



## 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

### INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO NA CRISTALIZAÇÃO DE SACAROSE

ALVES<sup>1</sup>, I. C.; SILVA<sup>2</sup>, D. A.; SILVA<sup>\*3</sup>, L. C. R. S.; MATSUMURA<sup>4</sup>, R.;  
QUINTINO<sup>\*\*5</sup>, D. B.; MALAGONI<sup>6</sup>, R. A.

<sup>1</sup>Aluna da FEQUI/UFU    <sup>2</sup>Aluno da FEQUI/UFU    <sup>3</sup>Aluna da FEQUI/UFU    <sup>4</sup>Aluno da FEQUI/UFU  
<sup>5</sup>Mestrando da FEQUI/UFU    <sup>6</sup>Professor da FEQUI/UFU  
Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia  
Av. João Naves de Ávila, 2121 – Bloco 1K, Uberlândia – MG, CEP 38408-144  
e-mail: [malagoni@feq.ufu.br](mailto:malagoni@feq.ufu.br)

**RESUMO** - A cristalização é reconhecida como a mais antiga operação da Engenharia Química sendo realizada em equipamentos denominados cristalizadores. Tal processo consiste na transferência de moléculas de um soluto dissolvido em uma fase líquida para uma fase sólida por meio de dois passos: nucleação e crescimento do cristal. Com a finalidade de obter condições que maximizem a produção de sacarose, otimizando processo operacional, este trabalho apresenta um estudo sobre a cristalização de sacarose em um cristalizador de leito vibrado em fase densa, no qual avaliou-se a influência das variáveis de processo: supersaturação, intensidade de agitação do meio e tempo de cristalização, mantendo-se a quantidade de sementes inoculadas constante. Assim, soluções de sacarose foram preparadas com produto comercial na temperatura de 85°C e, posteriormente, resfriadas até 70°C em um cristalizador batelada para obter o grau de supersaturação desejado. Após o período de cristalização, os cristais foram separados da solução, pesados e quantificados para que se possa avaliar a produtividade alcançada. Após análise verificou-se que das três variáveis, supersaturação é a que mais influencia no processo.

**Palavras chave:** cristal, agitação, sacarose.

### INTRODUÇÃO

A utilização de produtos em forma cristalina na indústria e até mesmo na vida diária do consumidor é de grande importância. A sacarose, conhecida comumente como açúcar, é um produto cristalino muito importante nas indústrias alimentícias, de bebidas e na indústria farmacêutica.

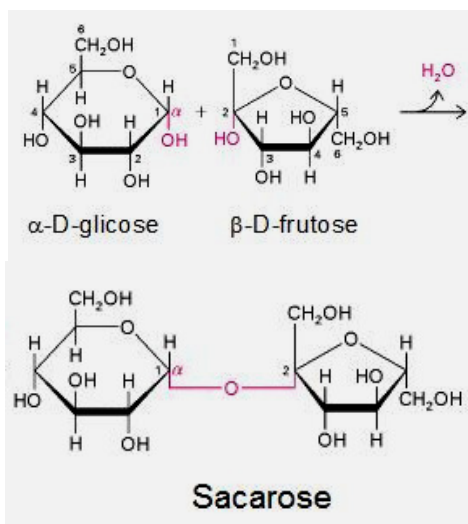
Na indústria farmacêutica, a sacarose é utilizada como agente flavorizante, com o

objetivo de deixar o remédio com sabor mais agradável, obtendo maior aceitação do medicamento para crianças. Na indústria alimentícia e de bebidas é utilizado como agente de sabor para adocicar e diminuir a acidez em variados produtos, como refrigerantes, sucos, biscoitos, balas, entre outros. É também vendido em suas diferentes formas comerciais como açúcar cristal, mascavo e refinado.

\*Pró-Reitoria de Graduação/UFU

\*\*Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)

A sacarose é um dissacarídeo, ou seja, um carboidrato formado da união de dois monossacarídeos, no caso glicose e frutose, produzido pela planta ao realizar fotossíntese. A ligação ocorre entre o carbono C1 da glicose e o carbono C2 da frutose, como indica a Figura 1.



**Figura 1 – Formação da sacarose.**

Esse processo é chamado de condensação, que é a união de dois compostos com a perda de uma molécula de água.

A fórmula química da sacarose é  $C_{12}H_{22}O_{11}$ . Seu ponto de fusão varia de 458,15-459,15 K e a caramelização ocorre em temperaturas próximas a 473,15 K (Perry, 1984).

A cristalização é uma técnica utilizada para separação e purificação de espécies químicas. O valor econômico, benefício social e sofisticação tecnológica dos produtos cristalinos e do processo de cristalização estão crescendo, principalmente nos setores de alto valor agregado do mercado global (Jones, 2002).

Além de ser um dos melhores e mais baratos métodos de produção de sólidos puros a partir de soluções impuras, a cristalização tem várias outras vantagens, como fornecer um produto final com muitas propriedades desejáveis dos cristais, podendo citar fácil manuseio e estocagem e boa aparência (Mullin, 2001).

O processo, em termos de Engenharia Química, baseia-se na transferência de massa e calor e depende da dinâmica do fluido e da partícula. Para a cristalização ocorrer,

condições termodinâmicas são geradas, fazendo com que a solução atinja o estado de supersaturação, que, juntamente com o movimento de agitação do cristalizador, permitem aproximar as moléculas, e assim possibilitando que se agrupem, formando cristais com alta pureza. Esta é a primeira etapa do processo de cristalização, a chamada nucleação, que é a associação aleatória do soluto, ocorrendo devido ao movimento desordenado da solução (Moraes, 2007).

A nucleação ocorre em duas partes, nucleação primária e secundária. A primária pode ser homogênea ou heterogênea.

### Nucleação primária

Ocorre quando há sobressaturação na solução. Por ser um estado muito instável e, juntamente com a agitação do cristalizador, possibilitam a aproximação e choque entre as moléculas, permitindo a formação do núcleo cristalino, sendo verificada quando os cristais se formam no volume da solução. A nucleação primária homogênea ocorre espontaneamente, já a heterogênea é induzida por substâncias interferentes e rugosidade superficial (Teixeira, 2011).

### Nucleação secundária

Uma vez formados os primeiros cristais, estes aumentarão e originarão novos núcleos, que, através de choques entre si ou com a parede do cristalizador, formarão novos cristais. Para que o processo ocorra mais rapidamente, podem ser adicionadas sementes de sacarose no cristalizador, que devem ser refinadas, moídas e peneiradas.

A segunda etapa do processo de cristalização é o crescimento dos cristais, que ocorre quando o núcleo estável é criado na solução após a nucleação. Ao atingir o tamanho crítico determinado, o cristal começa a crescer, e este dura enquanto houver a sobressaturação (Mendonça, 2008).

A cristalização é um procedimento de difusão e integração, que se altera com o efeito das superfícies sólidas na qual ocorre (Teixeira, 2011). O processo depende principalmente da transferência de massa e da integração superficial.

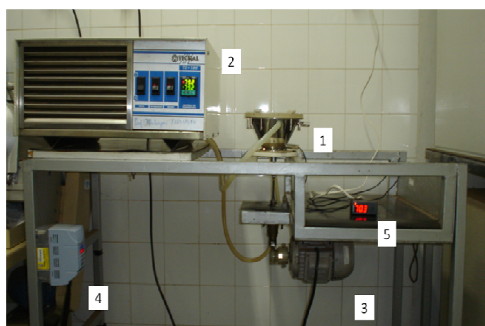
A pureza dos cristais depende de fatores como temperatura, intensidade de

agitação, técnicas de lavagem e filtração ou centrifugação (Nývlt *et al.*, 2001). O processo de cristalização tem como força motriz a supersaturação, que é a condição principal do processo.

O objetivo do trabalho consiste em analisar as variáveis de processo na cristalização da sacarose, as quais são: supersaturação do meio, intensidade de agitação e tempo de operação.

## MATERIAL E MÉTODOS

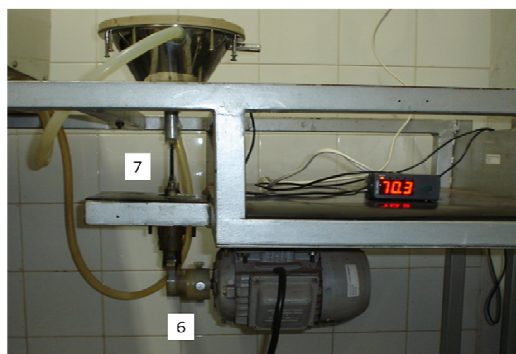
As Figuras 2 e 3 apresentam os equipamentos utilizados neste estudo. Esta unidade encontra-se montada no Laboratório de Cristalização da Universidade Federal de Uberlândia.



**Figura 2 – Unidade de cristalização.**

Os equipamentos mostrados na Figura 2 são: 1 – cristalizador; 2 – banho termostático; 3 – motor elétrico; 4 – inversor de frequência; 5 – indicador de temperatura da solução no interior do cristalizador.

O cristalizador utilizado neste estudo possui formato tronco-cônico com seção cônica de angulação de 65° com a horizontal, é encamisado, e foi fabricado usando aço inoxidável. A vedação inferior do equipamento foi realizada por uma membrana flexível feita de borracha sintética, própria para o processamento de alimentos.



**Figura 3 – Detalhes do sistema de vibração.**

Na Figura 3, tem-se: 6 – excêntrico e 7 – eixo vibratório. Estes são responsáveis pela transmissão da energia mecânica para o leito, gerando assim o movimento oscilatório, sendo a intensidade deste movimento uma das variáveis analisadas neste estudo. A energia transmitida ao leito é gerada pelo motor de corrente alternada (3), marca WEG de 0,75 CV.

A Figura 4 mostra a parte interna do cristalizador e o sistema de agitação do tipo pratos perfurados. Todas as medidas do cristalizador estão reportadas em Malagoni (2010).



**Figura 4 – Agitador.**

## Planejamento de Experimentos

Um planejamento do tipo composto central constituído de 17 experimentos foi montado, possibilitando assim o estudo da influência das variáveis do processo de cristalização. As variáveis estudadas foram: grau de supersaturação, intensidade de agitação do meio e tempo de operação, sendo a resposta a produtividade de cristais. A produtividade é representada na Equação 1.

$$y(\%) = \left( \frac{m_c}{m_s} - 1 \right) \cdot 100 \quad (1)$$

sendo  $y(\%)$  a produtividade em termos percentuais,  $m_c$  a massa de cristais obtida ao final do processo de cristalização (g) e  $m_s$  a massa de sementes (g) inoculadas no cristalizador no início do processo de cristalização.

A Tabela 1 apresenta a matriz do planejamento composto central (PCC) onde os valores reais das variáveis foram reportados.

**Tabela 1 – Matriz do PCC.**

Exp.	S	$\Gamma$	t (min)
1	1,05	0,433	41' 45"
2	1,17	0,433	41' 45"
3	1,05	1,093	41' 45"
4	1,17	1,093	41' 45"
5	1,05	0,433	108' 26"
6	1,17	0,433	108' 26"
7	1,05	1,093	108' 26"
8	1,17	1,093	108' 26"
9	1,02	0,763	75
10	1,20	0,763	75
11	1,11	0,333	75
12	1,11	1,193	75
13	1,11	0,763	30
14	1,11	0,763	120
15	1,11	0,763	75
16	1,11	0,763	75
17	1,11	0,763	75

A Equação 2 mostra como se determina o grau de supersaturação.

$$S = \frac{C}{C^*} \quad (2)$$

Sendo S o grau de supersaturação, C a concentração do sistema na temperatura de operação e  $C^*$  a concentração de saturação na temperatura do sistema, ambas as concentrações em Kg/Kg de água.

A Equação 3 mostra como se determina o número adimensional de vibração.

$$\Gamma = \frac{A \cdot \omega^2}{g} \quad (3)$$

Onde A e  $\omega$  são respectivamente, a amplitude de vibração (m) e a frequência angular de vibração ( $1.s^{-1}$ ) do agente excitador

externo que promove a vibração no leito, e g representa a aceleração da gravidade no local.

A Equação 4 mostra como é determinado o valor da frequência angular.

$$\omega = v \cdot \frac{2 \cdot \pi}{60} \quad (4)$$

Onde  $v$  representa a velocidade do excêntrico fornecida pelo tacômetro digital (Shimpo, modelo DT-205B).

### Procedimento Experimental

Sacarose comercial, da marca Caeté, foi usada para preparar soluções de sacarose conforme o planejamento proposto. A solução foi preparada em banho-maria. Os dados de solubilidade de sacarose em água foram retirados de Oetterer (2006).

Ao término do preparo da solução, uma amostra de 280 mL foi transferida para o cristalizador batelada que foi previamente montado e ajustado para o experimento, isto é, temperatura de saturação e agitação específicos ao experimento.

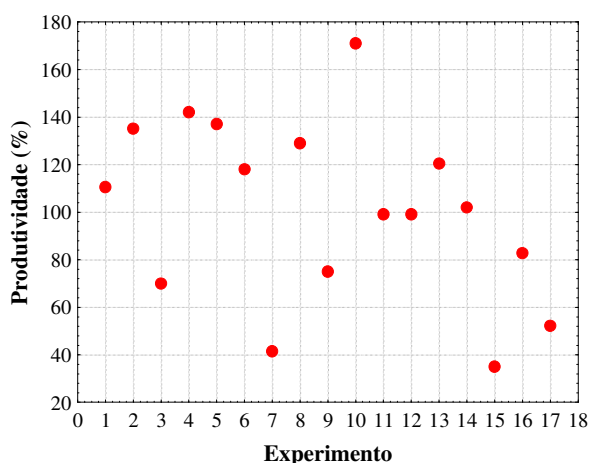
Após a transferência da solução para o cristalizador, o aparelho foi vedado e então a temperatura de operação foi ajustada em 343,15K, temperatura mantida durante todo processo batelada de cristalização.

Com a estabilização da temperatura do meio, 12 gramas de cristais de sacarose foram adicionadas à solução no interior do cristalizador. Esses cristais atuaram como sementes no processo de cristalização.

Decorrido o tempo de operação, os cristais foram separados da solução através de uma peneira Tyler 24 (0.707 mm), e lavados com solução alcoólica nas concentrações de 75% (1ª lavagem) e 96% (2ª lavagem). Por fim, os cristais foram deixados por 48 h em uma estufa para secagem e o processo finaliza com a quantificação dos cristais.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos para produtividade em cada experimento são visualizados na Figura 5.



**Figura 5 – Produtividade por experimento.**

Através dos resultados obtidos, nota-se a direta relação entre produtividade e supersaturação da solução. O experimento número 10 é o que melhor exemplifica esta relação, no qual foi utilizado maior grau de supersaturação com tempo de operação intermediário e alcançou-se a melhor resposta.

No segundo, quarto, sexto e oitavo experimentos a média de produtividade alcançada foi de 131,05%, um valor consideravelmente superior ao de 101,16% que corresponde à média geral. A maior supersaturação é do experimento 10, seguida pelos valores dos experimentos 2, 4, 6 e 8, o que mostra grande influência desta variável em função da produtividade, pois obteve-se maiores respostas.

Nos ensaios de cristalização realizados neste trabalho as variáveis tempo de operação e intensidade de agitação proporcionaram valores de produtividade que não demonstram uma relação direta entre seu aumento e uma melhor resposta, não podendo assim ser constatada uma relação semelhante à encontrada para a variável supersaturação.

Podemos visualizar tais relações nas Tabelas 2, 3 e 4, onde foram apresentadas as respostas obtidas em testes nos quais foram mantidas constantes duas das variáveis e a terceira foi alterada. Tal constatação foi analisada em pares de testes apresentados nas tabelas em mesma cor. Na Tabela 2, fixou-se a supersaturação e a intensidade de agitação variando somente o tempo de operação. Podemos notar que o aumento do tempo não necessariamente acarreta na maximização da resposta produtividade.

**Tabela 2: Fixação da supersaturação e agitação variando o tempo de operação.**

Exp.	S	$\Gamma$	$t$ (min)	P (%)
1	1,05	0,433	41' 45"	111,57
5	1,05	0,433	108' 26"	139,38
3	1,05	1,093	41' 45"	70,25
7	1,05	1,093	108' 26"	40,88
13	1,11	0,763	30	121,05
14	1,11	0,763	120	101,91

Na Tabela 3, as variáveis supersaturação e tempo de operação foram mantidas constantes, havendo apenas mudança da intensidade de agitação. Também se observou que o aumento da intensidade de agitação do meio de cristalização não necessariamente acarreta na maximização da produtividade.

**Tabela 3: Fixação do tempo e supersaturação variando a intensidade de agitação.**

Exp.	S	$\Gamma$	$t$ (min)	P (%)
1	1,05	0,433	41' 45"	111,57
3	1,05	1,093	41' 45"	70,25
2	1,17	0,433	41' 45"	138,97
4	1,17	1,093	41' 45"	141,56
11	1,11	0,333	75	99,96
12	1,11	1,193	75	99,61

Já na Tabela 4, podemos perceber que o aumento da supersaturação acarreta em uma maior produtividade dos cristais de sacarose.

**Tabela 4: Fixação do tempo e agitação variando a supersaturação.**

Exp.	S	$\Gamma$	$t$ (min)	P (%)
1	1,05	0,433	41' 45"	111,57
2	1,17	0,433	41' 45"	138,97
3	1,05	1,093	41' 45"	70,25
4	1,17	1,093	41' 45"	141,56
7	1,05	1,093	108' 26"	40,88
8	1,17	1,093	108' 26"	132,17
9	1,02	0,763	75	78,23
10	1,20	0,763	75	173,51

## CONCLUSÃO

No planejamento composto central, os experimentos que possuem altos valores de supersaturação e valores intermediários para as



outras variáveis, foram os que alcançaram maiores valores de produtividade.

Relacionando os valores de produtividade alcançados com as variáveis do planejamento, conclui-se que a supersaturação é a variável que mais influencia na maximização da produtividade de cristais de sacarose, não sendo possível constatar a significância das outras variáveis.

Em trabalhos futuros a análise do tamanho do cristal através do diâmetro médio de Sauter será realizada no intuito de obter-se maior precisão na análise da influência das variáveis no processo de cristalização da sacarose.

## NOMENCLATURA

A: Amplitude de vibração (m)  
C: Concentração do sistema na temperatura de operação (Kg/Kg de água)  
CV: Cavalo vapor  
 $C^*$ : Concentração de saturação na temperatura do sistema (Kg/Kg de água)  
 $g$ : aceleração da gravidade ( $m/s^2$ )  
 $h$ : hora  
 $K$ : grau Kelvin  
 $Kg$ : quilograma  
 $m$ : metro  
 $min$ : minutos  
 $mL$ : mililitro  
 $mm$ : milímetro  
 $m_c$ : massa de cristais (gramas)  
 $m_s$ : massa de sementes (gramas)  
 $S$ : adimensional de supersaturação  
 $s$ : segundo  
 $t$ : tempo (min)  
 $Y(\%)$ :  
 $^{\circ}C$ : grau Celsius  
 $\Gamma$ : adimensional de vibração  
 $v$ : velocidade do excêntrico  
 $\omega$ : frequência angular de vibração ( $1.s^{-1}$ )  
%: percentagem

## REFERÊNCIAS

JONES, A. G. (2002), Crystallization processes systems. 1. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 341 p.  
MALAGONI, R. A. (2010), Cristalização de ácido cítrico em leito vibrado.

FEQUI/UFU, Uberlândia- MG (Tese de Doutorado), 297 p.  
MENDONÇA, R. A. G. (2008), Cristalização do clorato de sódio, FCT/UNL, Lisboa-Portugal (Dissertação de Mestrado), 104 p.  
MORAIS, A. S. (2007), Cristalização de ácido cítrico: otimização operacional, FEQUI/UFU, Uberlândia- MG (dissertação de mestrado), 110 p.  
MULLIN, J. W. (2001), Crystallization. 4. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 594 p.  
NÝVLT, J.; HOSTOMSKY, J.; GIULIETTE, M. (2001), Cristalização, São Carlos: Ed. EDUFSCAR, 160 p.  
OETTERER, M; SARMENTO, REGITANO d'DARCE, M.A; SPOTO, M.H.F. (2006), Fundamentos de Ciência e Tecnologia de Alimentos. 1 ed. Barueri, SP: Manole, v.1, 135-195p.  
PERRY, R. H.; GREEN, D. N. (1984), Chemical Engineers' Handbook. 8ª ed., 2640 p.  
TEIXEIRA, G. A. (2011), Estudo da produtividade no processo de cristalização de ácido cítrico em leito vibrado, FEQUI/UFU, Uberlândia – MG (Dissertação de Mestrado), 144 p.

## AGRADECIMENTOS

Agradecemos à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia pela infra-estrutura disponibilizada para a realização desta pesquisa no Laboratório de Cristalização. Agradecemos também a CAPES e a PROGRAD/UFU pelas bolsas de Mestrado e de Aprimoramento Discente, respectivamente.