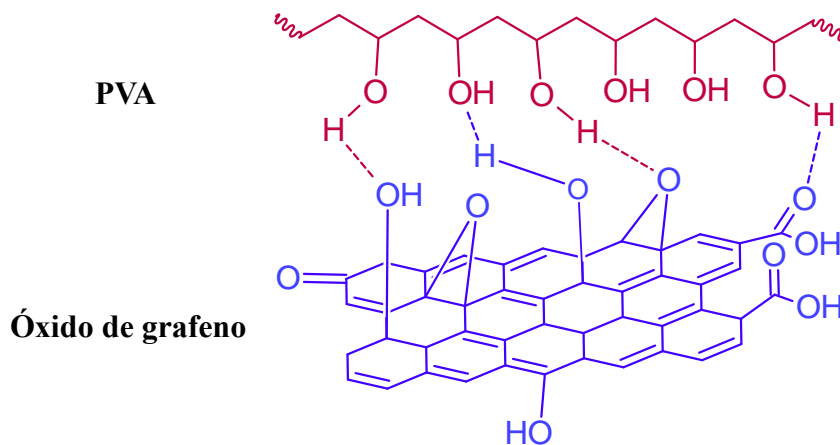
Muitos estudos tem verificado o comportamento da reticulação do PVA com ácido cítrico (AC). De acordo com Do Nascimento *et al.* (2020) o ácido cítrico pode ser bastante efetivo como agente reticulante do PVA. O AC pode promover uma reação de esterificação com as cadeias de grupos de hidroxilas do polímero que pode melhorar as propriedades do polímero e sua estabilidade em água (JOSE & AL-HARTHI, 2017).

Sun *et al.* (2020) prepararam membranas recobertas com óxido de grafeno intercaladas com PVA reticuladas com glutaraldeído para aplicação em dessalinização por pervaporação. Os resultados dos testes de estabilidade, mostraram que as membranas são resistentes, exibindo desempenho estável e confiável em pervaporação. A alta força de adesão das nanofolhas

fornecida pelas cadeias de PVA reticuladas, promoveram 99,99% de retenção de sal na dessalinização NaCl.

Belay *et al.* (2017) relataram em seus estudos interações entre OG-PVA por FTIR, verificou-se formação de ligações de hidrogênio, ésteres e a redução da intensidade da banda -OH. Os autores observaram também uma boa estabilidade química e mecânica da membrana. Na Figura 10 é possível verificar as interações do OG-PVA.

Figura 10 – Interação PVA + OG, formação de ligação O-H.



Fonte: Adaptado Belay (2017).

Homem *et al.* (2019) modificaram com óxido de grafeno, membranas de microfiltração de polietilenimina (PEI), para aplicação na remoção de corantes de efluentes de indústrias têxteis. A membrana foi produzida através do método de automontagem camada a camada, por meio de interação eletrostática, via sistema de filtração pressurizado. A camada negativa do OG interagiu bem com a alta carga positiva do PEI. A membrana com o melhor desempenho alcançou retenção de 97,8% para o corante Blue Corazol, e uma permeabilidade à água pura de 99,4 L/m².h. bar, com índice de recuperação em fluxo > 80%.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Os reagentes utilizados nas etapas de obtenção do óxido de grafeno, soluções de deposição e reticulação polimérica, estão dispostos na Tabela 2.

Tabela 2 – Materiais utilizados na obtenção do OG e na síntese da membrana.

Reagente e produto	Pureza	Fornecedor
Grafite em pó	99,5%	Sigma Aldrich 282863
Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄) P.A.	95,0 -98,0%	Nova Química
Permanganato de Potássio (KMnO ₄)	100%	Merck
Peróxido de Hidrogênio (H ₂ O ₂)	30%	Vetec
Ácido Clorídrico (HCl)	37%	Química moderna
Ácido Cítrico (C ₆ H ₈ O ₇)	99,5%	Dinâmica química contemporânea
Álcool Polivinílico PVA (Mw~61.000)	-	Signa Aldrich

Fonte: Autor (2022).

Foram selecionadas como substrato de suporte para filtração, duas membranas comerciais de microfiltração, produzidas por Ésteres de Celulose Mistos (MCE) e Poliamida (PA), ambas adquiridas pelo fabricante Filtrilo Equipamentos Científicos. Na Tabela 3 estão dispostas algumas características informadas pelo fornecedor das membranas utilizadas neste trabalho.

Tabela 3 – Características das membranas avaliadas.

Descrição	MCE	PA
Material	Nitrato e acetato de celulose	Nylon
Diâmetro	47mm	47mm
Porosidade	22µm	22µm
Peso	63,82 mg	111,04 mg

Fonte: Autor (2022) adaptado Filtrilo⁷.

Todas as soluções e suspensões de deposição, bem como os procedimentos de limpeza dos substratos e aparatos, foram preparadas com água deionizada. Em todos os outros procedimentos foi utilizada água destilada.

⁷ Disponível em: <https://filtrilo.com.br/membranas-filtrantes/>. Acesso em 27 de abril de 2022.

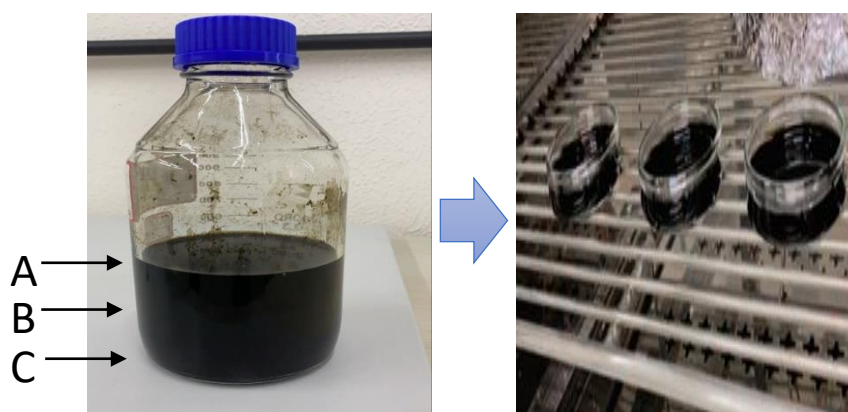
4.2 PREPARAÇÃO E OBTENÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO

O Óxido de Grafeno (OG) foi obtido pelo método de Hummers modificado, conforme realizado por Araújo (2018) e Nogueira (2019). Para oxidação do grafite, colocou-se 1 g de grafite em pó e 25 mL de ácido sulfúrico em um béquer de 500 mL em banho de gelo. A solução foi homogeneizada por aproximadamente 10 min em um agitador magnético (7 lab – Modelo: SSAGa). Em seguida, com a solução ainda em agitação, foram adicionados 3 g de permanganato de potássio lentamente durante 20 min. Após a adição do permanganato, o béquer com a solução foi retirado do banho de gelo e mantido sob agitação por aproximadamente 6 h em temperatura média de 35°C. Percorrido o tempo de reação, ainda sob agitação, acrescentou-se 46 mL de água destilada lentamente, em seguida foi adicionado rapidamente 150 mL de água destilada. Posteriormente, foram adicionados 10 mL de peróxido de hidrogênio e o sistema foi deixado por 24 h em temperatura ambiente. Para a remoção de impurezas presentes, a solução foi lavada com 50 mL de ácido clorídrico 5% e em seguida com água deionizada.

O material obtido foi lavado com água deionizada em tubos tipo Falcon 50 mL, sob centrifugação (Modelo DTR-1600, potência de 800W) a 8500 rpm durante 15 min, por 8 vezes até alcançar pH entre 5-6. A solução de óxido de grafite foi colocada em béqueres de 250 mL e esfoliada por 1h30 a temperatura ambiente sob banho de ultrassom (Elma - E 60 Hz, 500W de potência).

O material resultante foi caracterizado por Análise Gravimétrica, inicialmente fez-se um mapeamento da solução obtida para determinação de sua concentração, conforme Figura 11. Neste mapeamento a solução foi dividida em 3 regiões, sendo elas identificadas por A, B e C.

Figura 11 – Esquema da determinação da concentração do OG.



Fonte: Autor (2022).

Retirou-se alíquotas da 10 mL da solução de OG das regiões (A) superior, (B) intermediário e (C) inferior do recipiente, estas alíquotas foram depositadas em placas de Petri e pesadas. Estas placas foram colocadas em estufa a uma temperatura média de 80°C durante 24 h. Após a secagem das amostras, estas foram pesadas para a determinação da concentração média de OG em g/L.

4.3 PREPARAÇÃO E OBTENÇÃO DA MEMBRANA MODIFICADA

4.3.1 Preparação das soluções

Inicialmente, a dispersão de óxido de grafeno de concentração de 1,2 g/L foi diluída até atingir a concentração de 0,5 g/L, utilizada por Sun *et al.* (2020), e em seguida diluída para concentração de 20 mg/L, Tabela 4. Esta foi utilizada como dispersão padrão para modificação das membranas.

Tabela 4 – Diluições projetadas para modificação de membranas.

Diluição	Concentração inicial (mg/L)	OG (L)	Água DI (L)	Volume final (L)	Concentração final (mg/L)
1	1200	0,100	0,140	0,24	500
2	500	0,400	0,800	1,00	20

Fonte: Autor (2022).

Uma solução polimérica padrão foi preparada com 100 mg polímero PVA, que foi diluído em 1 L de água deionizada a uma temperatura de aproximadamente 90°C sob agitação mecânica por 2h30, conforme Cheng *et al.* (2017).

Foi preparada uma solução padrão de ácido cítrico (0,01 g/L), diluindo-se 10 mg de AC em 1 L de água deionizada, pH igual a 1 (ajustado com uma solução de HCl).

4.3.2 Modificação e reticulação da membrana comercial

Foram depositadas diferentes quantidades de óxido de grafeno para formar uma fina camada de recobrimento sobre as superfícies das membranas comerciais de MCE e PA. Inicialmente, foram testadas massas de 0,25; 0,5 e 0,75 mg de OG a uma proporção de 1:5 de OG:PVA, em massa e 1:1 em volume. As membranas modificadas não reticuladas de MCE e PA obtidas foram identificadas conforme a massa de OG depositada nas membranas, respectivamente, Tabela 5.

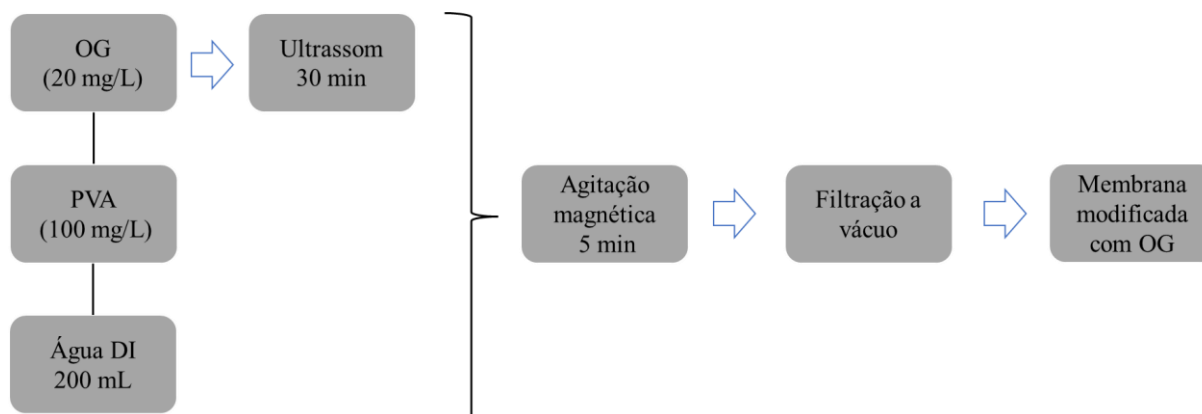
Tabela 5 – Distribuição de massa em solução aquosa de OG e PVA depositadas nas membranas.

OG (20 mg/L)		PVA (100 mg/L)		AC (10 mg/L)	
massa (mg)	volume (L)	massa (mg)	volume (L)	massa (mg)	volume (L)
0,250	0,012	1,250	0,012	0,125	0,012
0,500	0,025	2,500	0,025	0,250	0,025
0,750	0,037	3,750	0,037	0,375	0,037

Fonte: Autor (2022).

Em um béquer foi colocado 12,5 mL da dispersão padrão de OG (20 mg/L), que foi esfoliada por 30 min. Pipetou-se 12,5 mL da solução padrão de PVA (100 mg/L) e colocou em 200 mL de água deionizada e misturou-se com a dispersão de OG (esfoliada). A solução foi homogeneizada durante 5 min no agitador magnético, e em seguida foi depositada em cada membrana pura de PA e MCE, utilizando-se o sistema de filtração à vácuo (QUIMIS – Modelo Q955P1, 160 W, com vácuo final de 584 mmHg), como ilustrado na Figura 12. O processo foi repetido para deposição de 0,5 e 0,75 mg de OG.

Figura 12 – Esquema de obtenção da membrana modificada com OG e PVA.



Fonte: Autor (2022).

Vale salientar a importância dos cuidados nos procedimentos de manuseio do sistema de filtração a vácuo, evitando principalmente o desnível do suporte de filtração, ou até mesmo o encaixe incorreto do copo ao funil filtrante do sistema aplicado. Isto reduzirá a ocorrência de falhas na superfície das membranas, como a má distribuição da massa de OG, ou mesmo buracos (gerados pela falta de deposição) ao longo da membrana.

No processo de reticulação polimérica, o agente reticulante AC foi utilizado na proporção de 1:10 em massa na relação AC:PVA, e aplicados na proporção de 1:1 em volume de solução, Tabela 8. A membrana já modificada com OG e PVA foi submersa em 12,5 mL de

ácido cítrico (10 mg/L) em temperatura ambiente por 12 h. Em seguida, retirou-se a membrana da solução de AC e finalizou-se a reticulação polimérica na estufa por 2h30 a 80°C (GOMES, 2021). Os mesmos procedimentos foram replicados para as membranas MCE e PA com 0,5 e 0,75 mg de OG, respeitando rigorosamente as proporções de OG:PVA:AC, descritos nas Tabela 5 e 6. Após serem submetidas a reticulação, as membranas MCE e PA receberam uma nova identificação: MCE0,25/RET; MCE0,5/RET; MCE0,75/RET e PA0,25/RET; PA0,5/RET; PA0,75/RET, respectivamente, em que RET remete a reticulação

Tabela 6 – Distribuição de massa em solução aquosa AC aplicado na reticulação polimérica.

Ácido Cítrico (10 mg/L)	
massa (mg)	volume (L)
0,125	0,012
0,250	0,025
0,375	0,037

Fonte: Autor (2022).

De modo a comparar e otimizar a metodologia de produção de membranas acima descrita, foram realizadas outras técnicas de confecção de membranas modificadas com 0,5 mg de OG, alterando-se alguns parâmetros e meios de processo que influenciam na reticulação polimérica, Quadro 2.

Quadro 2 – Procedimentos de produção de membranas modificadas com OG.

Método	Descrição
A	Esfoliou-se 25 mL de OG (20 mg/L) por 30 min em ultrassom. Adicionou-se 25 mL do polímero PVA (100 mg/L) e OG (esfoliado) a 200 mL de água DI e agitou-se por 5 min em agitador magnético. Em seguida, depositou-se via filtração a vácuo nas membranas. As membranas modificadas foram secadas a temperatura ambiente.
B	Após os procedimentos do método A, a membrana foi submersa em 25 mL de ácido cítrico (10 mg/L) em temperatura ambiente por 12 h. Em seguida, retirou-se a membrana da solução de AC e finalizou-se a reticulação polimérica na estufa por 2h30 a 80°C.
1	Esfoliou-se 25 mL de OG (20 mg/L) em ultrassom por 30 min. Adicionou-se 25 mL do polímero PVA (100 mg/L) e OG (esfoliado) a 200 mL de água DI e depositou-se via filtração a vácuo nas membranas. Em seguida, as membranas foram secas em estufa por 4 h a temperatura de 50°C, conforme Sun <i>et al.</i> (2020) utilizou em seus estudos. Na reticulação, a membrana foi embebecida com 25 mL de ácido cítrico (10 mg/L) a temperatura ambiente durante 12 h. Por fim, retirou a membrana do AC e colocou-se na estufa por 4 h a 50°C.
2	Colocou-se 25 mL de OG (20 mg/L) em ultrassom por 30 min para esfoliação. Em seguida, adicionou-se 25 mL do polímero PVA (100 mg/L) e OG (esfoliado) a 200 mL de água deionizada e depositou-se via filtração a vácuo nas membranas. Finalizado o processo anterior, filtrou-se, no mesmo sistema, 25 mL de ácido cítrico (10 mg/L), conforme Gomes (2021) realizou em seus trabalhos. Em seguida, colocou-se a membrana em estufa por 4 h a 50°C.

3	Foi esfoliado 25 mL de OG (20 mg/L) em ultrassom por 30 min. Em um béquer, colocou-se 200 mL de água DI, 25 mL do polímero PVA (100 mg/L), o OG (esfoliado) e 25 mL de ácido cítrico (10 mg/L), misturou-se sob agitação magnética durante 5 min, e depositou-se via filtração a vácuo nas membranas. Em seguida, colocou-se a membrana na estufa por 2h30 a 50°C, conforme Cheng <i>et al.</i> (2017).
4	Esfoliou-se 25 mL de OG (20 mg/L) em ultrassom por 30 min. Adicionou-se 25 mL do polímero PVA (100 mg/L) e OG esfoliado a 200 mL de água DI e homogeneizou-se a solução com um agitador magnético por 5 min. Em seguida, depositou-se a solução via filtração a vácuo nas membranas. Após esta etapa de modificação, a membrana foi seca em estufa a 50°C por 2 h. Ao fim, a membrana foi embebida por 12 h em 100 mL de água DI a temperatura ambiente. Após este processo, a membrana foi submersa em 25 mL de solução aquosa de ácido cítrico (10 mg/L) e colocada em estufa por 4 h a 50°C (SUN <i>et al.</i> (2020). Por fim, a membrana foi lavada com água deionizada para remover reticulação residual e seca em estufa por 2 h a 50°C.
5	Pipetou-se 25 mL de OG (20 mg/L) em um béquer e esfoliou-se em banho de ultrassom por 30 min. Após este processo, foi adicionado 25 mL do polímero PVA (100 mg/L) e OG (já esfoliado) a 200 mL de água DI e homogeneizou-se a solução com um agitador magnético durante 5 min. Em seguida, depositou-se a solução por filtração a vácuo nas membranas. Após, a membrana foi para a estufa a 50°C por 4 h. Por fim, a membrana foi embebecida por 12 h a 100 mL de água DI a temperatura ambiente (SUN <i>et al.</i> , 2020) e depois foi para estufa embebida em 25 mL de ácido cítrico (10 mg/L) por 2 h, a temperatura de aproximadamente 80°C (GOMES, 2021). Por fim, a membrana foi lavada com água deionizada, para remoção dos agentes de ligação cruzada não reagidos, e levada para estufa por 50°C, com tempo de secagem de 4 h.

Fonte: Autor (2022).

4.4 TESTE DE ESTABILIDADE ESTRUTURAL DAS MEMBRANAS

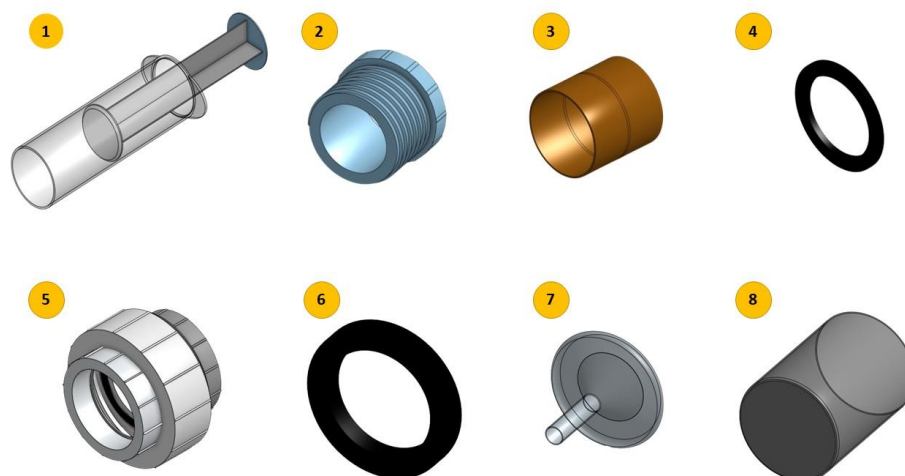
Após modificadas, as membranas MCE e PA com 0,5 mg de óxido grafeno, foram submetidas a investigação da degradação sob ultrassom (PARSAMEHR *et al.*, 2019; SUN *et al.*, 2020, GOMES 2021), simulando a estabilidade de desempenho das membranas para dessalinização. As membranas modificadas e não reticuladas foram identificadas de método A, já as membranas modificadas e reticuladas nomeadas método B.

O teste consistiu em submeter as membranas produzidas em béqueres distintos, contendo 20 mL de água deionizada, a frequência ultrassônica de 40 kHz, a temperatura ambiente durante 2 min (SUN *et al.*, 2020; GOMES, 2021).

4.5 DESENVOLVIMENTO DO SISTEMA DE NANOFILTRAÇÃO

Para os ensaios de desempenho na remoção de sais, foi construído um sistema de filtração direta simples, baseado no funcionamento de uma seringa. A Figura 13 apresenta os componentes utilizados na construção do sistema nanofiltração, também descritos no Quadro 3. Na união de peças roscáveis, utilizou-se fita veda rosca para garantir a vedação do sistema.

Figura 13 – Componentes utilizados no desenvolvimento do sistema de nanofiltração.



Fonte: Autor (2022).

Quadro 3 – Itens utilizados no desenvolvimento de sistema de nanofiltração.

Item	Descrição	Quantidade	Fabricante
1	Conjunto Seringa, volume 150 mL (plástico)	1	Adaptado Contek ⁸
2	Bucha de redução soldável curta 50x40 mm (PVC)	2	Adaptado Tigre ⁹
3	Adaptador soldável rosca irrigação DN 50x1/1/2 polegadas (PVC)	1	Adaptado Tigre ¹⁰
4	Anel de vedação (borracha)	1	Autor
5	Conjunto luva união rosqueável 2 polegadas (PVC)	1	Amanco ¹¹
6	Anel de vedação (borracha)	1	Autor
7	Funil filtrante 62 mm (diâmetro externo), 40 mm (diâmetro junta esmerilhada) (vidro borossilicato)	1	Filtrilo ¹²
8	Copo béquer 400 mL (plástico)	1	Nalgon ¹³

Fonte: Autor (2022).

⁸ Disponível em: https://produto.mercadolivre.com.br/MLB-1326214726-kit-2-seringas-150ml-1-metro-de-mangueira-recarga-oficina-_JM. Acesso em 18 de dezembro de 2021.

⁹ Disponível em: https://www.ferreiracosta.com/Produto/276/bucha-de-reducao-curta-soldavel-pvc-marrom-50-mm-x-40-mm-amanco?region_id=222222&gclid=CjwKCAjwkYGVbHArEiwA4sZLuB0Rfk8SV-huNWKI85AhwWh4R01K_NjMqojeLpTjdOn317FF_FKqBhoCm4cQAvD_BwE. Acesso em 15 de dezembro de 2021.

¹⁰ Disponível em: https://www.ferpam.com.br/adaptador-soldavel-rosca-irrigac-o-dn50x1-1-2-tigre.html?gclid=CjwKCAjwkYGVbHArEiwA4sZLuCJyyx8Up1MzgYMxjr4A7s3NOaH00x-xDTLGGs22y88MzOgcq01D-RoCbccQAvD_BwE. Acesso em 15 de dezembro de 2021.

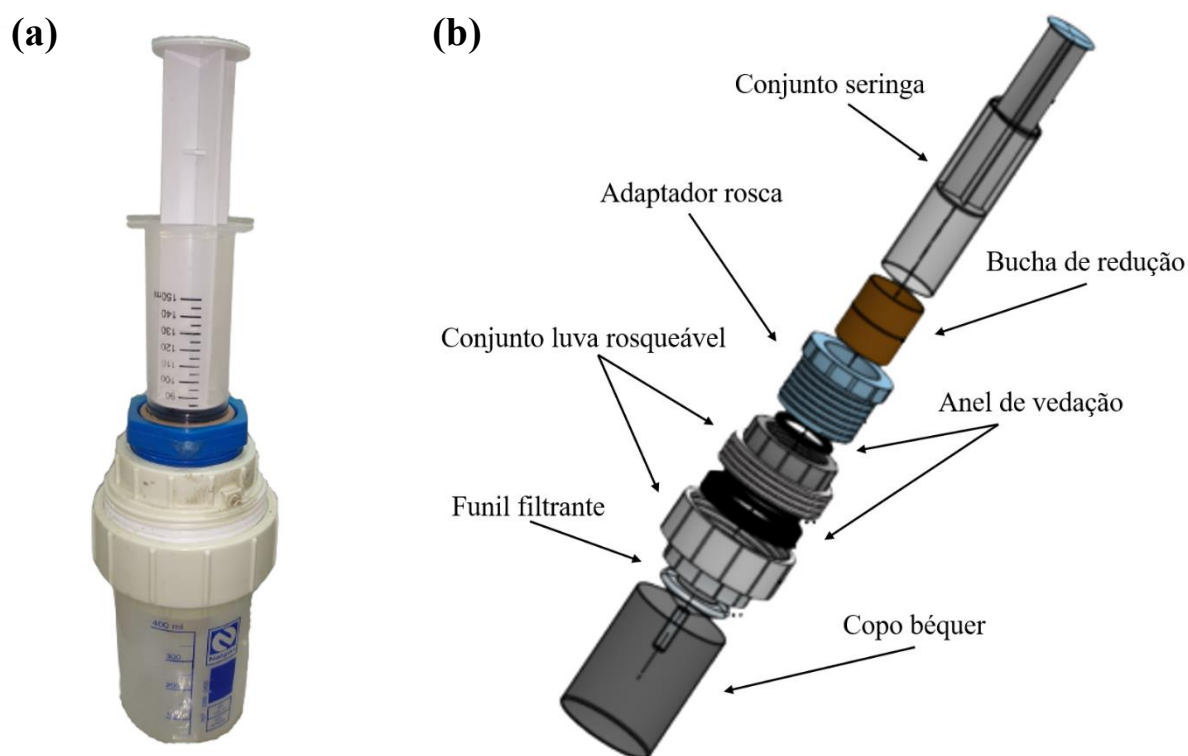
¹¹ Disponível em: https://www.ferreiracosta.com/Produto/1083/uniao-roscaavel-pvc-branco-2-amanco?region_id=222222&gclid=CjwKCAjwkYGVbHArEiwA4sZLuFT3A89nj9SdNwlvZbmB7Jwx9xUFfBeIFdqRLmS1KbmXCMZ09-z80hoCyRkQAvD_BwE. Acesso em 15 de dezembro de 2021.

¹² Disponível em: <https://filtrilo.com.br/produto/sistema-de-filtracao-filtrilo-funil-com-rolha/>. Acesso em 15 de dezembro de 2021.

¹³ Disponível em: <https://www.ferpam.com.br/adaptador-soldavel-rosca-irrigac-o-dn50x1-1-2-tigre.html>. Acesso em 15 de dezembro de 2021.

Na figura 14 podem ser vistos, o sistema totalmente montado (Figura 14 (a)), e o sistema em perspectiva explodida (Figura 14 (b)), mostrando cada componente que compõe o filtro. A solução a ser filtrada é colocada no cilindro. Esta solução é empurrada manualmente pelo êmbolo para que seja passada através das membranas de filtração. As membranas, de aproximadamente 47 mm de diâmetros, são instaladas abaixo do anel de vedação, dentro da conexão de PVC, e na parte superior do reservatório de captação. Após a passagem pelas membranas a solução é captada no reservatório de captação com capacidade de 400 mL.

Figura 14 – Sistema de nanofiltração: (a) sistema totalmente montado e (b) sistema em perspectiva explodida.



Fonte: Autor (2022).

Durante os ensaios o sistema se apresentou estável, a pressão de trabalho utilizada ficou em torno de 4 e 5 bar. Para manter a integridade física do sistema, padronizou-se a pressão de compressão sobre o equipamento em 3 bar. O dispositivo mostrou-se mais reprodutível e com menor erro (± 3) para membranas produzidas com poros em escala nanométrica quando comparadas a metodologias convencionais de filtração a vácuo utilizadas em laboratório, como por exemplo, as realizadas por Gomes (2021) erro (± 5).

4.6 TESTE DE DESEMPENHO DAS MEMBRANAS

A avaliação do desempenho das membranas foi realizada através de testes via filtração direta. Para estes ensaios foram selecionadas as membranas modificadas/reticuladas com o menor grau de defeitos visíveis e mais homogênea. Antes de iniciar os ensaios todo o sistema foi submetido a limpeza com água deionizada.

O volume de solução de alimentação utilizado durante os ensaios de filtração foi de 100 mL, a temperatura ambiente e pH entre 6-7. Os dados dos testes de filtração foram monitorados com o auxílio de um medidor multiparâmetros Hanna (Modelo - HI9829) e condutivímetro digital portátil (Mod. CDR-870), ambos calibrados.

4.6.1 Retenção

A retenção foi verificada por meio de medidas de condutividade elétrica, conforme a Equação 1 (COUTO, 2017):

$$R (\%) = \frac{c_a - c_p}{c_a} \times 100 \quad (\text{Equação 1})$$

em que: c_a é a condutividade da solução de alimentação em mS/cm (Milisiemens por centímetro); c_p é a condutividade da solução permeada em mS/cm (Milisiemens por centímetro);

A condutividade inicial foi mensurada com a solução dentro da célula de filtração como forma de contabilizar uma possível condutividade residual.

4.6.2 Permeabilidade das membranas

O fluxo de permeado médio (\bar{J}), dado em L/m². h. bar, é definido pela vazão de permeado por unidade de área da membrana, Equação 2 (ZHANG, 2017):

$$\bar{J} = \frac{V}{A.t.P} \quad (\text{Equação 2})$$

em que: V é o volume permeado no sistema (L); A é a área efetiva da membrana, por onde passa a água (m²); t é o tempo de operação (h); P é a pressão aplicada no sistema (bar);

O tempo para cada ensaio foi fixado em 10 min e a área efetiva das membranas foi de 0,0012 m². Inicialmente, foi adotada pressão constante de trabalho de 3 bar para cada ensaio, de modo a manter a integridade física do sistema de nanofiltração. Para o controle da pressão foi utilizada uma máquina de ensaio universal mecânico.

4.6.3 Capacidade de reutilização das membranas (ciclos)

A verificação do comportamento das membranas durante diversos ciclos de filtração, foi realizado submetendo cada membrana a cinco testes de filtração com dois procedimentos distintos previamente definidos, conforme a seguir:

- Ciclo A: Após a realização de cada ciclo, com 100 mL da solução salina, a membrana não era retirada nem lavada, assim como o sistema de filtração, visando simular uma aplicação contínua e ininterrupta da membrana.
- Ciclo B: A cada ciclo (100 mL da solução salina), a membrana é retirada e lavada com água deionizada, bem como todo o sistema.

4.7 ÁGUAS DE ALIMENTAÇÃO

Esta etapa teve a finalidade de avaliar a capacidade ou nível de dessalinização de cada membrana (MCE e PA reticuladas), tanto para sal monovalente (cloreto de sódio), quanto bivalente (sulfato de magnésio). Os ensaios consistiram na preparação de soluções distintas de NaCl, e MgSO₄ com água deionizada, ambas com concentração igual a 2 g/L e volume de 100 mL, tomando-se o cuidado de utilizar uma solução nova a cada membrana analisada (NOGUEIRA,2012; BUENO, 2013; CHENG *et al.*, 2017).

4.8 TESTE DE ADSORÇÃO

De maneira a verificar a capacidade de remoção dos sais pelas membranas na ausência da pressão, foram realizados ensaios empregando os mesmos aparatos instrumentais, porém utilizando a pressão atmosférica no lugar das pressões aplicadas nos testes anteriores.

Para isso, a membrana de melhor desempenho foi submersa em 100 mL da solução padrão de sulfato de magnésio (2 g/L) durante 1h30, conforme (BUENO, 2013). Durante este período foram coletados valores da condutividade elétrica a cada 30 min.

4.9 APLICAÇÃO DE TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Todas as membranas confeccionadas foram secas em estufa a de 80°C por 2h30. Em seguida foram armazenadas em dessecador até a utilização para caracterização.

4.9.1 Difração de raios-X (DRX)

Para as análises de difração de raio-X (Bruker – D8 Advance) com radiação $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda=0,15418$ nm), localizado no Laboratório de caracterização da UACSA-UFRPE, foi utilizado para analisar as fases cristalinas do grafite em forma de pó, óxido de grafeno na forma de filme e as membranas modificadas com OG e reticuladas.

Os parâmetros de operação consistiram na faixa 2θ de 5 a 35° em passos $0,02^\circ$ a tempo de aquisição 1,0 s por passo. Os dados obtidos foram utilizados para determinar as distâncias interplanares, calculadas pela lei de Bragg (ELTON; JACKSON, 1966), conforme a Equação 6 apresenta:

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (\text{Equação 6})$$

considerando n igual 1, isolando d , tem-se a Equação 7:

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (\text{Equação 7})$$

em que: d configura a distância interplanar entre as camadas do material; θ é o ângulo de difração; λ é o comprimento de onda da radiação.

Os resultados foram comparados com a base de fichas cristalográficas *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD), disponibilizada pela CAPES.

4.9.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foi adquirido imagens de MEV através do Microscópio VEGA3 da TESCAN, localizado no Laboratório de caracterização da UACSA-UFRPE, composto de fonte de elétrons com filamento de tungstênio, as características morfológicas das amostras de óxido de grafeno e da superfície e seção transversal das membranas puras e as modificadas com OG. O aparelho foi operado utilizando parâmetros de tensões de aceleração de 5 kV a 20 kV.

Na parte superior do porta amostras, cada amostra de OG e das membranas foram colocadas em um pequeno suporte metálicos (*stub*) com fita dupla face de carbono. As membranas foram metalizadas com fina camada de ouro Laboratório de Engenharia química da Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, antes de serem inseridas na porta amostra.

4.9.3 Espectroscopia no Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A FTIR analisa as vibrações moleculares do material, a qual tende associar as bandas de absorção infravermelha com os grupos funcionais presentes nas amostras (BERTHOMIEU;

HIENERWADEL, 2009). Foi analisado amostras de óxido de grafeno e das membranas puras e modificadas com óxido de grafeno.

Cada amostra, na forma de filme, foi pressionada com a ponta de diamante de ATR - Reflexão Total Atenuada. O espectro no infravermelho foi obtido por meio equipamento de FTIR (SHIMADZU - IRTracer-100) com espectros variando na faixa de 4000 a 400 cm^{-1} , utilizando a técnica de ATR.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO

No processo de adição do permanganato de potássio para gerar a oxidação do grafite e obtenção do óxido de grafeno, verificou-se que a suspensão mudou de cor acinzentada para um amarelo brilhante, e a dispersão no fundo do recipiente ficou marrom escura. Esta alteração de coloração é típica do material obtido pelo Método de Hummers modificado (ARAÚJO, 2018). Após o processo de lavagem, exfoliação e centrifugação a coloração da suspensão tornou-se homogênea marrom escura, conforme exibido na figura 15 (a) e semelhante ao relatado por Gomes (2021) e Araújo (2018). De acordo com Li *et al.* (2008), isso ocorre devido a remoção de impurezas, sais e ácidos residuais da dispersão, e que tem como efeito o aumento do pH.

As concentrações de óxido de grafeno, foram obtidas por análise gravimétrica em cada ponto da dispersão no recipiente, conforme discutido na seção 4.2 e mostrado na Tabela 7.

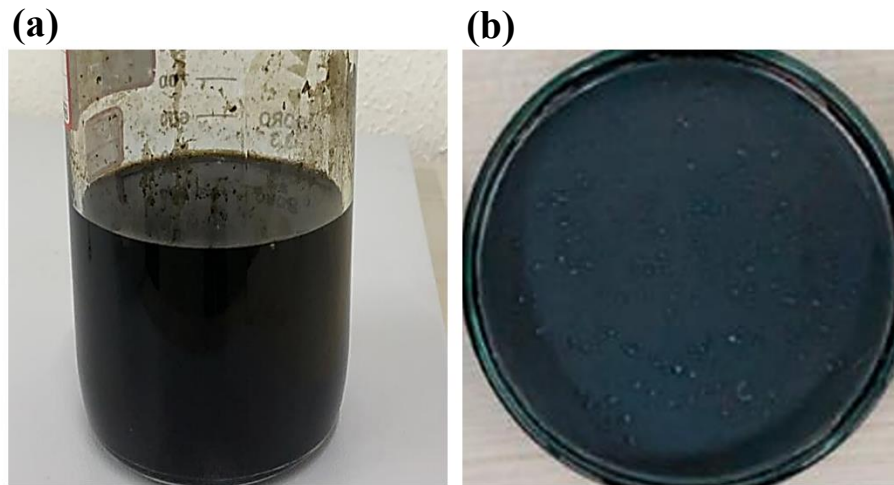
Tabela 7 – Concentração do óxido de grafeno em dispersão aquosa.

Região	Vidraria (g)	Vidraria + OG seco (g)	OG (g)	Concentração (g/L)
A	12,596	12,608	0,012	1,20 ± 0,01
B	13,200	13,212	0,012	1,20 ± 0,01
C	12,868	12,880	0,012	1,20 ± 0,01
			Média	1,20 ± 0,01

Fonte: Autor (2022).

Pelos dados na Tabela 7, observam-se que as concentrações de óxido de grafeno apresentam-se homogêneas em todas as regiões analisadas, com concentração média de aproximadamente 1,2 g/L. A Figura 15 (b) apresenta o filme de OG em sua forma sólida após as 24 h (OG-24h) de secagem em estufa.

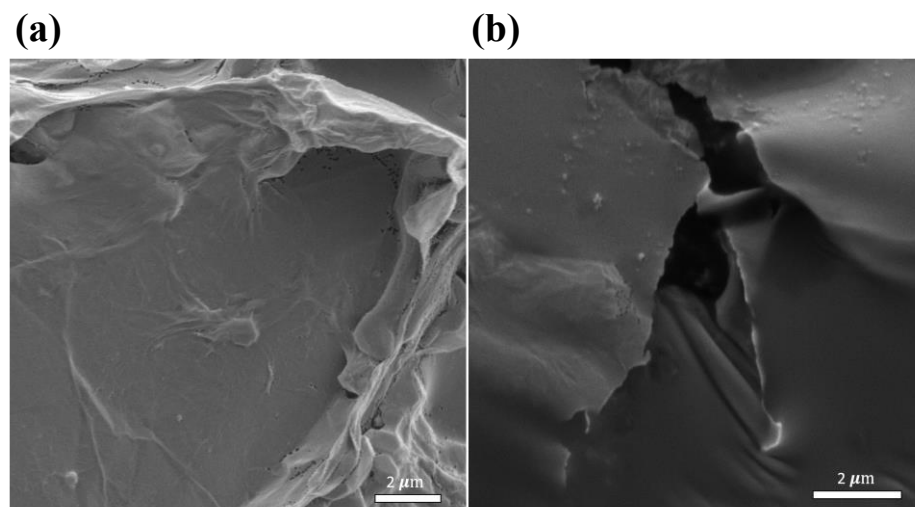
Figura 15 – Óxido de grafeno: (a) na forma líquida; (b) filme de óxido de grafeno obtido da dispersão na forma sólida.



Fonte: Autor (2022).

As micrografias para as amostras de óxido de grafeno, obtidas através de alíquotas da dispersão depositadas diretamente na fita de carbono, estão apresentadas na Figura 16. Na Figura 16 (a) é possível verificar as folhas compactadas de OG, exibindo superfície rugosa/ondulada e camadas empilhadas. De acordo com Borges (2020), essas rugosidades ocorrem devido a interação entre os grupos funcionais oxigenados do material carbonáceo com espécies ácidas. Outra particularidade do OG observada na ampliação da imagem, Figura 16 (b), é a presença de nanofolhas com contrastes bem definidos e áreas superficiais laterais acima de $5 \mu\text{m}^2$.

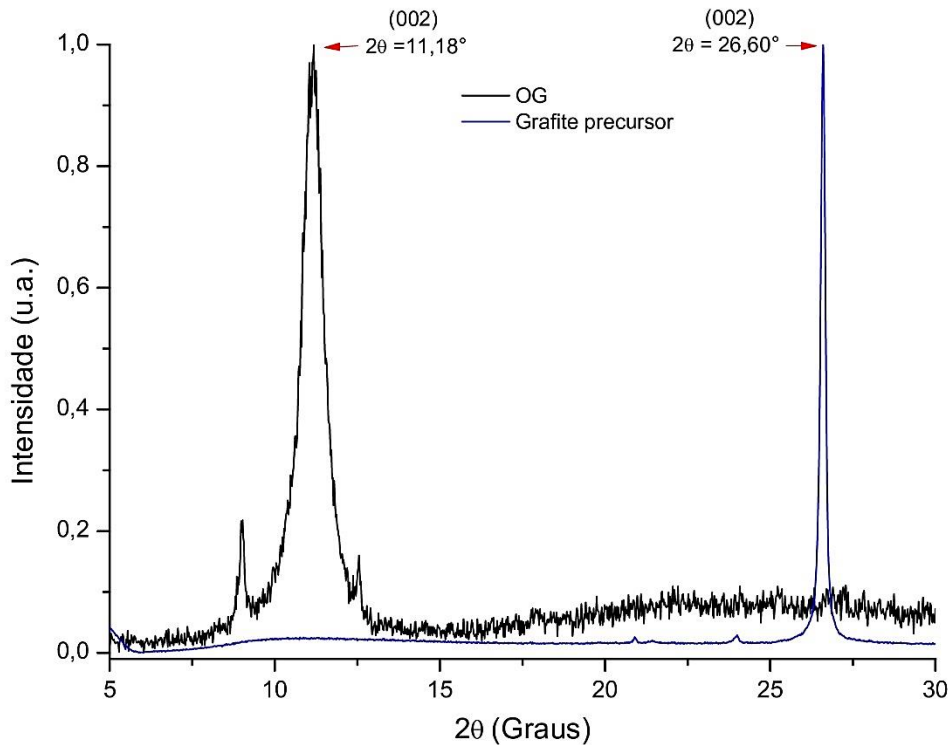
Figura 16 – Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura da amostra de OG-24 h: (a) ampliada 15000 vezes, e (b) ampliada 20000 vezes.



Fonte: Autor (2022).

No Gráfico 1 são apresentados os padrões de difração de raios-X para o grafite, material precursor na obtenção do OG, e para o óxido de grafeno utilizado na preparação das membranas.

Gráfico 1 – Difractometria de raios-X das amostras de grafite e OG.



Fonte: Autor (2022).

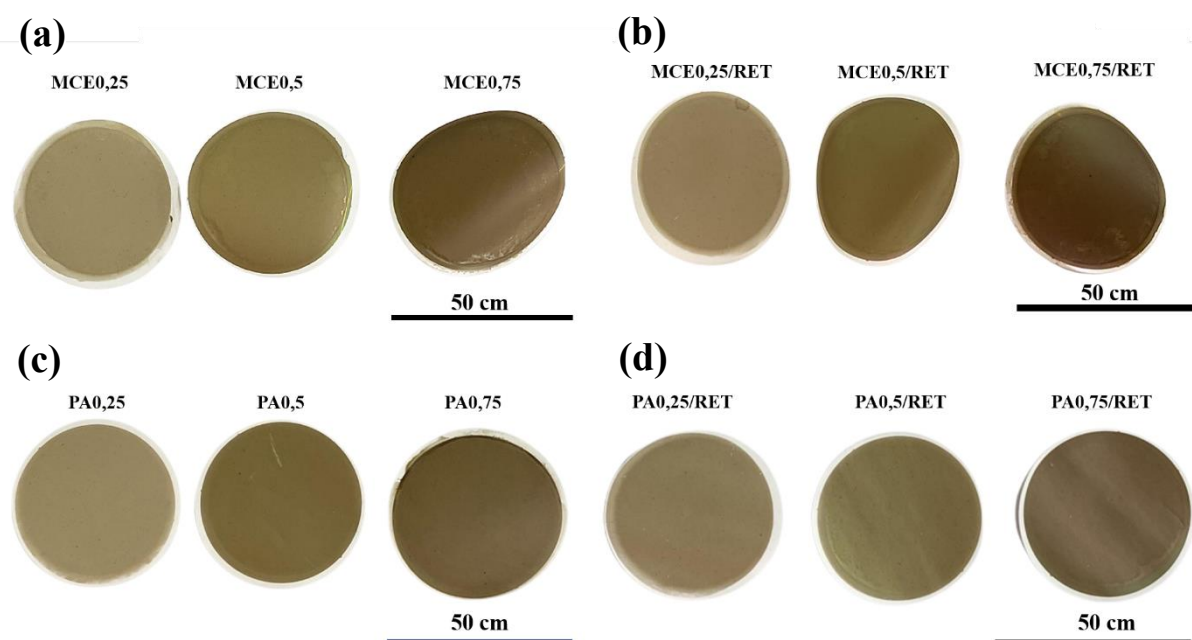
Pelos difratogramas é possível observar que o OG possui pico característico atribuído ao plano (002) em $2\theta = 11,18^\circ$ e espaçamento interplanar (d_{002}) de 0,80 nm, calculado de acordo com a lei de Bragg. Em suas proximidades vizinhas surgiram pequenos picos de difração que podem ser atribuídos a regiões com espaçamentos interplanares ligeiramente diferentes, conforme apontado por Storm, Johnsen & Norby (2016). Para o grafite, o ângulo de difração de raio-X está em torno de $2\theta = 26,6^\circ$, correspondente a reflexão para o plano 002, com espaçamento entre camadas (d_{002}) de 0,34 nm. Comparando os dois padrões de difração observa-se que o material oxidado (OG) apresentou um deslocamento acentuado para esquerda no plano (002), devido ao aumento do espaçamento entre camadas. Esse comportamento foi reportado por Gomes (2021), Huh (2011) e O'Neill, Bakirtzis e Dixon (2014), que afirmam que esse fenômeno pode ser consequência do processo de oxidação e esfoliação completa do material, formação de grupos oxigenados e introdução de moléculas da água nas estruturas.

5.2 REVESTIMENTO DAS MEMBRANAS

As membranas comerciais de MCE (Ésteres de Celulose Mistos)¹⁴, escolhidas para a deposição dos filmes de OG, foram selecionadas por serem hidrofílicas, inertes e de baixo custo. Sun *et al.* (2020) e Han; Xu; Gao (2013) também utilizaram membranas MCE em estudos de remoção de sais e micropoluentes presentes em água. As membranas de PA (Poliamida) foram escolhidas por apresentarem altas resistências química e mecânica, altas taxas de fluxo permeável e amplas faixas de operação de pH, temperatura e pressão (GOMES 2021; BUENOS, 2013).

Durante o processo de revestimento das membranas com OG, observou-se que o tempo de filtragem da solução é proporcional a quantidade (mg) de OG e PVA utilizadas nas formulações. Suspensões com 0,25 mg de OG demoravam aproximadamente 45 min para sua deposição; já com 0,5 e 0,75 mg de OG. As membranas de MCE, de forma geral, apresentaram uma filtração mais lenta do que as de PA. Essas membranas produzidas podem ser observadas, na Figura 17.

Figura 17 – Membranas produzidas conforme a massa de OG depositada: (a) MCE modificadas e não reticuladas, (b) MCE modificadas e reticuladas, (c) PA modificadas e não reticuladas; (d) PA modificadas e reticuladas.



Fonte: Autor (2022).

¹⁴ Disponível: <https://filtrilo.com.br/membrana-filtrante-mce-esteres-de-celulose-mistos-hidrofílico/>. Acesso em 27 de abril de 2022.

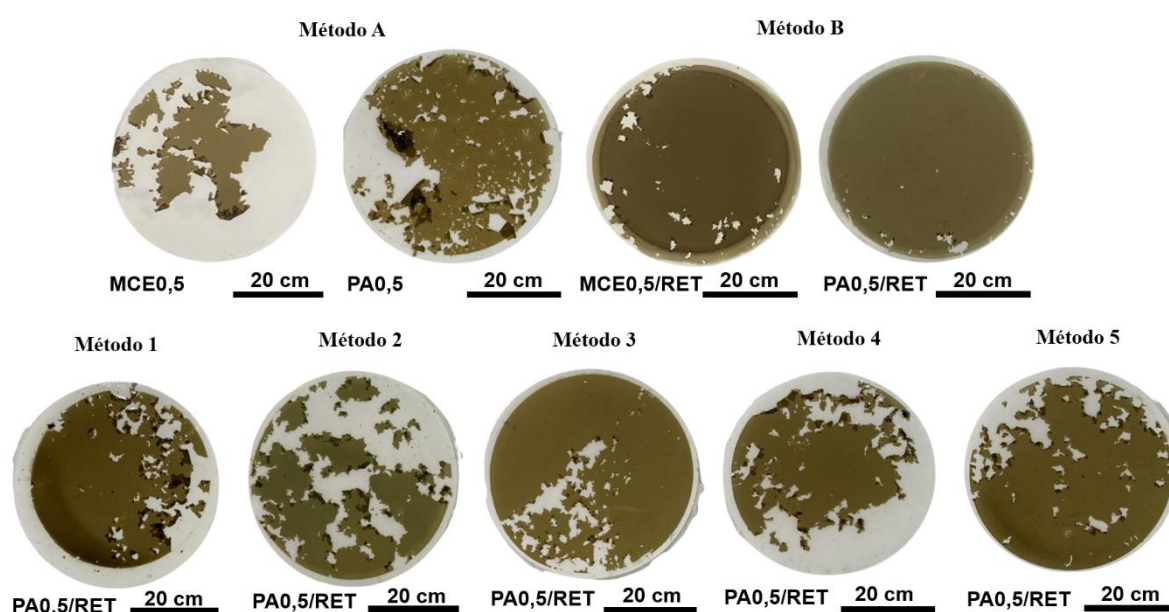
Na Figura 17, nota-se que tanto nas membranas de MCE como nas de PA, quanto maior a massa de OG depositada mais escuras são as membranas. De acordo com Gomes (2021), a percepção visual da mudança de tonalidade das membranas sugere que ocorra a deposição de um filme de OG na membrana pura.

Verifica-se, ainda, que as superfícies das membranas modificadas se apresentam mais lisas e brilhosas após a reticulação com PVA. Almeida (2021) e Silva (2016) afirmam que o processo de reticulação permite uma melhor aplicabilidade do filme polimérico, uma vez que se apresentam isentos de estrias e poros após a polimerização.

5.3 ESTABILIDADE ESTRUTURAL DAS MEMBRANAS

Avaliou-se a estabilidade estrutural das membranas, produzidas com 0,5 mg de OG, para cada método de preparação descrito no Quadro 2 da seção 4.3.2. Essas membranas foram submetidas ao ultrassom (40 kHz, por 2 min a temperatura ambiente). Devido ao maior tempo de filtragem requerido para as membranas de MCE com relação as membranas PA, optou-se em comparar apenas a influência da reticulação (métodos A e B descritos no item 4.4) na estabilidade das mesmas. Os demais testes de estabilidade, conforme os métodos de 1 a 5, foram conduzidos somente para as membranas de PA. As imagens das membranas após o teste estão apresentadas na Figura 18.

Figura 18 – Imagens das membranas modificadas com OG após os estudos de estabilidade química e mecânica sob ultrassom.



Fonte: Autor (2022).

Na Figura 18, nota-se que algumas membranas foram extremamente danificadas sob as condições estudadas. Observa-se que as membranas preparadas pelo método A, isto é, não reticuladas, tiveram uma perda considerável do filme de OG comparadas as membranas reticuladas (método B) após o teste em ultrassom. A boa reticulação foi proporcionada pelo ácido cítrico que teve a função de agente de ligação cruzada entre o óxido de grafeno e o PVA em função de seus grupos funcionais presentes em sua estrutura, permitindo maior resistência química e mecânica. Jose & Al-Harthi (2017) afirmam que em cadeias poliméricas que contêm hidroxilas, o ácido cítrico reage melhor no processo de reticulação e, como resultado, tem-se o aumento da propriedade mecânica e estabilidade na água.

O filme de OG nas membranas de PA foram mais resistentes que nas de MCE em ambos os tratamentos. No método B o recobrimento ficou praticamente inalterado quando submetido ao ultrassom, esta observação sugere que as interações entre o filme de OG e o suporte de PA são mais fortes do que com o suporte de MCE. Song *et al.* (2018), justificam esse fenômeno ao fornecimento dos grupos hidroxilas livres. Gomes (2021) afirma que as membranas de celulose contêm cadeias menos lineares e mais compactas que as das de poliamida, o que amplia a interação de seus nitratos com os grupos funcionais oxigenados encontrados na estrutura do OG. Isso faz a membrana reagir melhor a soluções carregadas e, conseqüentemente, degradar seu filme de OG presente na superfície da membrana (GOMES, 2021).

Para as amostras produzidas pelos métodos 1 e 3, nota-se que as membranas foram bastante danificadas quando submetidas ao ultrassom. Estas amostras foram tratadas a 50°C durante seus preparos, já as amostras confeccionadas pelo método B foram tratadas a 80°C, pode-se sugerir que a temperatura de tratamento pode influenciar de forma significativa nas reticulações das membranas. É possível que temperaturas em torno de 50°C sejam insuficientes para alcançar uma interação satisfatória entre o OG e o polímero. Chen *et al.* (2015) relataram em seus estudos que a estabilidade mecânica pode estar ligada a estrutura química do filme de OG na membrana. De acordo com a Su *et al.* (2014), a estabilidade das membranas pode ser ampliada por meio de redução térmica, isto é, a diminuição do espaçamento entre camadas através da remoção de grupos oxigenados que não reagiram.

As membranas preparadas pelos métodos 2, 4 e 5 exibiram grande dispersão de óxido de grafeno quando submetidas ao ultrassom, mostrando a fraca adesão entre os polímeros das membranas e o OG, apresentando instabilidade mecânica. Isso pode estar relacionado ao tempo de cura, visto que o tempo de reação da membrana modificada com o agente reticulante variou de 2 a 4 h. Vale ressaltar que o tempo de reação dos nanomateriais vertidos na membrana pura com o ácido cítrico foi de 12 h na membrana de melhor resultado de estabilidade (método B).

5.4 TESTE DE DESEMPENHO PARA REMOÇÃO DE SAIS

O desempenho das membranas modificadas com OG foi avaliado através de testes de filtração. Inicialmente, todas as membranas foram submetidas a ensaios com volumes fixos de 100 mL de soluções padrão contendo íons de magnésio (Mg^{2+}). As membranas puras de MCE e PA foram submetidas aos ensaios visando valores de referência, cenário de retenção salina sem adição de OG. Na Tabela 8 são apresentados os resultados dos testes para as membranas de MCE puras (MCE0,0) e modificadas/reticuladas com OG.

Tabela 8 – Resultados dos testes de desempenho para as membranas de MCE pura e membranas modificadas/reticuladas com 0,25, 0,5, e 0,75 mg de OG para solução contendo sulfato de magnésio (2 g/L).

Membrana	Alimentação	Concentrado	Permeado	Retenção (%)	Permeabilidade (L/m ² . h. bar)
	CDE (mS/cm)	CDE (mS/cm)	CDE (mS/cm)		
MCE0,0	1,305	-	1,297	0,61	Instantâneo
	1,294	-	1,289	0,39	Instantâneo
	1,280	-	1,259	1,64	Instantâneo
	1,310	-	1,301	0,69	Instantâneo
	1,291	-	1,281	0,77	Instantâneo
				Média =>	0,82±0,33
MCE0,25/RET	1,234	1,145	1,073	13,05	10,00
	1,203	1,208	1,010	16,04	7,08
	1,161	1,165	1,005	13,44	7,91
	1,248	1,245	1,063	14,82	10,41
	1,228	1,142	1,049	14,58	9,58
				Média =>	14,39±0,91
MCE0,5/RET	1,185	1,183	1,045	11,81	8,33
	1,193	1,160	0,989	17,10	8,33
	1,196	1,202	1,025	14,30	5,00
	1,240	1,232	1,031	16,85	10,41
	1,226	1,155	0,989	19,33	5,00
				Média =>	15,88±2,26
MCE0,75/RET	1,168	1,173	0,971	16,87	4,58
	1,194	1,180	0,974	18,43	6,25
	1,161	1,181	0,941	18,95	11,66
	1,238	1,210	0,997	19,47	3,33
	1,192	1,190	1,004	15,77	9,16
				Média =>	17,90±1,26

Fonte: Autor (2022).

O valor de retenção para os íons de magnésio para a membrana pura de MCE foi insignificante, <1%, com fluxo permeado quase instantâneo <5 s. Membranas modificadas/reticuladas com OG MCE0,25/RET, MCE0,5/RET e MCE0,75/RET, que possuíam 0,25; 0,5 e 0,75 mg de OG, na devida ordem, apresentaram percentuais de rejeição em torno de $14,39 \pm 0,91\%$, $15,88 \pm 2,26\%$ e $17,90 \pm 1,26\%$, respectivamente. Estes resultados mostram que essas membranas contendo OG apresentaram um ganho de aproximadamente 16% em relação as membranas puras. De acordo com Almeida (2021) e Gomes (2021), esse fato deve-se ao aumento concentração de óxido de grafeno depositado nas membranas.

Na permeabilidade, nota-se que a membrana de MCE0,75/RET obteve o menor fluxo permeado com média de 7 L/m². h. bar. Isso se deve ao empilhamento de suas folhas provocado pelo aumento da matéria carbônea, e conseqüentemente, dificulta a passagem da molécula da água pela membrana. De acordo com Sun *et al.* (2020) a espessura do filme de OG está diretamente ligada ao desempenho da membrana, uma vez que a intercalação de PVA, a estrutura da rede de reticulação com o OG tende a diminuir o espaçamento de camadas, e conseqüentemente, reduzindo os canais de transporte de água.

Na Tabela 9, são apresentados os resultados obtidos para os ensaios de desempenho das membranas de PA puras e as modificadas/reticuladas, frente à solução padrão de sulfato de magnésio. Vale ressaltar que os resultados obtidos para a membrana PA0,75/RET são provenientes dos procedimentos A e B (reutilização), uma vez que o primeiro ensaio (ciclo) de cada membrana tem o mesmo preparo metodológico.

Para a filtração utilizando as membranas puras de poliamida não foram observados resultados significativos para a retenção dos íons de Mg²⁺, (<2%, com fluxo permeado quase instantâneo < 7 s). Este comportamento era esperado, as membranas de poliamida e de MCE são geralmente empregadas em sistemas de microfiltração em função de sua porosidade de 0,22 μm , e por conseguinte não cumprem a função para retenção de sais.

As membranas de poliamida com os filmes OG atingiram ganhos em média 42% a mais que as puras. A melhor performance na retenção para íons Mg²⁺, foi obtida para a membrana de PA0,75/RET, retenção de $54,77 \pm 2,68\%$ e $1,42 \pm 0,28$ L/m².h.bar de fluxo permeado. As demais membranas de PA obtiveram retenção em torno de $34,56 \pm 2,66\%$ e $42,72 \pm 0,67\%$, preparadas com 0,25 e 0,5 mg de OG e reticuladas, respectivamente.

Comparando os desempenhos apresentados entre as membranas MCE e PA na retenção dos íons de Mg²⁺ de 1% e 2%, respectivamente, foi verificado que a retenção para estas membranas foi praticamente nula, Gráfico 2. Observa-se ainda, que as membranas com menores taxas de retenção salina, para cada tipo de membrana porosa, foram responsáveis pelos

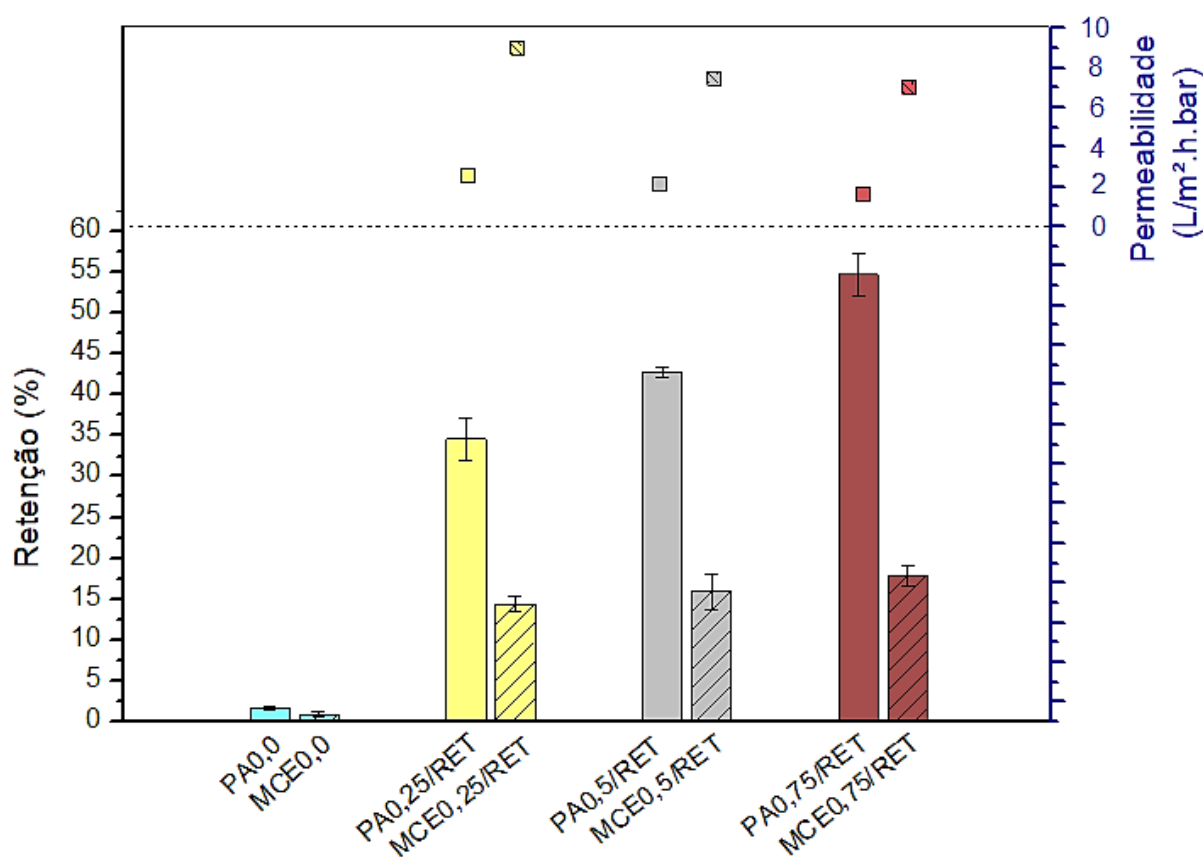
maiores fluxos permeados, MCE0,25RET (14,39±0,91% e 9,00±1,32 L/m².h.bar) e PA0,25/RET (34,56±2,66% e 2,25±0,56 L/m².h.bar). De modo inverso, as membranas com altos índices de retenção apresentaram a menor permeabilidade, MCE0,75RET (17,90±1,26% e 7,00±3,04 L/m².h.bar) e PA0,75/RET (54,77±2,68% e 1,42±0,28 L/m².h.bar).

Tabela 9 – Resultados dos testes de desempenho para as membranas de PA pura e membranas modificadas/reticuladas com 0,25, 0,5, e 0,75 mg de OG para solução contendo sulfato de magnésio (2 g/L).

Membrana	Alimentação	Concentrado	Permeado	Retenção (%)	Permeabilidade (L/m ² . h. bar)
	CDE (mS/cm)	CDE (mS/cm)	CDE (mS/cm)		
PA0,0	1,246	-	1,223	1,85	Instantâneo
	1,329	-	1,305	1,81	Instantâneo
	1,271	-	1,252	1,49	Instantâneo
	1,231	-	1,215	1,30	Instantâneo
	1,229	-	1,212	1,38	Instantâneo
				Média =>	1,57±0,21
PA0,25/RET	1,275	1,267	0,859	32,63	2,08
	1,217	1,228	0,804	33,94	2,08
	1,333	1,288	0,854	35,93	1,67
	1,295	1,183	0,779	39,85	2,08
	1,231	1,212	0,856	30,46	3,33
				Média =>	34,56±2,66
PA0,5/RET	1,206	1,204	0,672	44,28	2,08
	1,222	1,202	0,701	42,64	2,50
	1,228	1,182	0,711	42,10	1,67
	1,234	1,221	0,719	41,73	2,50
	1,228	1,231	0,702	42,83	2,08
				Média =>	42,72±0,67
PA0,75/RET	1,273	1,266	0,582	54,28	2,08
	1,228	1,216	0,573	53,34	1,25
	1,236	1,139	0,434	64,89	1,25
	1,211	1,151	0,562	53,59	1,67
	1,241	1,238	0,581	53,18	1,25
	1,223	1,218	0,603	50,7	1,67
	1,269	1,266	0,578	54,45	1,25
	1,271	1,259	0,533	58,06	1,25
	1,281	1,265	0,624	51,29	1,25
	1,233	1,238	0,568	53,93	1,25
			Média =>	54,77±2,68	1,42±0,28

Através da análise dos dados apresentados no Gráfico 2, pode-se sugerir que a presença do óxido de grafeno na superfície das membranas afeta a permeabilidade e aumenta a retenção das mesmas (SUN *et al.*, 2020; ALMEIDA, 2021). A permeabilidade de todas as membranas modificadas/reticuladas com OG, produzidas com 0,25, 0,5 e 0,75 mg de OG reduziu significativamente em relação as membranas puras de MCE e PA (ambas quase instantâneo), $9,00\pm 1,32$, $7,41\pm 2,11$ e $7,00\pm 3,04$ L/m².h.bar para as de substrato poroso de MCE e de $2,25\pm 0,56$, $2,17\pm 0,31$ e $1,42\pm 0,28$ L/m².h.bar com substrato de PA. Para Yang *et al.* (2017) o filme de OG age como uma espécie de bloqueio dos poros da membrana.

Gráfico 2 – Resultados médios dos ensaios de desempenho das membranas de MCE e PA puras e modificadas com 0,25, 0,5 e 0,75 mg de OG.



Fonte: Autor (2022).

As membranas PA sintetizadas com OG apresentaram as maiores taxas de retenção e os menores fluxos permeados (PA0,25/RET $34,56\pm 2,66\%$ e $2,25$ L/m².h.bar, PA0,5/RET $42,72\pm 0,67\%$ e $2,17$ L/m².h.bar, PA,75/RET $54,77\pm 2,68\%$ e $1,42$ L/m².h.bar) quando comparadas as membranas MCE (MCE0,25/RET $14,39\pm 0,91\%$ $9,00$ L/m².h.bar, MCE0,5/RET $15,88\pm 2,26\%$ e $7,41$ L/m².h.bar, MCE0,75/RET $17,90\pm 1,26\%$ e 7 L/m².h.bar). Uma hipótese para este comportamento é a interação dos grupos carboxílicos nas folhas de OG com os grupos

aminas nas membranas poliamidas, e esta interação provoca o aumento da estabilidade química e mecânica na membrana (PARSAMEHR *et al.*, 2019).

Ainda sobre da retenção dos sais presentes na solução de alimentação pelas membranas, dois fatores característicos de processos de separação por membrana podem ser levantados nos resultados obtidos: exclusão de *Donnan* (peneiramento físico) e o efeito eletrostático entre o OG e os sais, discutidos adiante.

Em relação a permeabilidade apresentada no Gráfico 2 as membranas de MCE modificadas com OG indicam fluxo permeável entre 7-9 L/m².h.bar. Enquanto as membranas de PA modificadas com OG apresentam fluxos entre 1,42-2,25 L/m².h.bar. Mulder (1996) afirma que membranas de nanofiltração possuem valores típicos de permeabilidade entre 1,4-12 L/m².h.bar. Os resultados mostram que as membranas produzidas evidenciam fluxos permeáveis característico de membranas de nanofiltração. Isso devido aos nanocanais formados pelo empilhamento das folhas de óxido de grafeno.

O aumento da concentração de OG e PVA na superfície das membranas é diretamente proporcional a retenção dos íons de magnésio e, inversamente proporcional ao fluxo de permeado. Isto mostra que a interação do OG com o PVA e reticulação com AC na membrana, a qual o empilhamento destes na superfície da membrana reduziu sua porosidade após a modificação e reticulação e formou-se nanocanais. Teoricamente, esse comportamento observado pelo fluxo seja justificado pela teoria do fluxo de escorregamento, a qual um grande número de oxigênio nos grupos presentes nas folhas de grafeno interage fortemente com as moléculas de água bloqueando sua passagem (ZHANG *et al.*, 2017).

Zhang *et al.* (2017) supõem que o grande número de grupos oxigenados na estrutura do OG dificulte a passagem da molécula da água, espécie de bloqueio, em razão da forte interação entre eles (grupos oxigenados e H₂O). Assim, as regiões nas folhas do OG sem grupos funcionais tendem a permitir a passagem e transporte de água.

Na Tabela 10 são apresentados os resultados obtidos para o desempenho de membranas modificadas com OG frente ao cloreto de sódio. Devido ao baixo potencial de retenção de sal das membranas MCE modificadas com OG, optou-se em aplicar apenas a membrana de poliamida com recobrimento de OG (melhor desempenho), aos ensaios de filtração ao cloreto de sódio (NaCl, sal monovalente).

Tabela 10 – Desempenho das membranas de PA pura e membranas modificadas 0,75 mg de OG retículas para solução contendo cloreto de sódio (2 g/L).

Membrana	Alimentação	Concentrado	Permeado	Retenção (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
	CDE (mS/cm)	CDE (mS/cm)	CDE (mS/cm)		
PA0,75/RET	3,560	3,510	2,150	39,61	1,67
	3,610	3,520	2,380	34,07	2,92
	3,700	3,600	2,350	36,49	2,08
	3,600	3,560	2,190	39,17	2,08
	3,610	3,600	2,300	36,26	1,67
				Média =>	37,12±1,82

Fonte: Autor (2022).

A filtração usando a membrana PA0,75/RET apresentou resultados de retenção moderados ao Na⁺, média de 37,12±1,82% e permeabilidade de 2,08±0,46 L/m².h.bar. De modo geral, as membranas PA0,75/RET apresentaram melhor desempenho (54,77±2,68% e 1,42 L/m².h.bar de fluxo permeado) para retenção de cátions bivalente, Mg⁺², do que para cátions monovalente, Na⁺. Zhang *et al.* (2017) afirmam que a eficiência de remoção de sais está relacionada ao fator tamanho físico destes. Estes resultados são justificados pelas espécies iônicas, isto é, pela relação carga/raio iônico, Tabela 11 (MARCUS, 1988).

Tabela 11 – Distâncias internucleares para os cátions testados.

Íon	Carga	Raio iônico (nm)	Relação carga/ Raio iônico
Na ⁺	1	0,2356 ± 0,0060	4,244
Mg ⁺²	2	0,2090 ± 0,0041	9,569

Fonte: Adaptado Marcus (1988).

A distância internuclear dos cátions testados indica que o cátion monovalente Na⁺ é menor que o cátion divalente Mg⁺², por isso seu bloqueio é mais difícil. Nogueira (2012), obteve em seus estudos 25% de retenção para íons Mg⁺² e SO₄²⁻, e 12% para íons de Na⁺ e Cl⁻, e concluiu que membranas de nanofiltração impedem a maior parte de íons divalentes (cálcio e magnésio) e permitem a passagem de íons monovalentes (sódio e potássio). Logo, os resultados sugerem que o mecanismo de retenção que domina o processo nas membranas produzidas é o peneiramento físico, também apontado por Nogueira (2012) e Han, Xu & Gao (2013), Almeida (2021), Sun *et al.* (2020), Parsamehr *et al.* (2019).

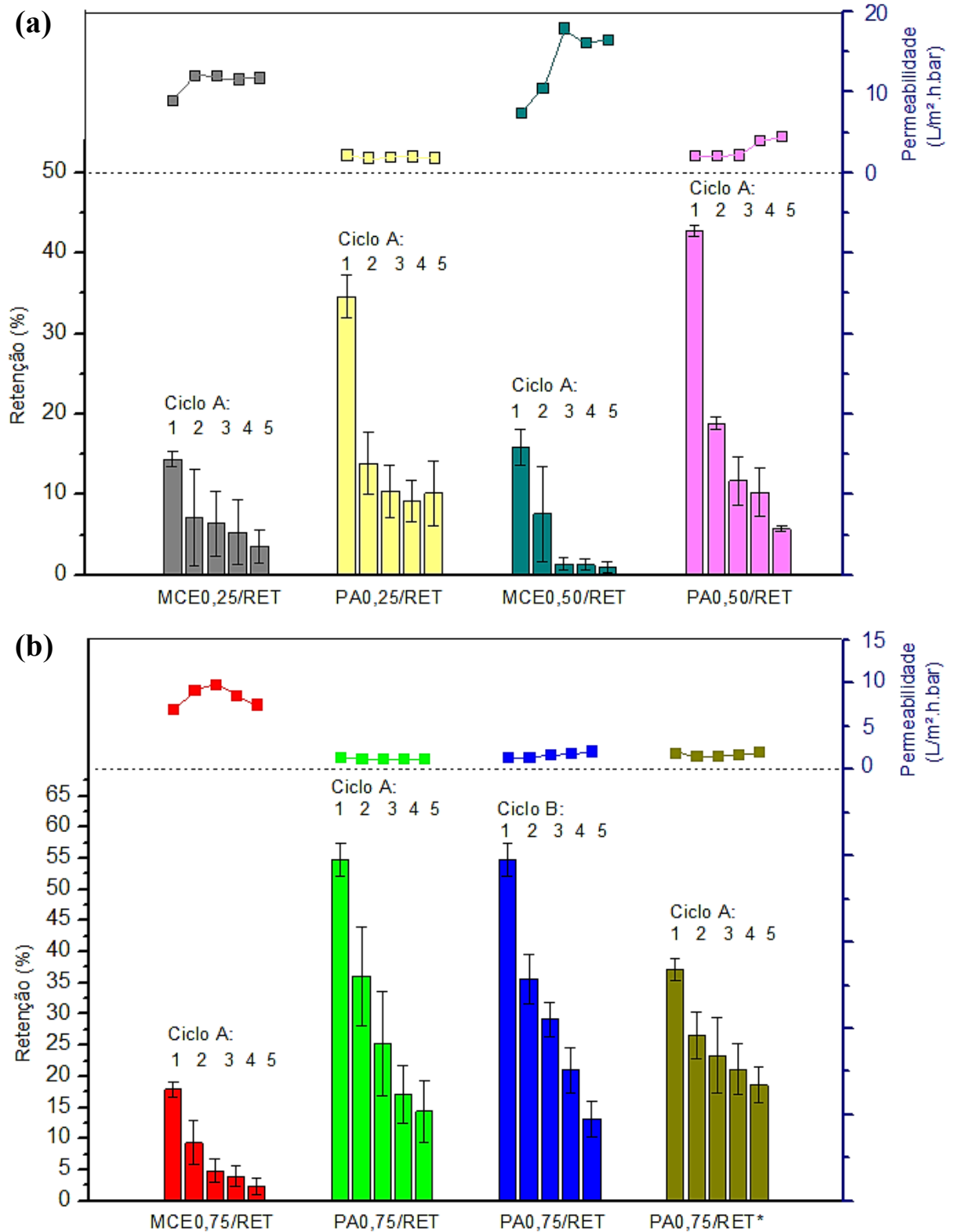
Ao analisar a solução residual (concentrado) das membranas de melhor performance no sistema (PA0,75/RET), nota-se a redução de sua concentração. De acordo com Almeida (2021), a redução da concentração de sais no rejeito é indicativo do fenômeno adsorção provocado por nanomateriais existentes no recobrimento das membranas. Quando essa concentração aumenta é caracterizado o processo de osmose reversa, uma vez que uma barreira de partículas é formada na superfície das membranas (ALMEIDA, 2021).

Para avaliação da reutilização da membrana, vale lembrar que as membranas modificadas foram submetidas a dois meios de avaliação de seus ciclos, visando compreender a estabilidade de retenção de sais e permeabilidade a cada ciclo submetido. Em cada ensaio foram usados 100 mL de soluções de sulfato de magnésio com concentração de 2 g/L. O primeiro procedimento (ciclo A) foi realizado para todas as membranas testadas de MCE e PA, sem interrupções de limpeza. No ciclo B foram feitas limpezas com água deionizada após cada ensaio realizado, aplicando apenas para a membrana de melhor desempenho, PA0,75/RET. Os resultados das avaliações de desempenhos são apresentados no histograma do Gráfico 3.

Nota-se que do primeiro ao quinto (ultimo) ciclo de todas as membranas, a eficiência de retenção salina é reduzida significativamente para sulfato de magnésio. Vale ressaltar que as membranas não passaram pelo processo de hidratação antes dos ensaios, isso pode ter afetado seus desempenhos. Na membrana PA0,5/RET (retenção salina de $42,72 \pm 0,67$, $18,83 \pm 0,8$, $11,69 \pm 3$, $10,27 \pm 3$, $5,75 \pm 0,33$, ciclos 1, 2, 3, 4 e 5, respectivamente), por exemplo, as perdas são de aproximadamente 56% do primeiro ciclo para o segundo (membrana desidratada), e com perdas menores de 38%, 12% e 45% nos demais ciclos seguintes (membrana já hidratada). Membranas imersas em água aumentam seu espaçamento entre folhas de $0,9 \pm 0,1$ nm, para $1,3 \pm 0,1$ nm, e conseqüentemente, permitem o aumento da permeação de cátions monovalentes e bivalentes (JOSHI *et al.*, 2014).

As membranas MCE0,25/RET, MCE0,5/RET, PA0,5/RET e MCE0,75/RET apresentaram redução da salinidade e aumento de seus fluxos permeados ao longo dos ciclos, $14,39 \pm 0,91\%$ e $9,00 \pm 1,20$ L/m².h.bar para $7,61 \pm 6,67\%$ e $12,08 \pm 7,33$ L/m².h.bar (ciclo 1 para 2), $15,88 \pm 1,93\%$ e $7,41 \pm 1,93$ L/m².h.bar para $1,40 \pm 1,73\%$ e $18,00 \pm 6,00$ L/m².h.bar (ciclo 1 para 3), $42,72 \pm 0,67\%$ e $2,17 \pm 0,27$ L/m².h.bar para $10,27 \pm 3,06\%$ e $4,08 \pm 3,37$ L/m².h.bar (ciclo 1 para 4) e $17,90 \pm 1,26\%$ e $7,00 \pm 2,73$ L/m².h.bar para $4,84 \pm 1,92\%$ e $9,91 \pm 6,90$ L/m².h.bar (ciclo 1 para 3), respectivamente. Sugere-se que está variação experimental, relacionada a redução da retenção salina ao longo dos ciclos com aumento do fluxo permeado, esteja relacionada ao modo de produção artesanal das membranas. O espaçamento de camadas intercaladas com OG e PVA seja diferente entre as membranas (INURRIA *et al.*, 2019).

Gráfico 3 – Avaliação dos desempenhos das membranas através de sua reutilização: (a) Ciclo A para todas as membranas MCE e PA modificadas com OG ao íon de magnésio; (b) Ciclo A para membranas MCE0,75/ para o íon de magnésio e PA0,75/RET para íon de magnésio e sódio, e ciclo B para membrana PA0,75/RET.



*Testes com íons de cloreto de sódio.

Fonte: Autor (2022).

Os resultados de desempenho (retenção e permeabilidade) das membranas PA0,25/RET (34,56±2,66% e 2,25±0,56 L/m².h.bar, 13,85±3,84% e 1,92±0,30 L/m².h.bar, 10,41±3,22% e 2,00±0,43 L/m².h.bar, 9,19±2,58% e 2,08±0,17 L/m².h.bar, e 10,18±4,01% e 1,92±0,20 L/m².h.bar, ciclo 1 a 5, respectivamente) e PA0,75/RET (54,77±2,68% e 1,42±0,28 L/m².h.bar, 36,07±37,95% e 1,25±0,33 L/m².h.bar, 25,20±8,36% e 1,25±0,34 L/m².h.bar, 17,10±4,61% e 1,33±0,40 L/m².h.bar, e 14,39±5% e 1,33±0,43 L/m².h.bar, ciclo 1 a 5, respectivamente) apresentando redução de retenção salina e redução de fluxo permeável ou quase inalterado com ao longo dos ciclos. Um problema que pode estar associado a este comportamento, é o fenômeno “*fouling*”, cuja redução de poros por entupimentos tende a incrustar a superfície da membrana (NOGUEIRA, 2012). Além disso, este evento pode estar associado a polarização da concentração iônica (presente na solução de alimentação) na superfície da membrana, provocando o saturamento do nanomaterial, como mencionado nos estudos de Cheryan, (1998), Mulder (1996) Baker (2004) e Nogueira (2012).

Os resultados mostram que as membranas PA0,75/RET testadas sem interrupções para limpeza (ciclo A), no terceiro ciclo foram capazes de dessalinizar em média 25% dos íons de magnésio. A limpeza do sistema e da membrana a cada aplicação (ciclo B) mostrou-se mais eficiente em relação ao procedimento A, mantendo o terceiro ciclo com retenção salina superior a 29%. Para o cloreto de sódio as mesmas membranas foram capazes de dessalinizar acima de 20% na terceira reutilização.

Na Tabela 12 são apresentados alguns trabalhos que utilizam óxido de grafeno no recobrimento de membranas comerciais, as quais foram avaliadas sob diferentes configurações de filtrações. Estes sistemas foram otimizados ou integrados a algum processo já existente, visando satisfazer os ensaios de retenção de sais. Os resultados de retenção alcançados neste trabalho (~55% para íons de sulfato de magnésio) revelam-se ótimos e com grande potencial frente aos estudos realizados sob a configuração direta, como Parsamehr *et al.* (2019) (55%) e Gomes (2021) (<1%), uma vez que utilizou-se um sistema prático, portátil e que não necessita de energia elétrica para sua operação. Vale ressaltar que a filtração direta é caracterizada como a configuração mais difícil de dessalinizar água por diversas limitações, entre elas, o entupimento dos poros na membrana.

Tabela 12 – Desempenho de membranas sintetizadas com OG para retenção de sais.

Membrana comercial	Diâmetro médio poro membrana pura	Modificação	Configuração do sistema	Área efetiva (m ²)	Retenção	Permeabilidade	Referência
Polissulfona	30 L/m ² /s	Quitosana reticulada com glutaraldeído	Fluxo cruzado	0,011522	25% MgSO ₄ e 12% NaCl	-	Nogueira (2012)
Fluoreto de polivinilideno (PVDF) e éster de celulose de celulose misto (MCE)	0,2 µm (PVDF) e 0,22 µm (MCE)	Óxido de grafeno, óxido de grafeno reduzido	Fluxo cruzado	-	30% MgSO ₄ e 40% NaCl	3,3 L/m ² .h.bar	Han, Xu, Gao (2013)
Acetato de celulose	0,2 µm	Óxido de grafeno ativado e reticulação com polietilenoimina (PEI)	Filtração direta	0,001017	55% NaCl 50% Na ₂ SO ₄	55 L/m ² .h	Parsamehr <i>et al.</i> (2019)
Éster de celulose misto (MCE) e Poliamida (PA)	0,3 µm (MCE) e 0,22 µm (PA)	Óxido de grafeno, PVA. Reticulada com ácido cítrico	Filtração direta	0,0012	<1% Na ₂ SO ₄	-	Gomes (2021)
Éster de celulose misto (MCE)	0,22 µm	Óxido de grafeno, PVA e reticulação com ácido cítrico	Filtração direta	0,0012	18% MgSO ₄	7 L/m ² .h.bar	Este trabalho
Poliamida (PA)	0,22 µm	Óxido de grafeno, PVA e reticulação com ácido cítrico	Filtração direta	0,0012	55% MgSO ₄ e 37% NaCl	1,42 L/m ² .h.bar e 2,08 L/m ² .h.bar	Este trabalho

Fonte: Autor (2022).

5.5 TESTE ADSORTIVO EM BATELADA DAS MEMBRANAS

Esse experimento teve como objetivo, de forma simples, analisar o potencial de transferência de massa entre duas interfaces na ausência de pressão, através da adesão dos íons de Mg⁺² na superfície da membrana produzida com OG. O teste foi aplicado na membrana PA0,75/RET, membrana de melhor desempenho de retenção salina, com solução de sulfato de magnésio (2 g/L), pH = 7 a temperatura ambiente. Os resultados dos ensaios são apresentados na Tabela 13.

Na Tabela 13 observa-se a baixa capacidade de adsorção da membrana frente aos sais, visto que, para solução utilizada, os dados obtidos ao longo do tempo ficaram praticamente inalterados. Este resultado são um indício da baixa afinidade do filme de OG com sais (íon de

magnésio), assumindo que as medidas são iguais, com um desvio percentual variando entre 1-4%, eliminando então a possibilidade de adsorção ao invés filtrações nos estudos realizados.

Tabela 13 – Resultado dos ensaios de adsorção aplicado a membrana PA0,75/RET.

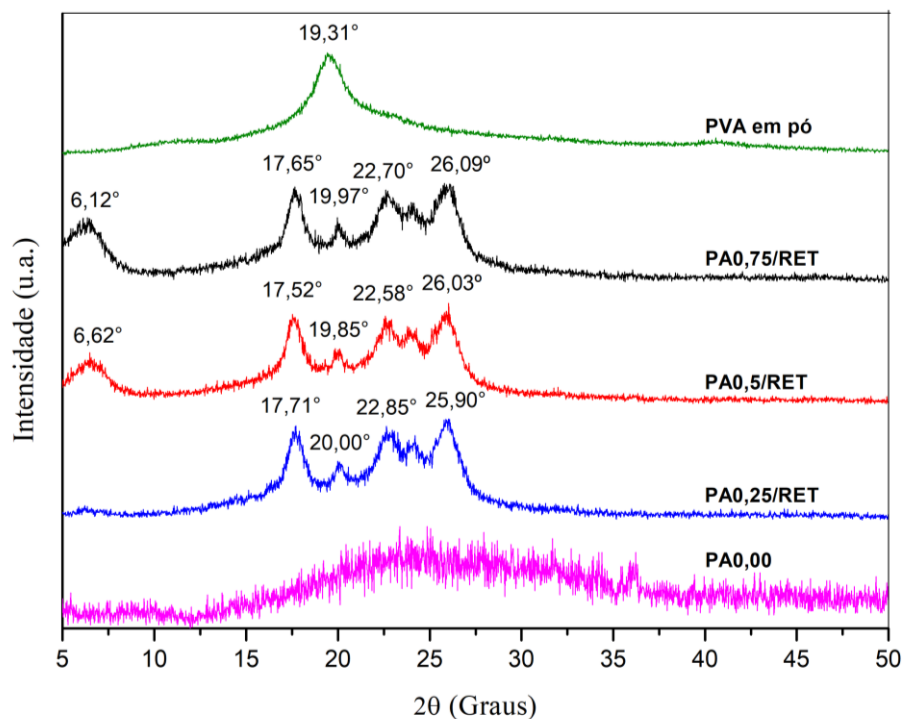
Membrana	CE (mS/cm)				Desvio (\pm)
	Inicial	30 min	1 h	1h30	
1	1,188	1,186	1,188	1,187	0,001
2	1,181	1,183	1,18	1,182	0,001
3	1,183	1,184	1,185	1,184	0,001
4	1,184	1,186	1,193	1,193	0,004
5	1,189	1,189	1,195	1,188	0,003

Fonte: Autor (2022).

5.6 CARACTERIZAÇÃO DAS MEMBRANAS

As análises de difração de raio-X possibilitaram a identificação das fases cristalinas na membrana de poliamida (PA0,0) e do álcool polivinílico (PVA em pó) puros, além das modificadas com OG/reticuladas com PVA (PA0,25/RET, PA0,5/RET, PA0,75/RET), conforme mostra o Gráfico 4.

Gráfico 4 – DRX das membranas PA0,0, PA0,25/RET, PA0,5/RET, PA0,75/RET e do polímero PVA.



Fonte: Autor (2022).

O difratograma obtido para a amostra PA0,0, Gráfico 4, apresenta intensos ruídos para esta matriz polimérica, típicos de materiais amorfos, sem a presença de picos característicos de estrutura cristalina. Na varredura de difração do PVA em pó nota-se um pequeno pico em $19,31^\circ$, com a maior parte do espectro de natureza amorfa. Nas membranas modificadas é possível identificar algumas fases cristalinas, que podem ser comparadas na Tabela 14. Vale ressaltar que o espectro do OG puro, discutido na seção 5.1, apresentou pico de difração de raio-X em $2\theta = 11,18^\circ$, com espaçamento entre camadas (d_{002}) de 0,80 nm. Tal plano (pico) não foi verificado em nenhuma das amostras modificadas. No entanto, verifica-se para as amostras PA0,5/RET e PA0,75/RET picos a ângulos pouco acima de 5° , o que pode ser um indício do OG com espaçamentos interplanares ainda maiores, devido a interação e intercalação com o PVA reticulado.

Diferentemente do difratograma obtido para a membrana pura PA0,0, os resultados obtidos para as membranas modificadas apresentaram picos de difração, exibindo traços que caracterizam a presença de fases cristalinas, com pequenas variações entre os ângulos (2θ) $17,52^\circ$ e $26,09^\circ$. Estes comprovam a existência do PVA reticulado, bem como possíveis cristalizações provenientes das interações OG-PVA (JOSE & AL-HARTHI, 2017, SILVA, 2019).

Tabela 14 – Ângulos de difração de raio-X das membranas modificadas com 0,25, 0,5 e 0,75 mg de OG.

Ângulo	PA0,25/RET	PA0,5/RET	PA0,75/RET
2θ	17,71°	17,52°	17,65°
	20,00°	19,85°	19,97°
	22,85°	22,58°	22,70°
	25,90°	26,03°	26,09°

Fonte: Autor (2022).

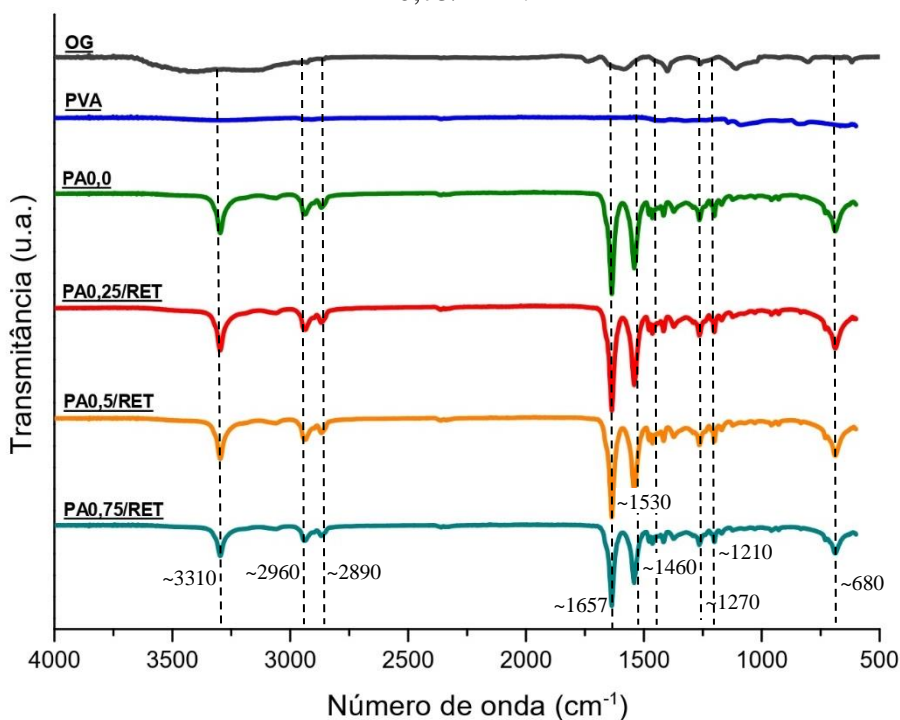
No Gráfico 5 são apresentados os resultados da Análise de Infravermelho por Transformada de Fourier aplicada as diferentes amostras de PVA, OG, membrana pura e modificadas. Nestes, as bandas que aparecem nos espectros, obtidos para cada amostra, relacionam as vibrações moleculares a partir das alterações de intensidade e posição dos grupos funcionais presentes nos nanomateriais.

Os resultados das análises de FTIR mostram que todas as membranas (pura e modificadas com OG) apresentam as mesmas bandas. Em estudo semelhante, Almeida (2021) observou absorções acentuadas em $\sim 3310 \text{ cm}^{-1}$, indicando estiramento das ligações O-H de

hidroxilas, e em $\sim 2960\text{ cm}^{-1}$, relacionada a interações do grupo metil (CH_3). Tais bandas são típicas de materiais que absorvem umidade, como a PA (SHAHRIARY; ATHAWALE, 2014). Em $\sim 2890\text{ cm}^{-1}$ verificam-se vibrações de alongamento relacionada a presença do grupo metino ($\equiv\text{CH}$) (SUN *et al.*, 2020). Em aproximadamente 1657 cm^{-1} notam-se, nas membranas e OG, a presença de estiramento das ligações $\text{C}=\text{O}$, referente a vibrações de alongamento de grupos carboxila, amida e tio-éster (BAGRI *et al.*, 2010, CABELLO *et al.*, 2018; AL-DEYAB, 2013). Outra banda foi bastante evidenciada em $\sim 1530\text{ cm}^{-1}$, relacionada à amida e típica de poliamidas, principalmente pelas vibrações NH (CABELLO *et al.*, 2018; AL-DEYAB, 2013; ANDRADE-GUEL, 2020). A banda $\sim 680\text{ cm}^{-1}$ está associada aos grupos aos alcenos insaturados ($\text{R}-\text{C}=\text{H}$) (DUBEY *et al.*, 2014).

O espectro do óxido de grafeno denota a presença de vibrações de alongamentos associadas a aparição de hidroxilas, carboxilas, e carbonilas, (RATTANA, 2012), com parte das bandas semelhantes aos das membranas, porém com intensidade menor de transmitância.

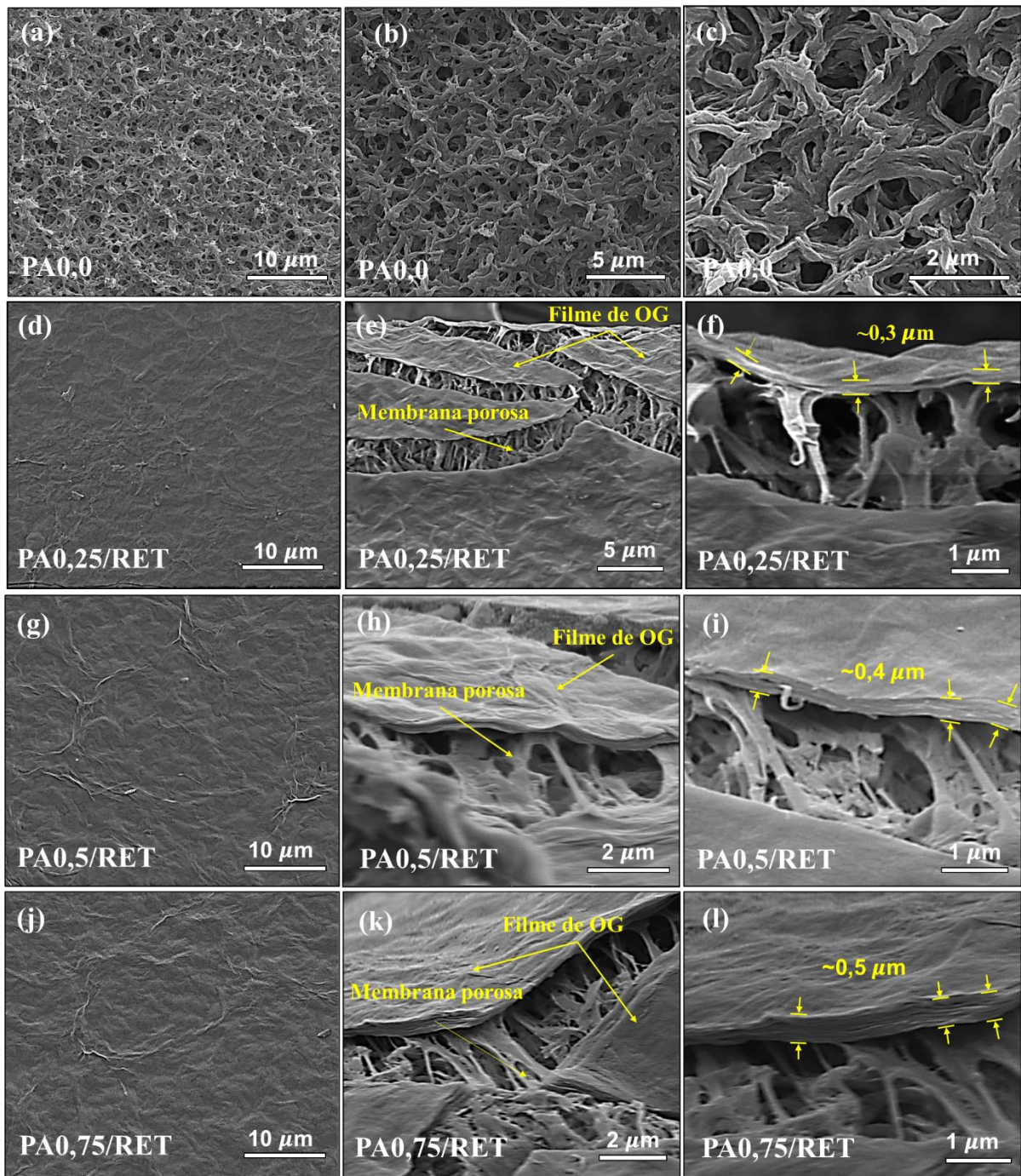
Gráfico 5 – FTIR do OG, PVA, das membranas PA0,0, PA0,25/RET, PA0,5/RET e PA0,75/RET.



Fonte: Autor (2022).

A morfologia das membranas, puras e revestidas com OG e PVA, foi caracterizada por imagens de microscopia eletrônica de varredura, conforme Figura 19. Torna-se bastante evidente que a deposição do óxido de grafeno alterou a morfologia e as propriedades da superfície da membrana.

Figura 19 – Microscopia Eletrônica de Varredura das membranas de poliamida pura e modificadas com OG reticuladas: (a) Superfície da membrana PA0,0 ampliada 5000 vezes, (b) PA0,0 ampliada 10000 vezes, (c) PA0,0 ampliada 30300 vezes, (d) Superfície da membrana PA0,25/RET ampliada 5000 vezes, (e) PA0,25/RET ampliada 8000 vezes, (f) Corte transversal PA0,25/RET ampliada 35000 vezes, (g) Superfície da membrana PA0,5/RET ampliada 5000 vezes, (h) PA0,5/RET ampliada 5000 vezes, (i) Corte transversal PA0,5/RET ampliada 30000 vezes, (j) Superfície da membrana PA0,75/RET ampliada 5000 vezes, (k) PA0,75/RET ampliada 20000 vezes, (l) Corte transversal PA0,75/RET ampliada 40000 vezes.



Fonte: Autor (2022).

Observa-se na Figura 19, imagens (a), (b) e (c), que a membrana comercial de poliamida (PA0,0) possui uma estrutura superficial não uniforme, com poros nano e micrométricos de tamanhos diversos, e geometria variada, predominantemente em formato oval. Tal irregularidade torna inviável uma medição direta, através de estudo de análise de imagem, do diâmetro médio dos poros. Na superfície das membranas PA0,25/RET, PA0,5/RET e PA0,75/RET é possível verificar que o OG recobriu toda a superfície das membranas de poliamida, com formação de uma camada densa e de rugosidade que se assemelham as folhas de OG (vide figura 16), sem a verificação de microporos aparentes. Nas imagens (e), (h) e (k) é possível distinguir o filme de OG e PVA da membrana porosa de poliamida usada como suporte.

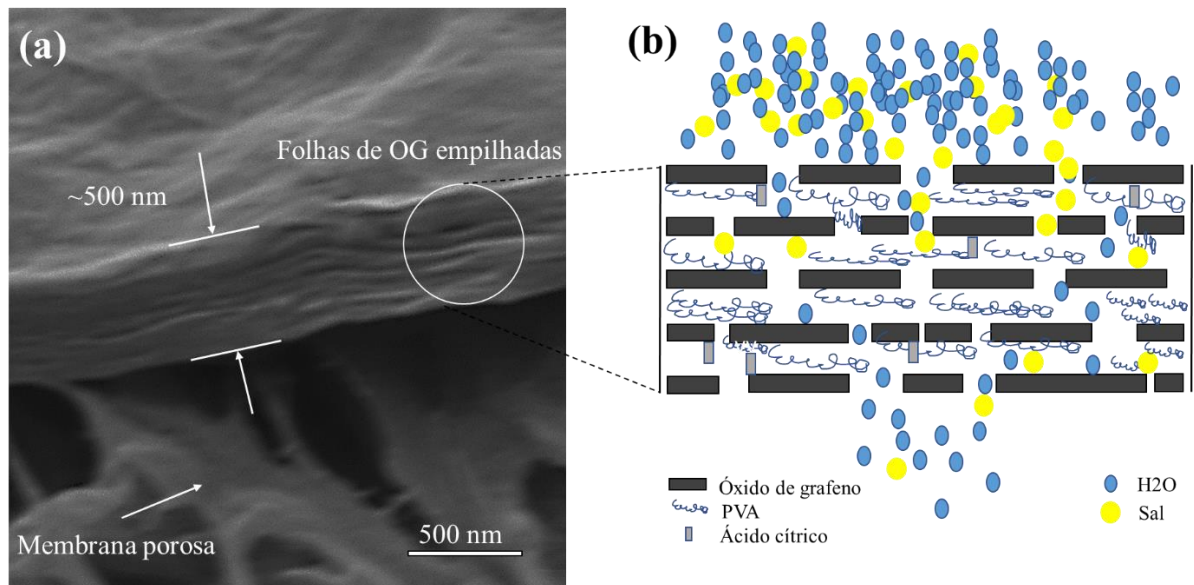
Através de uma magnificação maior do corte da seção transversal, imagem (f), (i), (l), foi possível estimar a média das espessuras dos filmes de OG depositados nas superfícies das membranas, utilizando o software *ImageJ*. Nelas, verifica-se uma espessura de recobrimento com aproximadamente, 0,3, 0,4 e 0,5 μm para as membranas PA0,25/RET, PA0,5/RET e PA0,75/RET, respectivamente. A partir da primeira membrana, produzida com 0,25 mg de OG e 1,25 mg de PVA, houve o aumento aparente da espessura em $\sim 0,1 \mu\text{m}$ do filme de OG para as membranas subsequentes. Propõem-se, então, que a ampliação da espessura do filme de OG, proporcionada pelo aumento da massa de OG e PVA, eleva a rejeição salina.

O empilhamento das camadas de folhas de OG sobrepostas na membrana PA0,75RET pode ser analisado em detalhes na Figura 20, através de uma magnificação de 80 kx. Nela, pode-se avaliar as interações dos nanomateriais empregados no filme de recobrimento da matriz polimérica.

Na imagem 20 (a) é possível verificar o suporte da membrana poliamida de porosidade característica e o filme de OG compactado depositado sob membrana PA. No filme de OG, de espessura aproximada de 500 nm, observa-se o empilhamento das folhas e seu espaçamento entre as camadas de OG, que formam os nanocanais de grafeno e permitem o transporte de água. De acordo com Joshi *et al.* (2014) esses nanocanais tem fluxo de água muito rápida, semelhante à dos nanotubos de carbono. Na Figura 20 (b), verifica-se o esquema da membrana em processo de filtração, em que as moléculas da água e os íons dos sais tendem a atravessar a membrana após aplicação do gradiente de pressão promovido pela configuração direta do sistema. O empilhamento de OG presente no recobrimento da membrana age como uma espécie de barreira a solução, absorvendo os íons salinos. Liu *et al.* (2016) afirmam que pode haver exclusão por tamanho, quando o tamanho do íon for maior que o espaçamento entre camadas

do OG, e/ ou interações eletrostáticas entre as cargas do OG e as moléculas dos sais, consequentemente gerando um aumento da retenção.

Figura 20 – Recobrimento de OG sob a camada de suporte da membrana poliamida: (a) MEV corte transversal membrana PA0,75/RET ampliada 80000 vezes, (b) esquema de filtração baseado no recobrimento de OG.



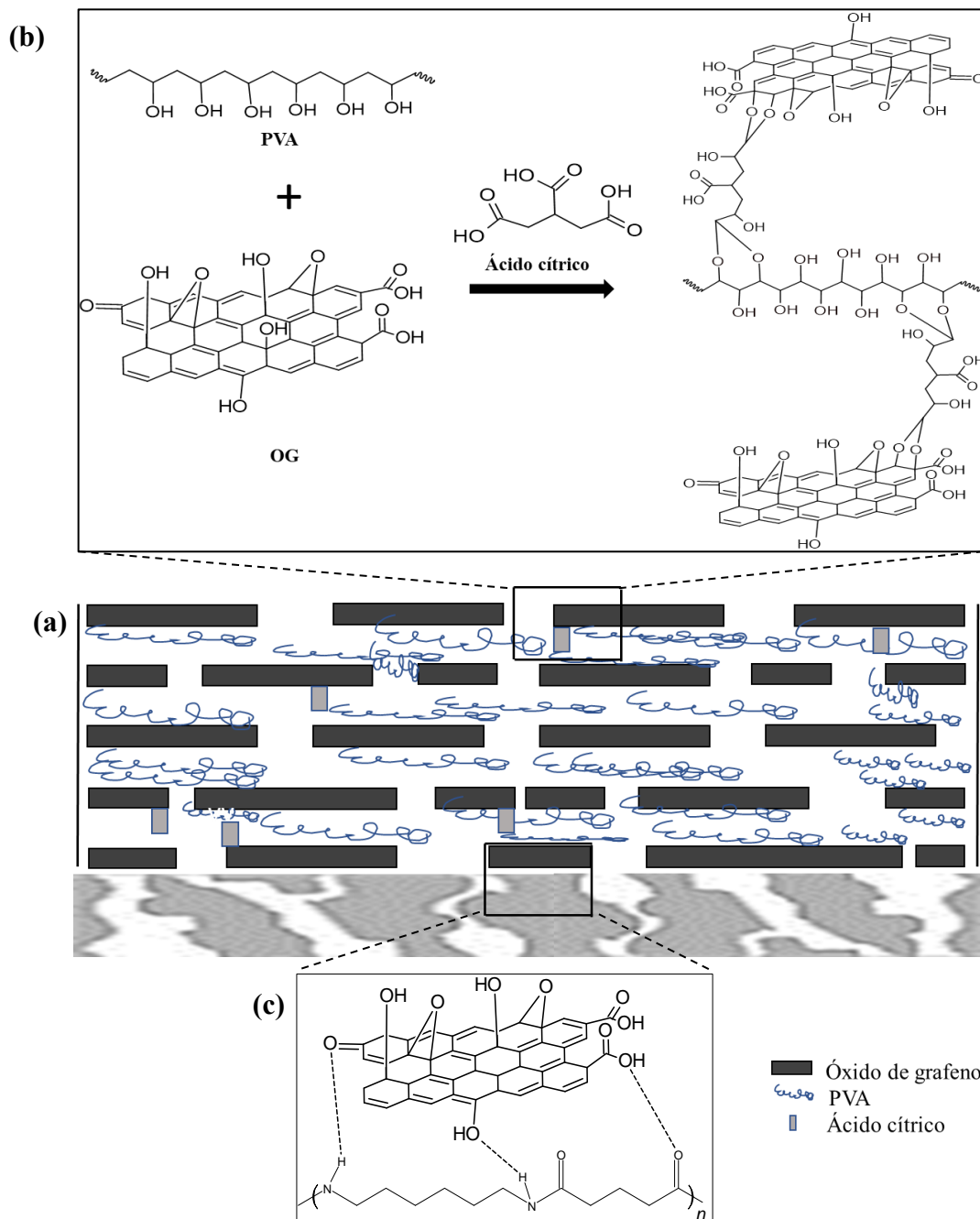
Fonte: Autor (2022).

5.7 MECANISMOS DE INTERAÇÕES QUÍMICAS NA MEMBRANA

Na Figura 21 é apresentado uma proposta de esquema dos mecanismos das estruturas interfaciais entre o filme de OG e o suporte polimérico.

Na imagem 21(a) é apresentado uma ilustração organizacional dos nanomateriais presentes no recobrimento; na imagem 21(b) são esquematizadas as interações químicas proporcionada pelo OG, PVA e o ácido cítrico. Verifica-se que o ácido cítrico, que possui três carboxilas em sua estrutura, reage e forma ligações cruzadas com as hidroxilas, presentes no PVA e no OG, através de uma esterificação (SABZI *et al.*, 2020; SHI *et al.*, 2008; NASCIMENTO *et al.*, 2020, BELLELLI *et al.*, 2020; GOKSEN *et al.*, 2021). Silva (2019) relatam que pode haver uma competição nas interações entre o PVA e o OG com o AC, uma vez que estas dependem das hidroxilas, bastante presentes no PVA e em concentração também alta no OG.

Figura 21 – Proposta de esquema estrutural: (a) nanomateriais depositados no substrato poroso (b) efeito da interação do OG, PVA e AC no filme, e (d) interação do OG e a camada de suporte da membrana de poliamida.



Fonte: Autor (2022).

No esquema da Figura 21(c) é verificada a adesão do filme de OG com a camada ativa e de suporte da membrana poliamida. Nesta, observa-se a interação do grupo amina presente na membrana porosa de poliamida com as hidroxilas presentes no plano basal do OG. De acordo com Inurria *et al.* (2019), essa adesão acontece devido a polimerização interfacial promovida pela inserção do óxido de grafeno, a qual o grupo amina na camada de poliamida, carregado

positivamente, interage com o oxigênio dos grupos funcionais do OG. Entretanto, as moléculas que não interagem no processo de reticulação atuam como plastificante, promovendo ligações de hidrogênio com as hidroxilas do PVA, e tem como efeito a redução da permeabilidade na membrana.

Estes mecanismos proporcionaram o aumento da estabilidade química e mecânica da membrana, provado através dos testes de estabilidade, e mostram o potencial para dessalinização de águas salinas com íons divalentes e monovalentes.

6 CONCLUSÃO

Óxido de grafeno em dispersão aquosa, álcool polivinílico e reticulação com ácido cítrico foram utilizados para o revestimento de membranas poliméricas microporosas, de poliamida e éster de celulose misto, e testadas para retenção de íons Mg^{+2} e Na^{+} . A estrutura química e morfológica das membranas modificadas foi investigada através de microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier e difratometria de raio X.

A estabilidade mecânica estrutural das membranas foi testada em ambiente ultrassônico, e a membrana de poliamida apresentou uma maior adesão ao OG quando comparada à de MCE, devido à forte interação do grupo amida com as hidroxilas presentes no plano basal do OG. Além disso, as membranas que foram posteriormente reticuladas apresentaram relevo uniforme na superfície de recobrimento e com boa estabilidade química e mecânica perante as forças de cisalhamento do ultrassom, evidenciando a efetividade da reticulação promovida pelo ácido cítrico através das ligações cruzadas com o óxido de grafeno e o PVA.

O desenvolvimento de um sistema de filtração direta para retenção de sais, em escala nanométrica, se mostrou eficiente e de baixo custo. O dispositivo apresentou-se estável a pressões de 4-5 bar durante todos os ensaios, sendo preciso e reprodutível.

A melhor performance foi proporcionada pela membrana de poliamida preparada com 0,75 mg de OG (PA0,75/RET), com reticulação polimérica e recobrimento estimado em 500 nm de espessura. Verificou-se retenção de $54,77 \pm 2,68\%$ e $1,42 \pm 0,28$ L/m².h.bar de fluxo permeado para o sulfato de magnésio, e retenção de $37,12 \pm 1,82\%$ e permeabilidade de $2,08 \pm 0,46$ L/m². h. bar para o cloreto de sódio. Estes resultados mostram que as membranas de nanofiltração produzidas impedem a passagem da maior parte de íons divalentes, além de uma parte de íons monovalentes. Os resultados mostraram, ainda, que as membranas reutilizadas três vezes mantiveram retenção de íon de $Mg^{+2} > 29\%$, com limpezas intercaladas entre ensaios. Propõem-se que o peneiramento físico domina o processo de retenção dos sais. Notavelmente, o óxido de grafeno obtido pelo método de Hummers modificado e intercalado com PVA ampliou o espaçamento entre camadas e forneceu locais de reação química para reticulação.

Os avanços alcançados ao longo deste trabalho mostraram potencialidades práticas, com efeito sinérgico de ajuste e otimização para sistemas de dessalinização, podendo ser utilizado como pós-tratamento de águas de poços e residuárias poluídas com bactérias, corantes e outros químicos, além de pré-tratamento de águas que precisem passar por membranas de osmose.

7 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realização de um estudo experimental fatorial para analisar a influência de cada parâmetro físico-químico na síntese da membrana, e buscar sua otimização;
- Utilização de outras técnicas de reticulação com outros polímeros e agentes reticulantes, e caracterização da cristalização destes materiais através de estudos de DSC;
- Ampliação da pressão e aumento da quantidade de OG na membrana para a busca da quantidade ótima a ser utilizada para dessalinização;
- Aplicação de simulações computacionais da dinâmica molecular, que permita compreender as alterações estruturais promovidas pelas novas ligações e interações interfaciais do óxido de grafeno e matriz polimérica durante a reticulação;
- Avaliação da influência do grau de inchamento das membranas na retenção de sais monovalentes e divalentes;
- Investigação mais detalhada dos mecanismos de interação ocasionados pela retenção de sais, nomeadamente os fenômenos de exclusão de *Donnan* e interações eletrostáticas;
- A influência do ângulo de contato na hidrofiliicidade da membrana;
- Realização de estudos de otimização visando uma análise econômica dos processos para produção e aplicação do OG e membranas modificadas em larga escala;
- Avaliação do desempenho de membranas na configuração de fluxo cruzado.

REFERÊNCIAS

- ABREU, Vitória Nádila Almeida de; SOARES, Darlane Wellen Freitas. Água na Indústria Têxtil. *In: MOSTRA DE PESQUISA EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA*, 1., 2017, Fortaleza. **Anais eletrônicos [...]**. Fortaleza: Damásio - Ibmec, 2019. Disponível em: <https://www.even3.com.br/anais/mpct2017/44578-AGUA-NA-INDUSTRIA-TEXTIL>. Acesso em 5 jun 2022.
- AGÊNCIA NACIONAL DAS ÁGUAS. **Relatório Conjuntura dos Recursos Hídricos no Brasil 2019**. Brasília: ANA, 2019, p. 100. Disponível em: <https://www.snirh.gov.br/portal/centrais-de-conteudos/conjuntura-dos-recursos-hidricos>. Acesso em 6 fev 2022.
- AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Doenças de Transmissão Hídrica e Alimentar (DTHA)**. Brasília: FUNASA, 2018. Disponível em: <https://www.gov.br/saude/pt-br/assuntos/saude-de-a-a-z/d/dtha>. Acesso em 4 jun 2022.
- AL-DEYAB, S.S.; EL-NEWEHY, M.H.; NIRMALA, R.; ABDEL-MEGEED, A.; KIM, H.Y. Preparation of nylon-6/chitosan composites by nanospider technology and their use as candidate for antibacterial agents. **Korean J. Chem. Eng.**, 2013, 30, 422–428. Disponível em: <https://www.semanticscholar.org/paper/Preparation-of-nylon-6%2Fchitosan-composites-by-and-Al-Deyab-El-Newehy/479087326678c7aba1296695e0d5de1ad4a2eb8e>. Acesso em 15 jul 2022.
- ALMEIDA, Robson Pereira. **Desenvolvimento de membranas poliméricas baseadas em materiais híbridos de óxido de grafeno e zeólita para tratamentos de águas**. 2021. 119 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia) – Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo, 2021. Disponível em: <https://dspace.mackenzie.br/handle/10899/28455>. Acesso em 15 mai 2022.
- ALVES, Francisco A. L.; FERREIRA-SILVA, Sérgio L.; SILVEIRA, Joaquim A. G.; PEREIRA, Vanda L. A. Efeito do Ca²⁺ externo no conteúdo de Na⁺ e K⁺ em cajueiros expostos a salinidade. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias**, v. 6, n. 4, p. 602–608, 2011. Disponível em: <https://www.redalyc.org/pdf/1190/119021237008.pdf>. Acesso em 15 mai 2022.
- ALVES, Francisco Abel Lemos; SANTOS, Djalma Cordeiro; E SILVA, Sérvulo Mercier Siqueira; OLIVEIRA, Marciano Arcanjo Barbosa. Photosynthesis and gas exchanges of forage cactus varieties (Opuntia and Nopalea) grown under screen and irrigation. **Pesquisa Agropecuária Pernambucana**, v. 25, n. 1, 2020. Disponível em: <https://pap.emnuvens.com.br/pap/article/view/223/0>. Acesso em 15 mai 2022.
- AMARAL, M.C.; FERREIRA, C.F.; LANGE, L.C.; AQUINO, S.F. Characterization of landfill leachates by molecular size distribution, biodegradability, and inert chemical oxygen demand. **Water Environment Research**, v.81, n.5, p. 499-505, 2009. Disponível em: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.2175/106143008X370557?casa_token=AFll-XQ1dU4AAAAA%3AF8D2liYs4BDEU90AVnQAO9XqmfdtHbCmljPOj9D3I_q7Dw60fsKpSbkli8xj0CCQZRKIthCCpLd7tfTmA. Acesso em 7 jun 2022.
- ANDRADE-GUEL, A. M.; ÁVILA-ORTA, C.; CADENAS-PLIEGO, G.; CABELLO-ALVARADO, C.; PEREZ, M.; REYES, P.; INAM, F.; HERNÁNDEZ, D.; QUIÑONES-

JURADO, Z. Synthesis of Nylon 6/Modified Carbon Black Nanocomposites for Application in Uric Acid Adsorption. **Materials**. 13(22), 5173. 2020. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC7697714/>. Acesso em 18 jul 2022.

ARAÚJO, Caroline Maria Bezerra. **Estudo da produção e aplicação de óxidos de grafite e grafeno para remoção de contaminantes em meio aquoso**. 2018. 130 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Recife, 2018. Disponível em: <https://repositorio.ufpe.br/bitstream/123456789/30380/1/DISSERTA%20Caroline%20Maria%20Bezerra%20de%20Ara%20c3%20bajo.pdf>. Acesso em 25 mai 2022.

AYERS, R. S.; WESTCOT, D. W. **A qualidade da água na agricultura**. Campina Grande: UFPB, p. 153, 1999.

BAGRI, A.; MATTEVI, C.; ACIK, M.; CHABAL, Y.; CHHOWALLA, M.; SHENOY, V. Structural evolution during the reduction of chemically derived graphene oxide. **Nature Chemistry**, v. 2, n. 7, p. 581-587, 2010. Disponível em: https://www.nature.com/articles/nchem.686?message-global=remove&hilite_compound=true. Acesso em 15 jun 2022.

BAKER, R.W. **Membrane Technology and Applications**. 2 ed. New York: J. Willey & Sons, p. 538, 2004. Disponível em: <http://aulanni.lecture.ub.ac.id/files/2012/01/MembraneTechnologyApplication1.pdf>. Acesso em 15 jun 2022.

BERGLUND, L.; FORSBERG, F.; JONOBI, M.; OKSMAN, C. Promoted hydrogel formation of lignin-containing arabinoxylan aerogel using cellulose nanofibers as a functional biomaterial. **RSC Advances**, v. 8, n. 67, p. 38219–38228, 2018. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/328948571_Promoted_hydrogel_formation_of_lignin-containing_arabinoxylan_aerogel_using_cellulose_nanofibers_as_a_functional_biomaterial. Acesso em 5 jun 2022.

BELAY, M.; AMIT, S.; RAJARAM, N.; VIVEK, V. Synergistic strengthening of composite films by crosslinking graphene oxide reinforcement and poly(vinyl alcohol) with dicarboxylic acids. **Polymer International**, v. 66, n. 12, p. 1737–1746, 2017. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/pi.5402>. Acesso em 3 abr 2022.

BELLELLI, M.; LICCIARDELLO, F.; PULVIRENTIA, A.; FAVAA, P. Properties of poly(vinyl alcohol) films as determined by thermal curing and addition of polyfunctional organic acids. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 18, p. 95-100, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2214289418302643>. Acesso em 20 jul 2022.

BERTHOMIEU, Catherine; HIENERWADEL, Rainer. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. **Photosynthesis research**, 2009, v. 101, n. 2, p. 157-170. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11120-009-9439-x>. Acesso em 15 jun 2022.

BEZERRA, Nizomar Falcão. Água no Semiárido Nordeste Experiências e Desafios. In: SEMINÁRIO ÁGUA E DESENVOLVIMENTO SUSTENTÁVEL NO SEMIÁRIDO, 1. 2002. Fortaleza. **Anais eletrônicos [...]**. Fortaleza: Fundação Konrad Adenaer, 2002, p. 35-52. Disponível em: chrome-

extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.kas.de/o/webfriend-to-liferay-url-rest-endpoint/urlredirect/url/wf/doc/kas_11769-544-5-30.pdf. Acesso em 15 mai 2022.

BORGES, Pedro Henrique de Souza. 2020. 91f. **Preparação e caracterização do nanocompósito baseado em óxido de grafeno reduzido/hexacianoferrato de óxido de rutênio e aplicação como sensor eletroquímico**. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2020. Disponível em: <https://repositorio.ufu.br/handle/123456789/28852>. Acesso em 10 jun 2022.

BUENO, Marcelo Zawadzki. **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, Centro Tecnológico. Programa de Pós-graduação em Engenharia Ambiental. Florianópolis, 2012. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/122612>. Acesso em 5 fev 2022.

CABELLO, C.; RINCÓN, S.; BARTOLO, P.; RUIZ-ESPINOZA, J.; ZEPEDA, A. Incorporation of organic groups on the surface of multi-walled carbon nanotubes using an ultrasonic tip. Full Nanotub. **Carbon Nanostruct**, v. 26, 502–509, 2018. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/1536383X.2018.1453500?journalCode=lfnn20>. Acesso em 15 jul 2022.

CARVALHO, M.N., SILVA, K.S., SALES, D.C.S., FREIRE, E.M.P.L., SOBRINHO, M.A.M., GHISLANDI, M.G. Dye removal from textile industrial effluents by adsorption on exfoliated graphite nanoplatelets: kinetic and equilibrium studies. **Water Science and Technology**, v. 73, n. 9, 2189-2198, 2016. Disponível em: <https://iwaponline.com/wst/article-abstract/73/9/2189/24801/Dye-removal-from-textile-industrial-effluents-by?redirectedFrom=fulltext>. Acesso em 11 jan 2022.

CHEN, Jie; LI, Yadong; ZHANG, Yin; ZHU, Yangguang. Preparation and characterization of graphene oxide reinforced PVA film with boric acid as crosslinker. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 132, n. 22, 2015. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2017/ta/c6ta09443k>. Acesso em 12 jun 2022.

CHENG, Cheng; SHEN, Lingdi; YU, Xufeng; YANG, Yin; LI, Xiong; WANG, Xuefen. 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/2017/ta/c6ta09443k>. Acesso em 15 fev 2022.

CHERYAN, M. **“Ultrafiltration and Microfiltration Handbook”**. USA: Technomic Publishing CO, 1998. Disponível em: <https://www.routledge.com/Ultrafiltration-and-Microfiltration-Handbook/Cheryan/p/book/9781566765985>. Acesso em 15 jun 2022.

COUTO, Carolina Fonseca. **Application of membrane separation processes on the treatment of textile effluent for water and dye reuse**. 2016. 104 f. Dissertação de Mestrado. (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos). Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, 2016. Disponível em: <https://repositorio.ufmg.br/handle/1843/BUBD-AHJQ5P>. Acesso em 5 jun 2022.

COUTO, Valdete. **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:

http://bdtd.ibict.br/vufind/Record/IEN_1d696eb3db152b0fd6397186f7298594. Acesso em 17 dez 2021.

CRITTENDEN, J.C; TRUSSELL, R.R.; HAND, D.W.; HOWE, K.J.; TCHOBANOGLOUS, G. **MWH's Water Treatment: Principles and Design**. **John Wiley & Sons**, v. 3, p. 1901, 2012. Disponível em: https://www.academia.edu/34924046/MWHs_Water_Treatment. Acesso em 21 abr 2022.

CROLL, H; SOROUSH, A.; PILLSBURY, E.; CASTRILLÓN, S. R. Graphene oxide surface modification of polyamide reverse osmosis membranes for improved N-nitrosodimethylamine (NDMA) removal. **Separation and Purification Technology**, v. 210, p. 973–980, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1383586618324523>. Acesso em 15 jan 2022.

CUI, Z.F; MURALIDHARA, H.S. **Membrane Technology: A Practical Guide to Membrane Technology and Applications in Food and Bioprocessing**. 5 ed. UK: Elsevier, p. 299, 2010. Disponível em: <https://www.elsevier.com/books/membrane-technology/cui/978-1-85617-632-3>. Acesso em 5 jun 2022.

DUBEY, P.; TRIPATHI, P.; TIWARI, R. A.; SINHA, A.; SRIVASTAVA, O. N. Synthesis of reduced graphene oxide–TiO₂ nanoparticle composite systems and its application in hydrogen production. **International journal of hydrogen energy**, v. 39, n. 29, p. 16282-16292, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0360319914007617>. Acesso em 18 jul 2022.

DURANCEAU, S.J; TAYLOR, J.S. **Water Quality and Treatment: A Handbook on Drinking Water**. 6 ed. USA: McGraw-Hill, p.731-836, 2011. Disponível em: <https://docer.pl/doc/xx01ns>. Acesso em 25 mai 2022.

EDGAR, Kevin J. BUCHANAN, C. M.; DEBENHAM, J. S.; RUNDQUIST, P. A.; SEILER, B.D.; SHELTON, M. C.; TINDALL, D. Advances in cellulose ester performance and application. **Progress in polymer Science**, v. 26, n. 9, p. 1605-1688, 2001. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079670001000272>. Acesso em 30 mar 2022.

ELTON, L. R. B.; JACKSON, Daphne F. X-ray diffraction and the Bragg law. **American Journal of Physics**, v. 34, n. 11, p. 1036-1038, 1966. Disponível em: <https://aapt.scitacion.org/doi/abs/10.1119/1.1972439?journalCode=ajp>. Acesso em: 21 mar 2022.

FERNANDES, F. B. P.; ANDRADE, E. M. DE; FONTENELE, S. DE B.; MEIRELES, A. C. M.; RIBEIRO, J. A. Análise de agrupamento como suporte à gestão qualitativa da água subterrânea no semiárido cearense. **Revista Agroambiente online**, v. 4, n. 2, p. 86- 95, 2010. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/277108539_Analise_de_agrupamento_como_suporte_a_gestao_qualitativa_da_agua_subterranea_no_semiarido_cearense. Acesso em 15 mai 2022.

FERREIRA, D. C. A.; PEREIRA, J. D. C.; PEREIRA, P. H. B.; MARINHO, Petrusk Homero Campos. Análise físico-química e microbiológica de água de poços artesianos da zona rural do município de tabira- PE. **Revista Multidisciplinar do Sertão**, v. 1, n. 4, p. 578-584, 2019. Disponível em <https://revistamultisert1.websiteseuro.com/index.php/revista/article/view/198>. Acesso em 30 mai 2022.

FERREIRA, V. X.; CINTRÃO, J. F. F.; SILVA, E. C. C.; MAINTINGUER, S. I. O uso sustentável da água: a produção mais limpa em uma indústria têxtil do Estado de São Paulo. **Revista Brasileira Multidisciplinar**, v. 22, n. 3, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.25061/2527-2675/ReBraM/2019.v22i3.777>. Acesso em 13 set 2022.

FEITOSA, F. A. C.; DINIZ, J. A. O. Água subterrânea no cristalino da região semiárida brasileira. **Águas Subterrâneas**, n. 1, p. 1-4, 2011. Disponível em: <https://aguassubterraneas.abas.org/asubterraneas/article/view/28026/18153>. Acesso em 26 mai 2022.

FENG, B., XU, K. AND HUANG, A. Synthesis of graphene oxide/polyimide mixed matrix membranes for desalination. **RSC Advances**, v. 7, n. 4, p. 2211-2217, 2017. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2017/ra/c6ra24974d#:~:text=The%20GO%2FPI%20MMMs%20display,high%20stability%20for%20seawater%20desalination>. Acesso em 8 jan 2022.

FINCH, C. A. **Polyvinyl alcohol development**. 1 ed. New York: J. Wiley and Sons, 1992. Disponível em: <https://www.worldcat.org/title/polyvinyl-alcohol-developments/oclc/468420937>. Acesso em 10 dez 2021.

FOMIN, N. A. Strategic innovative technologies as a tool to improve the control efficiency of water supply systems of a modern city. *In*: Conference on Technology, 19. 2019, Bulgaria. IFAC-papersonline [...]. Bulgaria: Sozopol, 2019, p. 26 - 28. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405896319324954>. Acesso em 10 dez 2021.

FRANCO, Mariana Borges. **Desenvolvimento de Membrana Hidrofóbica para Utilização em Contactores de Membranas para Separação do CO₂**. 2021. 81 f. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) – UFRJ/COPPE/Programa de Engenharia Química, Rio de Janeiro, 2021. Disponível em: <http://portal.peq.coppe.ufrj.br/index.php/producao-academica/dissertacoes/698-desenvolvimento-de-membrana-hidrofobica-para-utilizacao-em-contactores-de-membranas-para-separacao-do-co2>. Acesso em 10 jan 2022.

FRANK, I. W. et al. Mechanical properties of suspended graphene sheets. **Journal of Vacuum Science & Technology B**, v. 25, n. 6, p. 2558-2561, 2007. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/228653652_Mechanical_properties_of_suspended_graphene_sheets. Acesso em 15 dez 2021.

FUNDAÇÃO NACIONAL DE SAÚDE (Brasil). **Manual de controle da qualidade da água para técnicos que trabalham em ETA's**. Brasília: Funasa, 2014. Disponível em: <http://www.funasa.gov.br/documents/20182/38937/Manual+de+controle+da+qualidade+da+%C3%A1gua+para+t%C3%A9cnicos+que+trabalham+em+ETAS+2014.pdf/85bbdcbc-8cd2-4157-940b-90b5c5bfc87>. Acesso em 11 mar 2022.

GANESH, B.M.; ISLOOR, A.M.; ISMAIL, A.F. Enhanced hydrophilicity and salt rejection study of graphene oxide-polysulfone mixed matrix membrane. **Desalination**, v. 313, p. 199-207, 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916412006455>. Acesso em 5 jun 2022.

GOKSEN, G.; FABRA, M. J.; PÉREZ-CATALUNÁ, A.; EKIZ, H. I.; SANCHEZ, G.; LOPEZ-RUBIO, A. Biodegradable active food packaging structures based on hybrid cross-linked electrospun polyvinyl alcohol fibers containing essential oils and their application in the preservation of chicken breast fillets. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 27, p. 100613, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2214289420306311>. Acesso em 20 jul 2022.

GOMES, Dassaele Felix. **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 10 out 2021.

GOMES, Mara de Menezes de Assis. LAGÔA, Ana Maria Magalhães Andrade; MEDINA, Camilo Lázaro. MACHADO, Eduardo Caruso. MACHADO, Marcos Antônio. Interactions between leaf water potential, stomatal conductance and abscisic acid content of orange trees submitted to drought stress. **Brazilian Journal of Plant Physiology**, v. 16, n. 3, p. 155–161, 2004. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/bjpp/a/LLgBkgTmPWcMVWfNFDKxDDy/?lang=en>. Acesso em 5 jun 2022.

GONÇALVES, Bruno José Arcanjo. **Preparo e caracterização de membranas de matriz mista de polidimetilsiloxano com carvão ativado para separação de acetona, butanol e etanol de soluções aquosas por pervaporação**. 2021. 130 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia, Belo Horizonte. 2021. Disponível em: <https://repositorio.ufmg.br/handle/1843/36641>. Acesso em 5 jun 2022.

GONZAGA, M. I. S.; SILVA, P. S. O.; Santos, J. C. J.; OLIVEIRA JUNIOR, L. F. G. Biochar increases plant water use efficiency and biomass production while reducing Cu concentration in *Brassica juncea* L. in a Cu-contaminated soil. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 183, p. 109557, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0147651319308887>. Acesso em 5 jun 2022.

GEIM, A.K. e NOVOSELOV, K.S. The rise of graphene. **Nature Materials**, v. 6, n. 6, p. 183-191, 2007. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/6476681_The_Rise_of_Graphene. Acesso em 15 dez 2021.

HABERT, Alberto Cláudio; BORGES, Cristiano Piacsek; NOBREGA, Ronaldo. **Processos de separação por membranas**. Rio de Janeiro: E-papers, 2006. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=P-7kje1EincC&oi=fnd&pg=PA5&dq=Processos+de+separa%C3%A7%C3%A3o+por+membranas.+Editora+E->

papers,+2006&ots=0HM415FaBY&sig=j7qY9UPw4MM66XWF88fyr0kH4OQ#v=onepage&q=Processos%20de%20separa%C3%A7%C3%A3o%20por%20membranas.%20Editora%20E-papers%2C%202006&f=false. Acesso em 18 jan 2022.

HAN, Yi; XU, Zhen; GAO, Chao. Ultrathin graphene nanofiltration membrane for water purification. **Advanced Functional Materials**, v. 23, n. 29, p. 3693-3700, 2013. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/adfm.201202601>. Acesso em 2 jun 2022.

HASSON, David; SEGEV, Raviv; LISITSIN, Dmitry; LIBERMAN, Boris. SEMIAT, Raphael . High recovery brackish water desalination process devoid of precipitation chemicals. **Desalination**, v. 283, p. 80–88, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916411002554>. Acesso em 5 jun 2022.

HOMEM, N. C.; BELUCI, N. C. L.; AMORIM, S.; REIS, R.; VIEIRA, A. M. Surface modification of a polyethersulfone microfiltration membrane with graphene oxide for reactive dyes removal. **Applied Surface Science**, v. 486, p. 499-507, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0169433219313029>. Acesso em 5 jun 2022.

HUANG, H.; CHO, H.; SCHWAB, K.; JACANGELO, J. G. Effects of feedwater pretreatment on the removal of organic microconstituents by a low fouling reverse osmosis membrane. **Desalination**, v. 281, p. 446- 454, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916411007193>. Acesso em 5 de junho de 2022.

HUH, Seung Hun. Thermal reduction of graphene oxide. **Physics and Applications of Graphene-Experiments**, p. 73-90, 2011. Disponível em: <https://www.intechopen.com/books/physics-and-applications-of-graphene.experiments/thermal-reduction-of-graphene-oxide>. Acesso em: 11 jun 2022.

INURRIA, Adam; DURGUN, P. C.; RUCE, D.; ZHANG, H.; SEO, D.; THOMAZ, M.; PERREAULT, F. 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/abs/pii/S0011916418302005>. Acesso em 5 fev 2022.

JIANG, L. Y., WANG, Y., CHUNG, T., QIAO, X. Y., LAI, J. Polyimides membranes for pervaporation and biofuels separation. **Progress in Polymer Science**, v. 34, n. 11, p. 1135-1160, 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079670009000562>. Acesso em 6 jun 2022.

JOSE, Jobin; AL-HARTHI, Mamdouh 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 26 mai 2022.

JOSHI, R.K., ALWARAPPAN, S., YOSHIMURA, M., SAHAJWALLA, V. AND NISHINA, Y. Graphene oxide: the new membrane material. **Materials Today**, v. 1, n. 1, p. 1-12., 2015.

Disponível em:

https://www.researchgate.net/publication/280829988_Graphene_Oxide_the_new_membrane_material. Acesso em 26 mai 2022.

JOSHI, R. K.; CARBONO, P.; WANG, F.C.; KRAVETS, V. G.; SU, Y.; GRIGORIEVA, I.V. WU, H.A.; GEIM, A. K.; NAIR, R. R. Precise and ultrafast molecular sieving through graphene oxide membranes. **Science**, v. 343, n. 6172, p. 752–754, 2014. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24531966/>. Acesso em 13 jun 2022.

KIM, H.; ABDALA, A.A.; MACOSKO, C.W. Graphene/Polymer Nanocomposites. **Macromolecules**, v. 43, n. 16, p. 6515-6530, 2010. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ma100572e>. Acesso em 15 dez 2021.

KIM, H. K.; CHOI, Y. S.; LIM, M. Y.; JUNG, K. H.; KIM, D. G.; KIM, J. J.; KANG, H.; LEE, J. Reverse osmosis nanocomposite membranes containing graphene oxides coated by tannic acid with chlorine-tolerant and antimicrobial properties. **Journal of Membrane Science**, v. 514, p. 25–34, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S037673881630237X>. Acesso em 30 mai 2022.

KIM, S.; OU, R.; HU, Y.; LI, X.; ZHANG, H.; SIMON, G. P.; WANG, H. Non-swelling graphene oxide-polymer nanocomposite membrane for reverse osmosis desalination. **Journal of Membrane Science**, v. 562, n. 5, p. 47–55, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0376738818308895>. Acesso em 6 jun 2022.

Khordagui, H. K. **Dessalinização**. Geologia Ambiental. Academic Publishersp. 124-125, 1999. Disponível em: https://link.springer.com/referenceworkentry/10.1007/1-4020-4494-1_78#citeas. Acesso em 13 set 2022.

KINOSHITA, Yukio. An investigation of the structures of polyamide series. **Macromolecular Chemistry and Physics**, v. 33, n. 1, p. 1-20, 1959. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/macp.1959.020330101>. Acesso em 15 de abril de 2022.

KOO, C. H.; MOHAMMAD, A. W.; SUJA', F. Recycling of oleochemical wastewater for boiler feed water using reverse osmosis membranes - A case study. **Desalination**, v. 271, n. 1–3, p. 178–186, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916410009458>. Acesso em 5 jun 2022.

LI, N.N.; FANE, A.G.; HO, W.S.W.; MATSUURA, T. **Advanced Membrane Technology and Applications**. USA: Jonh Wiley & Sons. n. 2, p. 989, 2008. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/book/10.1002/9780470276280>. Acesso em 5 jun 2022.

LI, Xiuqiang; ZHU, Bin; ZHU, Jia. Graphene oxide based materials for desalination. **Carbon**, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622319301204>. Acesso em 5 jun 2022.

LIU, G.; YE H.; LI, A.; ZHU, C.; JIANG, H.; LIU, Y.; HAN, K.; ZHOU, Y. Graphene oxide for high-efficiency separation membranes: Role of electrostatic interactions. **Carbon**, v. 110, p. 56-61, 2016. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008622316307564>. Acesso em: 22 de julho de 2022.

MA, Jinxia; PING, Dan; DONG, Xinfu. Recent developments of graphene oxide-based membranes: A review. **Membranes**, v. 7, n. 3, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1383586620324734>. Acesso em 4 jun 2022.

MACEDO, Indira Maria Estolano; LIMA, Francisco Rodolfo Ferreira; LIMA, Giselly Maria de Sá Santana; OLIVEIRA, Fábio Henrique Portella Corrêa de; CUNHA FILHO, Moacyr; SHINOHARA, Neide Kazue Sakugawa. Análise microbiológica da água de consumo em serviços de alimentação em municípios de Pernambuco (Nordeste do Brasil). **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 11, p. 103530-103542, 2021. Disponível em: <https://brazilianjournals.com/index.php/BRJD/article/view/39232>. Acesso em 5 jun 2022.

MAIA, Andreza Penido de Oliveira; COUTO, Carolina Fonseca; AMARAL, Míriam Cristina Santos; MORAVIA, Wagner Guadagnin. Avaliação do tratamento de efluente do tingimento do beneficiamento têxtil por processos de separação por membranas com foco na recuperação do corante e reuso da água. *In*: CONGRESSO INTERNACIONAL DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 17., 2018, São Paulo. **Anais eletrônicos [...]**. São Paulo: ABES, 2018, p. II-033. Disponível em: <https://tratamentodeagua.com.br/wp-content/uploads/2018/12/II-033.pdf>. Acesso em 4 jun 2022.

MALI, K. K.; DHAWALE, S. C.; DIAS, R. J.; DHANE, N. S.; GHORPADE, V. S. Citric acid crosslinked carboxymethyl cellulose-based composite hydrogel films for drug delivery. **Indian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 80, n. 4, p. 657–667, 2018. Disponível em: <https://www.ijpsonline.com/articles/citric-acid-crosslinked-carboxymethyl-cellulosebased-composite-hydrogel-films-for-drug-delivery.pdf>. Acesso em 6 jun 2022.

MARCUS, Y. Ionic Radii in Aqueous Solutions. **Chemical Reviews**, v. 88, n. 8, p. 1475–1498, 1988. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/cr00090a003>. Acesso em 12 jun 2022.

MARENCO, Jose A. Vulnerabilidade, impactos e adaptação à mudança do clima no semiárido do Brasil. **Parcerias estratégicas**. v. 13, n. 27, p. 149-176, 2010. Disponível em: http://seer.cgee.org.br/index.php/parcerias_estrategicas/article/view/329. Acesso em 15 mai 2022.

MATTOS, J. B.; CRUZ, M. J. M.; DE PAULA, F. C. F.; VENDAS, E. F. Natural and anthropic processes controlling groundwater hydrogeochemistry in a tourist destination in northeastern Brazil. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 190, n. 7, p. 395, 2018. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10661-018-6765-5>. Acesso em 16 mai 2022.

MILLERO, Frank J; FEISTEL, Rainer; WRIGHT, Daniel G.; MCDUGALL, Trevor J. The composition of Standard Seawater and the definition of the Reference-Composition Salinity Scale. **Deep Sea Research Part I: Oceanographic Research**, v. 55, n. 1, p. 50-72, 2008. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0967063707002282>. Acesso em 5 jun 2022.

MORELOS-GOMEZ, Aaron.; CRUZ-SILVA, R.; MURAMUTSU, H.; ORTIZ-MEDINA, J.; ARAKI, T.; FUKUYO, T.; TEJIMA, S.; TAKEUCHI, K.; HAYASHI, T.; TERRONES, M.; ENDO, M. Effective NaCl and dye rejection of hybrid graphene oxide/graphene layered membranes. **Nature nanotechnology**, v. 12, n. 11, p. 1083, 2017. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/nnano.2017.160>. Acesso em 28 mai 2022.

MUKIIBI, B. M.; FEATHERS, R. Membrane Technology: A Breakthrough in Water Treatment. **Water Conditioning & Purification International**, v 11, n 50, 2009. Disponível em: <https://wcponline.com/2009/02/10/membrane-technology-break-water-treatment/>. Acesso em 6 jun 2022.

MULDER, M. **Basic Principles of Membrane Technology**. 2 ed. USA: Kluwer Academic Publishers, n. 2, p. 576, 1996. Disponível em: <https://pdfcoffee.com/basic-principles-of-membrane-technology-by-marcel-mulder-3-pdf-free.html>. Acesso em 6 de junho de 2022.

NASCIMENTO, F. C.; AGUIAR, L. C. V. COSTA, L. A. T.; FERNANDES, M. T.; MARASSI, R. J.; GOMES, A. S. G.; CASTRO, J. A. Formulation and characterization of crosslinked polyvinyl alcohol (PVA) membranes: effects of the crosslinking agents. **Polymer Bulletin**, v. 78, n. 2, p. 917-929, 2020. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00289-020-03142-2>. Acesso em 20 jul 2022.

NASCIMENTO, N. N.; BORBAN, L. DE S.; BERGAMASCO, R.; VIEIRA, M. F.; VIEIRA, A. M. S. **Modificação de membrana de polietersulfona com quitosana e óxido de grafeno para remoção de amarelo crepúsculo**. Encontro Internacional de Produção Científica - EPCC, v. 5, n. 4, p. 29-30, 2019. Disponível em: <https://rdu.unicesumar.edu.br/handle/123456789/3580>. Acesso em 29 mai 2022.

NAVARRO, Franz Edwin Condor. **Cultivo do coentro sob soluções nutritivas preparadas em águas salobras com diferentes predominâncias catiônicas**. 2021. 78 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal Rural de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, Recife, 2021. Disponível em: <https://renati.sunedu.gob.pe/bitstream/sunedu/3045672/1/CondorNavarroFE.pdf>. Acesso em 25 mai 2022.

NOGUEIRA, Fabiana Tavares. **Síntese e caracterização de membranas de filme fino composto de polissulfona/quitosana reticulada com glutaraldeído**. 2012. 233 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Hidráulica e Ambiental. São Paulo, 2012. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3147/tde-12062013-171018/pt-br.php>. Acesso em 10 jan 2022.

O'NEILL, Aidan; BAKIRTZIS, Dimitri; DIXON, Dorian. Polyamide 6/Graphene composites: The effect of in situ polymerisation on the structure and properties of graphene oxide and reduced graphene oxide. **European Polymer Journal**, v. 59, p. 353-362, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0014305714002626>. Acesso em 8 jun 2022.

PARSAMEHR, P. S.; ZAHED, M.; TOFIGH, M.A.; MOHAMMANDI, T.; REZAKAZEMI, M. Preparation of novel cross-linked graphene oxide membrane for desalination applications using (EDC and NHS) -activated graphene oxide and PEI. **Desalination**, v. 468, p. 114079,

2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916418323683>. Acesso em 9 fev 2022.

PERREAULT, François; DE FARIA, Andreia Fonseca; ELIMELECH, Menachem. Environmental applications of graphene-based nanomaterials. **Chemical Society Reviews**, v. 44, n. 16, p. 5861-5896, 2015. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlepdf/2015/cs/c5cs00021a>. Acesso em 6 jun 2022.

PRESUMIDO, Pedro H.; PRIMO, A; VILAR, V. P.; GARCIA, H. Large area continuous multilayer graphene membrane for water desalination. **Chemical Engineering Journal**, v. 413, p. 127510, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894720336329>. Acesso em: 29 abr 2022.

RABIEI, Z.; HOSSEINI, S. J.; PIRDASHTI, H.; HAZRATI, S. Physiological and biochemical traits in coriander affected by plant growth-promoting rhizobacteria under salt stress. **Heliyon**, v. 6, n. 10, p. e05321, 2020. Disponível em: [https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405844020321642#:~:text=Salt%20stresses%20significantly%20increased%20\(CAT,leaves%20comparing%20with%20untreated%20plants](https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405844020321642#:~:text=Salt%20stresses%20significantly%20increased%20(CAT,leaves%20comparing%20with%20untreated%20plants). Acesso em 5 jun 2022.

RASIA, G. M. **Síntese e funcionalização de hidrogéis de poli (álcool vinílico) síntese e funcionalização de hidrogéis de poli (álcool vinílico)**. 2014. 141 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, porto alegre, 2014. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/129778/000976751.pdf?sequence=1>. Acesso em 5 jun 2022.

RATTANA, T.; CHAIYAKUN, S.; WITIT-ANUN, N.; NUNTAWONG, N.; CHINDAUDOM, P.; OAEW, S.; KEDKEAW, C.; LIMSUWAN, P. Preparation and characterization of graphene oxide nanosheets. **Procedia Engineering**, v. 32, p. 759-764, 2012. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1877705812014336>. Acesso em 18 jul 2022.

SABZI, Mohammad; AFSHARI, Mohammad J.; BABAAHMADI, Masoud; SHAFAGH, Nima. pH-dependent swelling and antibiotic release from citric acid crosslinked poly (vinyl alcohol) (PVA)/nano silver hydrogels. **Biointerfaces Colloids Surf B**, v. 188, p. 110757, 2020. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/31887648/>. Acesso em 18 jul 2022.

SANTOS, A. N.; SILVA, E. F. F.; SOARES, T. M.; DANTAS, R. M. L.; SILVA, M. M. Produção de alface em NFT e Floating aproveitando água salobra e o rejeito da dessalinização. **Revista Ciência Agronômica**, v. 42, p. 319-326, 2011. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/S1806-66902011000200009>. Acesso em 15 mai 2022.

SANTOS, Alexandre do Nascimento; E SILVA, Ênio Farias de França; DA SILVA, Gerônimo Ferreira; BEZERRA, Raphaela Revorêdo; PEDROSA, Elvira Maria Regis. Concentração de nutrientes em tomate cereja sob manejos de aplicação da solução nutritiva com água salobra. **Revista Ciência Agronômica**, v. 48, n. 4, p. 576-585, 2017. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rca/a/fGQdjC4RjSpfc7Lf3QWhK6b/?lang=pt>. Acesso em 25 mai 2022.

SCOTT, K. **Handbook of Industrial Membrane**. USA: Elsevier Advanced Technology, ed. 6, p. 945, 1995. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=oKepTILQPVUC&oi=fnd&pg=PP1&dq=Handbook+of+Industrial+Membrane.+First+Edition&ots=CVlpSIEhIO&sig=-kYYHBianhh9qB7j0CjKS5fp1C8#v=onepage&q=Handbook%20of%20Industrial%20Membrane.%20First%20Edition&f=false>. Acesso em 4 jun 2022.

SHAHRIARY, Leila; ATHAWALE, Anjali A. Graphene oxide synthesized by using modified hummers approach. **Renew. Energy Environ. Eng.**, v. 2, n. 1, p. 58- 63, 2014. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/303044105_Graphene_oxide_synthesized_by_using_modified_Hummers_approach. Acesso em 17 jun 2022.

SHAMAILA, S.; SAJJAD, A. K. L.; IQBAL, A. Modifications in development of graphene oxide synthetic routes. **Chemical Engineering Journal**, v. 294, p. 458-477, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1385894716302182>. Acesso em 1 jun 2022.

SHI, R.; BI, J.; ZHANG, Z.; ZHU, A.; CHEN, D.; ZHOU, X.; TIAN, W. The effect of citric acid on the structural properties and cytotoxicity of the polyvinyl alcohol/starch films when molding at high temperature. **Carbohydrate Polymers**, v. 74, n. 4, p. 763–770, 2008. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861708002208>. Acesso em 20 jul 2022.

SILVA, C. B.; DA SILVA, J. C.; BRANDÃO JUNIOR, W. Q.; DAMASCENO, F. A.; BARBOSA JUNIOR, M. R.; DOS SANTOS, M. A. L. Teor de clorofila, carotenóides e índice spad na alface (*Lactuca sativa*) em função de lâminas de irrigação e níveis salinos. **Ciência Agrícola**, v. 18, n. 3, p. 19–22, 2020. Disponível em: <https://www.seer.ufal.br/index.php/revistacienciaagricola/article/view/9468>. Acesso em 5 jun 2022.

SILVA, F. J. A.; DE ARAÚJO, A. L.; DE SOUZA, R. O. Águas subterrâneas no Ceará – poços instalados e salinidade. **Revista Tecnologia**, v. 28, p. 136-159, 2007. Disponível em: <https://ojs.unifor.br/tec/article/view/52/4461>. Acesso em 10 jan 2022.

SILVA, Felipe de Andrade Oliveira. **Resistência mecânica e térmica de compósitos reticulados de PVA/óxido de grafeno**. 2019. 17f. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, 2019. Disponível em: <https://repositorio.ufrpe.br/handle/123456789/2096>. Acesso em 25 jul 2022.

SILVA, Géssica Texeira. **Blendas poliméricas de poli (álcool vinílico) e carboximetilcelulose com aplicação em sistemas de liberação controlada de fármacos**. 2015. 94 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2015. Disponível em: https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/tede/9230?locale=pt_BR. Acesso em 6 jun 2022.

SILVA, Ingrid Dantas Vasconcelos. **Estudo de blendas constituídos por goma polimérica e poli (álcool vinílico) reticulados com ácido vinílico para aplicação em sistemas de liberação controlada de fármacos**. 2016. 162 f. Dissertação (mestrado em Química) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2016. Disponível em: <https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/tede/9209?locale=en>. Acesso em 13 abr 2022.

SILVA, Rafael Isidoro. **Incorporação de óxido de grafeno em membranas compostas de poliamida visando a melhoria de desempenho em sistemas de osmose inversa**. 2021. 60 f. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. Belo Horizonte, 2021. Disponível em: <https://repositorio.ufmg.br/handle/1843/39226>. Acesso em 5 jun 2022.

SILVA JÚNIOR, Antônio Pereira. Impactos na qualidade da água em poços artesianos causados pela exploração de minério de ferro em São José do Belmonte, Pernambuco. **Revista Multidisciplinar do Sertão**, v. 2, n. 3, p. 338-346, 2020. Disponível em: <https://revistamultisert1.websiteseuro.com/index.php/revista/article/view/301>. Acesso em 30 mai 2022.

SILVA JÚNIOR, L. G. DE A.; GHEYI, H. R.; MEDEIROS, J. F. DE. Chemical composition of water in the crystalline region of northeast Brazil. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 3, n. 1, p. 11-17, 1999. Disponível em: http://old.scielo.br/scielo.php?pid=S1415-43661999000100011&script=sci_abstract. Acesso em 25 mai 2022.

SILVEIRA, Ana Paula Pereira; NUVOLARI, Ariovaldo; DEGASPERI, Francisco Tadeu; FIRSOFF, Wladimir. **Dessalinização de águas**. Rio de Janeiro: Oficina de Textos, 2015. Disponível em: <http://ofitexto.arquivos.s3.amazonaws.com/Dessalinizacao-de-aguas-DEG.pdf>. Acesso em: 19 mar 2022.

SONG, M.; YU, H.; GU, J.; YE, S.; ZHOU, Y. Chemical cross-linked polyvinyl alcohol/cellulose nanocrystal composite films with high structural stability by spraying Fenton reagent as initiator. **International journal of biological macromolecules**, 2018, v. 113, p. 171-178. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141813018300618>. Acesso em 12 jun 2022.

SRIDHAR, S., SMITHA, B., REDDY, A. A. Separation of 2-butanol–water mixtures by pervaporation through PVA–NYL 66 blend membranes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 280, n. 1, p. 95-102, 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0927775706000823>. Acesso em 6 jun 2022.

STORM, M. M.; JOHNSEN, R. E.; NORBY, P. In situ X-ray powder diffraction studies of the synthesis of graphene oxide and formation of reduced graphene oxide. **Journal of Solid State Chemistry**, 240, 49-54, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0022459616301992>. Acesso em 24 ago 2022.

SU, Y.; Kravets, V.G.; WONG, S.L.; WATERS, J.; GEIM, A.K. NAIR, R.R. Impermeable barrier films and protective coatings based on reduced graphene oxide. **Nature Communications**, v. 5, 2014. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/ncomms5843.pdf>. Acesso em 11 jul 2022.

SUK, Ji Won. PINER, R. D.; AN, J.; RUOFF, R.S. Mechanical properties of monolayer graphene oxide. **ACS nano**, v. 4, n. 11, p. 6557-6564, 2010. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/full/10.1021/nn101781v>. Acesso em 4 jun 2022.

SUN, Jiawei; QUIAN, X.; WANG, Z.; ZENG, F.; BAI, H.; LI, N. 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 11 out de 2021.

TAYLOR, J.S.; WIESNER, M. **Water Quality and Treatment**. USA: McGraw-Hill, 5 ed. p. 629-699, 1999. Disponível em: <https://pdfcoffee.com/water-quality-and-treatment-a-handbook-of-community-water-supplies-american-water-works-association-pdf-free.html>. Acesso em 25 mai 2022.

TKALYA, E., GHISLANDI, M., ALEKSEEV, A., KONING, C. and LOOS, J. Latex-based concept for the preparation of graphene-based polymer nanocomposites. **Journal of Materials Chemistry**, v. 20, n. 15, p. 3035- 3039, 2010. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2010/jm/b922604d>. Acesso em 11 jan 2022.

TODD, John; HALLEY, Geoffrey; NUNNERY, Scott Nunnery, Swagelok; RAWSON, W. Randall; RILEY, Douglas; Scheetz, Thomaz. **Improving Steam System Performance: A Sourcebook for Industry**. 2 ed. USA: BiclíoGov, 2004. Disponível em: <https://www.nrel.gov/docs/fy13osti/51710.pdf>. Acesso em 5 jun 2022.

TOGNI, Tomas Tarquinio. Transição ecológica/ crescimento da população mundial não é a principal ameaça ao planeta. **Realis**, v. 11, n. 1, 2021. Disponível em: <https://www.ecodebate.com.br/2020/11/12/o-crescimento-da-populacao-mundial-nao-e-a-principal-ameaca-ao-planeta/>. Acesso em 10 jan 2022.

TOMBESI, S.; FRIONI, T.; PONI, S.; PALLIOTTI, A. Effect of water stress “memory” on plant behavior during subsequent drought stress. **Environmental and Experimental Botany**, v. 150, p. 106–114, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.envexpbot.2018.03.009>. Acesso em 5 jun 2022.

TORRAGA, Maria Giuliana Fontanelli. **Síntese, monitoramento e modelagem da formação de partículas poliméricas porosas ocas com casca reticulada**. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Química. São Paulo, 2021. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3137/tde-25102021-120824/pt-br.php>. Acesso em 11 dez 2022.

TUNDISI, J. G. **Água no século XXI: enfrentando a escassez**. São Carlos: SP: RiMa, 2003. Disponível em: <https://pesquisa.bvsalud.org/portal/resource/pt/lil-383410>. Acesso em 10 jan 2022.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA EDUCAÇÃO, A CIÊNCIA E CULTURA - UNESCO. **Água para todos, água para la vida**: informe de las Naciones Unidas sobre el desarrollo de los recursos hídricos en el mundo. Paris: UNESCO, 2003, p. 36. Disponível em: https://unesdoc.unesco.org/ark:/48223/pf0000129556_spa. Acesso em 29 nov 2021.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA EDUCAÇÃO, A CIÊNCIA E CULTURA - UNESCO. **United Nations World Water Development Report**. Paris:

UNESCO, 2020, p. 1-4. Disponível em: <https://en.unesco.org/themes/water-security/wwap/wwdr/2020>. Acesso em 10 jan 2022.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA EDUCAÇÃO, A CIÊNCIA E CULTURA - UNESCO. **UN World Water Development Report 2021: Valuing water**. Paris: UNESCO, 2021, p. 1–206. Disponível em: <https://wayback.archive-it.org/10611/20210625194252/http://www.unesco.org/reports/wwdr/2021/en>. Acesso em 10 jan 2022.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - USEPA. **Membrane Filtration Guidance Manual**. USA: Office of Water, 2005, p. 332. Disponível em: chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://ocw.tudelft.nl/wp-content/uploads/guide_lt2_membranefiltration_final.pdf. Acesso em 5 jun 2022.

VIEIRA, V. P. P. B. Sustentabilidade do semiárido brasileiro: desafios e perspectivas. **Revista Brasileira de Recursos Hídricos**, v. 7, n. 4, p. 105-112, 2002. Disponível em: http://abrh.s3.amazonaws.com/Sumarios/101/b2d281243661d4d389f134963481cf4a_df321f83561058aade2883a93ca02a93.pdf. Acesso em 10 jan 2022.

WANG, S., REN, J., LI, W., SUN, R., LIU, S. Properties of polyvinyl alcohol/xylan composite films with citric acid. **Carbohydrate Polymers**, v. 103, p. 94–99, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861713012447#:~:text=The%20results%20indicated%20that%20polyvinyl,from%2015.1%25%20to%20249.5%25>. Acesso em 11 jan 2022.

WIDSTEN, P.; DOOLEY, N.; PAAR, R.; CAPRICHIO, J.; SUCKLING, I. Citric acid crosslinking of paper products for improved high humidity performance. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, n. 1, p. 998–1004, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861713010138>. Acesso em 6 jul 2022.

YALCINKAYA, F.; BOYRAZ, E.; MARYSKA, J.; KUCEROVA, K. A review on membrane technology and chemical surface modification for the oily wastewater treatment. **Materials**, v. 13, n. 2, p. 493, 2020. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1996-1944/13/2/493>. Acesso em 5 jun 2022.

YANG, M.; ZHAO, C.; ZHANG, S.; LI, P.; HOU, D. Preparation of graphene oxide modified poly (m-phenylene isophthalamide) nanofiltration membrane with improved water flux and antifouling property. **Applied Surface Science**, v. 394, p. 149–159, 2017. Disponível em: <https://www.infona.pl/resource/bwmeta1.element.elsevier-cf89ba17-ac90-355d-bb7d-e1333f130729>. Acesso em 13 jun 2022.

YEH, C. N.; RAIDONGIA, K.; SHAO, J.; YANG, Q.; HUANG, J. On the origin of the stability of graphene oxide membranes in water. **Nature Chemistry**, v. 7, n. 2, p. 166–170, 2015. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/nchem.2145>. Acesso em 6 jun 2022.

ZHAO, D. L.; JAPIP, S.; ZHANG, Y.; WEBER, M.; MALETZKO, C.; CHUNG, S. Emerging thin-film nanocomposite (TFN) membranes for reverse osmosis: A review. **Water Research**, v. 173, p. 15, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0043135420300932#:~:text=Thin%2D>

film%20composite%20(TFC),applied%20in%20many%20other%20fields. Acesso em 6 jun 2022.

ZOBY, J.L.G. Panorama da qualidade das águas subterrâneas no Brasil. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ÁGUAS SUBTERRÂNEAS, 15., 2005. Brasília. **Anais eletrônicos [...]**. Brasília: ABAS, 2005. Disponível em:

https://www.google.com.br/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwiS4IH_wPL6AhXOlpUCHQ29BwAQFnoECAgQAQ&url=https%3A%2F%2Faguassubterraneas.abas.org%2Fsubterraneas%2Farticle%2Fdownload%2F23802%2F15867%2F86331&usg=AOvVaw23ibVFhT4RnEb2ZInt0JUQ. Acesso em 18 mai 2022.

APÊNDICE A – ENSAIOS DE FILTRAÇÃO DIRETA COM AS MEMBRANAS MCE.

Tabela A1 -Testes de desempenho de membrana MCE0,0.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,5	0,1	1,305	-	-	0,1	1,297	0,61	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,333	-	-	0,1	1,311	1,65	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,327	-	-	0,1	1,323	0,30	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,274	-	-	0,1	1,285	-0,86	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,259	-	-	0,1	1,28	-1,67	Instantâneo
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,3	0,1	1,294	-	-	0,1	1,285	0,70	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,3	0,1	1,302	-	-	0,1	1,287	1,15	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,277	-	-	0,1	1,271	0,47	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,3	0,1	1,295	-	-	0,1	1,292	0,23	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,4	0,1	1,28	-	-	0,1	1,276	0,31	Instantâneo
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,4	0,1	1,28	-	-	0,1	1,259	1,64	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,4	0,1	1,268	-	-	0,1	1,254	1,10	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,4	0,1	1,284	-	-	0,1	1,275	0,70	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,3	0,1	1,276	-	-	0,1	1,277	-0,08	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,3	0,1	1,254	-	-	0,1	1,25	0,32	Instantâneo
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,5	0,1	1,31	-	-	0,1	1,301	0,69	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,329	-	-	0,1	1,321	0,60	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,327	-	-	0,1	1,323	0,30	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,281	-	-	0,1	1,278	0,23	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,275	-	-	0,1	1,271	0,31	Instantâneo
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,3	0,1	1,291	-	-	0,1	1,281	0,77	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,3	0,1	1,299	-	-	0,1	1,287	0,92	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,279	-	-	0,1	1,271	0,63	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,299	-	-	0,1	1,292	0,54	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,3	0,1	1,289	-	-	0,1	1,278	0,85	Instantâneo

Tabela A2 -Testes de desempenho de membrana MCE0,25/RET.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,234	0,076	1,145	0,024	1,073	13,05	10,00
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,201	0,078	1,198	0,022	1,169	2,66	9,16
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,9	0,1	1,185	0,081	1,215	0,019	1,161	2,03	7,91
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,9	0,1	1,219	0,085	1,201	0,015	1,195	1,97	6,25
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,8	0,1	1,197	0,086	1,21	0,014	1,176	1,75	5,83
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,203	0,083	1,208	0,017	1,01	16,04	7,08
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,5	0,1	1,199	0,087	1,198	0,013	1,045	12,84	5,41
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,3	0,1	1,208	0,088	1,195	0,012	1,065	11,84	5,00
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,2	0,1	1,198	0,088	1,203	0,012	1,089	9,10	5,00
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,2	0,1	1,219	0,087	1,185	0,013	1,129	7,38	5,41
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,3	0,1	1,161	0,081	1,165	0,019	1,005	13,44	7,91
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,2	0,1	1,16	0,088	1,145	0,012	1,045	9,91	5,00
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,163	0,088	1,177	0,012	1,04	10,58	5,00
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,16	0,092	1,164	0,008	1,095	5,60	3,33
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,8	0,1	1,16	0,092	1,164	0,008	1,134	2,24	3,33
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,2	0,1	1,248	0,075	1,245	0,025	1,063	14,82	10,41
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,25	0,051	1,24	0,049	1,216	2,72	20,41
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,228	0,049	1,245	0,051	1,221	0,57	21,24
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,246	0,099	1,241	0,001	1,164	6,58	0,42
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,4	0,1	1,246	0,099	1,228	0,001	1,212	2,73	0,42
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7,1	0,1	1,228	0,077	1,142	0,023	1,049	14,58	9,58
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7,2	0,1	1,178	0,051	1,154	0,049	1,061	9,93	20,41
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7,3	0,1	1,162	0,049	1,159	0,051	1,081	6,97	21,24
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7,3	0,1	1,163	0,045	1,169	0,055	1,124	3,35	22,91
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7,4	0,1	1,165	0,045	1,16	0,055	1,129	3,09	22,91

Tabela A3 -Testes de desempenho de membrana MCE0,5/RET.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7,2	0,1	1,185	0,08	1,183	0,02	1,045	11,81	8,33
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7,2	0,1	1,183	0,055	1,192	0,045	1,161	1,86	18,74
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,8	0,1	1,188	0,06	1,191	0,04	1,171	1,43	16,66
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,6	0,1	1,172	0,068	1,167	0,032	1,148	2,05	13,33
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,5	0,1	1,168	0,081	1,178	0,019	1,148	1,71	7,91
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,193	0,08	1,16	0,02	0,989	17,10	8,33
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,175	0,083	1,108	0,017	1,127	4,09	7,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,171	0,042	1,152	0,058	1,155	1,37	24,16
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,168	0,042	1,157	0,058	1,155	1,11	24,16
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,167	0,025	1,145	0,075	1,153	1,20	31,24
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7,3	0,1	1,196	0,088	1,202	0,012	1,025	14,30	5,00
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7,3	0,1	1,192	0,053	1,205	0,047	1,181	0,92	19,58
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,168	0,055	1,191	0,045	1,174	-0,51	18,74
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,8	0,1	1,193	0,062	1,201	0,038	1,205	-1,01	15,83
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,196	0,063	1,195	0,037	1,196	0,00	15,41
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,24	0,075	1,232	0,025	1,031	16,85	10,41
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,23	0,048	1,219	0,052	1,207	1,87	21,66
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,219	0,038	1,221	0,062	1,231	-0,98	25,82
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,213	0,045	1,229	0,055	1,217	-0,33	22,91
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,205	0,043	1,215	0,057	1,222	-1,41	23,74
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,226	0,088	1,155	0,012	0,989	19,33	5,00
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,238	0,09	1,228	0,01	1,108	10,50	4,17
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,225	0,089	1,216	0,011	1,155	5,71	4,58
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,222	0,088	1,204	0,012	1,165	4,66	5,00
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,221	0,089	1,226	0,011	1,184	3,03	4,58

Tabela A4 -Testes de desempenho de membrana MCE0,75/RET.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,168	0,089	1,173	0,011	0,971	16,87	4,58
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,164	0,089	1,168	0,011	0,988	15,12	4,58
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,152	0,091	1,155	0,009	1,041	9,64	3,75
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,149	0,091	1,163	0,009	1,099	4,35	3,75
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,152	0,092	1,153	0,008	1,146	0,52	3,33
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,194	0,085	1,18	0,015	0,974	18,43	6,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,192	0,087	1,185	0,013	1,064	10,74	5,41
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,181	0,088	1,201	0,012	1,124	4,83	5,00
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,184	0,088	1,205	0,012	1,094	7,60	5,00
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,171	0,088	1,19	0,012	1,147	2,05	5,00
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,161	0,072	1,181	0,028	0,941	18,95	11,66
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,16	0,058	1,176	0,042	1,106	4,66	17,49
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,182	0,054	1,171	0,046	1,14	3,55	19,16
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,173	0,06	1,16	0,04	1,147	2,22	16,66
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,169	0,079	1,155	0,021	1,134	2,99	8,75
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,238	0,092	1,21	0,008	0,997	19,47	3,33
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,4	0,1	1,226	0,092	1,2	0,008	1,089	11,17	3,33
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,4	0,1	1,225	0,091	1,184	0,009	1,171	4,41	3,75
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,206	0,092	1,207	0,008	1,163	3,57	3,33
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,208	0,091	1,245	0,009	1,148	4,97	3,75
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,192	0,078	1,19	0,022	1,004	15,77	9,16
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,3	0,1	1,192	0,063	1,188	0,037	1,13	5,20	15,41
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,198	0,057	1,179	0,043	1,177	1,75	17,91
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,193	0,066	1,181	0,034	1,166	2,26	14,16
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,204	0,059	1,183	0,041	1,191	1,08	17,08

APÊNDICE B - ENSAIOS DE FILTRAÇÃO DIRETA COM AS MEMBRANAS PA.

Tabela B1 - Testes de desempenho de membrana PA0,0.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,246	-	-	0,1	1,223	1,85	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,248	-	-	0,1	1,229	1,52	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,239	-	-	0,1	1,23	0,73	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	25	7	0,1	1,262	-	-	0,1	1,242	1,58	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,258	-	-	0,1	1,243	1,19	Instantâneo
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,7	0,1	1,329	-	-	0,1	1,305	1,81	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,7	0,1	1,268	-	-	0,1	1,25	1,42	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,7	0,1	1,318	-	-	0,1	1,31	0,61	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,6	0,1	1,256	-	-	0,1	1,253	0,24	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,6	0,1	1,282	-	-	0,1	1,277	0,39	Instantâneo
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	23	6,5	0,1	1,271	-	-	0,1	1,252	1,49	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,6	0,1	1,217	-	-	0,1	1,199	1,48	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,5	0,1	1,201	-	-	0,1	1,178	1,92	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,5	0,1	1,206	-	-	0,1	1,183	1,91	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,4	0,1	1,21	-	-	0,1	1,189	1,74	Instantâneo
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,231	-	-	0,1	1,215	1,30	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,233	-	-	0,1	1,22	1,05	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,239	-	-	0,1	1,23	0,73	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,244	-	-	0,1	1,235	0,72	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	7	0,1	1,237	-	-	0,1	1,231	0,49	Instantâneo
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,6	0,1	1,229	-	-	0,1	1,212	1,38	Instantâneo
	2	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,6	0,1	1,221	-	-	0,1	1,208	1,06	Instantâneo
	3	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,5	0,1	1,209	-	-	0,1	1,2	0,74	Instantâneo
	4	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,5	0,1	1,211	-	-	0,1	1,203	0,66	Instantâneo
	5	MgSO4	2	0,0012	3	-	24	6,6	0,1	1,212	-	-	0,1	1,206	0,50	Instantâneo

Tabela B2 -Testes de desempenho de membrana PA0,25/RET.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,275	0,095	1,267	0,005	0,859	32,63	2,08
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,269	0,095	1,262	0,005	1,155	8,98	2,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,277	0,095	1,276	0,005	1,18	7,60	2,08
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,261	0,095	1,213	0,005	1,039	17,61	2,08
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,244	0,095	1,218	0,005	1,063	14,55	2,08
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	7	0,1	1,217	0,095	1,228	0,005	0,804	33,94	2,08
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,6	0,1	1,216	0,096	1,236	0,004	1,065	12,42	1,67
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,4	0,1	1,225	0,096	1,23	0,004	1,119	8,65	1,67
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,23	0,095	1,237	0,005	1,155	6,10	2,08
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,238	0,096	1,248	0,004	1,153	6,87	1,67
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,333	0,096	1,288	0,004	0,854	35,93	1,67
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,328	0,096	1,287	0,004	1,118	15,81	1,67
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,6	0,1	1,301	0,095	1,315	0,005	1,155	11,22	2,08
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,6	0,1	1,302	0,096	1,316	0,004	1,169	10,22	1,67
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,332	0,095	1,357	0,005	1,121	15,84	2,08
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,295	0,095	1,183	0,005	0,779	39,85	2,08
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	1,295	0,096	1,284	0,004	1,017	21,47	1,67
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,286	0,097	1,29	0,003	1,059	17,65	1,25
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,295	0,094	1,285	0,006	1,169	9,73	2,50
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,291	0,096	1,299	0,004	1,17	9,37	1,67
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,231	0,092	1,212	0,008	0,856	30,46	3,33
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,232	0,094	1,205	0,006	1,102	10,55	2,50
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,224	0,093	1,207	0,007	1,139	6,94	2,92
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,228	0,095	1,212	0,005	1,151	6,27	2,08
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,215	0,095	1,208	0,005	1,163	4,28	2,08

Tabela B3 -Testes de desempenho de membrana PA0,5/RET.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,4	0,1	1,206	0,095	1,204	0,005	0,672	44,28	2,08
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,2	0,1	1,209	0,095	1,203	0,005	1,001	17,20	2,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,3	0,1	1,21	0,094	1,215	0,006	1,115	7,85	2,50
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,3	0,1	1,207	0,07	1,212	0,03	1,118	7,37	12,50
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,2	0,1	1,208	0,065	1,208	0,035	1,138	5,79	14,58
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,3	0,1	1,222	0,094	1,202	0,006	0,701	42,64	2,50
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,2	0,1	1,237	0,095	1,212	0,005	0,991	19,89	2,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,1	0,1	1,222	0,094	1,216	0,006	1,101	9,90	2,50
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,2	0,1	1,22	0,095	1,203	0,005	1,124	7,87	2,08
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	23	6,2	0,1	1,203	0,095	1,206	0,005	1,139	5,32	2,08
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,228	0,096	1,182	0,004	0,711	42,10	1,67
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,229	0,095	1,191	0,005	0,986	19,77	2,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,197	0,095	1,195	0,005	1,011	15,54	2,08
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,191	0,095	1,208	0,005	1,019	14,44	2,08
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,193	0,095	1,214	0,005	1,121	6,04	2,08
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,234	0,094	1,221	0,006	0,719	41,73	2,50
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,253	0,094	1,241	0,006	1,021	18,52	2,50
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,252	0,095	1,246	0,005	1,129	9,82	2,08
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,259	0,096	1,232	0,004	1,159	7,94	1,67
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,249	0,096	1,251	0,004	1,171	6,24	1,67
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,228	0,095	1,231	0,005	0,702	42,83	2,08
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,23	0,095	1,209	0,005	0,999	18,78	2,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,201	0,095	1,198	0,005	1,017	15,32	2,08
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,193	0,095	1,202	0,005	1,029	13,75	2,08
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,195	0,095	1,211	0,005	1,131	5,36	2,08

Tabela B4 - Testes de desempenho de membrana PA0,75/RET.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,273	0,095	1,266	0,005	0,582	54,28	2,08
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,262	0,095	1,269	0,005	0,833	33,99	2,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,261	0,096	1,24	0,004	1,035	17,92	1,67
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,279	0,096	1,281	0,004	1,119	12,51	1,67
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,281	0,095	1,289	0,005	1,163	9,21	2,08
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,228	0,097	1,216	0,003	0,573	53,34	1,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,289	0,097	1,274	0,003	0,949	26,38	1,25
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,276	0,098	1,278	0,002	0,935	26,72	0,83
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,281	0,098	1,271	0,002	1,021	20,30	0,83
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,284	0,098	1,268	0,002	1,099	14,41	0,83
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,236	0,097	1,139	0,003	0,434	64,89	1,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,244	0,098	1,158	0,002	0,731	41,24	0,83
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,238	0,098	1,194	0,002	0,686	44,59	0,83
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,2	0,098	1,187	0,002	0,895	25,42	0,83
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,198	0,098	1,2	0,002	0,877	26,79	0,83
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,211	0,096	1,151	0,004	0,562	53,59	1,67
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	1,197	0,098	1,165	0,002	0,589	50,79	0,83
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,2	0,097	1,193	0,003	0,941	21,58	1,25
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,193	0,096	1,178	0,004	0,999	16,26	1,67
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	1,191	0,097	1,191	0,003	1,062	10,83	1,25
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,241	0,097	1,238	0,003	0,581	53,18	1,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,234	0,097	1,226	0,003	0,889	27,96	1,25
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,236	0,096	1,193	0,004	1,048	15,21	1,67
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,237	0,096	1,212	0,004	1,101	10,99	1,67
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,231	0,096	1,203	0,004	1,099	10,72	1,67

Tabela B5 - Testes de desempenho de membrana PA0,75/RET, ciclo B.

Ensaio	Ciclo B	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,223	0,096	1,218	0,004	0,603	50,70	1,67
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,199	0,095	1,188	0,005	0,868	27,61	2,08
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,208	0,092	1,196	0,008	0,939	22,27	3,33
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,212	0,092	1,203	0,008	0,998	17,66	3,33
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,214	0,09	1,195	0,01	1,062	12,52	4,17
2	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,269	0,097	1,266	0,003	0,578	54,45	1,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,265	0,097	1,269	0,003	0,838	33,75	1,25
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,261	0,096	1,24	0,004	0,889	29,50	1,67
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,266	0,096	1,281	0,004	1,071	15,40	1,67
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,271	0,096	1,288	0,004	1,163	8,50	1,67
3	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,271	0,097	1,259	0,003	0,533	58,06	1,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,269	0,097	1,257	0,003	0,738	41,84	1,25
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,267	0,097	1,245	0,003	0,881	30,47	1,25
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,262	0,097	1,206	0,003	0,893	29,24	1,25
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,26	0,097	1,199	0,003	1,002	20,48	1,25
4	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,281	0,097	1,265	0,003	0,624	51,29	1,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,283	0,096	1,279	0,004	0,798	37,80	1,67
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,281	0,097	1,261	0,003	0,849	33,72	1,25
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,279	0,097	1,257	0,003	1,001	21,74	1,25
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,278	0,097	1,266	0,003	1,127	11,82	1,25
5	1	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,9	0,1	1,233	0,097	1,238	0,003	0,568	53,93	1,25
	2	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	1,239	0,097	1,229	0,003	0,779	37,13	1,25
	3	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,228	0,097	1,217	0,003	0,863	29,72	1,25
	4	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,232	0,095	1,225	0,005	0,974	20,94	2,08
	5	MgSO4	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	1,235	0,094	1,213	0,006	1,081	12,47	2,50

Tabela B6 - Testes de desempenho de membrana PA0,75/RET com solução de cloreto de sódio.

Ensaio	Ciclo A	Sal	Conc. g/L	Área efetiva (m ²)	Pressão (bar)	Tempo (h)	Alimentação				Concentrado		Permeado		Seletividade (%)	Permeabilidade (L/m ² .h.bar)
							T (°C)	pH	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm	Volume (L)	CDE mS/cm		
1	1	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6	0,1	3,56	0,096	3,51	0,004	2,15	39,61	1,67
	2	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6	0,1	3,57	0,097	3,51	0,003	2,45	31,37	1,25
	3	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6	0,1	3,53	0,098	3,52	0,002	2,3	34,84	0,83
	4	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,2	0,1	3,51	0,098	3,5	0,002	2,58	26,50	0,83
	5	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,2	0,1	3,54	0,097		0,003	2,8	20,90	1,25
2	1	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	3,61	0,093	3,52	0,007	2,38	34,07	2,92
	2	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	3,7	0,093	3,56	0,007	2,92	21,08	2,92
	3	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	3,7	0,092	3,57	0,008	3,1	16,22	3,33
	4	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6	0,1	3,71	0,09	3,55	0,01	3,12	15,90	4,17
	5	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6	0,1	3,71	0,088	3,57	0,012	3,14	15,36	5,00
3	1	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	3,7	0,095	3,6	0,005	2,35	36,49	2,08
	2	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	3,68	0,096	3,61	0,004	2,67	27,45	1,67
	3	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,5	0,1	3,54	0,096	3,61	0,004	2,95	16,67	1,67
	4	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	3,7	0,096	3,54	0,004	3,1	16,22	1,67
	5	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	3,72	0,096	3,58	0,004	3,17	14,78	1,67
4	1	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,7	0,1	3,6	0,095	3,56	0,005	2,19	39,17	2,08
	2	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,6	0,1	3,61	0,097	3,53	0,003	2,79	22,71	1,25
	3	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,4	0,1	3,6	0,096	3,53	0,004	2,81	21,94	1,67
	4	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,4	0,1	3,6	0,097	3,52	0,003	2,82	21,67	1,25
	5	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,4	0,1	3,7	0,097	3,58	0,003	2,91	21,35	1,25
5	1	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	3,61	0,096	3,6	0,004	2,3	36,29	1,67
	2	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	3,61	0,097	3,59	0,003	2,51	30,47	1,25
	3	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	6,8	0,1	3,61	0,098	3,57	0,002	2,63	27,15	0,83
	4	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	3,61	0,098	3,59	0,002	2,69	25,48	0,83
	5	NaCl	2	0,0012	3	0,1666	24	7	0,1	3,61	0,097	3,6	0,003	2,86	20,78	1,25