

# 12º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



## **TÍTULO DO TRABALHO:**

Otimização da síntese de hidrogéis de poliacrilamida enxertados em quitosana para a remoção de água em biodiesel.

## **AUTORES:**

Guilherme Fiedler Frascati, Bianca Ramos Estevam, Flávia Ferreira dos Santos Viera, Isadora Dias Perez, Leonardo Vasconcelos Fregolente

## **INSTITUIÇÃO:**

Universidade Estadual de Campinas

## Otimização da síntese de hidrogéis de poliacrilamida enxertados em quitosana para a remoção de água em biodiesel

### Resumo

Nos processos de produção e armazenamento do biodiesel, há a incorporação de água no óleo, que a depender da concentração, pode contribuir para a proliferação de microrganismos, alterando as propriedades do combustível e afetando sua *performance*. Para garantir a qualidade desse produto, o teor máximo de água é especificado por agências reguladoras. Dentre os processos de separação de água do biodiesel, os hidrogéis são uma alternativa promissora. Estes materiais são formados por cadeias poliméricas altamente hidrofílicas capazes de remover a água sem afetar o meio oleoso. Este trabalho apresenta de forma inédita o desenvolvimento e a otimização de hidrogéis hidrolisados de poliacrilamida enxertada em quitosana para a remoção de água solúvel de biodiesel. Foram analisadas diversas condições de síntese, composição e pós-tratamento do hidrogel. Primeiramente, foi investigada a concentração de ácido acético utilizado para a dissolução de quitosana, o repouso da solução resultante e o método de lavagem do hidrogel. Estes fatores foram avaliados por meio de um planejamento fatorial  $2^3$  utilizando a capacidade de intumescimento do hidrogel como resposta. Em seguida, foram avaliadas as concentrações de acrilamida, o método de iniciação e a concentração de quitosana, tendo o grau de intumescimento e a eficiência de remoção de água em biodiesel como resposta. Os resultados obtidos foram submetidos em testes Tukey com 95 % de confiança. Então, foi verificado o efeito de um pós-tratamento por hidrólise alcalina do hidrogel resultante. O melhor desempenho para remoção de água foi obtido na síntese com 1 % de quitosana, diluída em 1 % de ácido acético, sem repouso da solução, com adição de 4 % de acrilamida, polimerizada por iniciação térmica, lavada com água destilada e submetida à hidrólise. Nessas condições, o hidrogel atingiu eficiência de remoção de água de  $65,23 \pm 0,38$  % e intumescimento de  $139 \pm 42$  g.g<sup>-1</sup>. O tratamento possibilitou que a concentração de água do biodiesel caísse de 1.630 para 567 ppm, valor próximo à norma internacional (500 ppm). Assim, esses resultados mostram que o hidrogel proposto pode ser utilizado na desidratação do biodiesel, conferindo desempenho e sustentabilidade à cadeia produtiva e ao manuseio desse biocombustível.

Palavras-chave: Biocombustíveis, polímeros hidrofílicos, desidratação de óleos, mistura água e óleo.

### Abstract

The synthesis and storage of biodiesel lead to the incorporation of water in the oil, promoting the proliferation of microorganisms, altering fuel properties, and its performance. Regulatory agencies impose stringent requirements on water concentration in biodiesel. Thus, from the dehydration technologies, hydrogels are a promising alternative. Hydrogels are polymers formed by highly hydrophilic chains, offering a promising solution to this problem without affecting the oil medium. This study is the first to evaluate the development and optimization of hydrolyzed polyacrylamide hydrogels grafted onto chitosan to remove soluble water from biodiesel. The synthesis conditions, composition and pos-treatment effect were evaluated. Firstly, the concentration of acetic acid for chitosan dissolution, the overnight rest of the chitosan solution, and the hydrogel washing method were investigated using a  $2^3$  factorial design, with swelling degree as the response variable. The effect of acrylamide

concentration, initiation method, and chitosan concentration were evaluated regarding the swelling degree and the efficiency of water removal from saturated biodiesel, with results analyzed using Tukey tests at 95 % confidence. The effect of an alkaline hydrolysis post-treatment was also verified for the hydrogel formulation that reached higher dehydration of biodiesel. The best performance regarding water removal from biodiesel was achieved with 1 % chitosan in 1 % acetic acid, without resting the solution, 4 % acrylamide, polymerized by thermal initiation, washed with distilled water, and subjected to hydrolysis. Under these conditions, the hydrogel achieved a water removal efficiency of  $65.23 \pm 0.38$  % and a swelling capacity of  $139 \pm 42$  g·g<sup>-1</sup>, reducing water concentration in biodiesel from 1,630 to 567 ppm, nearing the international standard of 500 ppm. These results indicate that the proposed hydrogel can effectively dehydrate biodiesel, enhancing the sustainability and performance of the biofuel production chain.

Keywords: Biofuels, hydrophilic polymers, oil dehydration, water-in-oil mixture.

## Introdução

O biodiesel é um combustível proveniente de fontes orgânicas renováveis cuja produção que tem como vantagem a menor taxa de emissão de gás carbônico, considerando o ciclo de vida do produto. Para se ampliar o conteúdo renovável na matriz energética brasileira, o biodiesel vem sendo adicionado ao diesel fóssil. Esta adição aumentou de 5 % em 2010 para 14 % em 2024, com projeções futuras de maiores aumentos (CNPE, 2024). O biodiesel é composto por ésteres oriundos de ácidos graxos, os quais conferem certo caráter hidrofílico e permitem que o óleo dilua até 2.000 ppm de água em temperatura ambiente (Fregolente et al., 2012). Esse teor de água pode causar prejuízos ao biocombustível, como a possível proliferação de microrganismos e a corrosão de equipamentos (Estevam et al., 2023). Por isso, órgãos reguladores delimitam teores máximos de água no biodiesel para que esse opere em condições adequadas. Em território brasileiro, a Agência Nacional do Petróleo, Gás natural e Biodiesel (ANP) estipula que, para distribuidores, o biodiesel tenha até 350 ppm de água, enquanto para o consumidor final esta concentração deve ser de até 200 ppm (ANP, 2023). No que se refere a normas internacionais, o limite de água no biodiesel é de 500 ppm (ASTM D6751-20a, 2020).

As técnicas de desidratação do biodiesel disponíveis no mercado enfrentam barreiras econômicas e técnicas devido ao consumo de energia e complexidade dos sistemas, além de poder gerar subprodutos e resíduos durante o tratamento (Estevam et al., 2023). Diante disso, a utilização de hidrogéis desponta como alternativa para este fim, uma vez que demandam processos simples e com eficiência adequada (Perez et al., 2022). Os hidrogéis são estruturas poliméricas reticuladas que podem ter suas propriedades direcionadas para um propósito a depender da escolha dos monômeros e do processo de síntese. Para a aplicação de desidratação de óleos, busca-se estabilidade mecânica e propriedades hidrofílicas no hidrogel. Para alcançar este objetivo, uma alternativa vantajosa é a combinação de polímeros naturais e sintéticos na síntese do hidrogel, pois a hidrofiliabilidade dos dois polímeros é acompanhada de acréscimos na resistência mecânica do material (Arthus et al., 2024).

A incorporação de polímeros de fontes naturais ao hidrogel, como a quitosana, contribui para maior sustentabilidade do processo produtivo, reduzindo o impacto do hidrogel no meio ambiente. Este polímero, oriundo de carapaças de crustáceos, adiciona grupos nitrogenados hidrofílicos à matriz polimérica, podendo aumentar a hidrofiliabilidade do hidrogel. Este trabalho apresenta de forma inédita a utilização de hidrogéis de poliácridamida enxertada em quitosana para a desidratação de biodiesel. Tendo

em vista o ineditismo desta pesquisa, as condições de síntese do hidrogel foram otimizados tendo como resposta a eficiência de desidratação do biodiesel e o intumescimento do hidrogel. Assim, este trabalho propõe um material inovador e sustentável para a desidratação do biocombustível visando ampliar a utilização deste óleo.

## **Metodologia**

Os hidrogéis de poliacrilamida enxertados em quitosana foram sintetizados baseando-se na metodologia proposta por Ibrahim et al., (2021) e Mohamed et al., (2021), os quais utilizam a quitosana diluída em ácido acético. Foi verificada a concentração de ácido acético necessário para diluição da quitosana, variando este fator entre 1 e 2 % (v/v). A dissolução foi conduzida com 1 % (m/v) de quitosana, em temperatura ambiente, sob agitação de 500 rpm por 25 min. Arafa et al., (2021) recomendam que a solução de quitosana permaneça em repouso por 24 h antes de prosseguir com a síntese. A fim de se verificar a necessidade deste processo, foram realizados testes com e sem repouso da solução. Em todos os casos de repouso e concentração de ácido acético avaliados, a solução de quitosana (50 mL) foi misturada com 3,55 g de acrilamida (AAm) como monômero, 0,1153 g de metileno bis-acrilamida (MBA) – 0,015 mol de MBA para cada mol de AAm – como reticulante e 2 mL de tetrametiletenodiamina (TEMED) (0,57 M). Os compostos foram dissolvidos com agitação de 500 rpm por 10 min e posteriormente centrifugados (5.000 rpm por 10 min) para remover parte das bolhas. Em seguida, para a polimerização das cadeias de poliacrilamida, a solução foi dividida em cinco tubos Falcon de 15 mL e submetida a 5 minutos de injeção de gás nitrogênio, para remover o gás oxigênio da solução e minimizar reações em paralelo. Após, 0,4 mL de iniciador persulfato de sódio ( $0,01 \text{ g.mL}^{-1}$ ) foi adicionado em cada um dos tubos e a reação de polimerização foi conduzida por 15 min com injeção constante de nitrogênio. Findado este período, os tubos foram tampados e deixados em repouso por 24 h para finalizar o processo de gelificação. Uma vez formados nos tubos, os hidrogéis foram retirados e cortados em formato de disco de 0,4 cm de altura 1,5 cm de diâmetro. Após, os hidrogéis foram lavados para remover possíveis compostos em excesso, sendo estudada a lavagem por imersão em ácido acético 2 % (v/v) e em água destilada ao longo de 24 h, seguindo os trabalhos de Ibrahim et al., (2019) e de Lin et al., (2023), respectivamente. Após a lavagem, os hidrogéis foram secos em estufa de recirculação por 24 h a 60 °C e armazenados em um dessecador de sílica. Os parâmetros de concentração de ácido acético, repouso da solução e método de lavagem foram avaliados por meio de um planejamento fatorial completo  $2^3$  utilizando 95 % de confiança. Neste caso, foi utilizado como resposta o grau de intumescimento em água dos hidrogéis formulados. Para isso, 0,1 g de cada hidrogel foi imerso em 200 mL de água a 37 °C por 24 h. Com a diferença de massa obtida, fez-se o cálculo da capacidade de intumescimento. Seguindo um procedimento análogo, mas com a dissolução do monômero em água, hidrogéis apenas de poliacrilamida (4 % em massa) foram sintetizados para a análise da influência da quitosana na eficiência de remoção de água alcançada pelo hidrogel.

Uma vez otimizadas as condições avaliadas no planejamento fatorial a síntese dos hidrogéis, foi investigada em relação à concentração de acrilamida nos hidrogéis, o método de iniciação, e a concentração de quitosana. Cada um destes fatores foi avaliado individualmente utilizando como respostas a eficiência de desidratação de biodiesel saturado e capacidade de intumescimento dos hidrogéis. Os experimentos foram realizados em duplicata e respostas foram avaliadas por meio de teste Tukey, a 95 % de confiança. Em cada condição de síntese avaliada, os demais fatores permaneceram de acordo com as condições previamente citadas e otimizadas neste trabalho. A concentração de acrilamida

nos hidrogéis foi avaliada entre 4 % (m/v) e 7,1 % (m/v), seguindo as quantidades utilizadas por Arthus et al., (2024) e Ibrahim et al., (2019), respectivamente. O método de iniciação utilizado na síntese dos hidrogéis também pode exercer influência em seu desempenho, sendo a iniciação térmica e redox aplicadas para a síntese de hidrogéis de poliacrilamida enxertados em quitosana (Arafa et al., 2021, Lin et al., 2023 e Ibrahim et al., 2019). Portanto, os hidrogéis foram sintetizados com iniciação por reação redox (utilizando TEMED a 25 °C) e por iniciação térmica (à 60 °C em um banho termostático, sem adição de TEMED). Por fim, a concentração de quitosana no hidrogel foi avaliada entre os valores de 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 e 3,0 % (m/v) na solução de ácido acético.

Após a definição do procedimento de síntese dos hidrogéis de poliacrilamida enxertada em quitosana, foi investigado o efeito do pós-tratamento por hidrólise alcalina. Este processo objetiva a criação de cargas iônicas na estrutura do hidrogel, aumentando a hidrofilicidade do material (Arthus et al., 2024). Para tanto, antes da etapa de lavagem, os hidrogéis foram submetidos a 18 h de imersão em hidróxido de sódio (0,5 M) em banho de 75 °C, seguindo para a lavagem e secagem. Os hidrogéis foram então utilizados para a remoção de água em biodiesel e submetidos a ensaios de intumescimento. Os resultados foram avaliados por meio de teste Tukey, a 95 % de confiança, a fim de identificar o efeito da hidrólise sobre o desempenho do hidrogel.

Os experimentos de desidratação do biodiesel (adquirido comercialmente) foram realizados com o combustível saturado com água. Para a saturação do óleo, foi adicionado 5 % (v/v) de água destilada ao biodiesel, que passou por 30 min de agitação magnética (300 rpm) e 72 h de repouso em um funil de separação. A fase do óleo foi coletada e submetida à centrifugação a 5.000 rpm por 10 min a fim de remover a porção de água livre do óleo. A fase óleo foi coletada e misturada com 0,1 g dos hidrogéis para cada 25 mL do biodiesel saturado. Para minimizar perdas de combustível para o ambiente externo, os frascos foram completamente vedados com papel filme e papel alumínio. As amostras de biodiesel com hidrogel foram agitadas a 150 rpm em incubadora a 25 °C por 24 h. Amostras controle (óleo sem hidrogel) foram submetidas ao mesmo procedimento e utilizadas como parâmetro para calcular a eficiência de remoção de água. As medições do teor de água em óleo foram realizadas por titulação coulométrica em Karl-Fischer seguindo a norma ASTM D604.

## **Resultados e Discussão**

Os fatores concentração de ácido acético, repouso da solução e do método de lavagem do hidrogel não foram significativos a 95 % de confiança para o grau de intumescimento, conforme apresentado no diagrama de Pareto (Figura 1). Isso significa que a performance do hidrogel quanto ao intumescimento pode ser considerada igual para os diferentes níveis adotados nos fatores analisados. Desse modo, é possível escolher dentre as opções com menos custo associado e menor tempo de produção, direcionando as futuras sínteses para 1 % de ácido acético, sem o repouso da solução de quitosana e com lavagem em água destilada.

Em seguida, juntamente com a análise da influência da concentração de acrilamida, os hidrogéis de quitosana foram comparados com hidrogéis sem a presença desse composto quanto ao intumescimento (Figura 2-A) e a desidratação do biodiesel (Figura 2-B). Primeiramente, nota-se que o hidrogel sem quitosana intumesciu significativamente mais do que os que possuíam esse polímero. Além disso, o hidrogel com maior concentração de acrilamida também apresentou menor grau de intumescimento. Estes resultados decorrem da diminuição da mobilidade das cadeias do hidrogel ao adicionar maior quantidade de polímero na estrutura e criando uma rede mais densa (Li et al., 2022).

Assim, os hidrogéis com rede menos densa possuem maior capacidade de expansão, atingindo maior grau de intumescimento. Quanto à remoção de água do biodiesel, os hidrogéis testados não apresentaram diferenças expressivas. Isto mostra que a análise do grau de intumescimento deve vir acompanhada à análise de seu desempenho de remoção de água no combustível para investigar a viabilidade de utilizar o material para o objetivo proposto neste trabalho. Apesar do hidrogel de poliacrilamida possuir a maior capacidade de intumescimento ( $51,4 \pm 0,6 \text{ g.g}^{-1}$ ), sua eficiência de remoção de água não se destaca quando comparada aos hidrogéis de quitosana. Isto decorre da maior dependência de grupos hidrofílicos da acrilamida para interação com a água presente no óleo (Bashir, et al., 2020). Portanto, nota-se que a adição de quitosana ao hidrogel reduziu a mobilidade das cadeias poliméricas, afetando o intumescimento e expansão do polímero, entretanto não interferiu na hidrofiliicidade do hidrogel, não afetando seu desempenho na remoção de óleo. Quanto a influência da concentração de acrilamida, não houve diferença significativa para remoção de água ao utilizar 7,1 ou 4 % deste monômero. Portanto, para diminuir os custos materiais atrelados à síntese, foi estabelecido o uso de 4 % (m/v) de acrilamida para os ensaios subsequentes.

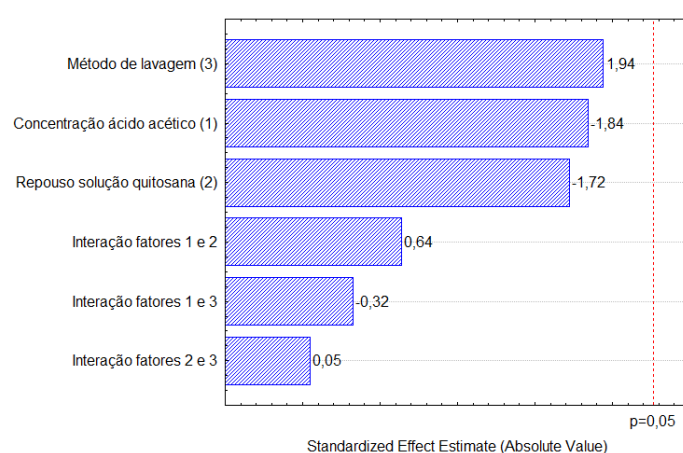


Figura 1: Diagrama de Pareto do planejamento fatorial  $2^3$  para avaliar a síntese do hidrogel de poliacrilamida enxertado em quitosana utilizando como resposta o grau de intumescimento.

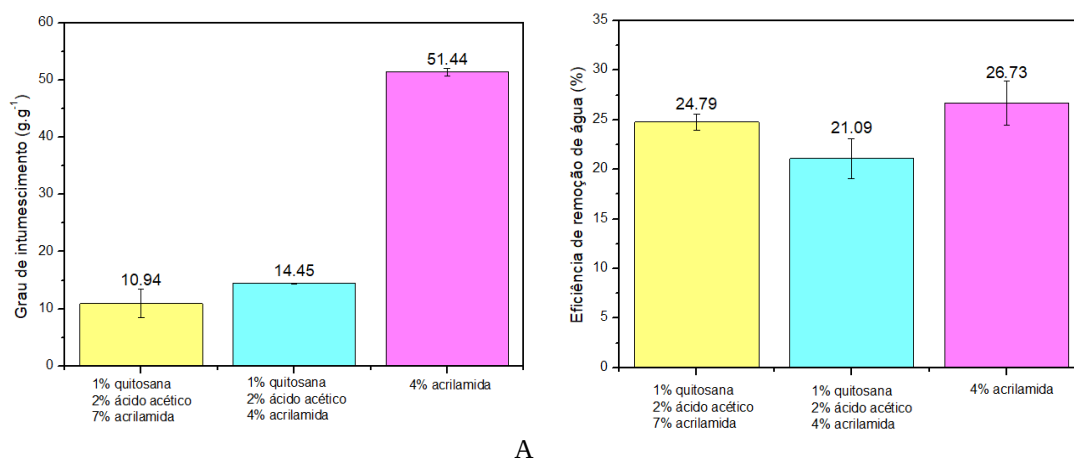


Figura 2: Efeito da adição de quitosana ao hidrogel de poliacrilamida e efeito da concentração de poliacrilamida na síntese do hidrogel enxertado em quitosana utilizando como resposta o grau de intumescimento (A) e a eficiência de remoção de água em biodiesel (B)

Para o método de iniciação, os experimentos realizados apontaram eficiências de remoção de água no biodiesel de  $30,0 \pm 1,1$  % para a iniciação térmica e  $25,47 \pm 0,32$  % para os ensaios com iniciação redox. Nessa situação, a comparação estatística, por meio do teste Tukey, mostrou que os valores foram distintos a 95 % de confiança (Tabela 1). Avaliando a polimerização experimentalmente, a iniciação térmica foi capaz de promover o encadeamento dos monômeros de maneira mais rápida (em torno de 3 min), podendo ter reduzido a ocorrência de reações paralelas em comparação com o método redox, o qual demandou mais de 15 min para formação do gel. Isto pode ter levado a síntese de uma estrutura mais homogênea, com rede mais densa e maior presença dos sítios ativos para interação com a água. Esse aumento na quantidade de grupos hidrofílicos também se expressou na capacidade de intumescimento, sendo de  $14,45 \pm 0,13$  g.g<sup>-1</sup> para o hidrogel com método de iniciação térmica e de  $11,1 \pm 1,1$  g.g<sup>-1</sup> para a iniciação redox, apontadas melhor desempenho do hidrogel de iniciação termina por teste Tukey, a 95 % de confiança. Desse modo, a iniciação térmica foi definida para os ensaios subsequentes de síntese de hidrogel.

Tabela 1: Eficiência de desidratação do biodiesel e grau de intumescimento dos hidrogéis sintetizados com diferentes métodos de iniciação. Letras maiúsculas diferentes indicam respostas diferentes para cada método de iniciação de acordo com teste Tukey a 95 % de confiança.

| Método de iniciação | Eficiência de remoção de água (%) | Grau de intumescimento (g.g <sup>-1</sup> ) |
|---------------------|-----------------------------------|---------------------------------------------|
| Redox               | $25,47 \pm 0,32$ <sup>A</sup>     | $11,1 \pm 1,1$ <sup>A</sup>                 |
| Térmico             | $30,0 \pm 1,1$ <sup>B</sup>       | $14,45 \pm 0,13$ <sup>B</sup>               |

Os hidrogéis sintetizados conforme as condições ótimas previamente definidas e com diferentes concentrações de quitosana foram testados quanto sua eficiência de remoção de água do biodiesel, cujos resultados são expressos na Tabela 2. De acordo com teste Tukey, não houve diferença significativa, a 95 % de confiança, para o aumento da concentração de quitosana para a remoção de água no óleo. Isso indica que o maior responsável pela adição de grupos hidrofílicos que vão interagir com a água é oriundo da poliácridamida, de modo que a adição de quitosana no hidrogel não afeta de maneira significativa o desempenho no objetivo pretendido. Por outro lado, maiores quantidades de quitosana aumentaram a resistência mecânica do hidrogel resultante, sendo necessários testes mecânicos para verificar este efeito.

Tabela 2: Eficiência de desidratação do biodiesel dos hidrogéis sintetizados com diferentes concentrações de quitosana. Letras maiúsculas iguais indicam respostas iguais a 95 % de confiança de acordo com teste Tukey.

| Concentração de quitosana (%) | Eficiência de remoção (%)   |
|-------------------------------|-----------------------------|
| 1,0                           | $30,0 \pm 1,1$ <sup>A</sup> |
| 1,5                           | $27,2 \pm 1,4$ <sup>A</sup> |
| 2,0                           | $32,9 \pm 0,5$ <sup>A</sup> |
| 2,5                           | $30,4 \pm 3,4$ <sup>A</sup> |
| 3,0                           | $28,6 \pm 1,0$ <sup>A</sup> |

Por fim, os hidrogéis com as condições ótimas de síntese estabelecidas até então foram submetidos a hidrólise alcalina. O procedimento permitiu ampliar a eficiência de remoção de água do hidrogel hidrolisado de  $30,0 \pm 1,1$  % para  $65,23 \pm 0,38$  % e o grau de intumescimento de  $14,45 \pm 0,13$  g.g<sup>-1</sup> para  $139 \pm 42$  g.g<sup>-1</sup>, conforme apresentado na Figura 3. Estes resultados podem ser associados a

presenta de cargas iônicas hidrofílicas adicionadas no hidrogel hidrolisado (Arthus et al., 2024). O hidrogel hidrolisado reduziu a concentração de água no biodiesel de 1.630 ppm para 567 ppm. Vale destacar que este valor está próximo do estabelecido pelas regulações europeia e americana de 500 ppm para a comercialização do biodiesel (ASTM D6751-20a, 2020, European Standard for Biodiesel, 2008). Esses resultados apontam para a aplicabilidade dos hidrogéis hidrolisados de poliacrilamida enxertada em quitosana na remoção de água do biodiesel.

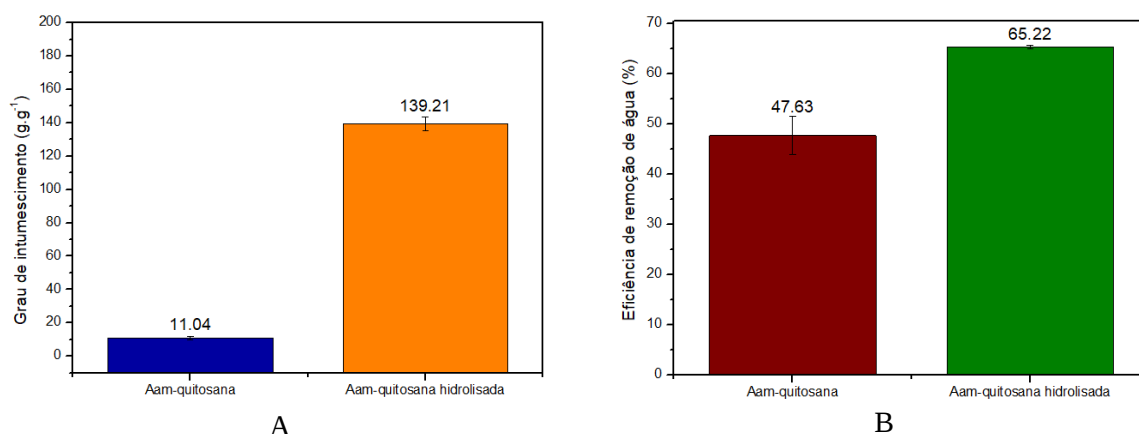


Figura 3: Grau de intumescimento (A) e eficiência de remoção de água em biodiesel (B) dos hidrogéis de poliacrilamida enxertados em quitosana com e sem pós tratamento de hidrólise.

## Conclusões

Como resultado do processo de otimização da síntese dos hidrogéis de acrilamida enxertada com quitosana foi possível obter um composto que aproximou o biocombustível saturado em água da norma internacional de 500 ppm. Para isso, a síntese utilizou 1 % (m/v) de quitosana, 4 % (m/v) de acrilamida, 0,13 % (m/v) de reticulante em solução aquosa de ácido acético 1 % (v/v), sendo direcionada para iniciação térmica a 60 °C. O hidrogel obtido passou por hidrólise alcalina, processo responsável por aumentar a eficiência de remoção de 30,0±1,1 % para 65,23±0,38 % e a capacidade de intumescimento 14,45±0,13 g.g<sup>-1</sup> para 139±42 g.g<sup>-1</sup>. Em suma, empregar biopolímeros em hidrogéis para a desidratação de biodiesel se mostrou promissor, pois os compostos finais apresentam eficiência unida à sustentabilidade conferida pela quitosana. Esses aspectos corroboram para que essa tecnologia seja cada vez mais viável de ser empregada no tratamento do óleo, melhorando as condições do biodiesel e adequando-o às normas estabelecidas para a concentração de água, enquanto associa sustentabilidade dos materiais e simplicidade operacional.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro do Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica (PIBIC), Processo Nº 118316/2024-9; da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), Processo Nº 2021/03472-7; do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, Processo Nº150650/2022-1; e do Programa Institucional de Internacionalização da Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES-PRINT), Processo Nº 88887.936650/2024-00.

## Referências Bibliográficas

ANP Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. **Resolução ANP N° 920**, de 4 de abril de 2023.

Arafa, A. Nada, A. Ibrahim, A. Sajkiwicz, P. Zahran, M. Hakeim, O. Preparation and characterization of smart therapeutic pH-sensitive wound dressing from red cabbage extract and chitosan hydrogel. **International Journal of Biological Macromolecules**, 182, p. 1820-1831, maio de 2021.

Arthus, L., Estevam, B. R., Maciel, M. R. W., Fregolente, L. V., 2024. Design of mechanically stable polyacrilamide/celulose hydrogel with high performance for biodiesel dehydration. **Ind. Crops Prod.** 218, 118859. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.118859>

ASTM D6751-20a, 2020. Standard Specification for Biodiesel Fuel Blend Stock (B100) for Middle Distillate Fuels.

Bashir, S. Hina, M. Iqbal, J. Rajpar, A. Mujtaba, M. A. Alghamdi, N. Wageh, S. Ramesh, K. Ramesh, S. Fundamental Concepts of Hydrogels: Synthesis, Properties, and Their Applications. **Polymers** (Basel), 12, 2702, novembro de 2020.

CNPE Conselho Nacional de Políticas Energéticas. **Resolução CNPE N° 3**, de 20 de março de 2023.

Estevan, B. R., Vieira, F. F. dos S., Gonçalves, L. H., Moraes, Â. M., Fregolente, L. V., 2023. Cellulose hydrogels for water removal from diesel and biodiesel: Production, characterization, and efficacy testing. **Fuel** 347, 128449. <https://doi.org/10.1016/J.FUEL.2023.128449>

European Standard for Biodiesel, E. 14214, 2008. Automotive fuels - Fatty acid methyl esters (FAME) for diesel engines.

Fregolente, P. B. L., Fregolente, L. V., Wolf Maciel, M. R., 2012. Water Content in Biodiesel, Diesel, and Biodiesel-Diesel Blends. **J. Chem. Eng. Data** 57, 1817-1821. <https://doi.org/10.1021/je300279c>

Fregolente, L.V., Gonçalves, H. L., Fregolente, P.B.L., Wolf Maciel, M.R., Soares, J. B. P., 2023. Sodium polyacrylate hydrogel fixed bed to treat Water-Contaminated cloudy diesel. **Fuel** 332, Part 1, 125953.

Ibrahim, A. Sayed, A. El-Wahab, H. Sayah, M. Synthesis of Poly(Acrylamide-Graft-Chitosan) Hydrogel: Optimization of The Grafting Parameters and Swelling Studies. **American Journal of Polymer Science and Technology**, 5(2), p. 55-62, junho de 2019.

Li, Z. Yu, C. Kumar, H. He, X. Lu, Q. Bai, H. Kim, K. Hu, J. The Effect of Crosslinking Degree of Hydrogels on Hydrogel Adhesion. **Gels** 2022, 8, 682, outubro de 2022.

Lin, X. Liu, Z. Chen, R. Hou, Y. Lu, R.; Li, S. Ren, S. Gao, Z. A multifunctional polyacrilamide/chitosan hydrogel for dyes adsorption and metal ions detection in water. **International Journal of Biological Macromolecules**, 246, agosto de 2023.

Mohamed, H. Aboud, A. El-salam, H. Synthesis and Characterization of Chitosan/Polyacrilamide Hydrogel Grafted Poly(N-Methylaniline) for Methyl Red Removal. **International Journal of Biological Macromolecules**, 187, p. 240-250, julho de 2021.

Perez, I. D., Santos, F. B., Miranda, N. T., Vieira, M. G. A., Fregolente, L. V., 2022. Polymer hydrogel for water removal from naphthenic insulating oil and marine diesel. **Fuel**, 324, 124702.