



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA

BÁRBARA DA COSTA BARBOSA DO NASCIMENTO

**PRODUÇÃO DE LACTITOL A PARTIR DA HIDROGENAÇÃO DA LACTOSE
UTILIZANDO CATALISADOR DE NÍQUEL E RUTÊNIO SUPORTADOS EM
CINZAS DA CASCA DE ARROZ**

Recife

2025

BÁRBARA DA COSTA BARBOSA DO NASCIMENTO

**PRODUÇÃO DE LACTITOL A PARTIR DA HIDROGENAÇÃO DA LACTOSE
UTILIZANDO CATALISADOR DE NÍQUEL E RUTÊNIO SUPORTADOS EM
CINZAS DA CASCA DE ARROZ**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
ao Curso de Engenharia Química da
Universidade Federal de Pernambuco, como
requisito parcial para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Química.

Orientador (a): Profa. Dra. Eliane Bezerra de Moraes Medeiros

Coorientador (a): M. Sc. Paulo Henrique Miranda de Farias

Cidade

2025

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do programa de geração automática do SIB/UFPE

Nascimento, Bárbara da Costa Barbosa do.

Produção de lactitol a partir da hidrogenação da lactose utilizando catalisador de níquel e rutênio suportados em cinzas da casca de arroz / Bárbara da Costa Barbosa do Nascimento. - Recife, 2025.

66 p. : il., tab.

Orientador(a): Eliane Bezerra de Moraes Medeiros

Coorientador(a): Paulo Henrique Miranda de Farias

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Engenharia Química - Bacharelado, 2025.

Inclui referências, apêndices, anexos.

1. Catalisadores. 2. Hidrogenação. 3. Lactitol. 4. Lactose. 5. Níquel. 6. Rutênio. I. Medeiros, Eliane Bezerra de Moraes. (Orientação). II. Farias, Paulo Henrique Miranda de. (Coorientação). IV. Título.

660 CDD (22.ed.)

BÁRBARA DA COSTA BARBOSA DO NASCIMENTO

**PRODUÇÃO DE LACTITOL A PARTIR DA HIDROGENAÇÃO DA LACTOSE
UTILIZANDO CATALISADOR DE NÍQUEL E RUTÊNIO SUPORTADOS EM
CINZAS DA CASCA DE ARROZ**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
ao Curso de Engenharia Química da
Universidade Federal de Pernambuco, como
requisito parcial para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Química.

Aprovado em: 08/08/2025

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Eliane Bezerra de Moraes Medeiros (Orientadora)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Nelson Medeiros de Lima Filho (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

M. Sc. Dayane Caroline Tenório e Silva (Examinador Externo)
Universidade Federal de Pernambuco

À minhas avós Marize e Ivanilda que,
na terra e no céu, sempre oraram por mim.

AGRADECIMENTOS

A Deus e à Nossa Senhora, que independente do momento, foram minha força, minha luz, meu aconchego.

Aos meus pais, André e Maria Cecília, meus exemplos de dedicação e coragem. E aos meus irmãos, Hugo André e Robbie (Katarina), e a Flaviane, que é como uma irmã para mim. Obrigada por cada palavra de carinho, por torcerem por mim e estarem ao meu lado sempre.

Aos meus avós paternos, Ivanilda (em memória) e Britivaldo (em memória); que estão lá no alto contemplando a minha vida, e aos meus avós maternos, Marize e Severino (carinhosamente conhecido como Biu). Iluminando o meu caminho, são as raízes da minha história e sabedoria.

Aos meus tios, tias, primos e primas, minha família é bem extensa e não citarei o nome de todos, levaria páginas e páginas de agradecimentos, saibam que são parte essencial dessa jornada.

Aos amigos da graduação Letícia, João Henrique, Nívea, Rafael, Rafaela e Edgleyson, que em meio a lágrimas, sorrisos, provas e dominós, vocês tornaram a jornada mais leve, divertida e cheia de memórias que levarei para sempre.

A Ana Júlia e Jobson, amigos que me acompanham desde o ensino fundamental, obrigada por nunca soltarem minha mão e seguirem comigo mesmo em caminhos distintos.

Às grandes amizades que a vida profissional me presenteou, em especial Larissa e Edlayne, por todo o companheirismo, somos gigantes e iremos muito longe.

Ao meu companheiro da vida que encontrei na reta final da graduação, Lucas, minha gratidão por estar ao meu lado, me apoiar incondicionalmente e me fazer acreditar ainda mais na Bárbara do futuro.

Aos professores Dr. Nelson Medeiros e a minha orientadora Dra. Eliane Medeiros, meu profundo agradecimento pela confiança, por disponibilizarem o Laboratório de Processos Catalíticos para o desenvolvimento deste trabalho e por cada ensinamento compartilhado ao longo da jornada.

Ao Tec. Chesque Cavassano, ao Dr. Paulo Henrique Farias e ao mestrando Eduardo Vital, muito obrigada por toda parceria e dedicação durante a execução do trabalho.

Por fim, à criança sonhadora que vive em mim, de alma livre, olhar curioso e com a imensa vontade de descobrir o mundo, essa que nunca deixou de acreditar que pode ir além.

É com muito orgulho que encerro a minha graduação em engenharia química.

“A ciência é, na minha humilde opinião, nossa inesgotável fonte de magia”. (Adaptação de fala do personagem Alvo Dumbledore no filme Harry Potter e as Relíquias da Morte – Parte 2, 2011).

RESUMO

O lactitol, um açúcar-álcool obtido por hidrogenação catalítica da lactose, tem grande importância industrial como adoçante em alimentos e produtos farmacêuticos, especialmente voltados a dietas com restrição calórica ou para diabéticos. Paralelamente, na indústria produtora de arroz para consumo, a casca de arroz é um subproduto amplamente disponível, cuja combustão para geração de energia gera cinzas ricas em sílica. Essas cinzas, de difícil descarte e potencialmente danosas ao meio ambiente, vêm despertando interesse acadêmico por seu uso como suporte catalítico em diferentes aplicações. Diante disso, este trabalho teve como objetivo investigar a produção de lactitol a partir da hidrogenação da lactose utilizando catalisadores bimetálicos de níquel e rutênio suportados em cinzas da casca de arroz, buscando o aproveitamento de resíduos agroindustriais e à valorização da lactose. Foram preparados três catalisadores com diferentes teores de níquel (10%, 5% e 2,5%), mantendo-se constante a concentração de rutênio (1%). Os catalisadores foram caracterizados por espectrometria de absorção atômica, e por difração de raios-X. A caracterização confirmou a presença de níquel metálico e óxido de níquel, além de boa dispersão do metal sobre o suporte, especialmente nas amostras com menor teor metálico. A atividade catalítica foi avaliada por meio de ensaios de hidrogenação da lactose em meio aquoso, sendo monitoradas as conversões de lactose, seletividades e rendimento de lactitol. O catalisador com 10% de níquel apresentou a maior conversão da lactose, atingindo 65%, embora com maior lixiviação do metal. Já os catalisadores com menor carga metálica demonstraram maior seletividade inicial e estabilidade. Os resultados confirmam o potencial da cinza da casca de arroz como suporte sustentável e indicam a necessidade de otimizar a composição Ni–Ru para maior eficiência e responsabilidade ambiental. Esses resultados atendem ao objetivo do estudo, validando as etapas de preparação, caracterização e avaliação reacional na hidrogenação da lactose com diferentes teores de níquel.

Palavras-chave: Catalisadores; hidrogenação; lactitol; lactose; níquel; rutênio.

ABSTRACT

Lactitol, a sugar alcohol obtained by catalytic hydrogenation of lactose, is of great industrial importance as a sweetener in food and pharmaceutical products, especially aimed at diets with caloric restriction or for diabetics. Meanwhile, in the rice production industry for consumption, rice husks are a widely available byproduct, and their combustion for energy generation produces ashes rich in silica. These ashes, which are difficult to dispose of and potentially harmful to the environment, have aroused academic interest for their use as a catalytic support in different applications. In light of this, this work aimed to investigate the production of lactitol from the hydrogenation of lactose using bimetallic nickel and ruthenium catalysts supported on rice husk ashes, seeking the utilization of agro-industrial waste and the valorization of lactose. Three catalysts were prepared with different nickel contents (10%, 5%, and 2.5%), while keeping the concentration of ruthenium constant (1%). The catalysts were characterized by atomic absorption spectroscopy and X-ray diffraction. The characterization confirmed the presence of metallic nickel and nickel oxide, as well as good dispersion of the metal on the support, especially in samples with lower metal content. The catalytic activity was evaluated through hydrogenation tests of lactose in aqueous medium, monitoring the conversions of lactose, selectivities, and yield of lactitol. The catalyst with 10% nickel showed the highest conversion of lactose, reaching 65%, although with higher leaching of the metal. On the other hand, the catalysts with lower metal loading demonstrated greater initial selectivity and stability. The results confirm the potential of rice husk ash as a sustainable support and indicate the need to optimize the Ni–Ru composition for greater efficiency and environmental responsibility. These results meet the study's objective, validating the stages of preparation, characterization, and reactivity assessment in the hydrogenation of lactose with different nickel contents.

Keywords: Catalysts; hydrogenation; lactitol; lactose; nickel; ruthenium.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 -	Obtenção de lactitol a partir da hidrogenação da lactose.....	14
Figura 2 -	Reação de hidrogenação da lactose em solução aquosa e os subprodutos.....	15
Figura 3 -	Esquema de um aparelho de análise por absorção atômica.....	23
Figura 4 -	Elementos constituintes de um difratômetro.....	24
Figura 5 -	Molécula de lactitol.....	26
Figura 6 -	Reator tubular de cerâmica.....	33
Figura 7 -	Dispositivo experimental do reator PARR.....	37
Figura 8 -	Cromatógrafo líquido de alta eficiência (CLAE).....	38
Figura 9 -	Difratograma do catalisador 10% Ni – 1% Ru / CCA.....	42
Figura 10 -	Evolução cinética da reação de hidrogenação catalítica, com o catalisador 10% Ni – 1% Ru /CCA.....	44
Figura 11 -	Evolução cinética da reação de hidrogenação catalítica, com o catalisador 5% Ni – 1% Ru /CCA.....	45
Figura 12 -	Evolução cinética da reação de hidrogenação catalítica, com o catalisador 2,5% Ni – 1% Ru /CCA.....	45
Figura 13 -	Conversão da lactose nas reações de hidrogenação com catalisadores de diferentes teores de Ni.....	47
Figura 14 -	Seletividade na reação de catalisador 10% Ni – 1%Ru / CCA.....	49
Figura 15 -	Seletividade na reação de catalisador 5% Ni – 1%Ru / CCA.....	49
Figura 16 -	Seletividade na reação de catalisador 2,5% Ni – 1%Ru / CCA.....	50
Figura 17 -	Mecanismo da reação de hidrogenação da lactose.....	52
Figura 18 -	Curva de calibração do D-manitol.....	64
Figura 19 -	Curva de calibração da Lactose.....	64
Figura 20 -	Curva de calibração do Lactitol.....	65
Figura 21 -	Curva de calibração do Sorbitol.....	65
Figura 22 -	Curva de calibração do Galactitol.....	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Composição da cinza da casca de arroz de acordo com estudos.....	19
Tabela 2 -	Quantidade do sal de níquel nos catalisadores.....	32
Tabela 3 -	Quantidade do sal de rutênio nos catalisadores.....	34
Tabela 4 -	Análise da solução de níquel ao final da impregnação.....	41
Tabela A1 -	Picos de DRX e fases cristalinas atribuídas no catalisador com níquel suportado.....	61
Tabela A2 -	Concentração com o tempo para a reação de catalisador 10% Ni – 1% Ru / CCA.....	61
Tabela A3 -	Concentração com o tempo para a reação de catalisador 5% Ni – 1% Ru / CCA.....	61
Tabela A4 -	Concentração com o tempo para a reação de catalisador 2,5% Ni – 1% Ru / CCA.....	62
Tabela A5 -	Conversão da lactose nas diferentes concentrações.....	62
Tabela A6 -	Seletividade para o lactitol nas diferentes concentrações.....	62
Tabela A7 -	Seletividade para o sorbitol nas diferentes concentrações.....	63
Tabela A8 -	Seletividade para o galactitol nas diferentes concentrações.....	63
Tabela A9 -	Análise da solução filtrada ao final da reação.....	63

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Absorbância
AAS	Espectrometria por absorção atômica
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
atm	Pressão atmosférica
°C	Graus Celsius
CCA	Cinza da casca de arroz
CaO	Óxido de cálcio
CLAE	Cromatografia líquida de alta eficiência
cm	Centímetro
DRX	Difração de raios-X
Fe ₂ O ₃	Óxido de ferro III
g	Gramas
K ₂ O	Óxido de potássio
kV	Quilovolt
L	Litros
mA	MiliAmpère
MgO	Óxido de magnésio
min	Minutos
mol	Mols
Na ₂ O	Óxido de sódio
Ni	Níquel
Ni ⁺	Íon de níquel
rpm	Rotações por minuto
Ru	Rutênio
Ru ⁺	Íon de rutênio
S	Seletividade
SiO ₂	Dióxido de silício
pH	Potencial hidrogênico
psi	Libra-força por polegada quadrada
C	Conversão
%	Porcentagem
°	Grau
λ	Comprimento da onda
θ	Ângulo de difração

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	18
2.1	CINZA DA CASCA DE ARROZ.....	18
2.1.1	Aplicação da Cinza da Casca de Arroz.....	19
2.1.2	Catalisador Suportado em Cinza da Casca de Arroz.....	20
2.2	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DO CATALISADOR.....	21
2.2.1	Análise por Absorção Atômica (AAS).....	21
2.2.2	Difração de Raio-X (DRX).....	23
2.3	LACTOSE COMO MATÉRIA-PRIMA NA PRODUÇÃO DE LACTITOL...	25
2.3.1	Produção de Lactitol.....	26
2.3.2	Formação de Subprodutos.....	27
2.4	PROPRIEDADES CATALÍTICAS DO NÍQUEL E DO RUTÊNIO EM PROCESSOS DE HIDROGRANAÇÃO.....	28
2.5	ESTUDO DE SOLUÇÕES POR MEIO DA CROMATOGRAFIA.....	29
2.5.1	Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE).....	30
3	METODOLOGIA.....	32
3.1	PREPARAÇÃO DOS CATALISADORES.....	32
3.1.1	Preparação do Suporte Catalítico.....	32
3.1.2	Impregnação Via Úmida do Níquel.....	32
3.1.3	Impregnação e Redução do Rutênio.....	34
3.2	CARACTERIZAÇÃO DOS CATALISADORES.....	35
3.2.1	Espectrometria de Absorção Atômica (AAS).....	36
3.2.2	Difratometria de Raios X (DRX).....	36
3.3	MONITORAMENTO DA REAÇÃO DE HIDROGENAÇÃO DA LACTOSE.....	36
3.4	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	37
3.4.1	Preparação do Padrão Interno D-Manitol.....	38
3.4.2	Curva de Calibração.....	38
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	40
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS CATALISADORES.....	41
4.1.1	Nível de Adsorção do Níquel pela CCA.....	41

4.1.2	Análise de DRX.....	42
4.2	HIDROGENAÇÃO DA LACTOSE.....	43
4.2.1	Comparação entre Catalisadores com Diferentes Teores de Ni.....	44
4.2.2	Conversão da Lactose.....	46
4.2.3	Seletividade para Lactitol.....	58
4.2.4	Rendimento de Lactitol.....	51
4.2.5	Mecanismo da Reação.....	51
4.2.6	Lixiviação do Metal Ativo.....	52
5	CONCLUSÃO.....	54
	REFERÊNCIAS.....	55
	APÊNDICE A – DADOS DE AAS, DRX E DAS REAÇÕES.....	61
	APÊNDICE B – CURVAS DE CALIBRAÇÃO.....	64

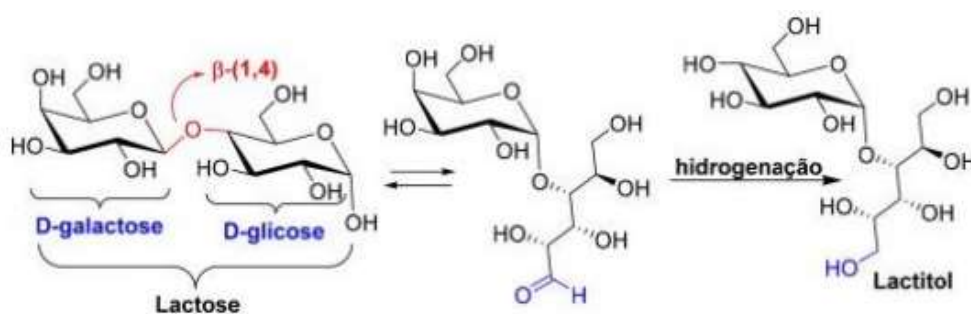
1 INTRODUÇÃO

A crescente demanda por produtos derivados do leite, como a proteína do soro do leite (*whey protein*), utilizados tanto como ingredientes em alimentos industrializados quanto como suplementos alimentares, tem impulsionado significativamente a produção global desses insumos. Esse aumento na produção, por sua vez, levou a um crescimento considerável da quantidade de lactose gerada como subproduto. Entretanto, a disponibilidade crescente desse dissacarídeo não é acompanhada por uma demanda proporcional no mercado consumidor, o que contribui para a redução do seu valor comercial (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

A lactose é um dissacarídeo redutor constituído por dois monossacarídeos distintos, a D-glicose e a D-galactose, unidos por uma ligação glicosídica $\beta(1\rightarrow4)$. Por ser um açúcar específico de difícil aproveitamento direto, sobretudo diante da alta prevalência de intolerância à lactose – condição na qual o organismo não produz quantidades suficientes da enzima lactase para digerir-la – torna-se estratégico para a indústria buscar formas alternativas de aproveitamento desse composto (Forezi et al., 2022).

Nesse contexto, destaca-se o lactitol, um poliál obtido pela hidrogenação da lactose. Por não exigir a presença da enzima lactase para digestão e apresentar baixo valor calórico, possui ampla aplicação industrial. Sua obtenção requer condições reacionais cuidadosamente controladas para evitar a formação de subprodutos indesejados. Como ilustrado na Figura 1, a reação consiste na redução do grupo aldeído da unidade de glicose presente na lactose, originando um composto mais estável e funcional, utilizado como adoçante e agente prebiótico (Martínez-Monteagudo; Enteshari; Metzger, 2019). Devido a essas características, o lactitol é empregado em diversos produtos destinados a dietas restritivas, como doces, chocolates, gomas de mascar e sobremesas (Zhang et al., 2020).

Figura 1 – Obtenção de lactitol a partir da hidrogenação da lactose.

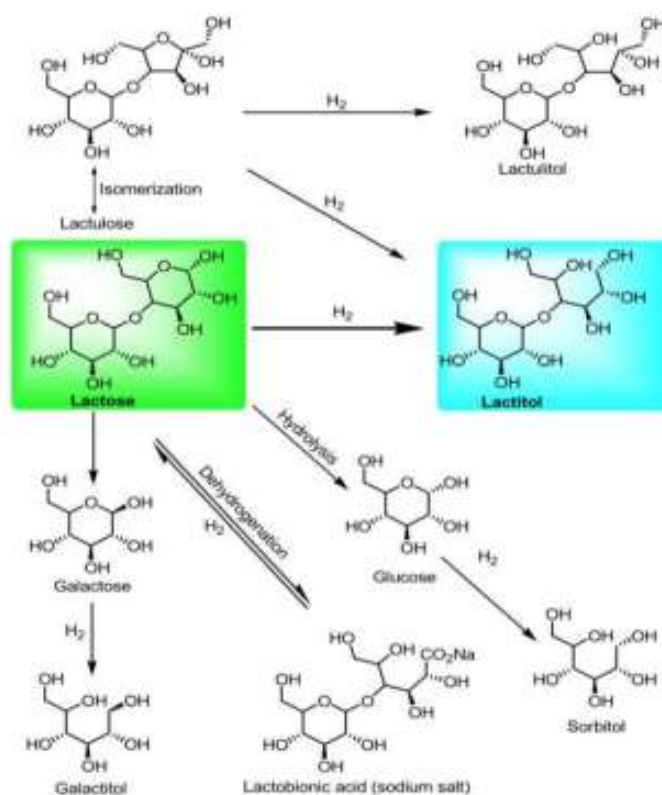


Fonte: Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019.

Além de seu valor na indústria alimentícia, o lactitol também apresenta interesse farmacêutico por seu potencial como prebiótico, estimulando o crescimento de bactérias benéficas no trato gastrointestinal, como *Bifidobacterium* e *Lactobacillus* (Ramos-Ramos *et al.*, 2020). Isso amplia as possibilidades de uso do composto em produtos funcionais e nutracêuticos, agregando valor à cadeia produtiva da lactose. Diante dessas vantagens, a busca por rotas mais sustentáveis e eficientes de produção do lactitol tem ganhado relevância científica e tecnológica.

A reação de hidrogenação da lactose pode ser conduzida por diversos catalisadores metálicos, com destaque para o níquel (Ni), o rutênio (Ru) e o paládio (Pd). Estudos apontam que catalisadores bimetálicos, especialmente à base de níquel e rutênio, apresentam excelente desempenho em termos de seletividade e atividade catalítica. Em particular, Mishra *et al.* (2018) reportaram que catalisadores de Ni-Ru suportados em dióxido de titânio atingiram 99,4% de seletividade na produção de lactitol. O mecanismo da reação completa, com possíveis produtos secundários, é ilustrada na Figura 2.

Figura 2 - Reação de hidrogenação da lactose em solução aquosa e os subprodutos.



Fonte: Mishra *et al.*, 2018.

Dentre os critérios para um catalisador ideal, destacam-se: alta atividade, seletividade, estabilidade, vida útil prolongada e possibilidade de regeneração. Para cumprir esses requisitos, os metais ativos devem ser ancorados em suportes adequados, que influenciem tanto a dispersão quanto a estabilidade dos sítios catalíticos. Tradicionalmente, suportes como alumina e carvão ativado são amplamente utilizados, mas há um crescente interesse na utilização de materiais alternativos, como resíduos agroindustriais, para promover uma abordagem mais sustentável e alinhada aos princípios da economia circular (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

Entre os resíduos com potencial de aproveitamento, a cinza da casca de arroz (CCA) destaca-se por sua elevada concentração de sílica amorfa. No Brasil, a produção de arroz gera grandes volumes de cascas, sobretudo no estado do Rio Grande do Sul, responsável por cerca de 70% da produção nacional, que em 2022 foi de aproximadamente 10,6 milhões de toneladas (CONAB, 2022). A pirólise ou gaseificação dessas cascas para geração de energia resulta na formação de CCA, cujo descarte inadequado pode causar impactos ambientais significativos, como a contaminação do solo e da água, poluição atmosférica pelo material particulado em suspensão e acúmulo em aterros (Pode, 2016).

Contudo, a cinza da casca de arroz pode ser convertida em suporte catalítico de alta eficiência. A sílica presente nesse resíduo pode ser extraída ou utilizada diretamente na forma de cinza, sendo apta para aplicação na síntese de catalisadores heterogêneos (Zanoteli; Freitas; Silva, 2014). A possibilidade de utilização da CCA como suporte representa uma solução de duplo benefício: a mitigação de passivos ambientais associados ao descarte inadequado e a valorização de um resíduo abundante, ao mesmo tempo em que contribui para a viabilidade econômica e ecológica da produção de lactitol.

O emprego de catalisadores à base de rutênio ou níquel suportados em CCA pode, portanto, representar uma estratégia promissora para o desenvolvimento de rotas sustentáveis na produção de lactitol. Além de atender às demandas da indústria alimentícia e farmacêutica por adoçantes de baixo índice glicêmico e propriedades funcionais, essa abordagem se insere dentro de um escopo mais amplo de aproveitamento integral de resíduos, agregando valor a compostos subutilizados como a lactose, ao mesmo tempo em que contribui para a inovação em processos catalíticos sustentáveis (An *et al.*, 2010).

Neste contexto, o presente trabalho objetivou avaliar o processo de deposição do níquel e rutênio na superfície da cinza da casca de arroz (CCA) visando a transformação da lactose em produto de maior valor agregado, por meio de sua hidrogenação catalítica. Com os seguintes objetivos específicos:

- Realizou a preparação de catalisador a base de níquel e rutênio suportados em cinza da casca de arroz, por via impregnação úmida;
- Realizou a caracterização do catalisador preparado por meio de técnicas de espectroscopia por absorção atômica (AAS) e difração de raios-X (DRX);
- Realizou ensaios de eficiência e seletividade do catalisador por meio de reações de hidrogenação da lactose para produção de lactitol em diferentes concentrações de níquel no catalisador.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 CINZA DA CASCA DE ARROZ

A composição da casca de arroz influencia diretamente as propriedades e aplicações da cinza (CCA). O elevado teor de sílica amorfa garante alta área superficial e reatividade, favorecendo usos como suporte catalítico, adsorvente e matéria-prima para sílicas. A casca é composta por uma matriz orgânica formada principalmente por celulose, hemicelulose e lignina, associada a uma fração inorgânica rica em sílica, além de apresentar outros óxidos em menor proporção (Mirmohamadsadeghi; Karimi, 2020).

Essas características físico-químicas tornam a CCA um material de interesse para diversas aplicações industriais. De acordo com Silva *et al.* (2021), a sílica (SiO_2) pode representar até 20% do peso total da casca, sendo este o principal constituinte inorgânico da cinza após processos de combustão controlada. Além da sílica, são frequentemente encontrados óxidos de potássio (K_2O), cálcio (CaO), magnésio (MgO) e alumínio (Al_2O_3), os quais possuem aplicabilidade em setores como a indústria cerâmica, de cimento e de catalisadores (Ullal; Shivaramu; Aveen, 2022).

Portanto, é essencial a caracterização detalhada da composição química da cinza, permitindo identificar sua viabilidade como suporte catalítico. A Tabela 1 apresenta os dados de composição da cinza da casca de arroz conforme identificado em diferentes estudos, evidenciando a predominância de sílica e a presença de outros óxidos com potencial funcional.

Tabela 1 - Composição da cinza da casca de arroz de acordo com estudos.

Autores	Composição de óxido em % (massa)								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO ₂	MgO	P ₂ O ₅
Park <i>et al.</i> (2025)	92,92	0,11	0,10	0,22	2,14	0,99	0,114	0,24	0,34
Rukzon et al. (2009)	92,0	0,29	0,10	1,28	0,05	2,19	N.I.	0,37	N.I.
Raheem; Kareem (2017)	81,14	1,34	1,27	1,21	0,14	2,09	N.I.	1,96	6,44
Vaghan <i>et al.</i> (2013)	97,90	0,002	0,16	0,27	0,18	0,18	N.I.	0,09	0,13
Ferreira (2013)	89,68	0,23	0,16	0,63	0,11	0,33	N.I.	0,38	0,52

*N.I. – Não Informado.

Fonte: Adaptado de Lopes, 2022.

2.1.1 Aplicação da Cinza da Casca de Arroz

Uma das principais utilizações relatadas na literatura é a sua aplicação na geração de energia térmica, especialmente em usinas de pequeno porte. A queima controlada da casca de arroz tem se mostrado uma alternativa viável à substituição de combustíveis fósseis, como o biodiesel, por apresentar boa eficiência energética e disponibilidade abundante em regiões produtoras de arroz (Quispe; Navia; Kahhat, 2017).

No âmbito ambiental, a CCA tem sido amplamente estudada como adsorvente em processos de tratamento de efluentes líquidos, destacando-se pela sua eficácia na remoção de corantes sintéticos como azul de metileno, vermelho do Congo e índigo-carmim, bem como na adsorção de pesticidas, compostos orgânicos, ânions e metais pesados (Ahmaruzzaman; Gupta, 2011; Syuhadah; Rohasliney, 2012; Shamsollahi; Partovinia, 2019).

A presença de sílica em sua composição confere à CCA elevada afinidade por íons metálicos, tornando-a útil na adsorção de metais pesados como mercúrio (Hg²⁺) e chumbo (Pb²⁺). Os estudos demonstram que variáveis como o pH da solução, o tamanho das partículas do adsorvente e a concentração de eletrólitos interferem diretamente na eficiência do processo (Goodman, 2020).

Também foi comprovada a capacidade da cinza da casca de arroz para remover metais como zinco (Zn²⁺), níquel (Ni²⁺) e cádmio (Cd²⁺) de soluções aquosas, especialmente em condições controladas de pH (próximo a 6), atingindo eficiências de remoção de 35,3%, 27,8% e 23,3%, respectivamente. Esses dados foram descritos com base em um modelo cinético de

adsorção em dois estágios, reforçando o potencial da CCA como bioadsorvente alternativo (Srivastava; Mall; Mishra, 2007).

Adicionalmente, os autores demonstraram que a isoterma de Toth também pode ser aplicada para descrever o comportamento da adsorção dos íons Ni^{2+} , Cd^{2+} e Zn^{2+} , com bom ajuste em diferentes faixas de temperatura. Foi observado um aumento na capacidade adsorptiva com o aumento da temperatura, o que caracteriza o processo como endotérmico, ou seja, favorecido por condições térmicas elevadas (Srivastava; Mall; Mishra, 2007).

A investigação sobre o desempenho adsorptivo da cinza da casca de arroz foi aprofundada por Srivastava, Mall e Mishra (2007), os quais relataram uma capacidade máxima de adsorção para íons de níquel (Ni^{2+}) de aproximadamente 0,2839 mmol/g a uma temperatura de 323 K, modelada a partir da isoterma de Langmuir. Esse modelo indica que a adsorção ocorre em monocamada e com alta afinidade entre o adsorvato e os sítios ativos do adsorvente.

Dessa forma, observa-se que a CCA se apresenta como um material multifuncional, com amplo potencial de uso em processos energéticos, biotecnológicos e ambientais. O reaproveitamento deste resíduo, além de promover benefícios econômicos e tecnológicos, contribui para a mitigação de impactos ambientais associados ao descarte inadequado de subprodutos da agroindústria.

2.1.2 Catalisador Suportado em Cinza da Casca de Arroz

Desde a década de 1990, a utilização da CCA como suporte catalítico tem sido investigada, especialmente em sistemas contendo níquel como metal ativo, dada a compatibilidade da sílica com esse tipo de metal e sua boa estabilidade térmica (Ullual *et al.*, 2022).

Pesquisas pioneiras demonstraram que a CCA pode ser empregada com eficiência como suporte para catalisadores à base de níquel aplicados em reações de metanação de dióxido de carbono (CO_2). Nestes estudos, foram testadas diferentes proporções de níquel, variando de 1 a 30% em massa, e observou-se uma seletividade da reação entre 80 e 90%, o que indica o bom desempenho do catalisador (Chang; Luo; Lin., 1997).

Além da aplicação em processos de metanação, a sílica obtida a partir da cinza da casca de arroz também tem sido avaliada como suporte para catalisadores utilizados em reações de transesterificação, voltadas à produção de biodiesel. Neste contexto, foi desenvolvido um catalisador à base de Li_2SiO_3 (silicato de lítio) suportado na sílica extraída da CCA, que

alcançou uma taxa de conversão de biodiesel de até 99,5%, evidenciando a alta eficiência do catalisador preparado (Chen *et al.*, 2013).

Outro avanço importante é a combinação entre níquel e rutênio em catalisadores bimetalícos suportados em sílica da CCA. Um estudo recente avaliou o desempenho de um catalisador contendo 5% de níquel e 0,8% de rutênio na metanação do CO₂. Os resultados indicaram elevada conversão do gás superior, a 90% na reação de metanação, com excelente seletividade para metano., mostrando-se promissor para futuras aplicações em processos catalíticos sustentáveis (Paviotti; Faroldi; Cornaglia, 2021).

Essas evidências demonstram que a CCA, rica em sílica amorfa, não apenas representa uma alternativa sustentável de reaproveitamento de resíduos agroindustriais, como também se destaca como um suporte catalítico versátil e eficiente para diferentes tipos de reações químicas de interesse industrial.

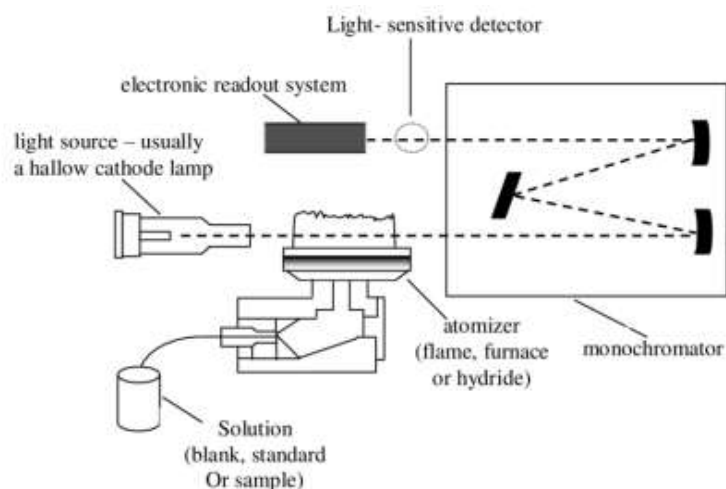
2.2 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DO CATALISADOR

2.2.1 Análise por Absorção Atômica (AAS)

A espectrometria de absorção atômica (AAS) é uma técnica amplamente aplicada na análise quantitativa e qualitativa de metais, semimetais e determinados elementos não metálicos (Ferreira *et al.*, 2017). Essa metodologia baseia-se na excitação da amostra por meio de radiação eletromagnética, que provoca a absorção de fótons pelos átomos presentes. A radiação absorvida é então mensurada pelo equipamento, permitindo identificar o elemento em análise (García; Baéz, 2012).

Quando excitados, os átomos da amostra transitam para estados eletrônicos superiores, caracterizando o processo de absorção. Esse fenômeno possibilita a obtenção de espectros de absorção específicos para cada elemento químico. Assim, a transição entre diferentes níveis de energia origina sinais únicos, os quais são utilizados para determinar a concentração da espécie na amostra por meio do espectro correspondente (Atkins; Jones; Laverman, 2018). A configuração básica de um espectrômetro de absorção atômica pode ser visualizada na Figura 3.

Figura 3 – Esquema de um aparelho de análise por absorção atômica.



Fonte: Faanu; Ephraim; Darko (2011).

O equipamento utilizado na técnica de espectrometria de absorção atômica (AAS) é constituído por diferentes componentes fundamentais que atuam em conjunto para garantir a análise precisa dos elementos químicos. Entre esses elementos, destaca-se a fonte de radiação, comumente representada por uma lâmpada de cátodo oco. Essa lâmpada é composta por um cátodo metálico cilíndrico, geralmente fabricado com o mesmo material do elemento a ser analisado, e por um ânodo de tungstênio, ambos selados no interior do dispositivo (García; Baéz, 2012).

Outro componente essencial é o atomizador, responsável por converter a amostra na fase atômica. No caso de amostras líquidas, o atomizador mais utilizado é o de chama, que utiliza como gases combustíveis o ar, acetileno ou óxidos nitrosos, com o objetivo de produzir uma chama adequada para a atomização (García; Baéz, 2012)

O sistema também conta com um monocromador, cuja função é selecionar e isolar os comprimentos de onda específicos da radiação absorvida pela amostra. Isso pode ser feito por meio de um prisma ótico ou por uma rede de difração, dependendo da configuração do equipamento (García; Baéz, 2012).

Para registrar a radiação transmitida, o equipamento utiliza um detector, que mede a intensidade da luz que atravessa a amostra e converte essa informação em um sinal elétrico. Na maioria das vezes, emprega-se um tubo fotomultiplicador para amplificar esse sinal (García; Baéz, 2012).

Por fim, o processador de sinal realiza a leitura e integração dos dados obtidos, fornecendo a intensidade da absorção em função do comprimento de onda, o que permite a quantificação do elemento em análise (García; Baéz, 2012).

A determinação da absorbância realizada pelo equipamento baseia-se na Lei de Beer-Lambert (Mcnaught; Wilkinson., 1997), expressa na Equação 1.

$$A = \varepsilon . c . l = \log_{10}\left(\frac{I_0}{I}\right) \quad (1)$$

Onde:

- A = absorbância;
- ε = coeficiente de absorção molar ($M^{-1}cm^{-1}$);
- c = concentração molar ($M L^{-1}$);
- l = comprimento do caminho óptico (cm);
- I_0 = intensidade da luz incidente;
- I = intensidade da luz transmitida.

Entre os métodos de atomização utilizados em espectrometria de absorção, a técnica de absorção atômica em chama (FAAS) destaca-se como a mais empregada, devido à sua relativa simplicidade operacional e à capacidade de analisar amostras na forma líquida, apesar de apresentar menor sensibilidade em comparação com outras técnicas disponíveis." (Ferreira *et al.*, 2017).

2.2.2 Difração de Raio-X (DRX)

A difração de raios-X (DRX) é uma técnica analítica amplamente empregada para identificar e caracterizar a estrutura cristalina de materiais sólidos. O método consiste na incidência de feixes de raios X sobre a amostra, sendo registradas as intensidades e os ângulos dos raios refletidos, conforme descrito na Equação 2. O método DRX segue os princípios da equação de Bragg para a medição da intensidade e ângulo de difração dos raios.

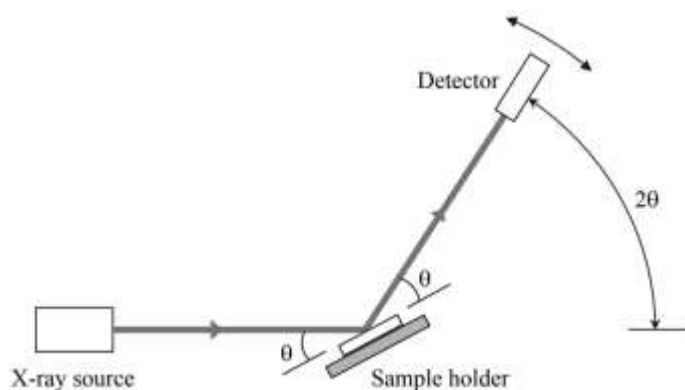
$$\lambda = 2 . d . \sin \theta \quad (2)$$

Onde:

- λ = comprimento de onda (m);
- d = espaçamento entre os ângulos (m);
- θ = ângulo de difração ($^{\circ}$).

A análise por DRX, comumente, é conduzida por meio da medição do ângulo 2θ , o qual corresponde à diferença angular entre o feixe incidente e o difratado (Lee, 2017). Nesse processo, um feixe colimado de raios X é direcionado à amostra, que é posicionada sobre uma plataforma ajustável, permitindo a variação do ângulo de incidência conforme necessário para a análise. Conforme ilustrado na Figura 4, o detector registra a intensidade dos raios X difratados, enquanto o difratômetro mede com precisão o ângulo 2θ , permitindo a identificação das fases cristalinas presentes no material.

Figura 4 – Elementos constituintes de um difratômetro.



Fonte – Lee (2017).

A cristalografia por difração de raios X (DRX) permite a identificação do arranjo atômico em estruturas cristalinas. A partir dos ângulos de difração registrados no difratograma, é possível construir um modelo tridimensional da distribuição eletrônica na rede cristalina. Essa representação possibilita determinar com precisão a posição dos átomos, suas ligações químicas e o grau de ordem ou desordem estrutural do material (Lee, 2017).

No contexto da catálise heterogênea, análises de DRX aplicadas a catalisadores de níquel suportados em cinza da casca de arroz (CCA) evidenciaram que o aumento do teor de níquel leva a um crescimento na intensidade dos picos de difração, sugerindo a formação de cristais metálicos maiores com o incremento da carga metálica (Zanotelli; Freitas; Silva, 2014).

Esses resultados indicam que, em concentrações mais baixas, o níquel tende a se dispersar de maneira homogênea sobre a superfície do suporte. Contudo, com o aumento da concentração mássica do metal, observa-se a formação de aglomerados de níquel metálico, o que pode comprometer a área superficial ativa disponível para reação (Tsay; Chang, 2000). Essa agregação reduz a dispersão do metal, o que pode diminuir a seletividade do catalisador e afetar negativamente sua atividade catalítica, além de impactar na estabilidade ao longo do tempo devido à sinterização dos aglomerados (Kuusisto *et al.*, 2006).

Portanto, o controle da carga metálica e a otimização da dispersão do níquel sobre o suporte são aspectos essenciais para garantir alta seletividade e durabilidade dos catalisadores utilizados na hidrogenação da lactose, visando processos mais eficientes e sustentáveis (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

2.3 LACTOSE COMO MATÉRIA-PRIMA NA PRODUÇÃO DE LACTITOL

A lactose é um dissacarídeo formado pela união dos monossacarídeos glicose e galactose por meio de uma ligação glicosídica (Bruce, 2017).

O lactitol, derivado da lactose, destaca-se como um adoçante de baixo valor calórico, com amplo potencial de uso na indústria alimentícia. A hidrogenação catalítica da lactose é normalmente realizada em um sistema trifásico, no qual a lactose está em solução (fase líquida), o hidrogênio constitui a fase gasosa e o catalisador representa a fase sólida (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

Na indústria, o lactitol possui diversas aplicações, atuando como laxante, surfactante, emulsificante e adoçante em alimentos dietéticos. Além disso, é utilizado na fabricação de polímeros e hidrogéis (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

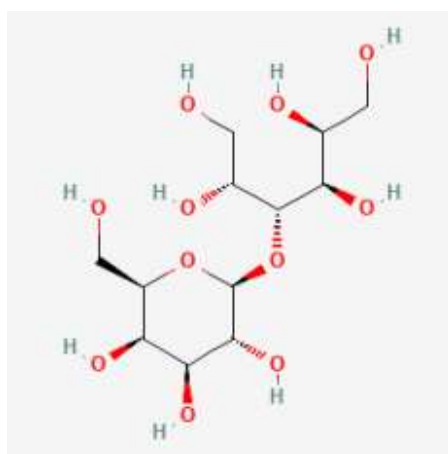
Entre os catalisadores utilizados para a hidrogenação da lactose, destacam-se três grupos principais: os à base de níquel, os à base de rutênio e os que envolvem outros metais (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019). Na década de 1920, foi desenvolvida a técnica para fabricação dos catalisadores de Raney-Níquel, que consiste na impregnação de níquel em uma matriz metálica inativa, geralmente alumínio, seguida da lixiviação desta para obtenção de uma estrutura pulverulenta com alta área superficial (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019). Apesar da eficiência desses catalisadores, eles apresentam limitações para uso prolongado, como sinterização — que reduz a área ativa — e lixiviação do níquel, comprometendo a estabilidade e vida útil do catalisador (Kuusisto *et al.*, 2006).

Já os catalisadores à base de rutênio são amplamente utilizados, apresentando maior diversidade de suportes, incluindo carvão ativado e sílica, esta última relacionada diretamente à cinza da casca do arroz (CCA). Esses catalisadores destacam-se por sua elevada seletividade, alcançando até 98% quando suportados em carvão ativado e cerca de 80% em sílica (Kuusisto *et al.*, 2008). Estudos indicam que catalisadores contendo 5% de rutênio suportados em carvão ativado apresentam melhores índices de conversão e seletividade na hidrogenação da lactose, em comparação aos suportados em sílica, principal componente da CCA (Kuusisto *et al.*, 2008).

2.3.1 Produção de Lactitol

A hidrogenação da lactose é uma das principais rotas para sua valorização industrial. Trata-se de um processo catalítico que ocorre tipicamente em três fases: uma fase líquida, composta por uma solução aquosa de lactose (geralmente entre 30% e 40%); uma fase gasosa, representada pelo hidrogênio; e uma fase sólida, correspondente ao catalisador metálico, frequentemente à base de níquel ou rutênio (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019). O produto gerado, o lactitol (4-O- β -D-galactopiranosil-D-glucitol), é um poliálcool obtido pela hidrogenação do grupo carbonila da glicose, resultando em um composto que mantém a galactose e converte a glicose em sorbitol (Martínez-Monteagudo, 2019). A estrutura química do lactitol, caracterizada por grupos hidroxila (-OH), está ilustrada na Figura 5.

Figura 5 – Molécula de lactitol.



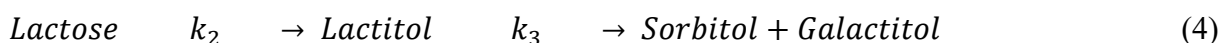
Fonte: Adaptado de Zhang *et al.*, 2020.

O processo de obtenção pode ser realizado em reatores pressurizados, como autoclaves, sob temperatura de aproximadamente 100°C e pressão de 40 bar, na presença de

catalisadores de níquel. Após a reação, a mistura é filtrada e purificada, sendo submetida a um processo de cristalização para obtenção do produto final (Ribeiro Neto, 2020).

Além de seu uso como adoçante em produtos dietéticos e para diabéticos, o lactitol também apresenta aplicações como laxante, emulsificante, surfactante, e é utilizado na fabricação de polímeros e hidrogéis (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019). Suas propriedades físico-químicas, como alta solubilidade em água e estabilidade térmica, tornam-no especialmente atrativo para a indústria alimentícia.

A reação de hidrogenação da lactose, representada na Figura 1, consiste na adição direta de hidrogênio ao oxigênio da molécula de lactose, formando o lactitol como principal produto (Mishra *et al.*, 2018; Zhang *et al.*, 2020). O modelo cinético clássico proposto por Kuusisto *et al.* (2008) assume que a formação do lactitol é governada pela decomposição direta da lactose, conforme descrito na Equação 3.



Estudos mais recentes, entretanto, indicam que o lactitol não é o único produto da reação. Em determinadas condições, pode ocorrer a hidrólise do lactitol, originando sorbitol e galactitol, como demonstrado na Equação 4 (Doluda *et al.*, 2013). Esse tipo de comportamento reforça a importância da escolha adequada de catalisadores e condições reacionais que favoreçam a seletividade para o lactitol, minimizando a formação de subprodutos.

2.3.2 Formação de Subprodutos

A formação de subprodutos durante a hidrogenação da lactose está diretamente relacionada à seletividade do catalisador empregado e às condições físico-químicas do meio reacional. Conforme ilustrado na Figura 1, diferentes caminhos reacionais podem ser seguidos, resultando em compostos além do principal desejado, o lactitol (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

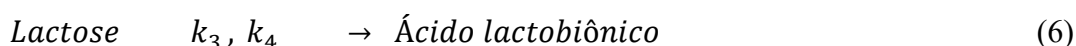
Um desses subprodutos é o lactulitol, um poliol obtido em pequena proporção durante a reação. Sua origem está associada à isomerização da lactose em lactulose, que posteriormente é hidrogenada, originando o lactulitol (Zhang *et al.*, 2020; Cheng; Martínez-Monteagudo,

2019). Além disso, o lactulitol pode sofrer hidrólise, resultando nos compostos sorbitol e galactose.

Os poliálcoois sorbitol e galactitol também podem ser formados de maneira independente, a partir da hidrólise direta da lactose em glicose e galactose, seguida da hidrogenação destes monossacarídeos (Mishra *et al.*, 2018). A presença desses compostos é comum quando a reação não está sob controle estrito, especialmente em termos de temperatura, pH e tempo de reação.

Outro subproduto de interesse é o ácido lactobiônico, gerado por um processo de oxirredução envolvendo simultaneamente as reações de desidrogenação e hidrogenação da lactose. Esse composto é constituído pela união entre uma molécula de ácido glucônico e uma de galactose (Mishra *et al.*, 2018). Além da rota química, o ácido lactobiônico também pode ser obtido por vias enzimáticas microbianas, o que amplia seu potencial de aplicação na indústria farmacêutica e alimentícia (Cardoso *et al.*, 2019).

Estudos cinéticos reforçam que a formação desses subprodutos segue diferentes caminhos reacionais. Enquanto sorbitol e galactitol têm sua geração relacionada à transformação do lactitol, os compostos lactulitol e ácido lactobiônico derivam majoritariamente da degradação da lactose. As reações que ilustram essas rotas estão representadas nas Equações 5 e 6 (Doluda *et al.*, 2013).



2.4 PROPRIEDADES CATALÍTICAS DO NÍQUEL E DO RUTÊNIO EM PROCESSOS DE HIDROGENAÇÃO

Dentre os metais de transição utilizados como catalisadores heterogêneos, o níquel (Ni) e o rutênio (Ru) destacam-se pelo alto desempenho em reações de hidrogenação, incluindo a conversão da lactose em lactitol. A escolha entre esses metais depende de critérios como custo, disponibilidade, seletividade e estabilidade sob as condições de reação (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

O níquel é empregado na indústria química por seu baixo custo e boa atividade catalítica. Em reações de hidrogenação, especialmente na produção de álcoois de açúcar, o níquel tem mostrado alta eficiência em meio aquoso e sob temperaturas e pressões moderadas. Catalisadores à base de níquel, como o Raney-Ni, são frequentemente preparados por lixiviação de uma matriz de alumínio contendo níquel, gerando uma estrutura altamente porosa e ativa (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019). Contudo, o níquel pode apresentar limitações, como sinterização - a aglomeração de partículas metálicas sob altas temperaturas - e lixiviação do metal ativo, o que reduz a vida útil do catalisador e pode contaminar o produto final (Kuusisto *et al.*, 2006).

O rutênio, por sua vez, pertence ao grupo dos metais nobres e apresenta maior atividade específica e seletividade em diversas reações de hidrogenação, mesmo em concentrações muito baixas. Um diferencial do rutênio é sua elevada capacidade de adsorção de hidrogênio, o que o torna especialmente eficaz em processos que envolvem substratos oxigenados, como os carboidratos. Estudos demonstram que catalisadores contendo rutênio apresentam seletividades superiores a 90% na hidrogenação da lactose, com taxas de conversão elevadas (Kuusisto *et al.*, 2008). Além disso, o rutênio mostra-se menos suscetível à desativação por sinterização, conferindo maior estabilidade operacional ao catalisador (Doluda *et al.*, 2013).

Em aplicações práticas, a combinação de rutênio com outros metais, como o níquel, pode resultar em efeitos sinérgicos, promovendo catalisadores bimetálicos com desempenho superior àqueles com apenas um metal ativo. Essa sinergia tem sido investigada em diferentes reações, inclusive na metanação de CO₂ (Paviotti *et al.* 2021), e pode ser estendida à produção de lactitol a partir de lactose - especialmente com o uso de suportes alternativos e sustentáveis, como a cinza da casca do arroz (Cheng; Martínez-Monteagudo, 2019).

2.5 ESTUDO DE SOLUÇÕES POR MEIO DA CROMATOGRAFIA

A cromatografia é uma técnica analítica de separação baseada nas diferentes polaridades e afinidades dos componentes de uma mistura em relação à fase estacionária empregada. A separação ocorre devido às distintas velocidades de migração dos solutos, determinadas por suas interações químicas com a fase estacionária e com a fase móvel (Skoog *et al.*, 2014).

A fase estacionária pode ser classificada como planar ou em coluna. Na cromatografia em coluna, essa fase é disposta dentro de um tubo cilíndrico, enquanto a fase móvel, que pode ser líquida, gasosa ou um fluido supercrítico, escoar através da coluna, seja por gravidade ou por aplicação de pressão. Durante esse processo, os componentes da amostra são transportados ao longo da coluna em velocidades distintas, promovendo a separação (Skoog *et al.*, 2014).

Um dos métodos mais utilizados nessa modalidade é a eluição, que consiste na remoção seletiva dos solutos por meio do fluxo da fase móvel. O solvente utilizado para promover essa separação é chamado de eluente, e a fase que sai da extremidade da coluna contendo os compostos separados é denominada eluato (Skoog *et al.*, 2014).

2.5.1 Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE)

A Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE), também conhecida como HPLC (High Performance Liquid Chromatography), é uma técnica de eluição amplamente empregada para identificar e quantificar componentes presentes em misturas complexas. Nessa metodologia, utiliza-se uma fase móvel líquida – composta pela amostra contendo os solutos a serem separados – e uma fase estacionária que pode variar conforme a aplicação, sendo classificadas como: cromatografia líquido-líquido, cromatografia de troca iônica, cromatografia líquido-sólido, cromatografia por exclusão, cromatografia quiral ou cromatografia por afinidade (Skoog *et al.*, 2014).

Para promover o escoamento da fase móvel através da coluna cromatográfica, aplica-se pressão elevada sobre o sistema. As colunas geralmente contêm partículas de enchimento com diâmetros entre 3 e 10 μm , frequentemente à base de sílica. Essa sílica funciona como suporte físico para a fase estacionária, que costuma ser composta por compostos orgânicos covalentemente ligados à sua superfície (Skoog *et al.*, 2014).

No caso da cromatografia líquido-líquido, é essencial que a fase estacionária e a fase móvel sejam imiscíveis entre si. Quando se utiliza uma fase estacionária polar com uma fase móvel apolar, está-se diante de uma configuração de fase normal. Já quando ocorre o inverso, fase estacionária apolar e fase móvel polar, caracteriza-se uma cromatografia de fase reversa (Skoog *et al.*, 2014).

Essa técnica apresenta vasta aplicação na indústria alimentícia, sendo utilizada na análise de diversos componentes como adoçantes, antioxidantes, aflatoxinas, aditivos alimentares e outros compostos orgânicos. Por isso, a CLAE mostra-se especialmente recomendada para a análise dos produtos derivados da hidrogenação da lactose, como o lactitol e seus possíveis subprodutos (Skoog *et al.*, 2014).

3 METODOLOGIA

As etapas experimentais foram conduzidas no Laboratório de Processos Catalíticos, vinculado ao Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco, seguindo os procedimentos a seguir.

3.1 PREPARAÇÃO DOS CATALISADORES

3.1.1 Preparação do Suporte Catalítico

A preparação dos catalisadores foi realizada a partir de cinzas da casca de arroz, previamente moídas e, posteriormente, submetidas à classificação granulométrica por meio de peneiras Taylor com mesh entre 80 e 100, resultando em partículas com tamanho médio de 75 μm .

3.1.2 Impregnação Via Úmida do Níquel

Foram preparadas três soluções de nitrato de níquel $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (Vetec, 97% de pureza), cada uma diluída em 200 mL de água destilada, liberando íons Ni^{2+} e NO_3^- na solução aquosa. Esses íons interagem com os grupos funcionais presentes na superfície do suporte, como hidroxilas, silanóis e grupos ácidos, permitindo a adsorção dos íons metálicos (Niemeyer *et al.*, 2020; Bartholomew; Farrelly, 2011).

A massa de sal utilizada foi calculada de modo que a concentração de níquel em 20 g de catalisador final correspondesse a 10% (m/m), 5% (m/m) e 2,5% (m/m), conforme apresentado na Tabela 2.

Tabela 2 – Quantidade do sal de níquel nos catalisadores.

Catalisador	[Ni] (m/m)	Massa do sal de níquel (g)
1	10%	9,91
2	5%	4,95
3	2,5%	2,18

Fonte: A autora (2025).

As soluções obtidas foram transferidas para Erlenmeyers de 250 mL com tampa, nos quais foram adicionados 20 g do suporte de cinza da casca de arroz (CCA). A mistura

permaneceu sob agitação branda e contínua utilizando agitador magnético por um período de 72 horas.

Após o processo de impregnação, a mistura foi submetida à filtração a vácuo para separação do material sólido, o qual foi então colocado em estufa a 60°C por um período de 24 horas para secagem. Após esse tempo, o material foi retirado da estufa e mantido em dessecador até atingir a temperatura ambiente.

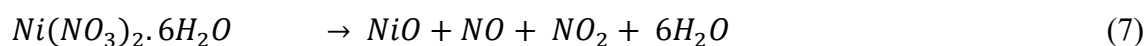
Após a secagem do material sólido, foi realizada a etapa de calcinação para converter o sal impregnado em níquel metálico sobre a superfície da cinza da casca de arroz (CCA). Esse procedimento foi conduzido em um reator tubular de cerâmica acoplado a um forno (LINDBERG/BUE, modelo TF55030C, Figura 6), sob atmosfera inerte de nitrogênio, com fluxo contínuo de aproximadamente 50 mL·min⁻¹.

Figura 6 – Reator tubular de cerâmica.



Fonte: A autora, 2025.

A temperatura foi mantida em 500°C durante um período de 4 horas. Durante este processo, ocorre a reação descrita na Equação 7, formando óxido de níquel.



Tratando-se de um catalisador bimetálico, os catalisadores preparados seguem para uma segunda impregnação.

3.1.3 Impregnação e Redução do Rutênio

Foram preparadas três soluções contendo sal de rutênio, $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99% de pureza), dissolvido em 200 mL de água destilada. A massa de sal utilizada foi calculada de modo que, após o processo de calcinação previamente realizado, a concentração final de rutênio no catalisador resultasse em 1% (m/m), conforme especificado na Tabela 3.

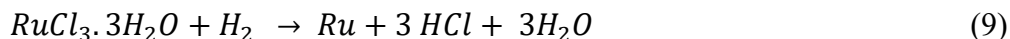
Tabela 3 – Quantidade do sal de rutênio nos catalisadores.		
Catalisador	[Ni] (m/m)	Massa do sal de rutênio (g)
1	10%	0,45
2	5%	0,45
3	2,5%	0,45

Fonte: A autora (2025).

A solução de rutênio foi transferida para um frasco Erlenmeyer de 250 mL com tampa, no qual foram adicionadas 20 g do catalisador Ni/CCA previamente preparado. A mistura permaneceu sob agitação branda e contínua, utilizando agitador magnético, durante 12 horas, favorecendo a impregnação homogênea do sal do rutênio.

Finalizado o processo, a suspensão foi submetida à filtração a vácuo, e o sólido obtido foi colocado em estufa a 60°C por 24 horas para secagem. Após esse período, o material foi transferido para um dessecador, com o objetivo de evitar a absorção de umidade proveniente do ambiente.

Em seguida, com o catalisador completamente seco, procedeu-se à etapa de redução do sal de rutênio à sua forma metálica. A redução foi realizada em um reator tubular de cerâmica acoplado a um forno (LINDBERG/BUE, modelo TF55030C), operando sob fluxo contínuo de gás hidrogênio (aproximadamente $50 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$), a uma temperatura de 500°C durante 4 horas. As reações envolvidas nesse processo de redução estão representadas nas Equações 8, formando níquel, e 9, formando rutênio.



3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS CATALISADORES

Apresentam-se, a seguir, as metodologias empregadas para a caracterização do suporte e dos catalisadores, de acordo com as técnicas analíticas aplicadas.

3.2.1 Espectrometria de Absorção Atômica (AAS)

A espectrometria de absorção atômica foi empregada com o objetivo de quantificar o teor de metais ativos presentes nos catalisadores sintetizados. Para isso, alíquotas de 0,1 g de cada amostra foram pesadas em béqueres utilizando balança analítica de alta precisão. Posteriormente, adicionaram-se 5 mL de ácido nítrico (HNO₃) e 15 mL de ácido clorídrico (HCl), formando uma solução de água régia para promover a solubilização completa dos metais. As misturas foram aquecidas em chapa aquecedora a 100°C por 60 minutos. Após resfriamento, os conteúdos foram transferidos quantitativamente para balões volumétricos de 100 mL, completando-se o volume com água destilada. Esse procedimento foi repetido para cada uma das três amostras de catalisador.

As soluções obtidas foram encaminhadas ao Laboratório de Análises Minerais, Solos e Água (LAMSA) do Departamento de Engenharia Química da UFPE, onde foram analisadas por espectrometria de absorção atômica no equipamento Shimadzu AA-6300.

Para avaliar a lixiviação metálica do processo de hidrogenação catalítica da lactose, o catalisador foi submetido à filtração e posteriormente seco em estufa a 60°C. Amostras da fase líquida filtrada foram coletadas e enviadas ao Laboratório de Análises Minerais, Solos e Água do Departamento de Engenharia Química da UFPE, onde foram quantificadas por espectrometria de absorção atômica utilizando o equipamento Shimadzu AA-6300. Os ensaios foram conduzidos com diluição em duplicata das amostras, conforme prática padrão para evitar saturação do detector (Skoog *et al.*, 2014).

3.2.2 Difractometria de Raios X (DRX)

A Difração de Raios X foi conduzida em uma ampla faixa de ângulos 2θ , variando de 5° a 80° , possibilitando uma identificação das fases cristalinas presentes na amostra do catalisador com 10% de teor de níquel. Os parâmetros de aquisição utilizados, passo de $0,01^\circ$ e tempo de contagem de 2 segundos por ponto. As análises foram realizadas no Laboratório de Tecnologias Limpas (LATECLIM), vinculado ao LITPEG/UFPE.

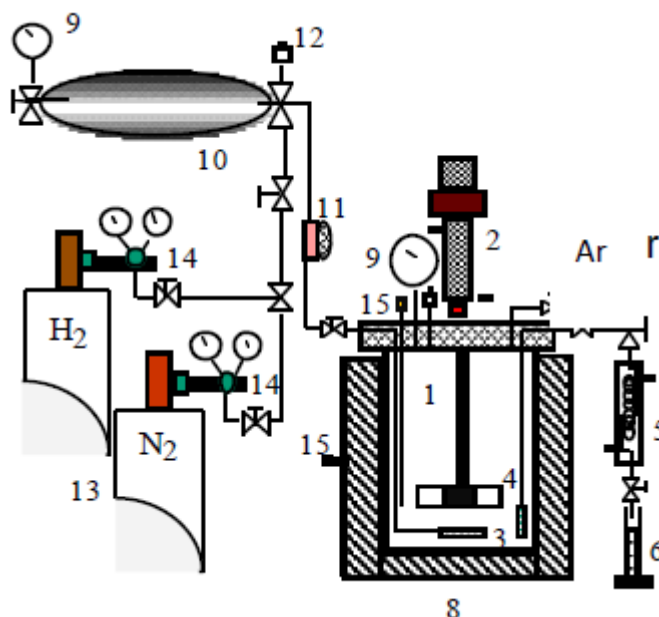
O equipamento utilizado foi o difratômetro Rigaku SmartLab SE, operando a uma tensão de 40 kV e corrente de 30 mA, parâmetros que favorecem uma eficiente excitação dos átomos e a obtenção de difratogramas de alta resolução.

3.3 MONITORAMENTO DA REAÇÃO DE HIDROGENAÇÃO DA LACTOSE

Os catalisadores preparados conforme a metodologia previamente descrita, foram avaliados na reação de hidrogenação da lactose para produção de lactitol. Para isso, utilizou-se um reator trifásico do tipo PARR (Figura 7), modelo 3543, fabricado em aço inoxidável 316, conforme ilustrado na Figura 7, com capacidade total de 1 litro, operando em modo semi-batelada. As soluções de lactose foram preparadas contendo 70 g do soluto em água destilada, sendo adicionados 700 mL dessa solução ao reator junto com 5 g do catalisador.

As reações foram conduzidas sob pressão constante de 500 psi, temperatura mantida em 150°C e duração total de 3 horas, os fatores cinéticos foram definidos a partir do trabalho de Lopes (2022), no qual avaliou a hidrogenação catalítica da lactose em temperaturas diferentes. Durante a primeira hora, amostras foram coletadas a intervalos de 15 minutos; após esse período, as coletas foram realizadas a cada 30 minutos.

Figura 7 – Dispositivo experimental do reator PARR.



Fonte: Silva, 2019.

1. Reator; 2. Agitador mecânico; 3. Difusor poroso; 4. Coletor poroso; 5. Coletor de amostra; 6. Tubo de amostra; 7. Válvula agulha; 8. Isolamento do forno; 9. Manômetro; 10. Reservatório de gás; 11. Válvula reguladora de pressão; 12. Válvulas; 13. Cilindros de gás; 14. Regulador de Pressão; 15. Termopar.

3.4 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A Figura 8 apresenta o sistema utilizado na análise cromatográfica, realizada por meio de detecção por índice de refração (IR). As condições operacionais incluíram uma vazão de $0,8 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ e temperatura constante de $80 \pm 1^\circ\text{C}$. A fase móvel empregada foi água ultrapura do tipo MILLI-Q. O sistema analítico é composto por uma bomba VARIAN ProStar acoplada a uma coluna cromatográfica AMINEX HPX-87P. Essa metodologia possibilitou o monitoramento da conversão da lactose e a identificação dos produtos formados ao longo da reação de hidrogenação.

Figura 8 – Cromatógrafo líquido de alta eficiência (CLAE).



Fonte: A autora, 2025.

3.4.1 Preparação do Padrão Interno D-manitol

Foi calculada a massa necessária para preparar uma solução padrão de D-manitol com concentração de 20 g/L em volume final de 100 mL, resultando em 2,0000 g de soluto. Em seguida, a pesagem do D-manitol foi realizada utilizando uma balança analítica com precisão de quatro casas decimais, após tarar a balança com um vidro de relógio.

O soluto foi transferido quantitativamente para um balão volumétrico de 100 mL, onde foram adicionados aproximadamente 30 mL de água ultrapura, e a mistura foi agitada suavemente até a dissolução completa, auxiliada por um bastão de vidro. Posteriormente, o volume foi completado com água ultrapura até o traço de referência do balão, utilizando pipeta para o ajuste final do menisco. O balão foi então tampado e homogeneizado por inversão suave, repetida 10 vezes para evitar a formação de bolhas.

A solução preparada foi armazenada em frasco limpo sob refrigeração a 4°C e rotulada com identificação da concentração, data de preparo e validade de seis meses.

As amostras retiradas foram diluídas na proporção 1:1 em padrão interno de D-manitol (20 g/L), para posterior análise via cromatografia líquida de alta eficiência. Esse padrão consistiu em um composto inerte, que não reage com os componentes das amostras e apresenta um sinal identificável no cromatograma. Foi empregada uma solução de manitol, com concentração previamente determinada, para a qual foi elaborada uma curva de calibração.

Em cada diluição realizada para análise, foi injetado 1 mL dessa solução padrão. Para a quantificação analítica das amostras, foram construídas curvas de calibração utilizando padrões com concentrações conhecidas de lactose e lactitol. Em seguida, para cada ensaio, calcularam-se a conversão e seletividade, conforme definidos nas Equações 10, 11 e 12, respectivamente.

Para o cálculo conversão:

$$C = 1 - \left(\frac{C_t}{C_0} \times 100\% \right) \quad (10)$$

Onde:

- C = conversão da lactose (%);
- C_t = concentração do reagente no tempo (mol/L);
- C_0 = concentração inicial do reagente (mol/L).

Para o cálculo da seletividade:

$$S = \frac{C_{produto,i}}{C_{0,reagente} - C_{reagente,i}} \times 100\% \quad (11)$$

Onde:

- S = seletividade da reação para lactitol (%);
- $C_{produto,i}$ = concentração do produto desejado em um determinado ponto “i” (mol/L);
- $C_{0,reagente}$ = concentração inicial do reagente (mol/L);
- $C_{reagente,i}$ = concentração do reagente em um determinado ponto “i” (mol/L).

E, para o cálculo do rendimento:

$$R = \frac{C \times S}{100} \quad (12)$$

Onde:

- R = rendimento da produção de lactitol (%);
- C = conversão da lactose (%);
- S = seletividade da reação para lactitol (%).

3.4.2 Curva de Calibração

Para a análise da reação, foram elaboradas curvas de calibração utilizando padrões com concentrações conhecidas de lactose, lactitol, galactitol e sorbitol. A curva de calibração do manitol segue um comportamento linear, conforme Equação 13.

$$C_{P.I.} = f \times S_{P.I.} \quad (13)$$

Onde:

- $C_{P.I.}$ = concentração do padrão interno (mol/L);
- f = coeficiente angular na curva ($mol.L^{-1}.mV^{-1}.s^{-1}$);
- $S_{P.I.}$ = área do pico do padrão interno no cromatograma (mV.s).

Com base na curva de calibração do padrão interno, foram construídas as curvas de calibração dos demais compostos presentes na reação, por meio de relações gráficas. No eixo ‘y’, representa-se a razão entre as concentrações do produto e do padrão interno, enquanto no eixo ‘x’ é plotada a razão entre as áreas correspondentes ao produto e ao padrão interno, conforme descrito na Equação 14.

$$\frac{C_P}{C_{P.I.}} = f^i \times \frac{S_P}{S_{P.I.}} \quad (14)$$

Onde:

- C_P = concentração do produto (mol/L);
- $C_{P.I.}$ = concentração do padrão interno (mol/L);
- f^i = coeficiente angular na curva ($mol.L^{-1}.mV^{-1}.s^{-1}$);
- $S_{P.I.}$ = área do pico do produto no cromatograma (mV.s);
- $S_{P.I.}$ = área do pico padrão interno no cromatograma (mV.s).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir, apresenta-se a análise dos resultados referentes ao desempenho cinético da reação de hidrogenação catalítica da lactose empregando o catalisador desenvolvido, bem como à caracterização do próprio catalisador preparado.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS CATALISADORES

A quantidade de níquel adsorvida pelo suporte do catalisador foi determinada por meio da técnica de espectrometria de absorção atômica. Complementarmente, realizou-se a caracterização estrutural do material utilizando a difração de raio-X (DRX).

4.1.1 Nível de Adsorção de Níquel pela CCA

Os resultados obtidos para cada amostra analisada são apresentados na Tabela 4, indicando a concentração de níquel (em mg/L) e os respectivos valores de absorbância. Os catalisadores avaliados continham concentrações teóricas de 10%, 5% e 2,5% em massa de níquel.

Tabela 4 – Análise da solução de níquel ao final da impregnação.		
Catalisador	[Ni] (m/m)	Concentração de Ni (mg/L)
1	10%	7,2500
2	5%	7,8312
3	2,5%	5,4296

Fonte: A autora, 2025.

Os resultados demonstram que, apesar da variação na concentração nominal de níquel, o teor metálico efetivamente adsorvido pelo suporte nem sempre apresentou uma relação diretamente proporcional à carga inicial de metal adicionada durante a síntese. Tal comportamento pode estar associado à saturação dos sítios ativos do suporte, à eficiência do processo de impregnação ou à redistribuição superficial durante a calcinação, conforme discutido por Fierro (2006) e Rodrigues *et al.* (2018).

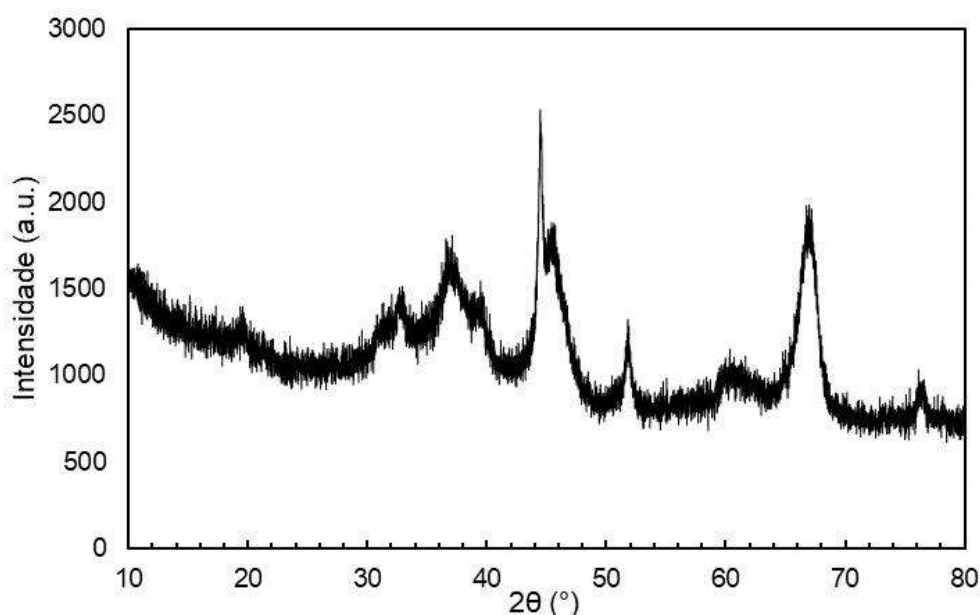
Os valores de concentração aumentaram proporcionalmente até a carga de 5%, porém a amostra com 10% apresentou concentração inferior à de 5%, apesar do teor teórico maior. Esse comportamento pode ser atribuído a limitações na impregnação metálica em altas concentrações, formação de aglomerados no suporte e possível saturação ou perda de metal

durante a síntese e lavagem, fatores que comprometem a eficiência do catalisador, conforme relatado por Bartholomew e Farrauto (2011).

4.1.2 Análise DRX

A Figura 9 apresenta o difratograma obtido a partir da análise de Difração de Raios X (DRX) do catalisador 10% Ni – 1% Ru / CCA. A análise permitiu a identificação das fases cristalinas presentes e forneceu evidências sobre o sucesso do processo de impregnação e posterior tratamento térmico.

Figura 9 – Difratograma do catalisador 10% Ni – 1% Ru / CCA.



Fonte: A autora, 2025.

Os principais picos de difração (2θ) observados estão aproximadamente nas seguintes posições:

- Aproximadamente 20° e 29° : associado à presença de SiO_2 , componente majoritário da cinza utilizada como suporte;
- Aproximadamente 34° , 38° , 53° e 56° : atribuíveis às fases de óxido de níquel (NiO) ou níquel metálico (Ni^0), conforme padrões JCPDS 44-1159 (NiO) e 04-0850 (Ni);

- Aproximadamente 44°, 69°, 75°: correspondem ao níquel metálico (Ni⁰), indicando a presença da fase catalítica ativa;
- Aproximadamente 47°: compatível com fases aluminossilicatadas do suporte;
- Os picos do óxido de rutênio e do rutênio metálico, por serem de difícil visualização em virtude ao seu tamanho, não foram possíveis de identificar na análise do difratograma.

A presença conjunta de NiO e Ni⁰ no material final sugere que o processo de impregnação úmida foi bem-sucedido, uma vez que há evidências claras da incorporação do níquel ao suporte e da posterior transformação parcial do precursor metálico (geralmente nitrato de níquel) em suas formas ativa e suportada após a calcinação. A formação da fase metálica (Ni⁰) é desejada, pois é a espécie responsável pela atividade catalítica em reações de hidrogenação, como a da lactose.

Além disso, a ausência de picos secundários intensos de fases segregadas indica uma boa dispersão do metal sobre o suporte, o que é crucial para aumentar a área superficial de contato e a eficiência catalítica (Rodrigues *et al.*, 2018).

A região entre 15° e 30°, sugere uma fração amorfa considerável no suporte, um comportamento comum em materiais originados de resíduos vegetais ou cinzas. Este aspecto pode ser vantajoso, uma vez que estruturas amorfas favorecem maior ancoragem do metal durante a impregnação (Tavares *et al.*, 2019).

Portanto, a partir dos dados obtidos por DRX, conclui-se que o método de impregnação úmida utilizado foi eficaz na fixação e estabilização do níquel no suporte, formando fases ativas catalíticas. A presença de Ni⁰ comprova a efetiva redução parcial do precursor metálico, condição essencial para o desempenho esperado em reações catalíticas de hidrogenação heterogênea.

4.2 HIDROGENAÇÃO DA LACTOSE

O desempenho do catalisador sintetizado, bem como as condições físico-químicas do meio reacional na hidrogenação catalítica, foram avaliados por meio de análises cromatográficas. A partir dessas análises, foram determinadas as concentrações dos compostos

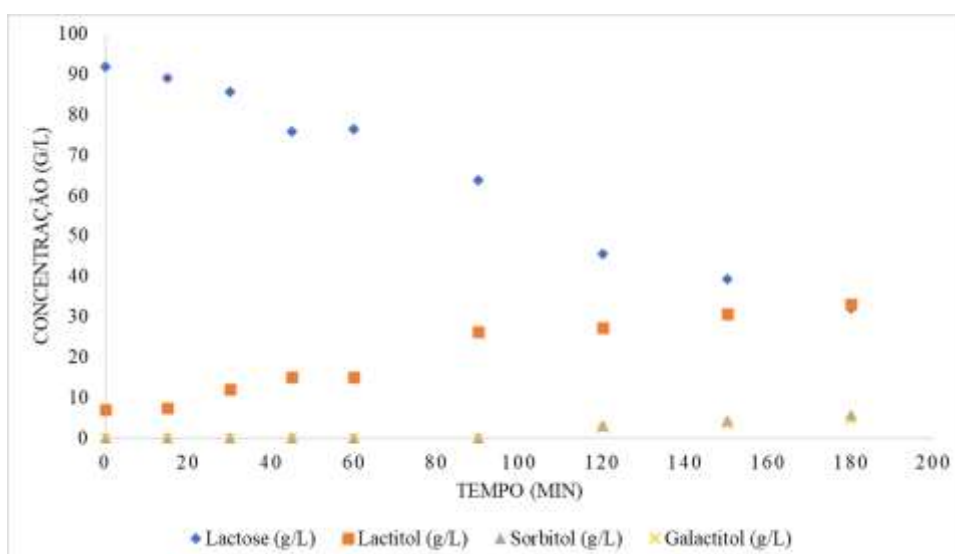
presentes no sistema reacional, além do cálculo das conversões e seletividades das reações envolvidas.

4.2.1 Comparação entre Catalisadores com Diferentes Teores de Ni

A fim de avaliar a influência do teor de níquel na atividade catalítica, foram preparados três catalisadores com concentrações de 10%, 5% e 2,5% de Ni, todos contendo 1% de Ru e suportados em cinza da casca de arroz (CCA). Os resultados das reações de hidrogenação da lactose em meio aquoso estão representados nas Tabelas 6, 7 e 8 (APÊNDICE A – DADOS DE AAS, DRX E DAS REAÇÕES), correspondentes aos catalisadores de 10% Ni, 5% Ni e 2,5% Ni, respectivamente. As Figuras 10, 11 e 12 ilustram graficamente a evolução da concentração dos produtos ao longo do tempo de reação para cada sistema.

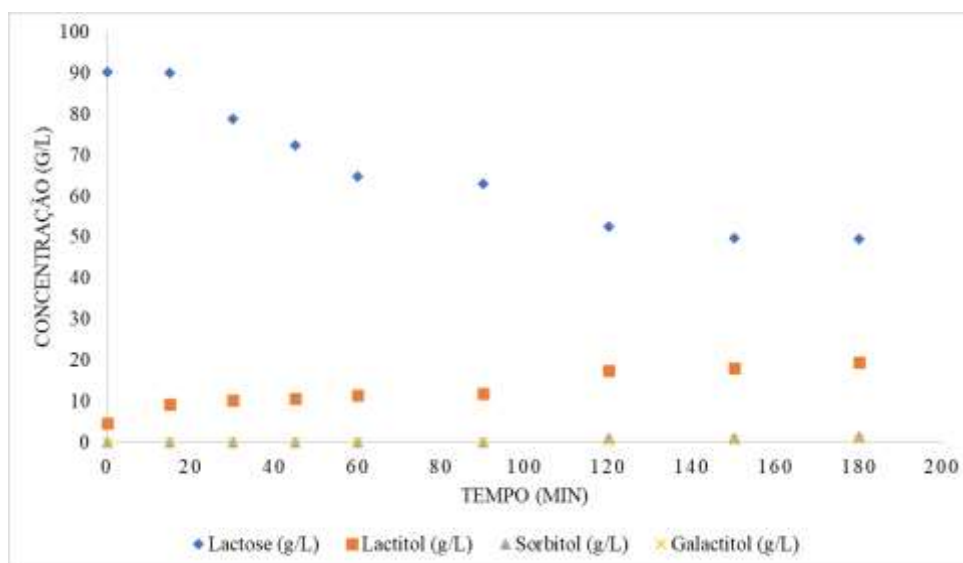
Observa-se, que a evolução cinética do catalisador com teor de níquel em 10% (Figura 10) apresentou melhor desempenho na conversão da lactose e na formação do do lactitol, quando comparado aos demais catalisadores. Ao final de 180 minutos, esse catalisador converteu aproximadamente 65% da lactose inicial (de 92,03 g/L para 32,09 g/L), com a formação de 33,05 g/L de lactitol. Além disso, foram detectadas pequenas quantidades de sorbitol e galactitol a partir de 120 minutos, indicando reações paralelas de hidrogenação de intermediários, possivelmente derivados de epimerização e abertura do anel.

Figura 10 – Evolução cinética da reação de hidrogenação catalítica, com o catalisador 10% Ni – 1% Ru / CCA.



Fonte: A autora (2025).

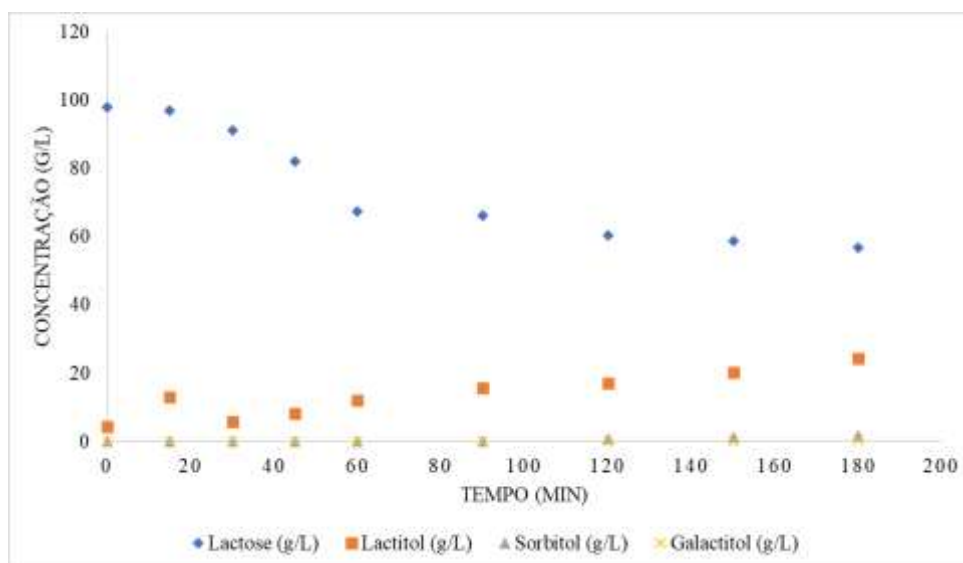
Figura 11 – Evolução cinética da reação de hidrogenação catalítica, com o catalisador 5% Ni – 1% Ru / CCA.



Fonte: A autora (2025).

No caso do catalisador com 5% de Ni (Figura 11), a conversão da lactose foi inferior ao catalisador com 10% de Ni, apresentando uma concentração final da lactose em 49,64 g/L e formação de 19,40 g/L de lactitol. Embora tenha havido formação de sorbitol e galactitol, suas concentrações permaneceram baixas, sugerindo uma menor atividade hidrogenativa geral do sistema.

Figura 12 – Evolução cinética da reação de hidrogenação catalítica, com o catalisador 2,5% Ni – 1% Ru / CCA.



Fonte: A autora (2025).

O catalisador com o menor teor de níquel, 2,5% Ni (Figura 12), apresentou desempenho intermediário em termos de conversão de lactose, reduzindo a concentração inicial de 98,00 g/L para 56,89 g/L. A concentração de lactitol formado foi de 24,33 g/L, superior ao catalisador de 5%, o que pode ser atribuído a uma maior seletividade ou distribuição mais homogênea dos sítios ativos, mesmo com menor carga metálica. No entanto, o comportamento oscilante da concentração de lactitol ao longo do tempo (por exemplo, queda aos 30 min) pode indicar instabilidade do catalisador ou influência de parâmetros cinéticos locais, como difusão ou competitividade de adsorção.

Esse comportamento pode ser explicado pela dependência da atividade catalítica em relação à carga metálica e à dispersão dos metais ativos, fatores influenciados pelo método de impregnação e pelas características do suporte (Kuusisto *et al.*, 2006). Quanto maior o teor de níquel, maior tende a ser a quantidade de sítios ativos disponíveis para a hidrogenação da lactose, desde que não haja sinterização excessiva ou formação de aglomerados metálicos, que diminuem a área superficial ativa (Feng *et al.*, 2021).

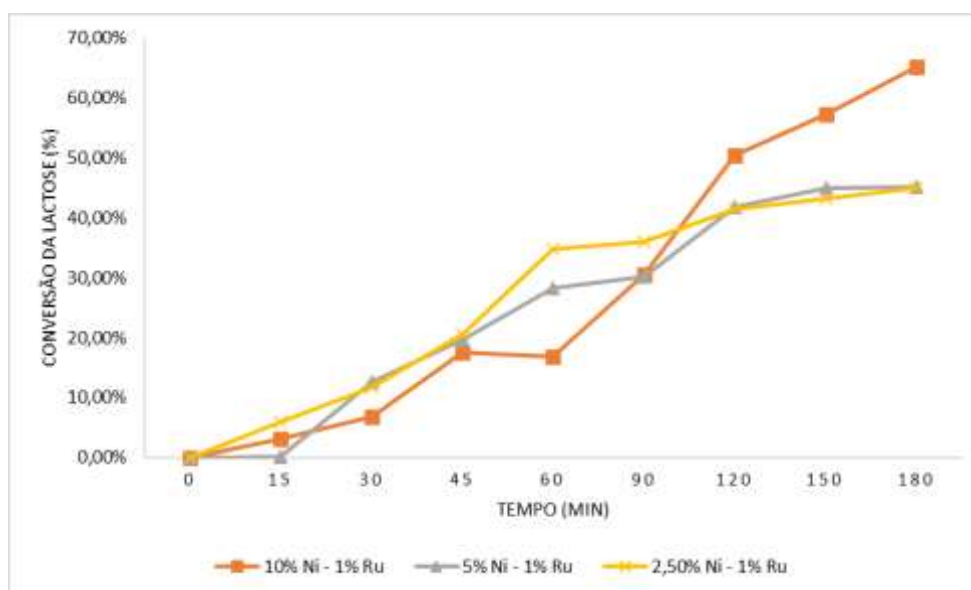
Adicionalmente, o rutênio presente em baixa concentração (1%) atua como promotor da atividade catalítica, facilitando a ativação do hidrogênio molecular e acelerando a reação de hidrogenação seletiva (Feng *et al.*, 2021). No entanto, seu efeito positivo depende da boa interação com o níquel, o que pode ser favorecido pela maior proporção de Ni no catalisador de 10%.

Dessa forma, os resultados indicam que o catalisador 10% Ni – 1% Ru / CCA foi o mais eficiente para a conversão da lactose em lactitol, apresentando: maior conversão da lactose, maior formação de lactitol e formação de subprodutos em quantidades moderadas, sem indicar perda significativa de seletividade.

4.2.2 Conversão da Lactose

A avaliação comparativa da conversão da lactose nos sistemas catalíticos testados é apresentada na Tabela A5 do APÊNDICE, e representada graficamente na Figura 13.

Figura 13 – Conversão da lactose nas reações de hidrogenação com catalisadores de diferentes teores de Ni.



Fonte: A autora (2025).

Nos tempos iniciais da reação (até 30 minutos), o catalisador 2,5% Ni – 1% Ru apresentou os maiores valores de conversão, atingindo 11,67% aos 30 minutos, contra 6,84% do catalisador de 10% Ni e 12,60% do catalisador de 5% Ni. Este comportamento pode indicar uma maior acessibilidade inicial aos sítios ativos, possivelmente devido a uma melhor dispersão metálica associada ao menor teor de níquel, como apontado por Feng *et al.* (2021).

Entretanto, a partir de 60 minutos, verifica-se uma mudança no comportamento catalítico, com o catalisador de 10% Ni – 1% Ru apresentando crescimento progressivo e sustentado da conversão, superando os demais. Aos 180 minutos, este catalisador atinge 65,13% de conversão da lactose, sendo claramente o mais eficiente do estudo. Já os catalisadores com 5% e 2,5% de níquel atingem conversões finais de 45,06% e 44,89%, respectivamente, com tendência de estabilização catalítica a partir de 90 minutos, indicando provável saturação dos sítios ativos.

Esse desempenho superior do catalisador com maior teor de níquel corrobora com os resultados obtidos na Figuras 10. Como descrito por Doluda *et al.* (2013), o aumento da carga metálica pode proporcionar uma maior densidade de sítios ativos de hidrogenação, favorecendo reações de adição de hidrogênio sobre a molécula da lactose, desde que a dispersão seja mantida em níveis adequados.

Além disso, a presença de rutênio (1%) em todos os catalisadores atua como promotor sinérgico do níquel, facilitando a ativação do hidrogênio molecular e contribuindo para maior seletividade da hidrogenação parcial em lactitol (ZHANG *et al.*, 2020). No entanto, o efeito positivo dessa sinergia é mais evidenciado quando há suficiente disponibilidade de níquel metálico, como é o caso do catalisador de 10%.

4.2.3 Seletividade para Lactitol

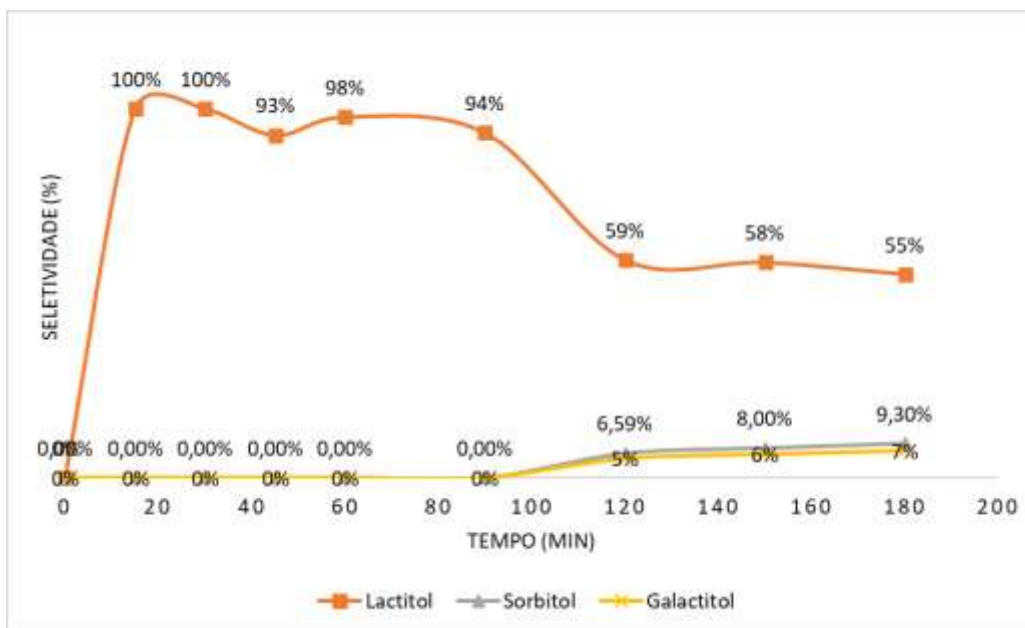
A seletividade do sistema catalítico é um parâmetro fundamental para avaliar a eficiência e direcionamento da reação para o produto de interesse.

Observa-se inicialmente que todos os catalisadores apresentaram seletividade de 100% para lactitol aos 15 minutos, refletindo a formação exclusiva do produto de interesse nos primeiros estágios da reação, o que é comum em sistemas com controle cinético, onde a reação principal ainda não compete com reações paralelas e/ou consecutivas (Rosatella *et al.*, 2011).

A partir dos 30 minutos, a seletividade do catalisador 10% Ni – 1% Ru (Figura 14) se manteve acima de 90% até 90 minutos, com queda mais significativa apenas após 120 minutos, atingindo 55,15% ao final de 180 minutos. Isso sugere que, embora altamente seletivo nos primeiros estágios, o sistema com maior carga metálica favorece a hidrogenação de produtos intermediários ao longo do tempo, como sorbitol e galactitol. No entanto, ainda assim, mantém a maior seletividade entre os três catalisadores.

O catalisador com teor de níquel em 10%, apresentou os maiores valores de seletividade para subprodutos aos 180 minutos. Isso é compatível com a maior atividade catalítica observada anteriormente (Tabela A5 do APÊNDICE A), indicando que a maior disponibilidade de sítios ativos também promove reações secundárias após a conversão da lactose.

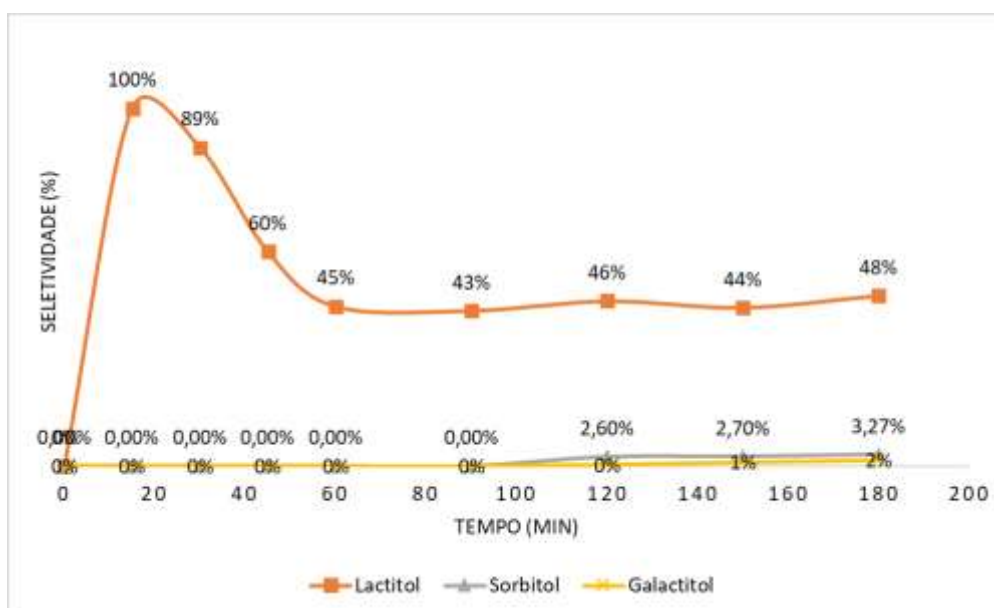
Figura 14 – Seletividade na reação de catalisador 10% Ni – 1%Ru / CCA.



Fonte: A autora (2025).

O catalisador 5% Ni – 1% Ru (Figura 15) apresentou uma queda mais rápida da seletividade, indo de 89,07% (30 min) para 44,31% (150 min) e finalizando em 47,65%. Esse comportamento indica menor capacidade de direcionar a reação exclusivamente para lactitol, refletindo possível menor sinergia entre os metais ativos (Ni e Ru) e/ou menor número de sítios específicos para a hidrogenação seletiva da ligação carbonílica da lactose.

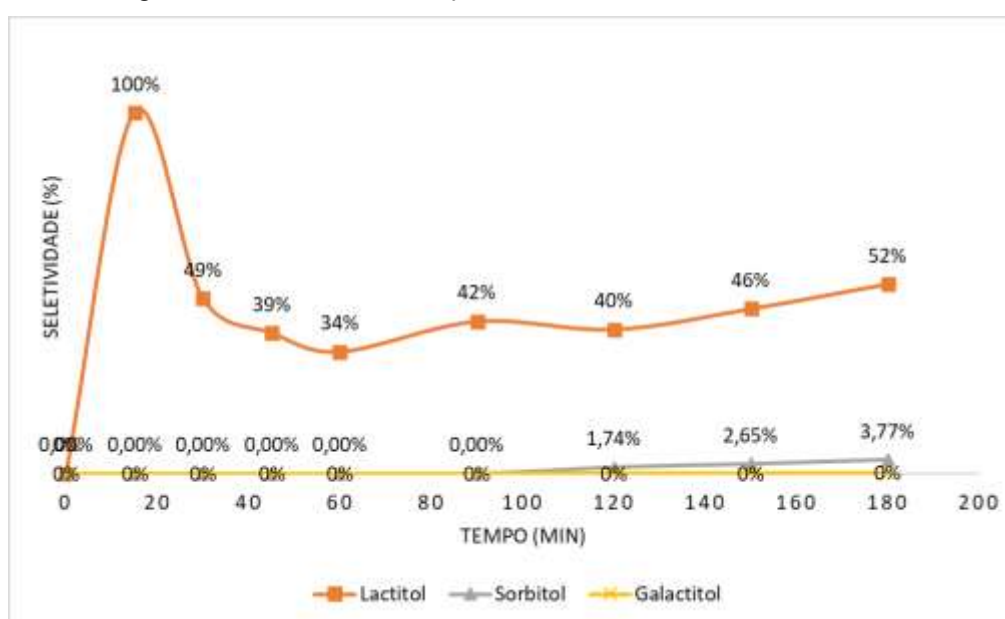
Figura 15 – Seletividade na reação de catalisador 5% Ni – 1%Ru / CCA.



Fonte: A autora (2025).

O catalisador com 2,5% Ni – 1% Ru (Figura 16) apresentou o menor desempenho seletivo inicial, com seletividade de apenas 48,55% aos 30 minutos e valores oscilando ao longo do tempo. Sua seletividade final (52,49%) foi ligeiramente superior à do catalisador com 5% Ni, o que pode estar relacionado a uma dispersão metálica mais eficiente, compensando parcialmente a baixa carga metálica. Esse fenômeno foi descrito por Rosatella *et al.* (2011), destacando que a dispersão e acessibilidade dos sítios ativos podem ser tão ou mais importantes que a carga metálica total.

Figura 16 – Seletividade na reação de catalisador 2,5% Ni – 1%Ru / CCA.



Fonte: A autora (2025).

Os catalisadores com 5% e 2,5% de Ni apresentaram valores significativamente menores de seletividade para subprodutos, com destaque para o catalisador de 2,5% Ni, que formou apenas 3,77% de sorbitol e 0,30% de galactitol. Isso indica que, embora menos ativo na conversão total, esse sistema pode ser mais seletivo em manter a integridade do lactitol ao longo do tempo, quando operado sob condições controladas.

A queda da seletividade para lactitol ao longo do tempo para todos os catalisadores é esperada, considerando que este é um produto intermediário de hidrogenação parcial, e que pode ser convertido a subprodutos caso permaneça no meio reacional por longos períodos (Zhang *et al.*, 2020). De acordo com Feng *et al.* (2021), catalisadores bimetálicos Ni–Ru tendem

a apresentar alta seletividade inicial, mas a manutenção dessa seletividade depende da dispersão metálica, da natureza do suporte e do controle de tempo de residência.

Neste estudo, observa-se que o catalisador com 10% de Ni oferece o melhor equilíbrio entre alta conversão e alta seletividade até 90 minutos, sendo, portanto, o mais adequado para processos onde o tempo de reação possa ser otimizado para evitar a formação de subprodutos.

4.2.4 Rendimento de Lactitol

Os rendimentos obtidos na reação de hidrogenação da lactose em lactitol foram 36% para o catalisador com 10% Ni – 1% Ru, 21% para 5% Ni – 1% Ru e 24% para 2,5% Ni – 1% Ru. O melhor desempenho foi observado com o catalisador de maior teor de níquel, indicando que o aumento da quantidade de Ni favorece a atividade catalítica, devido à maior disponibilidade de sítios ativos metálicos (Feng *et al.*, 2021; Rosatella *et al.*, 2011).

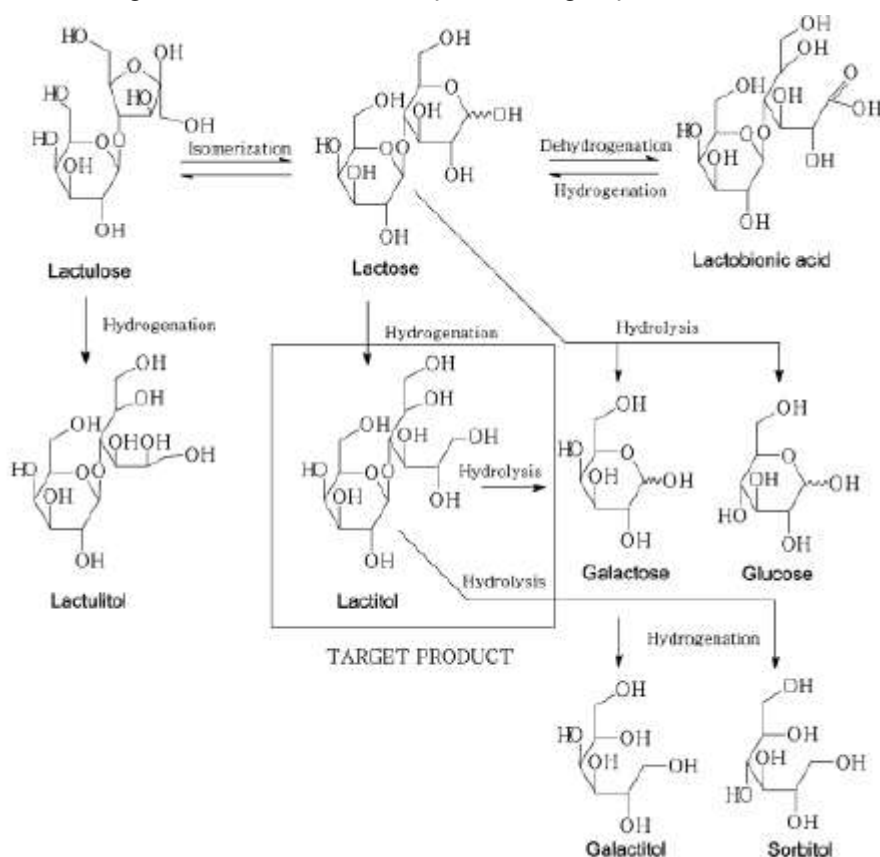
O catalisador com 2,5% de Ni apresentou rendimento superior ao de 5% Ni, o que pode estar relacionado a uma melhor dispersão metálica ou sinergia mais eficiente entre Ni e Ru em baixas concentrações, como discutido por Rosatella *et al.* (2011).

Os resultados indicam que a otimização do teor metálico e das condições reacionais é essencial para maximizar o rendimento e seletividade da reação de hidrogenação da lactose em sistemas Ni–Ru suportados.

4.2.5 Mecanismo da Reação

Por meio das análises cromatográficas realizadas, infere-se que o mecanismo da reação empregando o catalisador bimetálico Níquel-Rutênio suportado em cinzas da casca de arroz (CCA) apresenta semelhanças com o proposto por Doluda *et al.* (2013), conforme ilustrado na Figura 17. Especificamente, observa-se que a formação dos subprodutos galactitol e sorbitol está associada à hidrólise do lactitol, principal produto da reação.

Figura 17 – Mecanismo da reação de hidrogenação da lactose.



Fonte: Doluda *et al.*, 2013.

Esse comportamento é evidenciado pelo surgimento crescente desses subprodutos ao longo do tempo, em concordância ao aumento inicial na concentração de lactitol, seguido de sua redução, o que indica sua conversão secundária. Além disso, os picos não identificados detectados nas cromatografias podem estar relacionados à formação de outros subprodutos prováveis, como: lactulose (decorrente da isomerização da lactose), lactulitol (resultante da hidrogenação da lactulose), ácido lactobiônico, bem como produtos de hidrólise direta da lactose, como galactose e glicose.

4.2.6 Lixiviação do Metal Ativo

A análise de espectrometria de absorção atômica da solução filtrada ao final da reação teve como objetivo quantificar o teor residual de níquel em solução, indicando a possível lixiviação do metal ativo a partir dos catalisadores suportados. Os resultados da AAS encontram-se sumarizados na Tabela A9 (APÊNDICE A), referentes a três catalisadores com diferentes teores de níquel.

Observa-se que o catalisador com 10% de níquel apresentou a maior concentração residual do metal na solução, indicando uma maior lixiviação do ativo metálico para o meio reacional. Tal comportamento pode estar relacionado à sobrecarga metálica no suporte, comprometendo a ancoragem efetiva das partículas metálicas na matriz de cinzas da casca de arroz, o que favorece sua solubilização ao longo do processo (Bartholomew; Farrelly, 2011). Por outro lado, o catalisador com 5% de níquel apresentou a menor concentração de níquel solubilizado, sugerindo uma melhor estabilidade metal-suporte nessa faixa de impregnação.

Esse padrão evidencia a existência de um limite ótimo de dispersão metálica, em que teores muito baixos comprometem a atividade catalítica por deficiência de centros ativos, enquanto teores elevados aumentam o risco de lixiviação e sinterização (Figueiredo; Pereira, 2010). O catalisador com 2,5% de níquel apresentou valor intermediário de lixiviação, o que também pode ser atribuído a uma menor interação com o suporte, resultando em perda do metal durante a reação.

5 CONCLUSÃO

O presente trabalho demonstrou a viabilidade do desenvolvimento de catalisadores bimetálicos Ni–Ru suportados em cinzas da casca de arroz (CCA) para a hidrogenação catalítica da lactose, visando a produção de lactitol. A caracterização físico-química dos catalisadores evidenciou a e impregnação do níquel no suporte, com presença das fases Ni⁰ e NiO confirmadas pela análise de DRX, com os picos do Ru não visíveis, em concordância com estudos anteriores que ressaltam a importância da fase metálica ativa para a eficiência catalítica.

Os resultados cinéticos indicaram que o catalisador contendo 10% Ni e 1% Ru apresentou o melhor desempenho em termos de conversão da lactose (65,13%) e formação de lactitol, o que está em acordo com a literatura que associa maior carga metálica a uma maior densidade de sítios ativos para a reação de hidrogenação. Contudo, observou-se que o aumento da carga metálica acima de determinado limite pode levar à sinterização e aglomeração, e promovendo maior lixiviação do metal.

A seletividade para lactitol foi inicialmente elevada para todos os catalisadores, especialmente para o de maior teor metálico, porém sofreu redução com o avanço do tempo de reação devido à formação de subprodutos como sorbitol e galactitol. Demonstrando a importância do controle do tempo de reação para maximizar a produção do produto desejado e minimizar reações secundárias indesejadas.

Além disso, a análise da lixiviação do níquel indicou que a estabilidade metal-suporte é crucial para o desenvolvimento de catalisadores eficientes e duráveis, sendo necessária a otimização da carga metálica para equilibrar atividade e resistência à perda de metal durante a operação.

Em síntese, este estudo contribui para o avanço do conhecimento na área de catalisadores heterogêneos para processos sustentáveis de valor agregado em produtos alimentícios, destacando o potencial do uso de resíduos agroindustriais como suporte catalítico. Futuras análises devem focar na otimização das condições reacionais, aprimoramento da dispersão metálica e avaliação da estabilidade a longo prazo dos catalisadores para aplicação industrial.

REFERÊNCIAS

AHMARUZZAMAN, M.; GUPTA, V. K. Rice husk and its ash as low-cost adsorbents in water and wastewater treatment. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 50, n. 24, p. 13589-13613, 2011.

AN, D.; GUO, Y.; JIN, F.; CHEN, X.; WANG, Y.; XU, G. A green route to preparation of silica powders with rice husk ash and waste gas. **Chemical Engineering Journal**, v. 162, n. 2, p. 509-514, 2010.

ATKINS, P.; JONES, L.; LAVERMAN, L. **Princípios de Química: Questionando a Vida Moderna e o Meio Ambiente**. 7a edição. Porto Alegre: Editora Bookman, 2018. 1094 p.

BARTHOLOMEW, C. H.; FARRAUTO, R. J. **Fundamentals of Industrial Catalytic Processes**. 2. ed. Hoboken: Wiley, 2011.

BARTHOLOMEW, C. H.; FARRELLY, P. E. Catalyst Preparation. **Chemical Reviews**, v. 111, n. 2, p. 1406–1420, 2011.

BRUCE, P. **Organic Chemistry**. 8a Edição. Londres: Pearson Education, 2017. 1344 p.

CARDOSO, T; MARQUES, C.; DAGOSTIN, J. L. A.; MASSON, M. L. Lactobionic acid as a potential food ingredient: recent studies and applications. **Journal of food science**, v. 84, n. 7, p. 1672-1681. 2019.

CHANG, J. S.; LUO, J. H.; LIN, H. Y. Methanation of carbon dioxide over nickel catalysts supported on rice husk ash. **Applied Catalysis A: General**, v. 166, n. 2, p. 235-246, 1997.

CHEN, K.-T.; WANG, J.-X.; DAI, Y.-M.; WANG, P.-H.; LIOU, C.-Y.; NIEN, C.-W.; WU, J.-S.; CHEN, C.-C. Rice husk ash as a catalyst precursor for biodiesel production. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 44, n. 4, p. 622–629, 2013.

CHENG, S.; MARTÍNEZ-MONTEAGUDO, S. I. Hydrogenation of lactose for the production of lactitol. **Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering**, v. 14, n. 1, p. 75-93, 2019.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO - CONAB; **Acompanhamento da safra brasileira de grãos**, v. 9 – safra 2021/2022 – Nono levantamento, Brasília, p. 1-99, junho 2022, Disponível em: <https://www.conab.gov.br/infoagro/safras/graos>. Acesso em: 16 de jun. 2025.

DOLUDA, V.; SMIRNOVA, N.; BELYAEV, S.; LEVASHOV, V.; IVANOV, D.; IVANOV, A. Kinetics of lactose hydrogenation over ruthenium nanoparticles in hypercrosslinked polystyrene. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 52, n. 39, p. 14066-14080. 2013.

FAANU, A.; EPHRAIM, J.; DARKO, E. Assessment of public exposure to naturally occurring radioactive materials from mining and mineral processing activities of Tarkwa Goldmine in Ghana. **Environmental monitoring and assessment**, v. 180, n. 1, p. 15-29. 2011.

FENG, J.; ZHANG, J.; LIU, X.; LIU, J.; CHEN, Z.; WANG, X.; DING, Y.; LIU, J.; LI, A. Hydrogenation of lactose to lactitol over Ni–Ru catalysts: Effect of metal dispersion and synergy. **Journal of Catalysis**, v. 395, p. 12–22, 2021.

FERREIRA, S.; BEZERRA, M. A.; SANTOS, A. S.; SANTOS, W. Atomic absorption spectrometry–A multi element technique. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, v. 100, p. 1-6. 2017.

FIERRO, J. L. G. **Metal Oxides: Chemistry and Applications**. CRC Press, 2006.

FIGUEIREDO, J. L.; PEREIRA, M. F. R. Catalysis by carbon materials: A review. **Environmental Chemistry Letters**, v. 8, p. 95–103, 2010.

FOREZI, L. S. M.; FERREIRA, P. G.; ROCHA, D. R.; SILVA, F. C.; FERREIRA, V. F. Aqui tem Química: Supermercado. Parte III: Carboidratos. **Revista Virtual de Química**, v. 14, n. 4, 2022.

GARCÍA, R.; BÁEZ, A. P. Atomic absorption spectrometry (AAS). In: FARRUKH, M. et al. Atomic absorption spectroscopy. **Rijeka: InTech**, 2012. 258p, p. 1-13.

GOODMAN, B. Utilization of waste straw and husks from rice production: A review. **Journal of Bioresources and Bioproducts**, v. 5, n. 3, p. 143-162. 2020.

HARRY POTTER e as Relíquias da Morte – Parte 2. Direção: David Yates. Produção: David Heyman, David Barron, J. K. Rowling. Roteiro: Steve Kloves. Música: Alexandre Desplat. Elenco: Daniel Radcliffe, Emma Watson, Rupert Grint, Michael Gambon. Reino Unido; Estados Unidos: Warner Bros. Pictures, 2011. 1 DVD (130 min), son., color.

KUMAR, A.; GOSWAMI, L. Utilization of rice husk ash for synthesis of mesoporous silica: a review on green synthesis and catalytic applications. **Journal of Cleaner Production**, v. 280, p. 124–137, 2021.

KUUSISTO, J.; TOKAREV, A. V.; MURZINA, E. V.; ROSLUND, M. U.; MIKKOLA, J. P.; MURZIN, D. Y.; SALMI, T. Kinetics of the catalytic hydrogenation of D-lactose on a carbono supported ruthenium catalyst. **Chemical Engineering Journal**, v. 139, p. 69-77. 2008.

KUUSISTO, J.; MANTY, M.; LASSILA, T.; LEHTINEN, J.; SAARINEN, J. Hydrogenation of lactose over sponge nickel catalysts kinetics and modeling. **Industrial & engineering chemistry research**, v. 45, n. 17, p. 5900-5910. 2006.

LEE M. **X-Ray diffraction for materials research: from fundamentals to applications**. Flórida: CRC Press, 2017. 282 p.

LOPES, Gabriela dos Santos. **Síntese de catalisador de níquel e rutênio suportados em cinza da casca de arroz para hidrogenação da lactose em lactitol**. 2022. Trabalho de Conclusão de Curso.

MARTÍNEZ-MONTEAGUDO, S.; ENTESHARI, M.; METZGER, L. Lactitol: Produção, propriedades e aplicações. **Tendências em ciência e tecnologia de alimentos**, v. 83, p. 181-191, 2019.

MCNAUGHT, A. D.; WILKINSON, A. **Compendium of chemical terminology: The Gold Book**. 2a Edição. Oxford: Blackwell Science, 1997. Disponível em: <https://publications.iupac.org/compendium/index.html>. Acesso em: 16 de jun. 2025.

MIRMOHAMADSADEGHI, Safoora; KARIMI, Keikhosro. Recuperação de sílica da palha e casca de arroz. In: **Desenvolvimentos Atuais em Biotecnologia e Bioengenharia**. Elsevier, 2020. p. 411-433.

MISHRA, D.; DABBAWALA, A.; TRUONG, C.; ALHASSAN, S.; JEGAL, J.; HWANG, J. Ru-NiOx Nanohybrids on TiO₂ Support Prepared by Impregnation-Reduction Method for Efficient Hydrogenation of Lactose to Lactitol. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v.68, p.325-334. 2018.

NIEMEYER, M.; MACHADO, F. M.; VARGAS, A. M. M. Impregnation techniques for the preparation of supported metal catalysts: a review. **Journal of Materials Science and Engineering B**, v. 10, n. 1–2, p. 36–50, 2020.

PAVIOTTI, M.; FAROLDI, B.; CORNAGLIA, L. Ni-based catalyst over rice husk-derived silica for the CO₂ methanation reaction: Effect of Ru addition. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 3, p. 105173. 2021.

PODE, R. Potential applications of rice husk ash waste from rice husk biomass power plant. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 53, p. 1468-1485. 2016.

QUISPE, I.; NAVIA, R.; KAHHAT, R. Energy potential from rice husk through direct combustion and fast pyrolysis: a review. **Waste management**, v. 59, p. 200-210. 2017.

RAHMAN, M. M.; HOSSAIN, M. M.; RAHMAN, M. A.; ALAM, M. Z.; RAKIB, M. A. Preparation of silica-based catalysts from rice husk ash for biomass conversion: recent advances. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 160, p. 112–129, 2022.

RAHNAMA, N.; MAMAT, S.; SHAH, U. K. M.; LING, F. H.; RAHMAN, N. A. A.; ARIFF, A. B. Effect of alkali pretreatment of rice straw on cellulase and xylanase production by local *Trichoderma harzianum* SNRS3 under solid state fermentation. **BioResources**, v. 8, n. 2, p. 2881-2896. 2013.

RAMOS-RAMOS, J.; RODRÍGUEZ, J. C.; LOZANO, C.; MACHADO, M. C.; FERNÁNDEZ-FUENTES, M. A.; DÍAZ-MARTÍNEZ, M. A. **Proof-of-concept trial of the combination of lactitol with *Bifidobacterium bifidum* and *Lactobacillus acidophilus* for the eradication of intestinal OXA-48-producing Enterobacteriaceae.** *Gut Pathogens*, v. 12, n. 1, p. 1–8, 2020.

RIBEIRO NETO, N. **Processo de hidrogenação da sacarose utilizando cinza da casca de arroz como suporte catalítico.** 2022. 27f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química), Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2022.

RODRIGUES, M. G. F.; LIMA, T. S.; SOUZA, A. C. B.; SILVA, P. H. M.; OLIVEIRA, J. V. Influência da impregnação em catalisadores metálicos suportados. **Revista Brasileira de Engenharia Química**, v. 35, n. 2, p. 145–156, 2018.

ROSATELLA, A. A.; VICENTE, A.; SANTOS, J. C.; SILVESTRI, D.; GALLI, A.; TESSIER, M.; MONTEIRO, A. L.; MANZOLI, M.; RODRIGUES, A. E. Lactose hydrogenation: Efficient production of lactitol with bimetallic Ni–Ru catalysts. **Green Chemistry**, v. 13, n. 10, p. 2684–2689, 2011.

SENDERENS, J. Catalytic hydrogenation of lactose. **Comptes Rendus**, v. 170, p. 47-50. 1920.

SHAMSOLLAHI, Z.; PARTOVINIA, A. Recent advances on pollutants removal by rice husk as a bio-based adsorbent: A critical review. **Journal of environmental management**, v. 246, p. 314-323. 2019.

SILVA, C. M.; OLIVEIRA, J. R.; SOUSA, M. L.; PEREIRA, A. F.; LIMA, R. T. Characterization of rice husk and rice husk ash for potential applications in materials science. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 14, p. 2411–2422, 2021.

SILVA, Thiago Emanuel Pereira da. **Hidrólise-hidrogenação do amido com produção direta de sorbitol e derivados**. 2019. 146 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2019. CD-ROM.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. 9a Edição. São Paulo: Cengage Learning, 2014. 1088 p.

SRIVASTAVA, V.; MALL, I.; MISHRA, I. Adsorption thermodynamics and isosteric heat of adsorption of toxic metal ions onto bagasse fly ash (BFA) and rice husk ash (RHA). **Chemical Engineering Journal**, v. 132, n. 1-3, p. 267-278. 2007.

SYUHADAH, N; ROHASLINEY, H. Rice husk as biosorbent: A review. **Health and the Environment Journal**. J, v. 3, n. 1, p. 89-95, 2012.

TAVARES, T. C. C.; SILVA, E. F.; MEDEIROS, L. V. S.; AMORIM, M. P.; SOUZA, A. C. Caracterização de cinzas de biomassa como suporte catalítico via DRX e BET. **Revista Ciência e Engenharia**, v. 28, 2019.

TSAY, M.; CHANG, F. Characterization of rice husk ash-supported nickel catalysts prepared by ion exchange. **Applied Catalysis A: General**, v. 203, n. 1, p. 15-22. 2000.

ULLAL, V. N.; SHIVARAMU, T. H.; AVEEN, K. P. Rice husk ash utilization, composition and properties: a brief review. **Journal of Metals, Materials and Minerals**, v. 32, n. 4, p. 37–46, dez. 2022.

ZANOTELI, K.; FREITAS, J.; SILVA, P. Estudo de catalisadores de níquel suportados em cinza de casca de arroz na reforma de metano com dióxido de carbono visando a produção de hidrogênio e gás de síntese. **Química Nova**, v. 37, p. 1657-1662. 2014.

ZHANG, W.; WANG, Y.; YANG, M.; LI, H.; LIU, Y.; FENG, Y. Sugar alcohols derived from lactose: lactitol, galactitol, and sorbitol. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 104, n. 22, p. 9487–9495, 2020.

APÊNDICE A – DADOS DE AAS, DRX E DAS REAÇÕES

Tabela A1 – Picos de DRX e fases cristalinas atribuídas no catalisador com níquel suportado.

2 θ (°)	Fase atribuída
26,7	SiO ₂ - dióxido de silício
33,3	NiO - óxido de níquel
37,2	NiO - óxido de níquel
43,3	Ni ⁰ - níquel metálico
44,5	Ni ⁰ - níquel metálico
47,5	Aluminossilicato - suporte
62,9	NiO - óxido de níquel
65,0	Ni ⁰ - níquel metálico
75,3	NiO - óxido de níquel
75,5	Ni ⁰ - níquel metálico

Tabela A2 – Concentração com o tempo para a reação de catalisador 10% Ni – 1% Ru / CCA

Tempo	Lactose (g/L)	Lactitol (g/L)	Sorbitol (g/L)	Galactitol (g/L)
0	92,03	7,08	0,00	0,00
15	89,19	7,42	0,00	0,00
30	85,73	12,02	0,00	0,00
45	75,92	14,96	0,00	0,00
60	76,58	15,11	0,00	0,00
90	63,85	26,35	0,00	0,00
120	45,58	27,40	3,06	2,40
150	39,27	30,81	4,22	3,33
180	32,09	33,05	5,57	4,36

Tabela A3 – Concentração com o tempo para a reação de catalisador 5% Ni – 1% Ru / CCA

Tempo	Lactose (g/L)	Lactitol (g/L)	Sorbitol (g/L)	Galactitol (g/L)
0	90,35	4,65	0,00	0,00
15	90,20	9,21	0,00	0,00
30	78,96	10,14	0,00	0,00
45	72,53	10,69	0,00	0,00
60	64,81	11,40	0,00	0,00
90	63,10	11,84	0,00	0,00
120	52,62	17,40	0,98	0,16
150	49,73	18,00	1,10	0,44
180	49,64	19,40	1,33	0,67

Tabela A4 – Concentração com o tempo para a reação de catalisador 2,5% Ni – 1% Ru / CCA

Tempo	Lactose (g/L)	Lactitol (g/L)	Sorbitol (g/L)	Galactitol (g/L)
0	98,00	4,26	0,00	0,00
15	97,06	13,05	0,00	0,00
30	91,19	5,85	0,00	0,00
45	82,06	8,27	0,00	0,00
60	67,44	12,09	0,00	0,00
90	66,15	15,63	0,00	0,00
120	60,43	17,08	0,75	0,06
150	58,67	20,34	1,18	0,09
180	56,89	24,33	1,75	0,14

Tabela A5 – Conversão da lactose nas diferentes concentrações.

Tempo	10% Ni – 1% Ru	5% Ni – 1% Ru	2,5% Ni – 1% Ru
0	0,00%	0,00%	0,00%
15	3,08%	0,17%	5,99%
30	6,84%	12,60%	11,67%
45	17,51%	19,73%	20,51%
60	16,78%	28,26%	34,68%
90	30,62%	30,17%	35,93%
120	50,47%	41,76%	41,47%
150	57,33%	44,96%	43,17%
180	65,13%	45,06%	44,89%

Tabela A6 - Seletividade para lactitol nas diferentes concentrações.

Tempo	10% Ni – 1% Ru	5% Ni – 1% Ru	2,5% Ni – 1% Ru
	Ru		Ru
0	0,00%	0,00%	0,00%
15	100,00%	100,00%	100,00%
30	100,00%	89,07%	48,55%
45	92,88%	59,96%	39,04%
60	97,81%	44,63%	33,77%
90	93,52%	43,44%	42,15%
120	59,00%	46,12%	39,90%
150	58,40%	44,31%	45,64%
180	55,15%	47,65%	52,49%

Tabela A7 - Seletividade para sorbitol nas diferentes concentrações.

Tempo	10% Ni – 1% Ru	5% Ni – 1% Ru	2,5% Ni – 1% Ru
0	0,00%	0,00%	0,00%
15	0,00%	0,00%	0,00%
30	0,00%	0,00%	0,00%
45	0,00%	0,00%	0,00%
60	0,00%	0,00%	0,00%
90	0,00%	0,00%	0,00%
120	6,59%	2,60%	1,74%
150	8,00%	2,70%	2,65%
180	9,30%	3,27%	3,77%

Tabela A8 - Seletividade para galactitol nas diferentes concentrações.

Tempo	10% Ni – 1% Ru	5% Ni – 1% Ru	2,5% Ni – 1% Ru
0	0,00%	0,00%	0,00%
15	0,00%	0,00%	0,00%
30	0,00%	0,00%	0,00%
45	0,00%	0,00%	0,00%
60	0,00%	0,00%	0,00%
90	0,00%	0,00%	0,00%
120	5,17%	0,43%	0,14%
150	6,32%	1,09%	0,20%
180	7,27%	1,65%	0,30%

Tabela A9 – Análise da solução filtrada ao final da reação.

Catalisador	[Ni] (m/m)	Concentração de Ni (mg/L)	Absorbância
1	10%	8,4485	0,3750
2	5%	4,1319	0,1834
3	2,5%	5,3890	0,2392

APÊNDICE B – CURVAS DE CALIBRAÇÃO

Figura 18 – Curva de calibração do D-manitol.

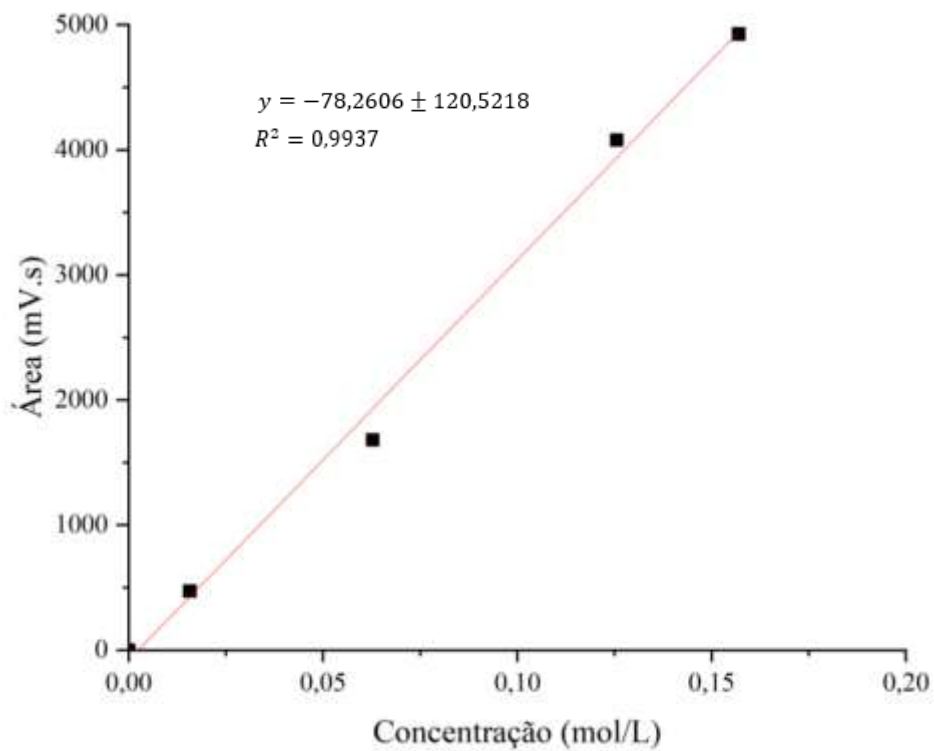


Figura 19 – Curva de calibração da Lactose.

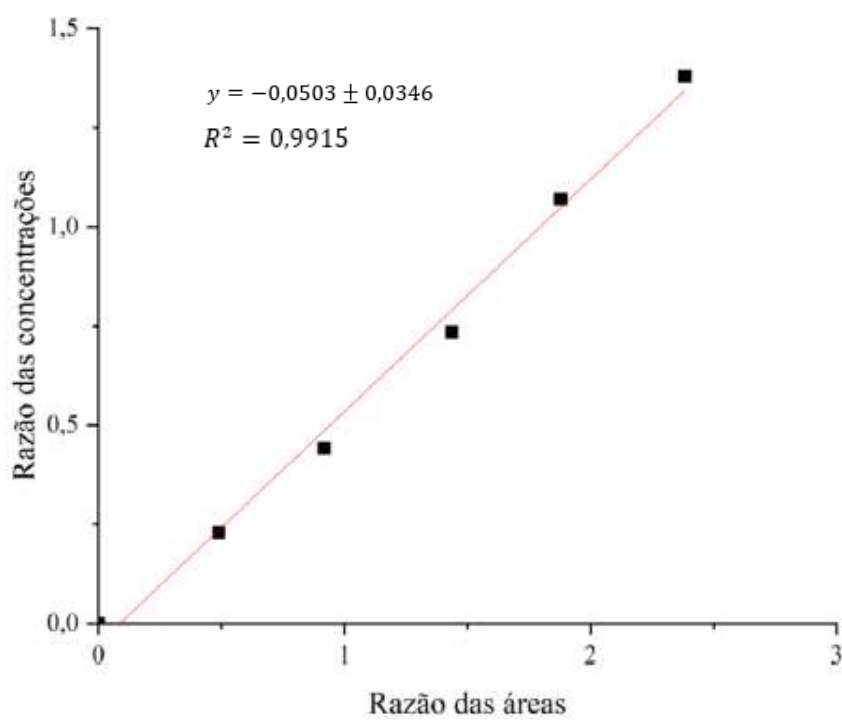


Figura 20 – Curva de calibração do Lactitol.

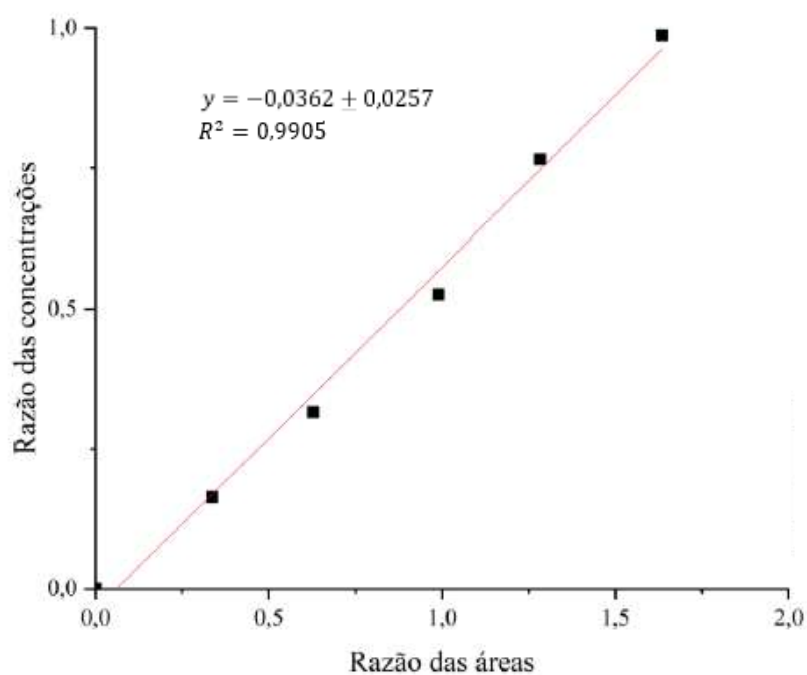


Figura 21 – Curva de calibração do Sorbitol.

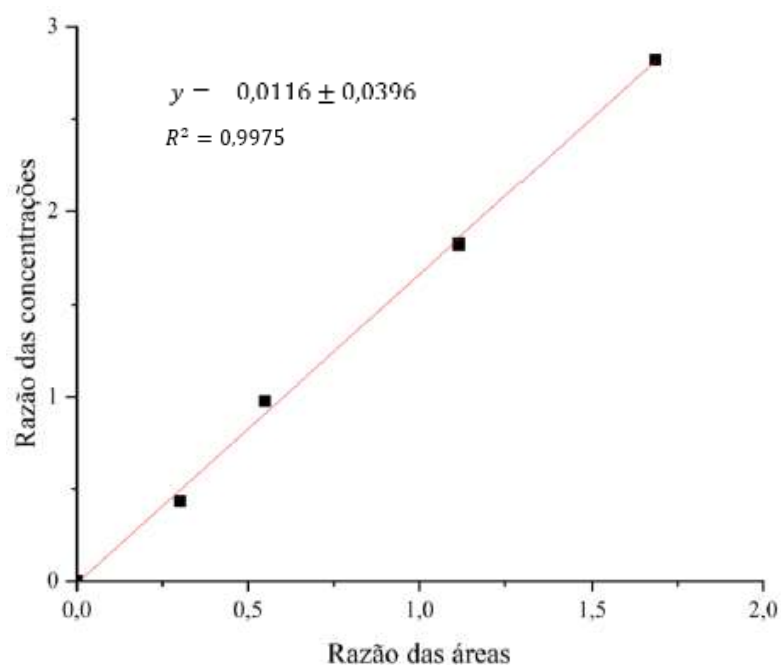


Figura 22 – Curva de calibração do Galactitol.

