



## X Congresso Brasileiro de Engenharia Química Iniciação Científica

*“Influência da pesquisa em Engenharia Química no desenvolvimento tecnológico e industrial brasileiro”*

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro  
Universidade Severino Sombra  
Vassouras – RJ – Brasil

### **CRISTALIZAÇÃO DE LACTOSE UTILIZANDO UM CRISTALIZADOR TRONCO-CÔNICO DE LEITO VIBRADO COM DIFERENTES NÍVEIS DE SUPERSATURAÇÃO, INTENSIDADE DE AGITAÇÃO E TEMPO DE OPERAÇÃO**

**BRITO, A. M.<sup>1</sup>; FALCOMER, M. C. R.<sup>2,\*a</sup>; LOPES, L. F.<sup>3,\*b</sup>; ALVES, M. R.<sup>4</sup>;  
TEIXEIRA, G. A.<sup>5</sup>; MALAGONI, R. A.<sup>6</sup>**

<sup>1</sup>Discente de Iniciação Científica – FEQUI/UFU<sup>2</sup> Bolsista do PET – FEQUI/UFU

<sup>3</sup>Bolsista de Iniciação Científica – PIBIC/CNPq/UFU<sup>4</sup>Discente de Iniciação Científica – FEQUI/UFU <sup>5</sup>Discente de Doutorado – PPG-EQ/UFU <sup>6</sup>Docente – FEQUI/UFU

Faculdade de Engenharia Química – Universidade Federal de Uberlândia  
Endereço – UFU, Avenida João Naves de Ávila, 2.121 - Bloco 1K – Uberlândia, MG –  
CEP 38.408-144

email: [malagoni@feq.ufu.br](mailto:malagoni@feq.ufu.br)

**RESUMO** - A cristalização a partir de soluções é importante industrialmente pela variedade de materiais comercializados na forma cristalina. Na cristalização, as moléculas são levadas a formar cristais através da aproximação e agrupamento das estruturas organizadas, resultando em produtos pouco contaminados e muito puros. A lactose cristalina possui alto valor agregado, tendo grande importância nas indústrias alimentícia e farmacêutica. Pode ser encontrada nas formas  $\alpha$ -hidratada e  $\beta$ -anidra, que diferem nas posições relativas do hidrogênio e do grupo hidroxila. A supersaturação é a força motriz do processo de cristalização, sendo obtida quando na solução está presente uma quantidade de soluto superior à quantidade de saturação. Soluções supersaturadas são instáveis, possibilitando a indução da cristalização através da adição de sementes, minúsculos corpos sólidos. A vibração mecânica auxilia no transporte de soluto, influenciando na distribuição do tamanho dos cristais, na pureza e aspecto final do produto. As variáveis do processo – grau de supersaturação, adimensional de vibração e tempo de cristalização – foram estudadas através de um planejamento composto central. Todo o processo foi realizado a 50 °C e com elevada população de sementes (fase densa). Os resultados de tamanho das partículas foram avaliados para obtenção do ponto ótimo do processo de cristalização.

**Palavras chave:** cristais, sementes, solução.

### **INTRODUÇÃO**

Durante o século 18, a lactose se tornou uma *commodity* comercial. A base do conhecimento atual de lactose, especialmente em relação a sua composição química e

(\*<sup>a</sup>) Secretaria de Educação Superior (SESU)

(\*<sup>b</sup>) Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)

estrutura molecular, foi estabelecida no início do século 20. A partir desta base, ao longo dos anos, o conhecimento das características e utilidades deste açúcar foi desenvolvido, de acordo com Gänzle *et al.* (2008).

Segundo Brito (2007), a lactose é um pó branco, cristalino, solúvel em água, insolúvel em álcool e éter, que se encontra principalmente no leite, em pequenas quantidades nos vegetais e ocasionalmente na urina das mulheres nos períodos de gravidez e de lactação. O seu poder dulcificante é fraco: apenas 10%, comparando-o com o do açúcar. Seu nome químico é 4-O-β-D-galactopiranosil-α-D-glucopiranosose ou pode também ser identificado como 4-(β-D-galacto-sido)-D-glucose. A lactose tem, sobretudo, interesse como alimento (preparação de leites melhorados, farinhas, etc.), servindo também na preparação de alguns medicamentos e de meios de cultura.

A lactose é fabricada principalmente pelo processo de cristalização do soro de leite na indústria de laticínios. A possibilidade de crescimento de cristais puros com uma distribuição de tamanho controlada fez da cristalização uma das mais importantes técnicas de purificação e separação nas indústrias de alimentos, particularmente nas indústrias de açúcar e laticínios (Vu *et al.*, 2006).

Segundo Nickerson (1974), a cristalização no seu conceito mais básico é um processo de duas etapas envolvendo a nucleação e crescimento do núcleo a um macro-tamanho.

De acordo com Finzer e Martins (2011), o processo de cristalização pode ser dividido em três etapas. A primeira fase deste fenômeno é a geração da força motriz, conhecida como supersaturação, obtida pela evaporação do solvente ou resfriamento do sistema. A segunda etapa do processo de cristalização é a nucleação. Esta pode ocorrer de forma ocasional, resultado da associação aleatória de moléculas de soluto em razão do movimento caótico da solução. O crescimento dos cristais é a última etapa do processo de cristalização.

O estudo da vibração está relacionado com os movimentos oscilatórios de corpos e as forças associadas a eles e qualquer corpo que possua massa e elasticidade é capaz de vibrar. Na natureza existem dois tipos de vibração: natural, que ocorre quando um sistema oscila sob a ação de suas próprias forças, ou seja, sem a atuação de forças externas, e a forçada.

O sistema sob vibração natural vibra em uma de suas frequências naturais, as quais, são propriedades de um sistema dinâmico, estabelecido pela sua distribuição de massa e tenacidade. Já a vibração forçada exige uma excitação, provocada por forças externas, que levam o sistema a vibrar na mesma frequência da excitação. O movimento oscilatório pode se comportar de duas formas: regularmente, como o pêndulo de um relógio, ou irregularmente, como em um terremoto (Thomson e Dahleh, 1998).

Sendo assim, o presente trabalho tem como objetivo analisar o processo de cristalização da lactose sob diferentes graus de supersaturação, intensidade de agitação e tempo de operação para encontrar um ponto ótimo deste processo.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Preparo das sementes

As sementes utilizadas no processo de cristalização foram produzidas de acordo com o seguinte procedimento: primeiramente, foram diluídos 54,2 g de lactose em 100 g de água destilada, quantidades pesadas em uma balança analítica (Gehaka AG-200) de precisão  $\pm 0,0001$  g; em seguida, aqueceu-se a solução a 57 °C no banho termostatizado (TECNAL, TE – 184) até a dissolução completa da lactose; então, resfriou-se a solução sob agitação branda no agitador magnético (IKA, Ultra-Flat Lab Disc 100-240) a 7 °C na geladeira (Electrolux, Prosdócimo Double D44) por um período de 24 horas; após isso, filtrou-se a solução no funil de Büchner (CHIAROTTI MAUÁ, 03-90); finalmente, peneirou-se as sementes obtidas utilizando peneiras da marca Bertel entre Tyler 200 (abertura de 0,075 mm) e Tyler 500(0,025mm). O vibrador de peneiras utilizado para a realização do peneiramento é da marca Produtest, modelo 2023. As sementes obtidas apresentaram diâmetro de Sauter de  $6,6 \times 10^{-6} \pm 5,8 \times 10^{-8}$  m.

## Aparato de cristalização

O aparato utilizado durante os processos de cristalização, conforme mostrado na Figura 1, é composto por um cristalizador (A) de formato tronco-cônico, encamisado, de aço inoxidável, vedado na parte inferior por uma membrana de borracha sintética flexível, contendo um agitador (B) com dois discos perfurados no seu interior, um motor de corrente alternada (C), que gera energia transmitida ao leito pela haste oscilatória (D) e pelo excêntrico (E), um banho termostatizado (F) utilizado para controlar a temperatura no cristalizador, um inversor de frequência (G) conectado ao motor para controlar a rotação do excêntrico e um termopar calibrado inserido no cristalizador conectado a um indicador de temperatura (H).

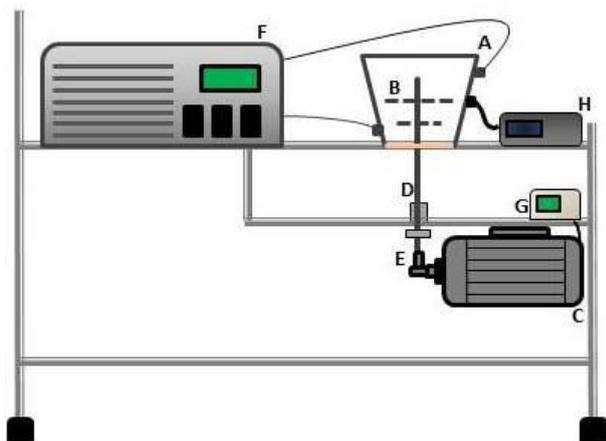


Figura 1 – Equipamento utilizado na cristalização.

## Dados experimentais

Os valores de grau de supersaturação, adimensional de vibração e tempo de operação estão correlacionados nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 1– Variáveis codificadas.

Cod./Var.	S	$\Gamma$	t
-1,414	1,14	0,54	0,80
-1	1,25	0,62	1,00
0	1,51	0,80	1,50
1	1,77	0,98	2,00
1,414	1,88	1,05	2,20

Tabela 2 – Variáveis codificadas utilizadas em cada experimento.

Experimento	S	$\Gamma$	t
1	-1	-1	-1
2	-1	-1	1
3	-1	1	-1
4	-1	1	1
5	1	-1	-1
6	1	-1	1
7	1	1	-1
8	1	1	1
9	-1,414	0	0
10	1,414	0	0
11	0	-1,414	0
12	0	1,414	0
13	0	0	-1,414
14	0	0	1,414
15	0	0	0
16	0	0	0
17	0	0	0
18	0	0	0

## Procedimento de cristalização

Preparo da solução: Para a realização do processo de cristalização, foi preparada uma solução saturada, cujo nível de supersaturação está na Tabela 2. Para o preparo da solução, foi utilizada lactose monohidratada comercial (Granulac 200) da marca MEGGLE.

Uma amostra de 280 mL dessa solução foi colocada no cristalizador a 74°C, e o sistema foi submetido a resfriamento, até atingir a temperatura de 50°C, temperatura de operação reportada em Shi *et al.* (2006).

Ajuste do adimensional de vibração: Após o processo ter alcançado o equilíbrio térmico, foi ajustada a frequência angular de vibração ( $\omega$ ) de acordo com a Equação 1.

$$\omega = v \frac{2\pi}{60} \quad (1)$$

em que  $\omega$  é dado em  $s^{-1}$  e  $v$ , a velocidade do excêntrico medida pelo tacômetro digital (Shimpo, DT 205B), dada em rpm. A relação entre a frequência angular de vibração ( $\omega$ ) e o adimensional de vibração ( $\Gamma$ ) é dada pela

Equação 2, conforme mostrado por Pakowski *et al.* (1984).

$$\Gamma = \frac{A\omega^2}{g} \quad (2)$$

em que  $A$  é a amplitude de vibração,  $4,85 \times 10^{-3}$  m, e  $g$ , a aceleração da gravidade,  $9,807 \text{ m.s}^{-2}$ .

**Semeadura:** Após o ajuste da vibração, ocorreu a semeadura, em que  $5 \times 10^{-2}$  kg das sementes pré-preparadas foram adicionadas à solução.

**Tempo de operação:** O tempo de operação de cada experimento está relacionado na Tabela 2. Passado este tempo, a solução é filtrada.

**Filtração:** A solução final foi filtrada a vácuo utilizando-se uma bomba de vácuo (Quimis, 355 B2), um funil de Büchner (CHIAROTTI MAUÁ, 03-90) e um filtro quantitativo com poros de 14  $\mu\text{m}$ . Em seguida, foi utilizado álcool etílico absoluto P.A. (Cinética, grau mínimo 99,5°GL), para retirar água dos cristais filtrados.

**Secagem:** Seguindo a filtração, os cristais foram colocados em uma estufa (Medicate, MD 1.3), por 12 horas a  $60^\circ\text{C}$  para remoção da umidade.

**Análise do tamanho dos cristais obtidos:** Para a análise do diâmetro de Sauter dos cristais obtidos a partir do processo de cristalização, os mesmos foram submetidos a uma análise via Malvern MasterSizer 2000, em que o fluido dispersante do sistema particulado foi o etanol.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de tamanho dos cristais obtidos estão apresentados na Tabela 3, que relaciona os valores reais das variáveis  $S$ ,  $\Gamma$  e  $t$  ao diâmetro médio obtido por experimento.

Através dos resultados obtidos, percebeu-se que nos experimentos 6 e 10 os diâmetros apresentados foram maiores que nos demais. Sendo assim, é notável que melhores respostas foram obtidas para altos graus de supersaturação ( $S$ ), taxas de agitação moderadas ( $\Gamma$ ), e tempo de cristalização próximo à 1,5 h.

Tabela 3 – Resultados de tamanho dos cristais obtidos para cada experimento.

Experimento	$S$	$\Gamma$	$t$ (h)	$\bar{D}_s \times 10^6$ (m)
1	1,25	0,62	1,00	6,780
2	1,25	0,62	2,00	6,031
3	1,25	0,98	1,00	5,598
4	1,25	0,98	2,00	6,120
5	1,77	0,62	1,00	6,823
6	1,77	0,62	2,00	8,138
7	1,77	0,98	1,00	6,871
8	1,77	0,98	2,00	6,221
9	1,14	0,80	1,50	6,204
10	1,88	0,80	1,50	8,248
11	1,51	0,54	1,50	6,360
12	1,51	1,05	1,50	7,063
13	1,51	0,80	0,80	6,132
14	1,51	0,80	2,20	5,985
15	1,51	0,80	1,50	6,908
16	1,51	0,80	1,50	6,210
17	1,51	0,80	1,50	7,108
18	1,51	0,80	1,50	6,004

Outro fato notável é que em alguns experimentos, os diâmetros dos cristais de lactose obtidos através da cristalização foram menores que os diâmetros das sementes utilizadas no processo.

## CONCLUSÃO

Observou-se que os experimentos nos quais o nível de supersaturação foi baixo, os diâmetros dos cristais de lactose obtidos através do processo de cristalização foram insatisfatórios. Além disso, nota-se que para altas taxas de vibração, os cristais também apresentaram redução no tamanho em relação ao tamanho das sementes, o que não é desejado em algumas finalidades deste produto. Quanto à variável tempo, não há uma regularidade notável neste sentido.

Desta forma, é possível concluir que os melhores valores para as variáveis são altos graus de supersaturação, baixas ou moderadas taxas de vibração e tempo de aproximadamente 1,5 h, que foi o tempo médio observado nos melhores resultados obtidos.

## NOMENCLATURA

$\bar{D}_s$	Diâmetro médio de Sauter (m)
$S$	Nível de supersaturação [-]
$\Gamma$	Adimensional de vibração [-]
$t$	Tempo de operação [h]
$\omega$	Frequência angular de vibração [ $s^{-1}$ ]

## REFERÊNCIAS

- ALLEN, T., (1990). Particle Measurement. 4. ed. Editora: Chapman and Hall, London. 806p.
- BRITO, A. B. N., (2007). Estudo da cristalização da lactose em diferentes solventes, PPGEQ/Centro de Ciências Exatas e Tecnologia da UFSCar, São Carlos-SP (Tese de Doutorado), 132 p.
- FINZER, J. R. D., MARTINS, J. R., 2011. “Cristalização de lactose”, FAZU em Revista, Uberaba, 8., 83-88p.
- GÄNZLE, M. G., HAASE, G., JELEN, P. (2008), Lactose: Crystallization, hydrolysis and value-added derivatives. International Dairy Journal, 18, 685-694.
- NICKERSON, T. A., (1974). Lactose. Fundamentals of Dairy Chemistry, 2 ed. Editora AVI Publishing, Westport, 273-324.
- PAKOWSKI, Z.; MUJUMDAR, A. S.; STRUMILLO, C., (1984). Theory and applications of vibrated beds and vibrated fluid beds for drying processes. In: MUJUMDAR, A.S. Advances in Drying. Washington, Ed. Hemisphere Publishing Co.
- SHI, Y., LIANG, B., HARTEL, R. W., (2006). Crystal refining technologies by controlled 232 crystallization (US 2006/0128953 A1).
- THOMSON, W. T., DAHLEH, M. D., (1998). Theory of vibration with applications, 5 ed. Editora Prentice-Hall, New Jersey, 524p.
- VU, T. T. L., DURHAM, R. J., HOURIGAN, J. A., SLEIGH, R. W., (2006). Dynamic modelling optimisation and control of lactose crystallisations: Comparison of process alternatives. Separation and Purification Technology, 48, 159-166.

## AGRADECIMENTOS

Agradecemos à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia pela estrutura fornecida para a realização da pesquisa no Laboratório de Cristalização, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Secretaria de Educação Superior (SESU) por serem agências de fomento das bolsas de IC envolvidas neste projeto.