

## ESTUDO DA CRISTALIZAÇÃO DE LACTOSE EM LEITO VIBRADO UTILIZANDO SEMEADURA ESPECÍFICA

GUSTAVO A. TEIXEIRA<sup>1\*</sup>, RICARDO A. MALAGONI<sup>2</sup>, JOSÉ ROBERTO D. FINZER<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Instituto de Ciências Exatas e Tecnológicas,  
Departamento de Engenharia de Alimentos

<sup>2</sup>Universidade Federal de Uberlândia, Faculdade de Engenharia Química

<sup>3</sup>Universidade de Uberaba, Programa de Pós Graduação em Engenharia Química

\*e-mail: gustavo.teixeira@uftm.edu.br

**RESUMO** - A cristalização de lactose é uma operação abordada em diversos estudos científicos sendo utilizada em indústrias de lácteos para obtenção de um produto final com pureza elevada, mesmo a partir de soluções impuras. A agitação por vibração torna-se um fator relevante na promoção da transferência de massa solução-superfície cristalina e minimização de quebras e rupturas nessa última. A etapa de cristalização pode ser desencadeada pela sementeira de partículas (finos) da mesma substância a ser cristalizada, promovendo maior controle e tamanho de partículas uniforme. O objetivo do trabalho foi estudar a operação de cristalização de lactose em leito vibrado, utilizando sementeira com estrutura e tamanho controlados (específica). Foi utilizado como ferramenta estatística um planejamento composto central com posterior otimização. Foram obtidos níveis ótimos de operação, que retornaram respostas de produtividade média de  $119,0 \pm 2,1$  % e diâmetro médio de  $8,06 \pm 0,22 \times 10^{-6}$  m, promovendo ainda aumento na dimensão média dos produtos da cristalização (crescimento percentual de 43,6 %), o que não foi observado no estudo anterior como sementeira com lactose comercial moída.

### INTRODUÇÃO

Teixeira *et al.* (2012a) já haviam estudado processo similar, com agitação por vibração, utilizando, porém, ácido cítrico em fase densa (grande quantidade de sementes). Através de um planejamento composto central foi avaliado que as variáveis significativas do processo de cristalização, visando elevado aumento percentual de massa e crescimento cristalino, foram supersaturação, grau de agitação e tempo de processo.

A hipótese primária trata de uma supersaturação selecionada pela operação na zona metaestável para processos com lactose, que reduzem o fenômeno da nucleação, e tempos de operação padronizados por um tempo médio de 1,5 h (MALAGONI, 2010).

Teixeira *et al.* (2020) estudou o processo de cristalização de lactose, em leito vibrado, utilizando sementeira comercial de lactose moída, em que observou uma diminuição do tamanho médio dos cristais ( $4,757 \pm 0,092 \times 10^{-6}$  m), com relação ao tamanho médio das sementes inseridas no início da cristalização ( $5,346 \pm 0,206 \times 10^{-6}$  m), que pode estar relacionada à configuração das sementes utilizadas, que apresentam micropartículas aderidas na superfície dos cristais triturados gerando novos núcleos de cristalização e desgastes ou desprendimento de porções de sementes fraturadas por ocasião de moagem.

Neste contexto, o presente trabalho tem por objetivo geral avaliar a etapa de cristalização de lactose, em leito vibrado, utilizando sementes com dimensão e estrutura controladas.

Os objetivos específicos do estudo foram:

- Estudar a etapa de cristalização de lactose, utilizando semente comercial, através de um planejamento composto central (PCC);
- Realizar a construção de modelos de previsão de respostas;
- Realizar a otimização operacional do processo, com relação às respostas acompanhadas, para a faixa experimental adotada.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Preparação da Sementes

Os cristais utilizados como sementes no processo de cristalização desse planejamento foram obtidos por resfriamento de uma solução saturada preparada a 57°C, resfriada por 24 h, sob agitação magnética branda (~300 rpm), até a temperatura de 7°C.

Para o preparo dessa solução foi utilizada  $\alpha$ -lactose monoidratada comercial moída (Granulac 200) da marca MEGGLE e água destilada, devidamente pesadas em uma balança analítica da marca Gehaka AG-200, com resolução  $10^{-4}$  g, cuja concentração foi calculada através da solubilidade. Preparou-se uma solução láctea contendo 0,1826 kg de lactose monoidratada comercial e 0,300 kg de água destilada deionizada. Posteriormente, colocou-se essa solução em contato com a água em um banho termostatizado (Tecnal, TE-184) a uma temperatura de 57°C até que a solução se tornasse homogênea. A solução, estando devidamente preparada, à temperatura de 57°C, foi posteriormente inserida em um Erlenmyer de  $0,5 \times 10^{-3}$  m<sup>3</sup>, mantida em agitação de aproximadamente 700 rpm com agitador magnético (Tecnal, TE-085), que foi então inserido no compartimento refrigerado para início do processo de resfriamento, que se deu a uma taxa de  $2,03^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ , até a estabilidade da temperatura em 7°C. A temperatura da suspensão foi monitorada durante todo o período processual através de um termopar da marca FullGage Controls, modelo TIC17RTG, devidamente calibrado.

A suspensão, após um período de 24 h, foi submetida a uma filtração a vácuo, utilizando Kitassato de borosilicato com volume  $0,5 \times 10^{-3}$  m<sup>3</sup>, funil de Buchner e papel filtro quantitativo de diâmetro  $12,5 \times 10^{-2}$  m e porosidade 0,8  $\mu\text{m}$ , ligados a uma bomba geradora de vácuo da marca Quimis, modelo 355 B2.

Esse procedimento proporcionou a formação de cristais, por nucleação primária, homogênea ou heterogênea devido ao elevado grau de supersaturação e, provavelmente, por nucleação secundária causada pelo atrito entre os cristais formados e partes fixas e móveis do cristalizador com posterior crescimento.

Por fim, essas sementes foram colocadas em uma estufa (Medicate, MD 1.3) a uma temperatura de 60°C, durante 48 horas.

Os cristais (sementes) obtidos foram pesados e submetidos, em porções de  $0,50 \times 10^{-1}$  kg, a um processo de peneiramento em um agitador de peneiras (Retsch, AS 200) para selecionar as sementes de interesse. Essa seleção foi feita de forma que os cristais ficassem retidos entre as peneiras de Tyler 200 e Tyler 500, tendo como intermediárias peneiras de Tyler 250, 325 e 400 (para divisão da amostra total), intervalos selecionados foram utilizados em preparações posteriores de soluções lácteas.

Os cristais de semente foram então analisados quanto ao seu tamanho médio utilizando o equipamento Malvern Mastersizer, em relação ao Diâmetro Médio de Sauter.

### Variáveis e Faixas de Operação

A faixa de concentração adotada é apresentada na Figura 1, definida entre a curva de solubilidade e a zona lábil, que caracteriza a região metaestável, entre os níveis de concentração 0,34 e 0,46 kg.kg de solução<sup>-1</sup>.

A temperatura de 50,0°C foi selecionada como a temperatura de operação com base nos estudos de Shi *et al.* (2006), que a caracteriza como a temperatura ótima para obtenção de bom rendimento e melhor qualidade de produtos no processo de cristalização de lactose. A taxa de mutarotação também pode ser avaliada nessa escolha, pois também é um fator significativo na taxa de crescimento cristalino. Enuncia-se que essa é menor em

baixas temperaturas, mas aumenta 2,8 vezes com cada aumento de 10°C na temperatura, tornando-se quase instantânea em temperaturas próximas a 75°C (HAASE; NICKERSON, 1966a; PATEL; NICKERSON, 1970).

Para determinação da faixa do grau de agitação, realizado pelo sistema de vibração, foram realizados testes preliminares com lactose comercial moída (Granulac 200 – marca MEGGLE), na condição de saturação à temperatura de 50,0°C (temperatura de operação), para inibir o crescimento dos cristais. Os cristais de lactose utilizados como sementes foram inseridos lentamente na solução, já com o sistema de agitação acionado, sendo observada a condição mínima de fluidização da suspensão, na qual os cristais apresentavam movimentação cíclica no leito, como também a estabilidade da suspensão no leito. O volume de solução utilizado foi de  $2,80 \times 10^{-4} \text{ m}^3$ .

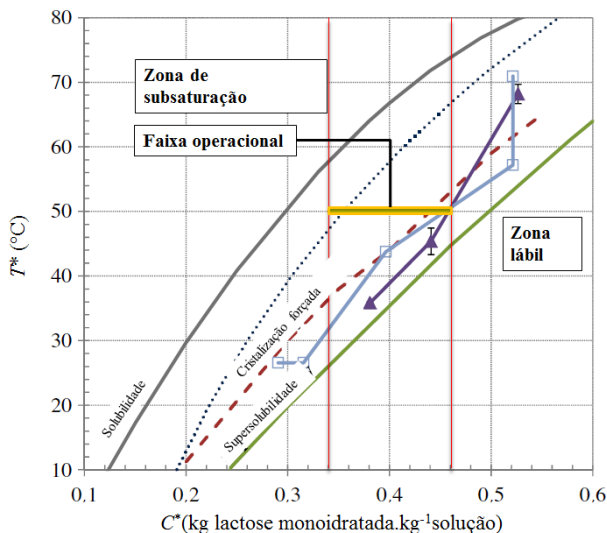


Figura 1: Faixa de concentração utilizada (Adaptado de WONG *et al.*, 2011).

Para o PCC foram avaliadas as respostas rendimento e tamanho médio de produtos (cristais).

O rendimento na cristalização em leito vibrado foi referenciado com base no balanço mássico dos cristais no processo, ou seja, considerou-se a quantidade de soluto que foi transferida da solução para a forma cristalina, conforme apresentado na Equação (1).

A massa final de cristais do processamento foi quantificada utilizando uma balança analítica da marca Gehaka AG-200 com resolução  $10^{-4} \text{ g}$ , após intervalo de

secagem para os produtos da cristalização (24 h).

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

em que,  $y$  apresenta o rendimento em termos percentuais,  $m_f$  representa a massa final de cristais (kg) e  $m_s$  a massa de sementes (kg).

O tamanho médio de produtos foi quantificado através do Diâmetro Médio de Sauter ( $D$ ), em m, que relaciona a fração mássica retida ( $\Delta x_i$ ) com o diâmetro médio da porção retida ( $D_i$ ) em m e que é quantificado pela Equação (2) (ALLEN, 1990).

$$D = \frac{1}{\sum_1 \frac{\Delta x_i}{D_i}} \quad (2)$$

O diâmetro das partículas foi obtido usando o analisador de tamanho de partículas Malvern Mastersizer 2000, modelo Hydro 2000MU, sendo utilizada a técnica de difração de raios laser. Uma amostra dispersa, em Álcool Etilico PA (marca Cinética – 99,5%) para o caso da lactose, passa através da área de medição da bancada óptica, onde um feixe de laser ilumina as partículas. Em seguida, uma série de detectores mede com precisão a intensidade da luz dispersa pelas partículas dentro da amostra. O software do Mastersizer 2000 controla o sistema durante o processo de medição e analisa os dados de espalhamento para calcular uma distribuição de tamanho de partículas.

### Planejamento Composto Central

O planejamento composto central (PCC) realizado neste estudo foi formado por um planejamento fatorial em dois níveis com três variáveis, acrescido de quatro réplicas no ponto central e seis experimentos nos pontos axiais ( $\alpha$ ), totalizando 18 experimentos, conforme Tabela 1. O valor utilizado para o nível extremo deste planejamento foi o de ortogonalidade ( $\alpha$ ), que, para o planejamento adotado, tem valor 1,414.

Tabela 1: Matriz codificada do PCC.

Exp.	$x_1$	$x_2$	$x_3$
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

O planejamento objetivou o estudo do processo de cristalização quanto às variáveis significativas e obtenção das melhores condições operacionais para o sistema de cristalização, tendo como resposta o rendimento ( $y$ ) e tamanho médio de produtos ( $D$ ). Foram três as variáveis codificadas ( $x_1$ ,  $x_2$  e  $x_3$ ), mostradas nas Equações (3), (4) e (5) em termos das variáveis originais ( $S$ ,  $\Gamma$  e  $t$ ), sendo que:  $S$  representa o grau de supersaturação ( $S=C/C^*$ ),  $\Gamma$  o adimensional de vibração e  $t$  o tempo de cristalização (h).

$$x_1 = \frac{S-1,51}{0,26} \quad (3)$$

$$x_2 = \frac{\Gamma-0,80}{0,18} \quad (4)$$

$$x_3 = \frac{t-1,50}{0,50} \quad (5)$$

A Tabela 2 mostra os níveis utilizados para as variáveis independentes codificadas e seus respectivos intervalos.

A Tabela 3 apresenta, precisamente, os graus de supersaturação, concentrações e temperaturas de saturação utilizadas nos experimentos.

Tabela 2: Níveis codificados do PCC.

$x_i$	-1,414	-1	0	+1	+1,414
$S(x_1)$	1,14	1,25	1,51	1,77	1,88
$\Gamma(x_2)$	0,54	0,62	0,80	0,98	1,05
$t(x_3)$	0,80	1,00	1,50	2,00	2,20

Tabela 3: Níveis utilizados no PCC.

$S=C/C^*$	$C$ (kg de lactose/100 kg de água)	$T^*$ (°C)
	$C^*=45,30$	50,0
1,14	51,64	54,6
1,25	56,62	57,9
1,51	68,40	64,9
1,77	80,18	71,1
1,88	85,16	73,5

A Tabela 4 reporta os valores dos adimensionais de vibração utilizados no planejamento composto central com os respectivos valores de rotação alcançados pelo excêntrico.

Tabela 4: Adimensionais de vibração, frequências e rotações do excêntrico do PCC.

$\Gamma$	$\omega$ ( $l.s^{-1}$ )	$r$ (rpm)
0,54	33,0	315
0,62	35,3	337
0,80	40,2	384
0,98	44,4	424
1,05	46,1	440

### Procedimento Experimental

As soluções supersaturadas utilizadas nos processos de cristalização com lactose comercial foram preparadas com alfactose monoidratada moída (Granulac), da marca MEGGLE.

As soluções de  $\alpha$ -lactose monoidratada em água foram preparadas a 5°C acima da temperatura de saturação, com o uso de um banho termostático da marca Tecnal (modelo TE-184), condição em que todas as soluções preparadas estavam insaturadas, utilizando um recipiente de vidro de fundo chato da marca Vidrolabor de 500 mL e água destilada.

As respectivas massas de  $\alpha$ -lactose monoidratada e água foram medidas utilizando uma balança analítica Gehaka AG-200 com resolução  $10^{-4}$  g, possibilitando a obtenção da saturação/supersaturação requerida, utilizando como base a temperatura de operação, que foi de  $50,0^{\circ}\text{C}$  para todos os experimentos de cristalização.

Estando as substâncias devidamente com a massa quantificada, estas foram transferidas para o recipiente de vidro, que foi imerso no banho termostático, permanecendo nessa condição até a total dissolução do soluto em solução.

Após a total dissolução do soluto, a solução foi imediatamente transferida para uma proveta Vidrolabor de boro-silicato com capacidade de 500 mL, de onde foi separada uma amostra de  $2,80 \times 10^{-4} \text{ m}^3$  da solução, que foi utilizada nos processos de cristalização.

Simultaneamente ao processo de preparação das amostras, foi realizado o ajuste da temperatura do cristalizador na mesma temperatura da solução ( $5^{\circ}\text{C}$  acima da saturação) com o uso de água de circulação oriunda do banho termostático.

A solução devidamente preparada e amostrada foi transferida para o cristalizador, que foi imediatamente vedado com o auxílio de uma tampa de acrílico e junta de vedação de material polimérico para diminuir as perdas de calor e vapor de água da solução para o ambiente. A seguir, acionou-se o agitador, já na frequência de operação, com o intuito de homogeneizar a temperatura e concentração da solução e iniciou-se o processo de resfriamento, até que a solução alcançasse a temperatura de operação ( $50,0^{\circ}\text{C}$ ). A temperatura da solução foi monitorada utilizando um termopar acoplado a um indicador de temperatura da marca FullGage Controls, modelo TIC17RTG, com resolução de  $10^{-1}\text{C}$ , devidamente calibrado, que foi inserido no cristalizador através do orifício de amostragem inferior, devidamente vedado.

Após um tempo médio de 0,5 h, a solução alcançou a temperatura de operação. Em seguida, as sementes de lactose, devidamente preparadas e aquecidas a  $50,0^{\circ}\text{C}$ , utilizando uma estufa da marca Medicate - modelo MD 1.3, foram adicionadas ao sistema por meio de um orifício existente na tampa de

acrílico, com o auxílio de um funil de borossilicato. Nesse instante foi iniciada a quantificação do tempo de cristalização.

Após a finalização da cristalização, a suspensão contida no cristalizador foi retirada e imediatamente filtrada a vácuo, com o intuito de separar os cristais das águas mães. Utilizaram-se um kitassato da Vidrolabor de 500 ml, um funil de Buchner em cerâmica (aquecido), papel de filtro quantitativo de  $12,5 \times 10^{-2} \text{ m}$  com poros de  $14 \mu\text{m}$  (aquecido), um kitassato de segurança de  $2 \times 10^{-3} \text{ m}^3$  e uma bomba geradora de vácuo da marca Quimis, 355 B2.

O filtrado foi imediatamente submetido à lavagem com álcool etílico PA (marca Cinética, 99,5%), ou uma solução (75°GL) deste, que consistiu em uma substância na qual a lactose é insolúvel, mas que solubiliza a água presente na superfície dos cristais.

Os cristais produzidos no processo de cristalização foram submetidos à secagem por 24 h, a uma temperatura de  $60^{\circ}\text{C}$ , para atingir a especificação máxima de umidade permitida na lactose comercial, utilizando uma estufa da marca Medicate, modelo MD 1.3, para posterior quantificação da massa e tamanho médio de cristais.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

O planejamento composto central (PCC) com semente específica foi realizado com o intuito de estudar o processo de cristalização de lactose utilizando cristalizador leito vibrado, com sementes produzidas a partir de solução supersaturada obtida por resfriamento. Foram avaliadas ainda as variáveis significativas do processo e o ponto de máximas respostas, para a faixa experimental estudada.

### Análise Granulométrica das Sementes

As sementes de alfactose obtidas pelo resfriamento de soluções saturadas preparadas com lactose comercial, sem processo de semente, foram quantificadas quanto à dimensão média de Sauter, utilizando o equipamento Malvern Mastersizer.

Na avaliação, a distribuição do tamanho de partículas é exemplificada na Figura 2.

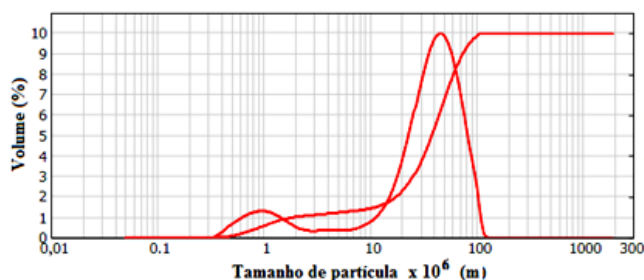


Figura 2: Distribuição de tamanho de partículas da semente específica.

Através da análise do diâmetro médio de Sauter ( $D$ ), foi obtida a dimensão média para as sementes utilizadas nos ensaios de cristalização com semente específica, que foi de  $5,612 \pm 0,050 \times 10^{-6}$  m.

### Análise de Microscopia das Sementes

As sementes produzidas para utilização nos testes de cristalização com semente específica foram analisadas microscopicamente através de capturas realizadas com o auxílio de um microscópio e uma câmera de alta resolução, com aumento de 40x. O aspecto das sementes é mostrado na Figura 3.

Os testes com semente específica foram realizados principalmente para melhor monitoramento da semente, já que os cristais produzidos tinham geometria uniforme e não foram moídos, e para verificação da influência das micropartículas geradas durante o processo de moagem que ficavam agregadas à superfície dos cristais de lactose comercial.

A Figura 3 apresenta estruturas cristalinas mais bem definidas, ausente de quebras e rupturas superficiais e axiais, e com minimização das microestruturas de agregação superficiais, quando comparadas aos cristais de lactose comercial utilizados como semente no outro planejamento.

Esperava-se, com essa semente específica, uma menor influência das micropartículas no tamanho médio final, mesmo que com menor rendimento, visto que a área superficial por unidade de massa sofreu significativo decréscimo devido ao aumento da dimensão das sementes.

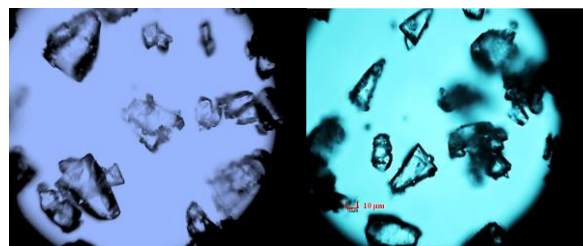


Figura 3: Capturas microscópicas dos cristais utilizados nos testes com semente específica.

### Planejamento Composto Central

Para o planejamento composto central com semente específica foram realizados 18 experimentos com 4 réplicas no ponto central. A matriz do planejamento experimental com as respostas de rendimento ( $y$ ), e tamanho médio de cristais (diâmetro de Sauter -  $D$ ), obtido a partir de análises no equipamento MalverMastersizer, é apresentada na Tabela 5. Para cada experimento do planejamento foram quantificadas a massa e a dimensão característica média do produto da cristalização.

Verifica-se a diminuição de rendimento em relação ao processo com semente de lactose comercial, fenômeno que já era previsto devido à diminuição da área disponível para agregação das moléculas de lactose (JONES, 2002). Outro fator determinante observado foi o aumento da dimensão média final dos cristais, em relação à semente realizada, em vários experimentos do planejamento, o que mostra a interferência da configuração das sementes na cristalização de lactose.

O rendimento máximo alcançado no PCC com semente específica foi de 107,34% (Exp. 10) e o mínimo de 2,92% (Exp. 9), e o que resultou em maior diâmetro final alcançou  $8,248 \times 10^{-6}$  m (Exp. 10). Os valores médios alcançados para os experimentos do planejamento foram de 55,13% para o rendimento e  $6,923 \times 10^{-6}$  m para o diâmetro de Sauter.

Os resultados obtidos para as respostas rendimento e diâmetro médio final no PCC são apresentados na Figura 4.

Foi apresentada uma configuração similar à dos testes com semente comercial, com exceção de dois experimentos (Exp. 6 e 10), que apresentaram equilíbrio significativo

com relação a ambas respostas rendimento e diâmetro médio, alcançando altos valores.

Tabela 5: Testes do planejamento composto central com sementeira específica com as respectivas respostas.

Experimento	y (%)	$D \times 10^6$ (m)
1	11,72	6,780
2	33,04	6,031
3	9,72	5,598
4	20,62	6,120
5	77,58	6,823
6	90,11	8,138
7	70,80	6,871
8	82,40	6,221
9 (A)	2,92	6,204
10 (A)	107,34	8,248
11 (A)	48,56	6,360
12 (A)	30,96	7,063
13 (A)	38,32	6,132
14 (A)	68,68	5,985
15 (C)	56,04	6,908
16 (C)	54,30	6,210
17 (C)	58,94	7,108
18 (C)	53,34	6,004

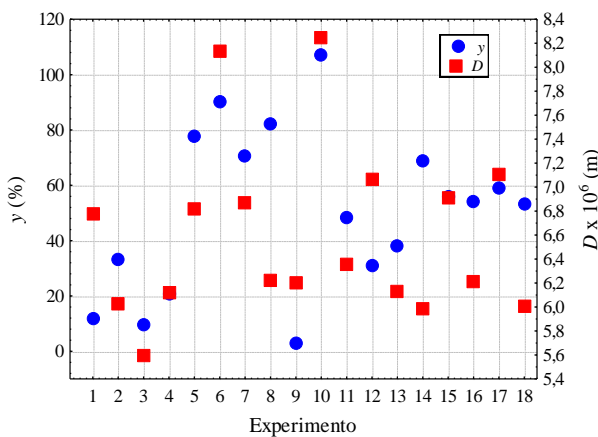


Figura 4: Respostas de rendimento e diâmetro médio final para os experimentos do PCC com sementeira específica.

Há nesse caso uma predisposição a relacioná-los como pontos de máxima reposta. Tal comportamento será verificado pela otimização operacional das duas respostas acompanhadas (y e D) em paralelo.

Através do PCC realizado, foram calculados os valores de regressão para construção de um modelo de previsão das

respostas associadas, em função dos fatores independentes em suas formas linear, quadrática e interações, para a faixa experimental e demais condições operacionais adotadas.

O ajuste com as variáveis codificadas, para a reposta rendimento (y), é representado pela Equação (6), cujo coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) foi de 0,9703.

$$\hat{y}_y = 75,78 + 37,64x_1 - 0,99x_2 + 8,73x_3 - 2,01x_1^2 - 0,14x_2^2 - 2,88x_3^2 - 0,66x_1x_2 + 2,45x_1x_3 + 0,52x_2x_3 \quad (6)$$

O ajuste com as variáveis codificadas, para a reposta diâmetro médio final (D), é representado pela Equação (7), cujo coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) foi de 0,6075.

$$\hat{y}_D = 4,324 - 0,052x_1 - 0,013x_2 - 0,079x_3 + 0,093x_1^2 + 0,042x_2^2 + 0,005x_3^2 - 0,094x_1x_2 - 0,087x_1x_3 - 0,0812x_2x_3 \quad (7)$$

### Otimização Operacional

Para a determinação de um ponto ou região de máxima efetividade para o processo de cristalização de lactose com sementeira específica, foi realizada uma otimização operacional utilizando os modelos de previsão de respostas construídos através do planejamento composto central, para a faixa de operação adotada.

O processo de otimização foi realizado com o auxílio do programa computacional Statistica utilizando um modelo de otimização construído para obtenção de 100 pontos de simulação, com propósito de maximização das repostas rendimento (y) e diâmetro médio final de cristais (D), que utiliza o método SIMPLEX.

A Figura 5 apresenta a rotina de otimização utilizada pelo Statistica.

O modelo previa uma máxima resposta para o rendimento de 107,4 % e para o diâmetro médio final de  $8,25 \times 10^{-6}$  m, quando a cristalização fosse realizada nas condições:  $x_1=1,42$ ;  $x_2=-1,42$  e  $x_3=1,36$ , em relação às variáveis codificadas. Em relação às variáveis reais, tem-se  $S=1,88$ ,  $\Gamma=0,54$  e  $t=2,18$  h.

A condição predita pela otimização, testada experimentalmente, apresentou

produtividade média de  $119,0 \pm 2,1$  % e diâmetro médio de  $8,06 \pm 0,22 \times 10^{-6}$  m. Esses representam desvios da ordem de 10,8 e 2,3%, respectivamente, em relação aos valores preditos.

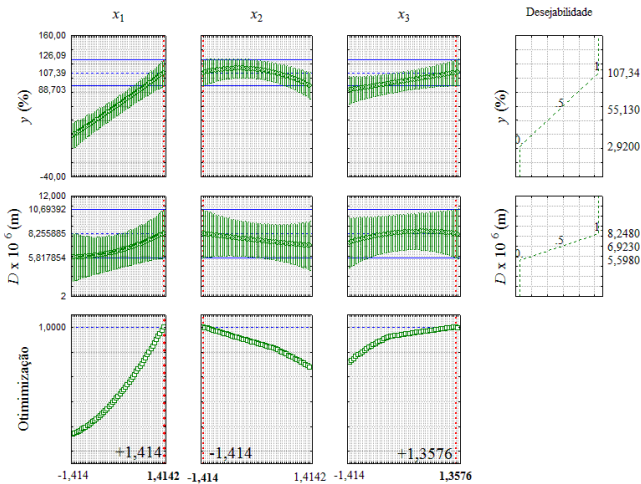


Figura 5: Otimização combinada realizada pelo programa computacional para o PCC com semente específica.

A Figura 6 ilustra os resultados obtidos nos testes da condição otimizada e PCC.

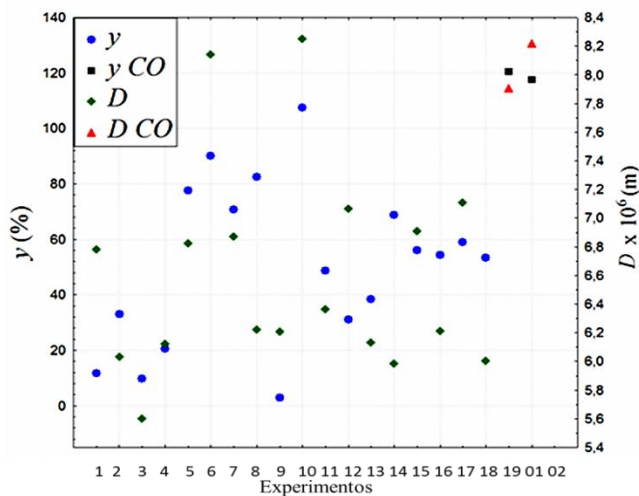


Figura 6: Respostas do planejamento ( $y$  e  $D$ ) e condição otimizada ( $y$  CO e  $D$  CO).

Os resultados apresentam a efetividade da otimização operacional através do planejamento composto central, que apresentaram desvios máximos de 10% acima ao dos testes do planejamento.

O aumento percentual de massa no processo de cristalização de lactose em leito vibrado mostrou-se favorável, mais do que duplicando a massa de sementes inseridas,

com qualidade de cristais e pureza elevada, característica dos processos de cristalização.

O tamanho médio dos cristais no processo aumentou de  $5,612 \pm 0,050 \times 10^{-6}$  m (sementes), para  $8,06 \pm 0,22 \times 10^{-6}$  m, apresentando crescimento percentual de 43,6 %, que condiz com o aumento percentual mássico, considerando hábito cúbico simples e massa específica para a lactose de  $1540,0 \text{ kg m}^{-3}$  (MERSMANN, 1995).

## CONCLUSÃO

Ao se empregar sementes com estruturas cristalinas bem definidas, ausência de quebras e rupturas superficiais e axiais, e com minimização das microestruturas de agregação superficiais, promoveu-se o aumento na dimensão média dos produtos da cristalização (crescimento percentual de 43,6 %), o que não foi observado no estudo anterior como semente com lactose comercial moída.

A condição operacional da otimização operacional, testada experimentalmente, apresentou produtividade média de  $119,0 \pm 2,1$  % e diâmetro médio de  $8,06 \pm 0,22 \times 10^{-6}$  m. Esses valores representam desvios da ordem de 10,8 e 2,3%, respectivamente, em relação aos valores preditos, mostrando a efetividade da técnica estatística.

## NOMENCLATURA

$C$	Concentração da solução	kg de lactose/100 kg de água
$C^*$	Concentração de saturação	kg de lactose/100 kg de água
$D$	Diâmetro Médio de Sauter	m
$D_i$	Diâmetro médio da porção retida	m
$m_f$	Massa final de cristais	kg
$m_s$	Massa de sementes	kg
$r$	Rotação	$rpm$
$S$	Grau de supersaturação	-
$T$	Temperatura	$^{\circ}C$



$t$	Tempo de cristalização	h	International Dairy Journal, v. 21, p. 839–847.
$T^*$	Temperatura de saturação	°C	ALLEN, T. (1990), Particle Measurement, 4 ed. London: Chapman and Hall, 806p.
$y$	Rendimento	%	JONES, A.G. (2002), Crystallization process systems, 1 ed., Oxford: Butterworth-Heinemann, 341p.
$\Gamma$	Adimensional de vibração	-	MERSMANN, A. (1995), Crystallization Technology Handbook, New York: Marcel Dekker, 691 p.
$\Delta x_i$	Fração mássica retida	-	
$\omega$	Frequência	$1.s^{-1}$	
$\Gamma$	Adimensional de vibração	-	

## REFERÊNCIAS

- TEIXEIRA, G.A.; WILLIAM, F.V.; FINZER, J.R.D.; MALAGONI, R.A. (2012), Operational optimization of anhydrous citric acid crystallization using large number of seed crystals, Powder Technology, v. 217, p. 634–640.
- MALAGONI, R.A. (2010), Cristalização de ácido cítrico em leito vibrado, Universidade Federal de Uberlândia, Programa Pós-Graduação em Engenharia Química, Uberlândia/MG.
- TEIXEIRA, G.A.; MALAGONI, R.A.; GONÇALVES, R.V.; FINZER, J.R.D.; (2020), Study of lactose crystallization in a vibrated bed with high seeding through a central composite design, Research, Society and Development, v. 9, n. 8.
- SHI, Y.; LIANG, B.; HARTEL, R.W. (2006), Crystal refining technologies by controlled crystallization, United States patent US 2006/0128953 A1.
- HAASE, G.; NICKERSON, T. A. (1966) Kinetic reactions of a- and b-lactose. I. Mutarotation, Journal of Dairy Science, 49, 127–132.
- PATEL, K.N.; NICKERSON, T.A. (1970), Influence of sucrose on the mutarotation velocity of lactose, Journal of Dairy Science, v. 53, p. 1654–1958.
- WONG, S.Y.; BUND, R.K.; CONNELLY, R.K.; HARTEL, R.W. (2011), Determination of the dynamic metastable limit for  $\alpha$ -lactose monohydrate crystallization,