



UNIVERZITET U BANJOJ LUCI

UNIVERSITY OF BANJA LUKA

PRIRODNO-MATEMATIČKI FAKULTET

**ISPITIVANJE KVALITETA SIROVOG
TRŠČANOG ŠEĆERA I NJEGOVIH PROIZVODA
S FOKUSOM NA SADRŽAJ METALA**

MASTER RAD

Mentor:

Prof. dr Mališa Antić

Student:

David Cvjetković

Banja Luka, septembar 2025. godine



UNIVERZITET U BANJOJ LUCI
PRIRODNO-MATEMATIČKI
FAKULTET



ISPITIVANJE KVALITETA SIROVOG TRŠČANOG ŠEĆERA I NJEGOVIH PROIZVODA S FOKUSOM NA SADRŽAJ METALA

MASTER RAD

Mentor:

Prof. dr Mališa Antić

Student:

David Cvjetković

Banja Luka, septembar 2025. godine



UNIVERSITY OF BANJA LUKA
FACULTY OF NATURAL SCIENCES
AND MATHEMATICS



EVALUATION OF THE QUALITY OF RAW CANE SUGAR AND ITS PRODUCTS WITH EMPHASIS ON METAL CONTENT

MASTER THESIS

Mentor:

Prof. dr Mališa Antić

Candidate:

David Cvjetković

Banja Luka, September 2025

Mentor: dr Mališa Antić, redovni profesor, Univerzitet u Banjoj Luci, Prirodno-matematički fakultet

Naslov rada: Ispitivanje kvaliteta sirovog trščanog šećera i njegovih proizvoda s fokusom na sadržaj metala

Rezime: U završnom radu obrađena je tema „Ispitivanje kvaliteta sirovog trščanog šećera i njegovih proizvoda s fokusom na sadržaj metala“. Cilj ovog rada je bio ispitivanje kvaliteta sirovog šećera od trske, bijelog šećera i melase kroz standardne laboratorijske analize koje se primjenjuju u rafinerijskoj praksi. Analizirani su parametri kao što su boja, polarizacija, sadržaj suve materije, sadržaj pepela i druge, kako bi se procijenila tehnološka ispravnost i stepen prerade ovih proizvoda. Dodatno, sprovedena je analiza prisustva elemenata u tragovima primjenom metode ICP-OES, kako bi se procijenila zdravstvena ispravnost šećera i utvrdilo da li uzorci ispunjavaju relevantne standarde bezbjednosti hrane, a fokus ove analize je sadržaj metala. U teorijskom dijelu je predstavljena tehnologija dobijanja šećera iz trske i definisane su sve analize i razlozi zbog kojih se rade, a najviše pažnje je posvećeno metodi ICP-OES. U eksperimentalnom dijelu detaljno je opisana metodologija svih analiza. U završnom dijelu rada su sumirani i analizirani svi obrađeni podaci i predstavljeni zaključci. Rezultati su pokazali da su svi analizirani elementi prisutni u bijelom šećeru u koncentracijama ispod dozvoljenih granica prema važećim standardima bezbjednosti hrane. Na osnovu dobijenih rezultata zaključeno je da su analizirani uzorci zdravstveno ispravni i bezbjedni za konzumaciju.

Ključne riječi: Proizvodnja šećera, šećerna trska, šećer (saharoza), melasa, kontrola kvaliteta, sadržaj metala

Naučna oblast: Prirodne nauke

Naučno polje: Hemija

Klasifikaciona oznaka prema CERIF šifarniku: P 003

Tip odabran licence Kreativne zajednice: Autorstvo – nekomercijalno – dijeliti pod istim uslovima (CC BY – NC – SA)

Mentor: dr Mališa Antić, Full Professor, University of Banja Luka, Faculty of Natural Sciences and Mathematics

Title: Evaluation of the quality of raw cane sugar and its products with emphasis on metal content

Abstract: The master thesis deals with the topic „Evaluation of the quality of raw cane sugar and its products with emphasis on metal content“. The aim of this study was to evaluate the quality of raw cane sugar, white sugar and molasses, through standard laboratory analyses commonly performed in sugar refineries. Parameters such as color, polarization, dry substance content, ash content and others were examined to assess the technological quality and processing level of the samples. In addition, the presence of trace elements was analyzed using the ICP-OES method to determine the health safety of the products and to determine whether the samples meet relevant food safety standards, and the focus of this analysis is the metal content. The theoretical part presents the technology for producing sugar from cane and defines all the analyses and the reasons for which they are performed, with the greatest attention being paid to the ICP-OES method. The experimental part describes in detail the methodology of all analyses. In the final part of the paper, all processed data are summarized and analyzed, and conclusions are presented. The results showed that all detected elements in white sugar were present in concentrations below the permissible limits defined by food safety regulations. Based on the data obtained, it was concluded that the analyzed samples are health-safe and suitable for human consumption.

Key words: Sugar Production, Sugar Cane, Sugar (Sucrose), Molasses, Quality Control, Metal Content

Scientific area: Natural Sciences

Scientific field: Chemistry

Classification code according to the CERIF code: P 003

Type selected Creative Community license: Attribution – NonCommercial – ShareAlike (CC BY – NC – SA)

ZAHVALNICA

Prvenstveno želim da se zahvalim mentoru, prof. dr Mališi Antić, na nesebičnoj pomoći, podršci, stručnom vođenju i korisnim sugestijama tokom izrade ovog rada.

Zahvaljujem se i članovima komisije za izdvojeno vrijeme, sugestije i konstruktivne komentare, kao i svim asistentima i saradnicima koji su na bilo koji način doprinijeli realizaciji ovog rada.

Posebnu zahvalnost na saradnji, razumijevanju, pomoći i podršci tokom mog istraživačkog rada dugujem upravi i kolegama iz rafinerije šećera STUDEN-AGRANA.

Na kraju, ali ne manje bitno, želim da izrazim zahvalnost svojoj porodici i prijateljima na strpljenju, podršci, pomoći, razmjeni mišljenja i podsticanju kroz sve faze mog obrazovanja. Hvala vam što ste učinili ovaj proces lakšim i ljepšim.

David Cvjetković

Banja Luka, septembar 2025. godine

SADRŽAJ

UVOD	1
1. TEORIJSKI DIO	3
1.1. ŠEĆERNA TRSKA.....	4
1.2. PRERADA ŠEĆERNE TRSKE I DOBIJANJE SIROVOG ŠEĆERA.....	7
1.2.1. Priprema trske za ekstrakciju	7
1.2.2. Ekstrakcija sirovog šećera iz trske	8
1.3. TEHNOLOŠKI POSTUPAK PRERADE SIROVOG ŠEĆERA I DOBIJANJA BIJELOG ŠEĆERA.....	9
1.3.1. Rastapanje sirovog šećera	11
1.3.2. Saturacija.....	11
1.3.3. Filtracija	12
1.3.4. Koncentrovanje soka uparavanjem	13
1.3.5. Kristalizacija šećera	13
1.3.6. Odvajanje kristala na centrifugama.....	15
1.3.7. Sušenje i hlađenje bijelog šećera	15
1.4. SAHAROZA.....	16
1.5. MELASA.....	18
1.6. EKOLOŠKI ASPEKT RADA RAFINERIJE	20
1.7. ANALIZE	23
1.7.1. Analize sirovog šećera	24
1.7.2. Analize bijelog šećera	28
1.7.3. Analize melase	32
1.8. ODREĐIVANJE METALA METODOM „INDUKTIVNO KUPLOVANE PLAZME SA OPTIČKOM EMISIONOM SPEKTROMETRIJOM (ICP-OES)“	34
2. EKSPERIMENTALNI DIO.....	43
2.1. MATERIJAL I UZORKOVANJE	43
2.1.1. Uzorkovanje sirovog šećera	43
2.1.2. Uzorkovanje bijelog šećera	43
2.1.3. Uzorkovanje melase	44
2.2. METODE RADA	44
2.2.1. Određivanje ukupne suve materije sirovog šećera.....	44
2.2.2. Određivanje polarizacije sirovog šećera	45
2.2.3. Određivanje koeficijenta čistoće sirovog šećera	46

2.2.4. Određivanje pH vrijednosti sirovog šećera i melase.....	47
2.2.5. Određivanje boje sirovog šećera	47
2.2.6. Određivanje vlage u sirovom i bijelom šećeru.....	48
2.2.7. Određivanje provodljivosti sirovog šećera	50
2.2.8. Određivanje pepela u sirovom šećeru	51
2.2.9. Određivanje inverta u sirovom šećeru	53
2.2.10. Određivanje boje bijelog šećera	54
2.2.11. Određivanje turbiditeta bijelog šećera	55
2.2.12. Određivanje provodljivosti bijelog šećera	56
2.2.13. Određivanje pepela u bijelom šećeru	57
2.2.14. Određivanje inverta u bijelom šećeru	57
2.2.15. Određivanje nerastvorenih materija u bijelom šećeru pomoću membranske filtracije	59
2.2.16. Određivanje granulacije bijelog šećera	60
2.2.17. Određivanje ukupne suve materije melase.....	61
2.2.18. Određivanje polarizacije melase	62
2.2.19. Određivanje koeficijenta čistoće melase.....	63
2.2.20. Određivanje gustine melase	63
2.2.21. Analiza uzoraka metodom ICP-OES	63
3. REZULTATI I DISKUSIJA.....	66
3.1. REZULTATI ANALIZA SIROVOG ŠEĆERA	67
3.2. REZULTATI ANALIZA BIJELOG ŠEĆERA	70
3.3. REZULTATI ANALIZA MELASE.....	73
3.4. GENERALNA DISKUSIJA.....	76
3.4.1. Poređenje sa sličnim istraživanjima	79
ZAKLJUČAK.....	84
LITERATURA	86
POPIS SLIKA I TABELA.....	90

UVOD

Osnovne nutritivne komponente koje su neophodne za normalno obavljanje svih životnih funkcija i koje svakodnevno unosimo hranom su proteini, lipidi, vitamini i ugljeni hidrati, koji čine čak dvije trećine unesenih kalorija. Ugljeni hidrati su hemijski konstituenti hrane koji imaju važnu energetske ulogu u biološkom sistemu. Sa energetskeg aspekta, ugljeni hidrati predstavljaju najznačajniju komponentu u hrani, jer su najčistije gorivo i najefikasniji izvor energije za ljudsko tijelo. Pored toga, imaju i veoma važnu ulogu u funkcionisanju imunog sistema, reproduktivnog sistema, patogenezi, zgrušavanju krvi i razvoju organizma. Sinteza ugljenih hidrata se obavlja u biljnim ćelijama koje posjeduju pigment hlorofil. Biljke proizvode ugljene hidrate i kiseonik procesom fotosinteze. Ugljenih hidrata ima u žitaricama, voću, povrću, mlijeku i industrijskim proizvodima (slatkiši, kolači, sokovi i tako dalje).

U običnom životu i nauci o ishrani ugljeni hidrati se često nazivaju šećerima. Šećeri sačinjavaju najveći dio rastvorljivih suvih materija u hrani i zajedno sa kiselinama i solima predstavljaju osnovnu komponentu u formiranju okusa nekog proizvoda. Ako se šećer u organizam unosi u rafinisanoj formi on tada predstavlja čist izvor kalorija, jer takav nema vitamina i biološki korisnih materija. Šećer je dio nutritivno kompletnije hrane samo ako se unosi sa svježim voćem i povrćem, mlijekom i žitaricama. Pod šećerom se u svakodnevnom govoru misli na bijeli konzumni šećer, odnosno na disaharid saharozu, čija je proizvodnja, ali i potrošnja, u konstantnom porastu. Glavne biljke za njeno izolovanje su šećerna repa i šećerna trska. Najvažnija svojstva saharoze jesu velika hranljivost, brza i laka svarljivost uz potpunu resorpciju u organizmu, prijatan sladak okus i vrlo velika postojanost i dostupnost (Šušić, 1980). Saharoza dolazi u trgovinu u raznim oblicima, ali najčešće u obliku kristala, kocke ili praha. Zbog svoje čistoće (99,7 %) saharozu se može čuvati godinama, a da se ne pokvari; jedino se mora čuvati na suvom mjestu, jer je higroskopna.

Osim primjene u ishrani, šećer je našao primjenu i u čitavom nizu industrija. Upotrebljava se za zaslađivanje raznih alkoholnih i bezalkoholnih pića; iz šećera se vrenjem dobija etanol, ali i drugi alkoholi kao što su propanol i butanol; zatim kiseline kao što su sirćetna, mliječna, butanska i druge (Marković, 1947). Iz etanola i acetaldehida, dobijenih vrenjem šećera, izrađuje se butadien, čijom se preradom dobija vještačka guma, a vrenjem šećernih rastvora dobija se i glicerol, kao i kvasac za hljeb (Marković, 1947). Kada je riječ o farmaceutskoj industriji, šećer se koristi prvenstveno kako bi se poboljšao okus raznih sirupa ili pastila (Mintz, 1985). Zbog svega navedenog nije teško doći do zaključka da je šećer ušao u sve pore

života i da se život modernog čovjeka bez šećera ne može ni zamisliti, jer je jedna od ključnih namirnica čovječanstva. Iz tih razloga kontrola kvaliteta tokom proizvodnog procesa je od ključne važnosti da bi se dobio finalni proizvod odgovarajućih karakteristika i zdravstveno ispravan, uz što veće moguće iskorištenje. Upravo u tome se krije i motivacija za pisanje ovog rada, a to je analiza namirnice koja se svakodnevno koristi i ishrani i potencijalno otkrivanje nekih negativnih trendova.

Cilj ovog rada bio je uraditi analizu kvaliteta sirovog šećera, bijelog konzumnog šećera koji je dobijen iz datog sirovog šećera i sporednog proizvoda (melasa) i istražiti da li postoje kvalitativne razlike u analizama navedenih sirovina koje su dobijene od različitih šarži sirovog šećera. Urađene su analize kvaliteta navedenih sirovina dobijenih tokom procesa obrade sirovog tršćanog šećera, a parametri kvaliteta su upoređeni kroz tri različite šarže sirovog šećera. Drugim riječima, uzorci sirovog šećera i njegovih proizvoda za potrebe ovog rada su uzeti sa tri različita broda koja je za preradu kupila rafinerija iz Brčkog, i to dva broda iz Santosa (Brazil) i jedan iz Paranague (Brazil). Uzorci su uzeti nasumično u okviru redovnog uzimanja uzoraka tokom jednog dana kampanje kada se proizvodio bijeli šećer iz određene šarže. Pod analizama se podrazumijevaju sve analize koje se odnose na kvalitet navedenih sirovina i koje se rade u internoj laboratoriji u rafineriji šećera, a to su: sadržaj suve materije, koeficijent čistoće, vlaga, boja, mutnoća, provodljivost, pepeo i druge. Pored toga, za cilj je bila i analiza sadržaja elemenata u tragovima, prvenstveno metala, u spomenutim uzorcima metodom „Induktivno kuplovane plazme sa optičkom emisijom spektrometrijom (ICP-OES)“, što je rađeno u eksternoj laboratoriji.

Rad sadrži tri veće cjeline, a to su teorijski dio, eksperimentalni dio i rezultati i diskusija. U teorijskom dijelu je predstavljena tehnologija dobijanja šećera iz trske, pošto su za ovo istraživanje korišteni uzorci sirovog šećera i njegovih proizvoda dobijenih iz šećerne trske. Pri tome su data objašnjenja osnovnih pojmova i teorijskih osnova za glavne faze tehnološkog postupka prerade trske i date su karakteristike savremenog načina prerade u pojedinim fazama s osvrtnom na finalni proizvod – bijeli šećer i na melasu kao sporedni proizvod. Pored toga, dat je kratak uvid u ekološki aspekt proizvodnje šećera i definisane su sve analize i razlozi zbog kojih se rade, a najviše pažnje je posvećeno metodi ICP-OES, koja je korištena za analizu elemenata u tragovima, prvenstveno metala. U eksperimentalnom dijelu detaljno je predstavljena metodologija svih analiza. Treća cjelina je najvažnije poglavlje u kome su predstavljeni svi rezultati pojedinačno za sve uzorke i urađeno je poređenje sa sličnim istraživanjima.

1. TEORIJSKI DIO

Mnoge biljke sadrže saharozu, a najviše je ima u voću, u stablima kukuruza i sirka, kao i u stablima palme, javora i drugog drveća; ima je i u korijenju biljaka i može se reći da je rasprostranjena u cijelom biljnom svijetu. Ipak, za tehničko dobijanje saharoze u količini koja zadovoljava potrebe čovječanstva u obzir dolaze samo korijen šećerne repe i stablo šećerne trske i sav šećer koji se nalazi na tržištu je proizveden upravo iz ovih biljaka. Po svojoj važnosti na prvo mjesto dolazi šećerna trska, jer ima jednu od najuspješnijih fotosinteza u biljnom svijetu i može dati do 15 kilograma šećera po stablu kada je stablo veliko i zdravo (Odum, 1991), a ujedno to je i kultura iz koje su nastali prvi bijeli kristali šećera kakvi su nam poznati i danas. Upravo uzorci dobijeni iz šećerne trske su korišteni i za potrebne analize u ovom radu.

Sve do početka 19. vijeka šećerna trska je bila jedina sirovina iz koje se proizvodio šećer. Međutim, kraj 18. i početak 19. vijeka predstavljaju novi period u industriji šećera, jer je u Njemačkoj, ali i u drugim zemljama, počela da se širi industrija šećera koja je upotrebljavala kao sirovinu šećernu repu. To se desilo nakon što je njemački naučnik Marggraf je 1747. godine izolovao šećer iz repe pomoću alkohola i dokazao da je šećer sadržan u repi istovjetan sa šećerom iz trske iz koje se u to doba jedino dobijao (Paladino, 1948). Marggraf je prvi dokazao da šećer iz repe ima potpuno jednaka svojstva kao i od davnina poznati šećer dobiven od šećerne trske (Ludecke, 1956). Industrija prerade šećera iz repe počela je naglo da se razvija u vrijeme rata između Francuske i Britanije i već 1813. godine postojale su 334 fabrike (Paladino, 1948), a do 1885. godine šećer proizveden iz šećerne repe je nadmašio količinu šećera proizvedenog iz šećerne trske (Macinnis, 2002).

Početkom 20. vijeka odnos između šećera dobijenog iz repe i onog iz šećerne trske bio je 53% prema 47% i taj se odnos održao sve do Prvog svjetskog rata (Paladino, 1948), a nakon toga trska je ponovo preuzela primat što se održalo i do danas. Evropska komisija za poljoprivredu i ruralni razvoj (*Agriculture and rural development, European Commission*) je na svojim službenim internetskim stranicama objavila podatak kako je Evropska Unija vodeći svjetski proizvođač šećerne repe i šećera dobijenog iz te biljke. Međutim, šećerna repa predstavlja samo 20% od ukupne svjetske proizvodnje šećera u današnje vrijeme. Ostatak, čak 80% šećera, dobija se iz šećerne trske.

1.1. ŠEĆERNA TRSKA

Šećerna trska, *Saccharum officinarum*, je višegodišnja biljka iz porodice trava *Poaceae*. Nije poznato kada je tačno otkrivena šećerna trska, iako Aronson i Budhos smatraju da je postojala i prije više od 6000 godina prije nove ere. Teško je reći gdje je šećerna trska izvorno kultivisana, ali mnogi autori se slažu da je kolijevka šećerne trske Jugoistočna Azija, tačnije područje Indije, Indonezije i Nove Gvineje, na što ukazuju brojni izvještaji istraživača i citati iz raznih spisa. U petom vijeku prije nove ere šećerna trska se naročito uzgajala u Persiji, a šećer proizveden iz nje zvao se fanid (Paladino, 1948). Među prvim vijestima o šećernoj trsci na Zapadu su izvještaji vojskovođa Aleksandra Velikog, Nearhosa i Onesikritosa, koji su saznali za trsku prilikom vojnog pohoda na Indiju, 327. godine prije nove ere. Prema njihovim izvještajima, u Indiji postoji med koji se dobija bez rada pčela iz biljke koja nema plodova (Smith, 2015). U kineskoj literaturi pominje se šećerna trska oko 200. godine prije nove ere. Kineski car Tai-Sung poslao je svoje ljude u Indiju da nauče kako se prerađuje šećer iz šećerne trske (Paladino, 1948).

Iako je bilo uslova za gajenje trske i van Indije, trebalo je da prođe stotine godina dok se kultura trske prenijela iz Jugoistočne Azije u druge dijelove svijeta, prvenstveno u Kinu, Persiju i Arabiju, a potom i na Zapad, čemu su doprinijeli razni ratovi i osvajanja kroz istoriju. Tako su za rasprostranjenje šećerne trske i upotrebe šećera u Evropi najviše doprinijeli Krstaški ratovi (Paladino, 1948). Otkrićem Amerike gajenje šećerne trske je prebačeno i tamo, gdje će kasnije da dostigne svoj vrhunac (Marković, 1947). Istorija prodiranja šećerne trske sa istoka na zapad ujedno je istorija primjene tršćanog šećera kao hranljive materije. Šećer isprva nije bio svima dostupan i najviše se koristio kao lijek (Abbott, 2008), da bi u 18. vijeku postao proizvod koji svi koriste svakodnevno (Galloway, 2000), a danas je to jedna od najkontroverznijih namirnica i postoje brojne naučne studije o njegovom negativnom uticaju na zdravlje, ali to i dalje ne dovodi do pada njegove konzumacije. Medicinsku upotrebu šećera zamijenila je konzumacija u svakodnevnom životu kao novog izvora kalorija, koji se koristi uglavnom kao zaslađivač ili konzervans.

Uzgoj šećerne trske moguć je isključivo u tropskim krajevima, jer joj je potrebna jako velika količina kiše po metru kvadratnom. Tropska klima u kojoj preovladavaju visoke temperature i velika vlažnost vazduha odgovara rastu šećerne trske kao biljke koja izrazito dobro podnosi velike vrućine i vlagu, ali ne podnosi mraz zbog čega ne uspijeva na našim područjima. Šećerna trska nakon sadnje raste od 12 do 18 mjeseci, u zavisnosti od tla, klime,

navodnjavanja, napada štetočina i drugih prirodnih faktora. Za njeno uzgajanje uglavnom se primjenjuju dvije metode: a) da se svake godine vrši novo zasijavanje i b) da se korijen ne čupa, već se ostavi da izbiju novi izdanci. U drugom slučaju korijen se vadi tek poslije treće godine, što znači da se novi zasad vrši svake četvrte godine i proces kreće ispočetka. Prvi se način primjenjuje samo na Javi, gdje to dozvoljavaju klimatski uslovi, a naročito jeftina radna snaga, dok se u većini ostalih zemalja primjenjuje drugi način. Bitno je napomenuti da u drugom slučaju u svakom sljedećem ciklusu sazrijevanja dolazi do smanjenja biljnog soka, prije nego što se izvrši ponovno presađivanje (Popović i Mikijelj, 1963).

Dijelovi biljke šećerne trske su korijenje i stabljika koja pruža potporu lišću i cvijetu (slika 1). U periodu zrelosti stabljika je prečnika od 2 do 6 cm, u visinu naraste od 1,5 do 4 m, a u povoljnim uslovima može čak i do 7 m. Listovi su široki od 4 do 5 cm, dugi od 60 do 150 cm i na rubu imaju fine oštre zupce. Na vrhu stabljike razvija se metličast cvat dužine od 30 do 60 cm, koji nosi sitne mnogobrojne jednocvjetne klasiće.



Slika 1. Šećerna trska

Izvor: *Hrvatska enciklopedija*, 2024.

Šećerna trska ima dug period vegetativnog razvoja, što rezultira velikom prirastu biomase po jedinici površine i zato stabljika trske čini relativno velik prostor za skladištenje saharoze. Za dobijanje šećera koristi se stabljika bez listova i gornjih dijelova. Tipičan sadržaj šećera za zrelu trsku bio bi oko 10 % po težini, što zavisi od sorte i varira od sezone do sezone i od

lokacije do lokacije. Isto tako, prinos trske sa polja značajno varira, ali gruba vrijednost za procjenu proizvodnje šećera prema podacima pronađenim na SKIL (*Sugar Knowledge International Ltd*) je 100 tona trske po hektaru ili 10 tona šećera po hektaru.

Nakon žetve šećerna trska sadrži visok udio saharoze koji se smanjuje tokom skladištenja. Degradacija saharoze tokom skladištenja praćena je gubitkom vlage i enzimskom hidrolizom saharoze na redukujuće šećere (Everingham i saradnici, 2008). Nastali invertni šećer ometa kristalizaciju šećera i povećava količinu melase. Inverzija saharoze može se usporiti vlaženjem trske i skladištenjem u zasjenjenom prostoru. Degradaciju pospješuju mehanička oštećenja, oštećenja uzrokovana smrzavanjem, te infekcije stabljike različitim bakterijama. Svježa neoštećena trska pokazuje znakove značajnije degradacije u roku od nedelju dana, a oštećena trska to čini već nakon 12 sati. Blago zamrznuta trska može se čuvati 2 do 3 mjeseca.

Iz statističkih podataka koje je 2019. godine objavila Organizacija za prehranu i poljoprivredu Ujedinjenih Nacija (FAO) vidljivo je kako je nakon žitarica i riže, šećerna trska jedna od najprofitabilnijih poljoprivrednih kultura u svijetu, a zauzima ukupno oko 27 miliona hektara zemlje širom svijeta (Chami i saradnici, 2020). Svjetska proizvodnja je porasla sa nešto ispod 448 miliona tona poŕnjevenih na oko 8,9 miliona hektara 1961. godine na preko 2 milijarde tona poŕnjevenih na preko 27 miliona hektara 2018. godine (Chami i saradnici, 2020). Poređenja radi, podaci iz Hrvatske enciklopedije kaŕu da se u svijetu 2005. šećerna trska uzgajala na 19,79 miliona hektara, dok je svjetska proizvodnja iznosila oko 1 milijardu tona, iz čega se može zaključiti da je proizvodnja u konstantnom porastu i da se uvećala dvostruko. Sem za proizvodnju šećera, šećerna trska u područjima gdje raste ima i širu upotrebu, pa se tako koristi kao građevinski materijal, hrana za stoku ili izvor tečnosti u područjima gdje nedostaje vode za piće (Daniels, 1996).

Izvjesno vrijeme najveći proizvođač i snabdjevač šećerom iz trske bila je Kuba (Paladino, 1948), a danas to je Brazil sa proizvodnjom od oko 747 miliona tona godišnje (37 % globalne proizvodnje), dok ga u stopu prati Indija sa oko 377 miliona tona godišnje, a zatim slijede Kina, Tajland, Pakistan, Meksiko i tako dalje (Chami i saradnici, 2020). Stručnjaci predviđaju da će proizvodnja šećera porasti za 14 % u periodu od 2024. do 2033. godine. Predviđa se da će šećerna trska biti odgovorna za više od 87 % ukupne proizvodnje šećera, pri čemu će Brazil učvrstiti svoju poziciju kao najveći proizvođač šećerne trske. Tokom ovog perioda, globalno se predviđa da će proizvodnja šećerne trske rasti za 1 % godišnje i dostići 2016 miliona tona do 2033. godine. Zajedno sa Brazilom i Indijom očekuje se da i Tajland najviše doprinese promjeni globalnog obima proizvodnje (OECD i FAO, 2024).

1.2. PRERADA ŠEĆERNE TRSKE I DOBIJANJE SIROVOG ŠEĆERA

Nekada šećer nije bio poznat u sadašnjoj čvrstoj formi, već se upotrebljavao u obliku soka koji se dobijao presovanjem šećerne trske (Paladino, 1948). Mnogo vremena je prošlo dok čovjek nije uspio da dobije kristale šećera iz soka trske, a danas je tehnologija dobijanja šećera jedna od najrazvijenijih grana hemijske tehnologije. Pretpostavlja se da je proces uzgoja i obrade šećerne trske, kao i nastanka kristala šećera, postojao u Egiptu prije arapskih osvajanja, a nakon osvajanja, poznavanje procesa obrade i uzgoja trske širi se Mediteranom gdje god je navodnjavanje bilo dostupno. Krajem 7. vijeka uvedena je vodenica za potrebe drobljenja šećerne trske, a to je označilo novo razdoblje u istoriji ove kulture, jer se biljka mogla brže i kvalitetnije obrađivati (Mintz, 1985).

Šećerna trska se sve do 15. vijeka mljela i rafinisala što bliže području na kojem je rasla, jer prevoz biljke nije bio praktičan zbog njene veličine. U drugoj polovini 15. vijeka evropski proizvođači počinju da uvoze sirovi, neobrađeni šećer i prerađuju ga u svojim šećeranaama koje su otvarane u cijeloj Evropi, a ovakav način nabavke i prerade šećera ostaje u praksi i danas. Šećer se u megatonama prevozi brodovima iz južnoameričkih zemalja, uglavnom iz Brazila, u zemlje evropskog tla. Na našim prostorima, prva rafinerija šećera osnovana je u Rijeci 1752. godine, od strane nizozemskih trgovaca. To je ujedno bila i prva rafinerija u tadašnjoj Austrougarskoj, a i jedna od najvećih u Evropi (Paladino, 1948).

Postupak prerade šećerne trske i dobijanja sirovog šećera može se podijeliti u dvije osnovne faze:

- 1) priprema trske za ekstrakciju,
- 2) ekstrakcija sirovog šećera iz trske,

1.2.1. Priprema trske za ekstrakciju

Mnogi autori smatraju da je praksa drobljenja i usitnjavanja, odnosno obrada šećerne trske nakon sječe veoma stara i da potiče iz starog vijeka. Obrada šećerne trske dijeli se u nekoliko faza i tehnika koje su razvijene u različito vrijeme i u različitim okolnostima. Sječa šećerne trske obavlja se u vrijeme kada je trska puna biljnog soka, koji se mora brzo izdvojiti od same biljke kako ne bi došlo do truljenja, sušenja ili fermentacije sadržaja trske, odnosno da ne bi došlo do gubitka šećera. Iz tog razloga se trska obično prerađuje u roku od 24 sata nakon sječenja. Proces pripreme šećerne trske započinje pranjem, a zatim rezanjem pomoću

rotirajućih noževa ili drobljenjem pomoću mlinova sa čekićima. Najvažnije prilikom procesa obrade trske jeste ekstrakcija saharoze koja se nalazi u trsci (Mintz, 1985).

1.2.2. Ekstrakcija sirovog šećera iz trske

U fazi ekstrakcije sirovog šećera iz trske uključene su četiri ključne operacije: ekstrakcija sirovog soka, prečišćavanje, isparavanje i kristalizacija (Engida i saradnici, 2013). Otpuštanje biljnog soka iz šećerne trske započinje mljevenjem i mehaničkim presanjem. Nakon ovog postupka trska se namače u tečnosti. Ekstrakcija se zapravo provodi kao protivstrujni proces koristeći svježu toplu vodu na jednom kraju, koja se pumpa u suprotnom smjeru od trske. Dobijeni sok nije čist, sadrži 10 do 15 % saharoze, te rastvorene nečistoće i zaostala vlakna trske (Tfouni i saradnici, 2009). Sok ima pH oko 5,5 i zato mu se odmah dodaje određena količina Ca(OH)_2 , kako bi se pH povisio iznad 7 i da se tako izbjegne hidroliza saharoze (Thavarungkul i saradnici, 1999).

Nakon toga, smjesa soka i Ca(OH)_2 se zagrijava na oko 100 °C da bi došlo do taloženja rastvorenih nečistoća (Doherty i saradnici, 2003). Kako bi se na dnu izdvojile istaložene supstance, smjesa se prebacuje u gravitacione taložnike gdje putuje malom brzinom, tako da iz njih izlazi čist sok, a talog ostaje na dnu. Dio šećera je ostao u talogu, zbog čega se talog filtrira na rotacionim vakuum filterima. Bistri sok sadrži oko 15 % saharoze i odvodi se na uparavanje kako bi se ovaj procenat povećao približno na 80 % i da bi se postigli uslovi za kristalizaciju šećera. U postupku kristalizacije ugušćeni sirup se stavlja u veliki tiganj za ključanje, gdje se voda dodatno otparava i počinje kristalizacija. Kada kristali narastu, dobijena mješavina kristala i matične tečnosti se centrifugira da dođe do njihovog razdvajanja. Kristali se zatim osuše vrućim vazduhom, prije nego što se skladište spremni za otpremu. Krajnji proizvod, sirovi šećer, sadrži oko 96,0–98,5 % saharoze (Engida i saradnici, 2013).



Slika 2. Sirovi šećer dobijen iz šećerne trske

Ovako dobijen sirovi šećer nije pogodan za konzumiranje, jer još uvijek sadrži mnogo nečistoća, te se kao takav transportuje u rafinerije šećera širom Evrope, gdje odlazi na rastapanje i prečišćavanje, a nakon toga dugotrajnim kuvanjem i poslije hlađenjem se pretvara u bijele kristale šećera. Za ekstrakciju 1 tone sirovog šećera potrebno je 8–9 tona šećerne trske (Sharpe, 1998).

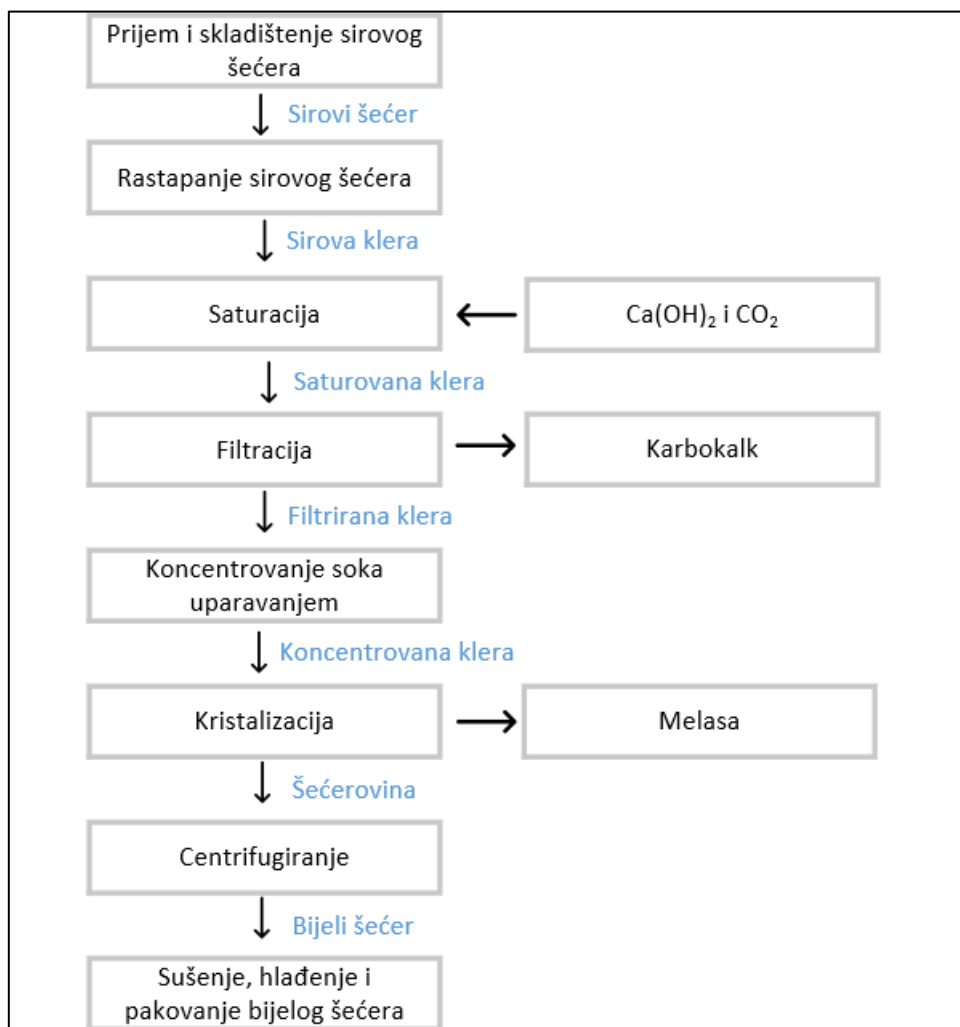
1.3. TEHNOLOŠKI POSTUPAK PRERADE SIROVOG ŠEĆERA I DOBIJANJA BIJELOG ŠEĆERA

Uzorci sirovog šećera, bijelog šećera i melase za potrebe ovog rada su uzeti iz STUDEN-AGRANE, rafinerije šećera u Brčkom. Rafinerija šećera STUDEN-AGRANA je osnovana 2006. godine u Brčkom sa ciljem obezbjeđivanja i stalnog snabdijevanja visokokvalitetnim šećerom tržište jugoistočne Evrope, kao i domaće tržište. Ovo je trenutno jedina rafinerija šećera u Bosni i Hercegovini. Rafinerija prerađuje sirovi šećer od šećerne trske u najfiniji bijeli kristalni šećer sa kapacitetom od preko 150000 tona godišnje. Da bi rafinerija mogla da ponudi svoj vrhunski proizvod kupcima, konstantno se ulaže u kvalitet proizvodnje od prvog koraka, tj. od kupovine kvalitetnog sirovog šećera, pa preko svih potrebnih mašina i instrumenata za dobijanje finalnog proizvoda. S obzirom na činjenicu da je krajnji cilj svake kompanije rast profita, jasno je da je orijentacija na kvalitet neophodna, jer predstavlja jedini put ka lojalnim kupcima. U cilju potvrde kvaliteta proizvodnje i proizvoda, firma je uvela međunarodno priznate standarde kao što su HACCP, ISO 9001, IFS, Halal i drugi.



Slika 3. STUDEN-AGRANA, rafinerija šećera u Brčkom

Tehnološki postupak proizvodnje šećera uglavnom je kontinuirani postupak, a odvija se po fazama procesa koje su međusobno povezane u tehnološku cjelinu (Šušić, 1980). Tokom rafinacije šećera uklanjaju se u što je moguće većoj mjeri rastvorene supstance koje nisu šećer i suspendovane nečistoće. Nečisti rastvori sadrže supstance koje nisu saharoza i pri istoj temperaturi rastvaraju mnogo više saharoze nego što to može čista voda, ali i zadržavaju šećer u rastvoru i ne daju mu da kristališe. To znači da nečistoće ometaju kristalizaciju saharoze i na taj način smanjuju količinu proizvedenog šećera, tj. smanjuju iskorištenje. Tačka ključanja šećernih rastvora je uvijek viša od tačke ključanja vode i utoliko veća ukoliko su rastvori koncentrovani, što je definisano Raulovim zakonom – u razblaženom rastvoru napon pare isparljivog rastvarača srazmjernan je svojoj koncentraciji izraženoj u molskim frakcijama, pri čemu je konstanta proporcionalnosti jednaka naponu pare čistog rastvarača. Relativno sniženje napona pare razblaženog rastvora srazmjerno je molskoj frakciji rastvorene supstance, pa je i povišenje tačke ključanja srazmjerno samo koncentraciji rastvorene supstance.



Slika 4. Uprošćeni shematski prikaz tehnološkog procesa prerade sirovog šećera

Prije opisivanja tehnološkog postupka važno je napomenuti da je terminologija koja se koristi različita od autora do autora, kao da je i sam tehnološki postupak podložan promjenama u praksi od rafinerije do rafinerije. U industriji šećera su sve faze u tehnološkom postupku međusobno povezane i čine jedinstven lančani sistem (Šušić i saradnici, 1995). Postupak prerade sirovog tršćanog šećera i dobijanja bijelog šećera može se podijeliti u 7 osnovnih faza poredanih sljedećim hronološkim redoslijedom:

- 1) rastapanje sirovog šećera,
- 2) saturacija,
- 3) filtracija,
- 4) koncentrovanje soka uparavanjem,
- 5) kristalizacija šećera,
- 6) odvajanje kristala na centrifugama i
- 7) sušenje i hlađenje bijelog šećera.

1.3.1. Rastapanje sirovog šećera

Proces prerade sirovog šećera u bijeli šećer započinje rastapanjem. Sirovi šećer se prevodi u rastopljeno stanje pomoću tople vode, kondenzata i radnih medija (sirupa i klera) nastalih u procesu prerade. Izraz „klera“ u industriji šećera se koristi za razne rastvore koji nastaju tokom procesa prerade i koji sadrže saharozu, kao i za visokokvalitetne sirupe koji nastaju tokom centrifugiranja bijelog šećera i koji se vraćaju u cirkulaciju u proces proizvodnje (svaka klera se posebno označava). Temperatura rastapanja se kreće od 65 do 70 °C. Nakon rastapanja sirovog šećera dobije se sok, odnosno tzv. sirova klera, čija je pH od 6,5 do 8,5 i boja do 2200 IU¹ i u kojoj je koncentracija šećera između 50 i 60 %, odnosno između 50 i 60 °Bx². Sirova klera pored saharoze sadrži i nečistoće u rastvorenom i koloidnom stanju.

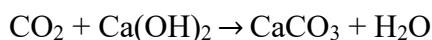
1.3.2. Saturacija

Da bi se odstranile nečistoće, sirova klera se odvodi u tzv. saturere na prečišćavanje – saturaciju (karbonataciju), gdje se u dva stepena na raznim alkalitetima, odnosno pH vrijednostima, provodi postupak čišćenja pomoću Ca(OH)₂ (tzv. krečnog mlijeka) i pomoću CO₂ (tzv. saturacioni gas). Dodavanjem Ca(OH)₂ postiže se taloženje nerastvorljivih kalcijumovih jedinjenja i koagulacija koloida. Ovo je neophodno iz razloga što koloidi smetaju kristalizaciji šećera iz rastvora i otežavaju koncentrovanje rastvora šećera, dok

¹ Jedinica za boju se najčešće izražava u „ikumsa“ (ICUMSA) jedinicima – IU.

² Stepena (*brix*), °Bx, je jedinica za saharizaciju, odnosno za sadržaj suve materije u uzorku, tj. ukupnu količinu šećera i nečistoća zajedno, ne računajući vodu.

rastvorene nečistoće povećavaju rastvorljivost saharoze u vodi i uzrokuju obrazovanje melase. Nastanak CO_2 se dešava u skruberu iz dimnih gasova kotlovskog postrojenja, a dodavanje CO_2 se vrši da bi se višak $\text{Ca}(\text{OH})_2$ istaložio u obliku kalcijum-karbonata (CaCO_3).



Nastanak CaCO_3 je od velikog značaja, jer on apsorbira nečistoće. Proces saturacije se odvija pri temperaturi od 80–85 °C. Poslije prve faze saturacije dobije se saturovana klera 1, čija je pH vrijednost između 9 i 10 i ova klera se odvodi na drugu fazu saturacije. Poslije druge saturacije dobije se saturovana klera 2, čiji je pH između 8,2 i 8,8. Prema Chou, kontrola pH u ovoj fazi prerade je jako važna, jer se odstrani 10–20 % pepela iz sirovog šećera.

Na nižim pH vrijednostima karbonati (CO_3^{2-}) prelaze u bikarbonate (HCO_3^-) što može dovesti do smanjene efikasnosti taloženja CaCO_3 . Kao rezultat toga, kamenac se može formirati u cijevima, jer se višak kalcijumovih jona ne izdvaja iz rastvora na pravilan način. Osim toga, u takvim uslovima može nastati prezasićen sok, koji ima povećanu obojenost i sadrži veću količinu nečistoća, što otežava kasniju obradu. Ako je pH vrijednost nakon druge saturacije viša od optimalne, to ukazuje na nepotpunu saturaciju, odnosno na nepotpunu reakciju između CO_2 i kalcijuma, čime se smanjuje količina formiranog CaCO_3 . Posljedica toga je lošija filtracija, jer ne dolazi do formiranja odgovarajućih kristalnih struktura koje omogućavaju zadržavanje nečistoća (Chou, 2000). Pored uklanjanja nešećera, u ovoj fazi dolazi i do izbjeljivanja šećera, odnosno do uklanjanja boje. Autor Chou navodi da se u ovoj fazi može ukloniti čak do 60 % boje, što se pokazalo i u praksi.

1.3.3. Filtracija

Poslije dva stepena saturacije dobijena je saturovana klera, tj. suspenzija šećernog rastvora i čestica krutog kalcijum-karbonata, koja se mora filtrirati u dva stepena kako bi se dobio bistri filtrat sa sadržajem šećera između 50 i 60 °Bx. Filtracija saturovane klere se vrši pomoću svijećnih filtera. Nakon što saturovana klera prođe dva stepena filtracije, dobije se gusti mulj i filtrirana klera čija je boja do 900 IU (gornja granica) i pH vrijednost između 7 i 8,5. Filtrirana klera se odvodi na uparavanje, a izdvojeni gusti mulj kalcijum-karbonata predstavlja nusproizvod u procesu rafinacije sirovog šećera i svoju primjenu nalazi u poljoprivredi. Ovako dobijeni gusti mulj se odvodi na filter prese gdje se presa u filter „kolač“, odslađuje se kondenzatom, skida sa filter platna, skladišti i daje farmerima kao takozvani „karbokalk“. Ovim postupcima se uklanja oko 60–70 % nečistoća iz sirovog šećera. Ostali dio nečistoća, izdvaja se postupcima višestepene rafinacije, odnosno višestepene kristalizacije.

1.3.4. Koncentrovanje soka uparavanjem

Tokom čišćenja snižava se koncentracija sirove klere usljed dodavanja krečnog mlijeka, tako da se poslije saturacije i filtracije dobija vrlo razblažen sok (filtrirana klera, čiji se sadržaj suve materije kreće od 50 do 60 °Bx). Iz tog razloga, prije nego započne sam proces prečišćavanja kristalizacijom, bistri filtrat se prvo ugušćuje u otparnom tijelu. Kao ogrijevna para za otparno tijelo koristi se pregrijana para iz kotlovnice, koja pored toga služi i kao ogrijevna para za zagrijače klere, sirupa i za vakuum aparate u kojima se odvija postupak kristalizacije. Nakon ugušćavanja, dobije se gusta klera (naziva se još i koncentrovana klera ili gusti sok), čiji se sadržaj suve materije kreće od 70 do 75 °Bx. Ako je sadržaj suve materije manji od 70 °Bx onda će kuvanje u vakuum aparatu za dobijanje konzumnog šećera biti sporije, a ako je sadržaj suve materije veći od 75 °Bx doći će do spontane kristalizacije u napojnim tankovima. Korekcija sadržaja suve materije se radi tako što se pojača ili smanji unos pare u otparnu stanicu. Dobijena gusta klera se dodatno filtrira preko filtera veličine 30 i 10 µm i odvodi dalje na kuvanje, tj. na kristalizaciju u vakuum aparate.

1.3.5. Kristalizacija šećera

Kristalizacija saharoze provodi se diskontinuiranim uparavanjem u vakuum aparatima. U njima se gusta klera (koja je još uvijek nezasićen rastvor) dalje koncentruje uparavanjem, odnosno dovodi se u oblast prezasićenosti sve dok rastvor ne postane toliko prezasićen da u njemu počne kristalizacija šećera, jer šećer može da kristališe samo iz prezasićenih rastvora. Na taj način se smanjuje moć rastvaranja šećera i stvara sredina koja je povoljna za kristalizaciju saharoze. Proces kristalizacije šećera je veoma važan korak, jer se na osnovu toga vidi iskorištenje, pošto se dio šećera izgubi u melasi i vrlo mali procenat u karbokalku.

Pri kuvanju se mora voditi računa o koeficijentu prezasićenosti – broj koji pokazuje koliko je više šećera rastopljeno u jednom dijelu vode kod nečistih prezasićenih rastvora nego u jednom dijelu vode kod nečistih zasićenih rastvora iste čistoće i pri istoj temperaturi (Paladino, 1948). Prezasićenost ne smije da bude suviše velika, ali ni da se izgubi, jer bi u tom slučaju došlo do rastvaranja već stvorenog kristala. Ako su rastvori suviše prezasićeni, doći će do brzog stvaranja kristala, ali je kristalizacija nepravilna, jer se uz željene kristale stvara i sekundarno (divlje) zрно, koje ometa rad na centrifugama (Paladino, 1948). Sem toga, pri vrlo visokoj prezasićenosti sirup postaje više viskozan, a to usporava rast nastalih kristala. Povećanjem koncentracije šećera u rastvoru otežava se uparavanje vode, tj. raste tačka ključanja rastvora, pa se zbog skraćjenja vremena kuvanja ovo izvodi pod vakuumom, pri sniženom pritisku i pri

nižim temperaturama, a da bi se ujedno izbjegla i karamelizacija i gubici šećera pri kristalizaciji. Zadovoljavajuća prezasićenost može se postići i hlađenjem sirupa, što se u praksi i primjenjuje, a ovaj proces se naziva „produžena kristalizacija” i obavlja se u hladnjačama sa miješanjem (Šušić i saradnici, 1994).

Kuvanjem guste klere do koncentracije od oko 90 °Bx nastaje šećerovina – smjesa kristala šećera kao čvrste faze i matičnog sirupa kao tečne faze. Matični sirup sadrži dio šećera te sve nečistoće iz gustog soka. Količina kristala prema količini sirupa zavisi od količine nečistoća u gustom soku, fizičkih osobina i viskoziteta. Ukuvana šećerovina se ispušta iz vakuum aparata u hladnjače (refrižerante) u kojima nastaje dalje hlađenje, a time i dodatni rast kristala, tj. produžena kristalizacija. Idealno bi bilo kada bi se sav šećer koji se nalazi u gustom soku mogao dobiti u formi kristala samo jednim kuvanjem, ali to u praksi nije moguće, pošto gusti sok sadrži i nečistoće koje vežu određen dio šećera. Kako bi iskorištenje bilo što veće i kako bi se što više šećera iz gustog soka dobilo u formi kristala, u praksi se šećer obično kuva u nekoliko stepeni kristalizacije, pri čemu se dobijaju različite šećerovine. Postupci kristalizacije se provode sve dok ne nastane matični sirup iz kojeg šećer više ne može da kristališe. Takav sirup naziva se melasa i sadrži oko 85 % suve materije i oko 50 % šećera.

Pored ispravnog održavanja koeficijenta prezasićenosti pri kristalizaciji, veoma je važno i održavanje odgovarajuće temperature. Najbolja temperatura za stvaranje kristala je od 80 °C do 85 °C. Važno je da se tokom stvaranja kristala održava ista temperatura, jer sa porastom temperature raste i rastvorljivost saharoze i stvoreno zrno se može rastopiti, odnosno opadanjem temperature može doći do stvaranja sekundarnog zrna (Paladino, 1948). Iz prezasićenog rastvora kristališe šećer ako temperatura ostaje ista sve dok rastvor ne postane zasićen. Pri uobičajenim uslovima kristalizacije, ukuvavanjem gustog soka u vakuum aparatima na oko 80 °C, stanje prezasićenosti povoljno za rast kristala postiže se tek pri koncentraciji od 80 % suve materije sirupa.

Novija ispitivanja su pokazala da brzina kristalizacije saharoze iz prezasićenih rastvora zavisi od dva faktora: prvi faktor je brzina difuzije molekula iz tečnosti do površine kristala, a drugi je mehanizam njihovog orijentisanja i ugrađivanja u kristalnu rešetku. Brzina difuzije molekula je obrnuto proporcionalna viskozitetu rastvora. Pored toga, brzina kristalizacije saharoze progresivno se smanjuje s porastom količine nečistoća u rastvoru, što znači da brzina kristalizacije opada utoliko više ukoliko je koeficijent čistoće šećernog rastvora niži (Šušić i Guralj, 1965).

1.3.6. Odvajanje kristala na centrifugama

Da bi se iz šećerovine dobio kristalni šećer, kristal mora da se odvoji od sirupa na centrifugama, gdje se usljed velike centrifugalne sile odvaja matični sirup od kristala. Centrifuge su građene u obliku bubnjeva od perforiranog lima (takozvanog sita). Bujanj centrifuge puni se šećerovinom pri malom broju obrtaja. Šećerovina se u bubnju prilagođava njegovom obliku tako da bude ravnomjerno raspoređena. Nakon što je centrifuga napunjena i kada je postignuto ujednačeno okretanje, pušta se u rad s punim brojem obrtaja (1460 o/min).

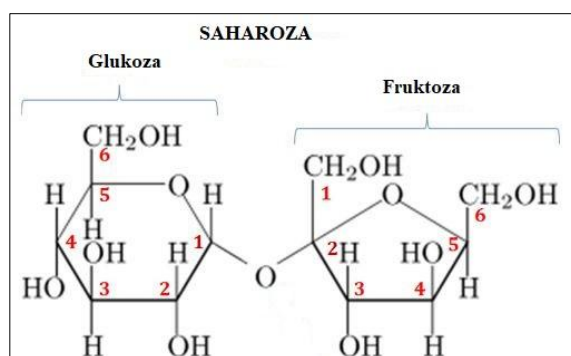
Kroz sita na centrifugi izlazi matični sirup koji odlazi na dalja kuvanja, a na situ zaostaju kristali. Važno je napomenuti da na kristalima saharoze zaostaje tanki sloj sirupa koji se centrifugiranjem ne može izdvojiti, a taj sloj se odstranjuje pranjem kristala u centrifugi sa vodom ili vodenom parom. Odvojeni matični sirup ima u sebi još dovoljno šećera i mogu se dobiti kristali iz njega, te se zbog toga provode još tri postupka kristalizacije kako bi se dobilo što bolje iskorištenje. Zbog toga se sirupi zaostali nakon svakog postupka kristalizacije i centrifugiranja vraćaju u proces prerade. Svakim korakom kristalizacije i centrifugiranja iz matičnog sirupa se dobijaju kristali veće čistoće od matičnog sirupa, odnosno iz prezasićenih rastvora se izdvaja saharoza, a u zasićenom rastvoru, tj. u matičnom sirupu, zaostaju nečistoće i dio šećera koji idu na dalju obradu. Na posljednjem postupku kristalizacije i centrifugiranja dobijaju se kristali lošije kvalitete i matični sirup iz kojeg više nije moguće dobiti kristale ili to ekonomski nije opravdano. Ovakav matični sirup koji nije podložan daljoj preradi naziva se melasa.

1.3.7. Sušenje i hlađenje bijelog šećera

Šećer dobijen u kristalnom stanju ima još dosta vlage u sebi, te se mora sušiti u sušaćima šećera i hladiti prije pakovanja i skladištenja. Kristalni šećer odvojen na centrifugama pada na vibracioni transporter kojim se transportuje u sušaru kristala (Sušić i saradnici, 1994). Šećer se suši u rotacionim ili komornim sušarama do 0,03 % vlage, a iz sušara se prebacuje u zahlađivač gdje se hladi do temperature od 25 do 30 °C. Nakon toga šećer se uglavnom transportuje transportnom trakom do skladišta gdje se pakuje u pakovanja određene kilaže i priprema za prodaju u različitim oblicima. Danas je sve popularnije skladištenje šećera u rasutom stanju u silosima, pa se tako u toku cijele godine može pakovati pred samu isporuku. Pri sušenju i hlađenju šećera nastaje dosta šećerne prašine, koja se hvata pomoću ciklona, tekstilnih filtera ili u kondenzatoru sa raspršivačem vode, a zatim se vraća na preradu.

1.4. SAHAROZA

Saharoza se dobija se u čistom obliku na srazmjerno najjeftiniji način i predstavlja ne samo najčišći proizvod iz klase šećera, nego i najčišći proizvod što ga može dati hemijska industrija uopšte (Marković, 1947). Saharoza, u svakodnevnom govoru poznata kao šećer, je jedan od najznačajnijih disaharida opšte formule $C_{12}H_{22}O_{11}$ i molekulske mase 342,303 g/mol. Disaharidi nastaju međusobnim povezivanjem dviju jednakih ili različitih molekula monosaharida pomoću O-glikozidne veze uz gubitak jedne molekule vode. Monosaharidi sadrže karbonilnu (aldehidnu ili keto) grupu i hidroksilnu grupu na dovoljno velikoj udaljenosti, tako da molekul može da se savije i da naspram karbonilne grupe dođe hidroksilna grupa, nakon čega dolazi do njihove međusobne intramolekulske reakcije, pri čemu nastaju ciklični poluacetali ili ciklični poluketali. Pentoze i heksoze se javljaju u obliku petočlanih i šestočlanih cikličnih poluacetalata, koji su slični prstenu furana i pirana, pa se nazivaju furanoznim (petočlanim) i piranoznim (šestočlanim) cikličnim poluacetalima. Saharoza nastaje reakcijom molekula α -d-glukopiranoze i β -d-fruktofuranoze. Prema IUPAC nomenklaturi, naziv saharoze je α -d-glukopiranozil- β -d-fruktofuranozid, jer ona predstavlja lanac od dva spojena prstena, od kojih je jedan voćni šećer (fruktoza), a drugi groždani šećer (glukoza). Ovi monosaharidi su povezani preko poluacetalnih hidroksilnih grupa. Saharoza spada u neredukujuće šećere. Struktura saharoze je prikazana na slici 5.



Slika 5. Struktura molekule saharoze

Saharoza je supstanca bijele, vrlo slatkog okusa, bez mirisa i dobro je rastvorljiva u vodi, dok je nerastvorljiva u organskim rastvaračima. Apsorpcija saharoze počinje u želucu već poslije nekoliko minuta, pa zbog toga ishrana saharožom omogućuje da se brzo nadoknadi izgubljena energija, na primjer, kod teškog fizičkog rada, kod napornih sportova ili kod bolesnika, a što ukazuje na činjenicu da ona pored važnosti za ishranu ima i određeno fiziološko djelovanje, koje se često koristi i u terapijske svrhe.



Slika 6. Bijeli šećer

Saharoza se hidrolizom raspada na glukozu i fruktozu, a hidroliza se vrši u prisustvu katalizatora, kiseline ili enzima invertaze. Hidrolizom saharoze nastaje invertni šećer. Invertni šećer je ekvimolarna smjesa glukoze i fruktoze i javlja se u obliku sirupa, a invertom se naziva zato što produkti koji nastaju hidrolizom okreću ravan polarizovane svjetlosti na lijevo, dok sama saharoza okreće ravan polarizovane svjetlosti na desno (100 % rastvor u cijevi od 100 mm dužine obrne ravan polarizacije za $66,5^\circ$). Na osnovu toga moguće je ispitivanje da li ima šećera u kondenzovanim vodama koje služe za napajanje kotlova, jer je on veoma štetan ako preko tih kondenzovanih voda dođe u kotlove (reakcija za dokazivanje radi se α -naftolom i sumpornom kiselinom).

Za razliku od kiselina, lužine saharoze dovode do njene djelimične razgradnje, a u zavisnosti od koncentracije rastvora i temperature nastaju mono-, bi- i trisaharati. Ukoliko su šećerni rastvori alkalni, mogu se kuvati pri 105°C , a da ne dođe do značajnijeg raspada saharoze. Neutralni i kiseli rastvori saharoze se kuvanjem pri 100°C raspadaju u invertni šećeri. Ovo je važno znati radi kuvanja sokova u rafinerijama šećera, da se ne bi saharoza raspadala ukoliko oni ne bi bili alkalni. Sa neorganskim solima i organskim jedinjenjima saharoza formira jedinjenja koja su u vodi rastvorljivija od saharoze te sprečavaju njenu kristalizaciju.

Viskoznost rastvora saharoze zavisi od temperature rastvora i koncentracije saharoze, na taj način da raste sa porastom koncentracije, a opada sa porastom temperature. Saharoza kristališe u monoklinskom sistemu, a kristal je složen i predstavlja kombinaciju šest kristalografskih oblika (Langrish i Wang, 2008). Rastvorljivost saharoze zavisi od temperature i udjela stranih primjesa. Prisustvo nečistoća snižava temperaturu rastvaranja, s tim da jako mala količina nečistoća smanjuje rastvorljivost, dok veća količina povećava. Saharoza se topi pri 160°C i hlađenjem stvrdnjava u kristalnu amorfnu masu, koja posle

izvjesnog vremena postaje opet kristalna (Paladino, 1948), a ako se saharoza ugrije na 200 °C dolazi do karamelizacije, odnosno cijepanja molekule i nastajanja različitih jedinjenja uz izdvajanje vode. Daljim zagrijavanjem iznad 250 °C dolazi do razaranja veza između ugljenikovih atoma, pri čemu nastaju ugljen-dioksid, voda i ugljenik.

Važnost saharoze u ishrani čovjeka ogleda se u sljedećim činjenicama (Marković, 1947):

- 1) to je najefektniji izvor energije, jer se u tijelu resorbuje neposredno ili poslije neznatnih promjena u probavnim organima; glukoza čak ne mora ni da prođe kroz probavne organe čovjeka nego se može neposredno ubrizgati u krv, što moderna medicina primjenjuje kod nekih vrsta bolesti;
- 2) energija koju daje šećer služi prvenstveno za stvaranje mišićne snage i toplote; šećer stvara rezerve glikogena u jetri i može se pretvoriti u mast;
- 3) šećer štedi bjelančevine i na taj način smanjuje količinu izdvojenog azota koji onda preostaje za druge svrhe; na taj način šećer igra važnu ulogu kod stvaranja određenih amino-kiselina;
- 4) šećer može da zamijeni mast ako nije došlo do nedostatka vitamina A i antirahitičnog vitamina;
- 5) pravilnom primjenom šećer može da spriječi stvaranje kiselina u stomaku.

1.5. MELASA

Pri preradi posljednje šećerovine u šećer, nakon centrifugiranja dobija se posljednji matični sirup iz kojeg više nije moguće dobiti kristale. Ovaj matični sirup se naziva melasa i predstavlja nusproizvod u tehnologiji dobijanja šećera. Melasa je jako viskozna mrka tečnost koja sadrži oko 50 % saharoze i iz koje se uobičajenim načinom, tj. kuvanjem i kristalizacijom, ni pod povoljnim tehničkim uslovima ne može dobiti toliko saharoze da njena proizvodnja ima ekonomsku opravdanost. Sva jedinjenja koja nisu saharoza i koja tokom prerade nisu bila odstranjena ili su nastala u toku prerade, na kraju procesa završe u melasi.

Melasa kad otiče sa centrifuga ima sadržaj suve materije oko 75–80 °Bx, jer je već razrijeđena i pumpa se iz fabrike u velike željezne ili betonske rezervoare koji su obično u dvorištu rafinerije. Zbog svog specifičnog sadržaja melasa ima široku upotrebu. Najviše se upotrebljava kao izvor ugljenika u procesima fermentacije, naročito u industriji za dobijanje alkohola i kvasca, kao dodatak hrani za stoku, a po tradiciji služi i kao zaslađivač i zamjena

boje u kolačima (Valli i saradnici, 2012). Studija koju su radili Mangwanda i saradnici je pokazala da melasa ima značajnu količinu organskih kiselina, što sugerise da se iz nje može proizvesti visokokvalitetni rum, jer organske kiseline mogu doprinijeti kiselosti smješe za fermentaciju i uticati na ukus i aromu finalnog proizvoda.



Slika 7. Melasa

Na sastav melase utiču mnogi faktori kao što su tip zemljišta, temperatura okoline, vlaga i sezona proizvodnje, kao i tehnologija koja se koristi u šećeranima. Sadržaj šećera u melasi proizvedenoj u različitim zemljama varira u zavisnosti od primijenjene proizvodne tehnike (Zohri i saradnici, 2022). Melasa, pored šećera, sadrži oko 30 do 35 % jedinjenja koja nisu šećer i oko 15 do 20 % vode (Šušić i Guralj, 1965). Od jedinjenja koja nisu šećer u melasi najviše ima organskih jedinjenja (betain i druge aminokiseline, vitamini, posebno B-grupe), zatim minerali i elementi u tragovima. (Valli i saradnici, 2012).

Proces proizvodnje šećera iz trske može stvoriti neke opasne supstance u melasi kao što su teški metali (Zohri i saradnici, 2022). Važno je da se metali u melasi ne nalaze u previsokim koncentracijama, jer bi njihov visok nivo stvarao smetnje u njenoj daljoj obradi. Na primjer, tokom fermentacije pri proizvodnji kvasca kvalitet i količina kvasca opada što je veći nivo metala u melasi (Abdel-Rahman i saradnici, 2016). Pored toga, nekoliko studija je pokazalo da je melasa bogat izvor fenolnih jedinjenja koja imaju moguću ulogu u prevenciji nekoliko hroničnih bolesti koje uključuju oksidativni stres (Valli i saradnici, 2012). Boju i aromu melasi daju proizvodi kondenzacije ugljenih hidrata i aminokiselina, nastali tokom obrade šećera, koji se takođe nalaze u veoma visokoj koncentraciji u melasi. Američka administracija za hranu i lijekove smatra melasu bezbjednom (Valli i saradnici, 2012).

Količina i kvalitet melase zavise od kvaliteta sirovog šećera, kao i od pravilnosti rada u fabrici. Sem toga, na količinu melase ima uticaja i mehanička obrada posljednje šećerovine. U praksi se pokazalo da se dobije oko 24 do 25 g melase po toni prerađenog sirovog šećera. Razlozi zbog kojih šećer ne može kristalisati iz melase su fizičke i hemijske prirode. Hemijski faktor ispoljava se u povećanju rastvorljivosti saharoze u prisustvu nečistoća. Koeficijent čistoće melase se kreće od 58 do 65 %. Poznato je da od koeficijenta čistoće sirupa zavisi rastvorljivost i da sa opadanjem čistoće rastvorljivost šećera raste, zbog čega nije moguća njegova kristalizacija. Sposobnost obrazovanja melase ne može se pripisati nekoj određenoj supstanci koja nije šećer, jer sve vrste nečistoća imaju na tu pojavu određeni uticaj. Fizički faktor se ogleda u povećanju viskoziteta šećernih rastvora zbog prisustva velike količine nečistoća, što utiče na snižavanje brzine kristalizacije saharoze (Šušić i Guralj, 1965). Možemo zaključiti da viskoznost raste sa opadanjem čistoće sirupa. Najviše uticaja na obrazovanje melase imaju soli kalijuma i natrijuma, zatim alkalni hidroksidi, dok kalcijumove soli imaju manji uticaj (Šušić i Guralj, 1965).

S obzirom na činjenicu da melasa sadrži veliku količinu saharoze koja za industriju šećera predstavlja gubitak, postojala je još u početku razvoja ove industrije tendencija da se objasne uzroci njenog nastajanja i da se pronađu uslovi u kojima bi se što manje stvarala. Tehnolozi odavno rade na pronalaženju najboljih i najprofitabilnijih metoda za izdvajanje tog šećera, s ciljem da u fabrikama budu što manji gubici. Dosadašnje metode izdvajanja šećera iz melase mogu se podijeliti u dvije grupe. U prvu grupu spadaju metode koje imaju za cilj da se iz melase prvo odstrane nečistoće, da se na taj način dobiju rastvori šećera veće čistoće i da se zatim šećer izdvoji po uobičajenom tehnološkom postupku. U drugu grupu spadaju hemijske metode desaharifikacije melase, koje se zasnivaju na svojstvu saharoze da sa jonima zemnoalkalnih metala daje teško rastvorljiva jedinjenja kao što su saharati. Ove metode našle su primjenu u industriji šećera i danas se u nekim zemljama primjenjuju za izdvajanje šećera iz melase (Šušić i Guralj, 1965).

1.6. EKOLOŠKI ASPEKT RADA RAFINERIJE

Proizvodnja bijelog šećera iz šećerne trske je s ekološkog aspekta veoma isplativa, jer prilikom prerade sirovog šećera skoro da nema otpadnih materija ili je njihova količina svedena na minimum, kao što je minimalna i potrošnja energije. Otpadnih produkata nema čak ni pri preradi šećerne trske i izolovanju sirovog šećera iz trske. Ostaci trske, koji se

nazivaju bagasa, ostavljaju se na zraku kako bi se osušili i poslije poslužili kao gorivo za zagrijavanje pri procesu dobijanja šećera ili za dobijanje električne energije u termoelektranama, a mogu se koristiti i kao dodatak hrani za stoku. Prema članku iz *Hrvatske enciklopedije*, vlaknasti ostaci stabljike mogu se upotrijebiti kao malč (za malčiranje tla) ili stelja.

Kada je riječ o otpadu i sporednim proizvodima koji nastaju samim procesom prerade sirovog šećera u bijeli, može se reći da se otpad se prikuplja na mjestu nastanka i razvrstava u skladu sa potrebama budućeg tretmana. Rafinerija šećera je ekološki osviještena i strogo se drži svih zakonskih i podzakonskih akata koji imaju svrhu da zaštite okoliš i životnu sredinu. Zbog toga, rafinerija ima interni dokument u kome je propisana identifikacija, kontrola i klasifikacija svih vrsta otpada koje nastaju. Za svaku kategoriju se daju smjernice za postupanje, odnosno privremeno skladištenje i zbrinjavanje otpada na ekološki prihvatljiv način i u skladu sa zakonskim regulativama. Pored nusproizvoda melase, koji se dalje prodaje i prerađuje i samim tim ne utiče negativno na životnu sredinu, značajan otpad koji nastaje samim procesom proizvodnje je i takozvani karbokalk.



Slika 8. Karbokalk

Karbokalk je smjesa kalcijum-karbonata sa drugim supstancama koje se odstrane nakon filtracije saturacionog mulja, koji je prethodno nastao u procesu saturacije (karbonatacije). Karbokalk se odvaja pomoću filter presa sa 70 do 80 % suve materije. Pošto ne sadrži štetne materije, to je veoma pogodan vapneni materijal za kalcifikaciju kiselih zemljišta i podizanje njihovih pH vrijednosti. U narodu je poznat kao „poboljšivač tla“. Karbokalk se lako rasipa i bude praškaste strukture, što mu daje brzu učinkovitost i laku mogućnost transporta, a rafinerija šećera svoj karbokalk poklanja farmerima.

Otpadnih voda za vrijeme kampanje nema, jer sve vode koje služe u svrhu proizvodnog procesa cirkulišu u krugu rafinerije. Na kraju proizvodne kampanje i u toku remonta sve otpadne vode nastale od pranja procesnih linija i površina procesne zgrade se šalju u tank otpadne vode. Voda iz ovog tanka se ispušta u javni kanalizacioni sistem, ali tek nakon što se izvrše određene analize i dobije odobrenje za to od strane javne laboratorije. Ispuštanje otpadne vode u javni kanalizacioni sistem se vrši samo ako se parametri kvaliteta otpadne vode nalaze ispod graničnih vrijednosti propisanih *Pravilnikom o uslovima ispuštanja otpadnih voda u javnu kanalizaciju*. Svi kondenzati koji nastaju u ogrijevnim komorama raznih uređaja se odvođe u tank kondenzata, odakle se pumpaju djelimično nazad u kotlovnicu, a djelimično se koriste u procesu kao tehnološka voda i kondenzat.

Kotlovnica koja obezbjeđuje energiju rafineriji radi na čvrsto gorivo – mrki ugalj, a otpadni proizvod nastao tokom procesa koji se ne može iskoristiti u samoj rafineriji jeste pepeo koji tu nastaje, ali za njegovo zbrinjavanje zadužene su eksterne firme. Kotlovnica je obezbijeđena filterima (filter vrećama), koji sakupljaju sve fine nečistoće od sagorijevanja i sprečavaju zagađivanje atmosfere, tako da su štetne emisije svedene na minimum. Ugljen-dioksid koji nastaje pri sagorijevanju uglja se dodatno ispira u posebnim uređajima – skruberima (*eng. scrubber*), tako da se iz njega maksimalno odstrane sve nečistoće. Ovako prečišćen ugljen-dioksid šalje se u rafineriju na proces saturacije sirovog šećera.

Za vrijeme kampanje ekološki inspektorat dva puta godišnje (ljeti i zimi) vrši kontrolu nivoa buke u krugu rafinerije, kao i mjerenje emisija, tako da sve mora da bude u skladu sa zakonskim regulativama. Ukoliko je u toku kampanje zbog nekog problema u proizvodnji došlo do ispuštanja sirupa ili sokova iz proizvodne cirkulacije, sve što se ispusti se vraća nazad u proizvodnju i radi se pranje onečišćenih površina, jer je rafinerija obezbijeđena posebnim šahtom i kanalima za ovakve potrebe, tako da se ni u ovom slučaju ništa ne izbacuje u okolinu. Sav ambalažni otpad koji se dobije prilikom prepakivanja šećera se zbrinjava u skladu sa zakonom, dok su sve ambalaže od procesnih hemikalija povratne ambalaže. Za sve druge vrste otpada (na primjer papir, plastika, drvo) rafinerija ima potpisane ugovore sa ovlaštenim operaterima koji se bave njegovim zbrinjavanjem. Kako je već ranije napisano, rafinerija svoje proizvode prodaje u skladu sa brojnim standardima za zaštitu hrane i životne sredine, a upravo to nalaže poslovanje koje je u skladu sa zelenom industrijom, što se može i zaključiti iz svega navedenog.

1.7. ANALIZE

Sigurnost hrane danas predstavlja globalnu zabrinutost za zdravlje i u konstantnom je fokusu kako bi hrana bila zdravstveno ispravna za konzumiranje. Kontrola kvaliteta tokom procesa proizvodnje je od izuzetnog značaja, jer se tako stvaraju uslovi za dobijanje šećera zadovoljavajućeg kvaliteta. Drugim riječima, kontrolom kvaliteta se provjerava da li proizvod ima zaista one karakteristike koje se očekuju. U rafineriji šećera se kontroliše doslovno sve, od ulaza početne sirovine do izlaza finalnog proizvoda, naročito za vrijeme kampanje kada se rade analize svih uzoraka i materijala koji kruže u procesu proizvodnje. Kontrola kvaliteta sirovog šećera, bijelog šećera i melase redovno se vrši po planu laboratorijske kontrole u rafineriji. U ove analize se ubrajaju fizičko-hemijski parametri poput boje, mutnoće, koeficijenta čistoće, pH vrijednosti, sadržaja suve materije, polarizacije i druge.

U rafineriji šećera se radi i analiza ukupnog sadržaja metalnih čestica u bijelom šećeru. Granica za metale na liniji bijelog šećera koji ide ka pakirnici je 120 g izdvojenih metala na 24 t bijelog šećera pri radu u punom kapacitetu. Linija bijelog šećera je obezbijedena sa nekoliko izuzetno snažnih magneta (jačine preko 12000 G) i metal detektora koji uklanjaju sve metalne nečistoće koje se nađu u šećeru, tako da je za bijeli šećer koji je stigao u pakirnicu granica za metale 0 g. Ipak, ukoliko bi i pored magnetnih barijera vrijednost za metale bila veća od dozvoljene, potrebno je liniju bijelog šećera preusmjeriti u bunker za šećer koji ne ide u prodaju i pronaći uzrok i rješenje problema.

Pored redovnih internih analiza i kontrola, vrše se i eksterne analize i kontrole kvaliteta svih sirovina, kao i kontrola zdravstvene ispravnosti bijelog šećera u ovlaštenim laboratorijama, kao što je na primjer laboratorija Instituta za javno zdravstvo. Eksterna kontrola sirovog šećera radi se na osnovu svakog broda sa sirovim šećerom koji se preradi u rafineriji. Eksterna kontrola bijelog šećera radi se prema planu laboratorijske kontrole gotovog proizvoda u eksternoj laboratoriji. Eksterna kontrola melase radi se jednom godišnje.

U eksterne analize spadaju mikrobiološke analize bijelog šećera i fizičko-hemijska ispitivanja svih sirovina. Od mikrobioloških analiza bijelog šećera rade se analize za kvasac i plijesni, *E. Coli*, aerobne mezofilne bakterije, *Enterobacteriaceae*, *Salmonella* i *L. Monocytogenes*. Utvrđene vrijednosti se porede sa referentnim vrijednostima prema Pravilniku o mikrobiološkim kriterijumima za hranu (Službeni glasnik BiH br. 11/2013, 79/2016 i 64/2018) i prema Smjernicama o mikrobiološkim kriterijumima za hranu dobijenih od

Agencije za bezbjednost hrane. Prema procjenama Svjetske zdravstvene organizacije, oko 600 miliona ljudi godišnje u svijetu obolijeva zbog kontaminirane hrane, što uzrokuje oko 420 hiljada smrtnih ishoda (Poslovne novosti, 2025). Zbog toga su mikrobiološke analize zdravstvene ispravnosti od izuzetnog značaja.

Među eksternim fizičko-hemijskim ispitivanjima uzoraka, pored organoleptičkog nalaza određuje se i gubitak sušenjem, sadržaj SO₂, polarizacija, sadržaj pepela i sadržaj nekih metala – najčešće bakra, arsena, gvožđa, olova i cinka. Utvrđene vrijednosti se porede sa referentnim vrijednostima prema Pravilniku o šećerima (Službeni glasnik BiH br. 25/10) i prema Pravilniku o maksimalno dozvoljenim količinama za određene kontaminante u hrani (Službeni glasnik BiH br. 68/14, 79/16, 9/17 i 94/18).

Za potrebe ovog, pored analiza datih uzoraka koje se redovno rade u rafineriji šećera, uradili smo i određivanje nekoliko metala, metaloida, te fosfora i sumpora u svim uzorcima metodom Induktivno kuplovane plazme sa optičkom emisijom spektrometrijom (ICP-OES), obzirom da se u rafineriji šećera ne rade selektivne analize sadržaja elemenata. Određivanje elemenata metodom ICP-OES je rađeno u laboratoriji Poljoprivrednog fakulteta Univerziteta u Beogradu. U nastavku rada biće opisane navedene analize koje se rade u laboratoriji šećerane i data objašnjenja zašto se rade, a zatim slijedi i nešto više detalja o metodi ICP-OES.

1.7.1. Analize sirovog šećera

Analize kvaliteta sirovog šećera rade se na bazi prispjelih vozova sa sirovim šećerom i na dnevnoj bazi prilikom ulaza sirovog šećera u proces prerade. Ove analize podrazumijevaju analize sadržaja suve materije, polarizacije, koeficijenta čistoće, pH vrijednosti, boje, vlage, provodljivosti, te sadržaje pepela i inverta. Navedene karakteristike kvaliteta sirovog šećera su pod uticajem mnogih faktora kao što su sorta i nivo zrelosti trske, vremenski uslovi uzgajanja, bolesti, uslovi berbe, zemljište i đubriva koja se koriste i drugi. Analize sirovog šećera rade se u svrhu provjere da li u rafineriju dolazi kupljena sirovina određenih specifikacija, ali i da bi operateri u proizvodnji znali s kakvom sirovinom raspolažu – da li će proces dobijanja finalnog proizvoda zahtijevati manje energije i manju potrošnju procesnih hemikalija ili će na teži način dobiti konzumni šećer i sa većim utroškom energije i hemikalija.

Suva materija

Sadržaj suve materije, tzv. saharizacija, predstavlja sadržaj suvih supstanci u uzorku, odnosno ukupnu količinu šećera (saharoze) i drugih jedinjenja koja nisu saharoza (nečistoće), ne računajući vodu. Može se reći da ukupna količina suvih materija pokazuje količinu suvih

materija u procentima na 100 dijelova rastvora. Takvi procenti se iskazuju u stepenima brikse (*Brix* – Bx) ili Baling-a (Blg), pa kada se govori o nekom nekom rastvoru da ima određeni broj Bx ili Blg, time se ujedno označava koliko je ukupno suvih materija u njemu (Paladino, 1948). Za rastvore koji sadrže samo šećer i vodu možemo zaključiti da je °Bx = % šećera. Određivanje ukupne suve materije se zasniva na indeksu refrakcije (*n*) – fizičkoj veličini koja opisuje međudjelovanje svjetlosti i optički prozirne sredine, a definisana je kao omjer brzine svjetlosti u vakuumu i brzine svjetlosti u datoj sredini. Instrument koji se koristi za određivanje suve materije je refraktometar. U praksi je poželjno da je vrijednost suve materije što veća i uglavnom se kreće preko 99 °Bx, a takav sirovi šećer sadrži manje vlage koja povećava rizik od mikrobiološke kontaminacije. Ovu analizu je važno sprovoditi da bi se znala količina vode u sirovom šećeru zbog procesa obrade, kao i zbog optimizacije skladištenja i transporta.

Polarizacija

Polarizacija predstavlja sadržaj šećera (saharoze) u uzorku. Prema definiciji iz Pravilnika o metodama analiza šećera, polarizacija je optička rotacija polarizovane svjetlosti rastvorom šećera sa 26 g šećera na 100 mL u cijevi dužine 200 mm. Princip mjerenja polarizacije zasniva se na optičkom svojstvu saharoze, jer je saharoza optički aktivna supstanca – sadrži hiralni ugljenik i zakreće ravan polarizovane svjetlosti udesno. U mnogim zemljama ovaj parametar se koristi kao osnovni parametar koji određuje cijenu šećera. Količina samog šećera u uzorku, takozvana polarizacija, se određuje pomoću uređaja koji se zove polarimetar. Polarimetrijski sadržaj saharoze prema međunarodnoj polarimetrijskoj skali za šećer izražava se u stepenima Z (°Z). Što je veća polarizacija, veće će biti i iskorištenje u proizvodnji. Vrijednost polarizacije sirovog šećera u praksi se kreće između 98,5 i 99,5 °Z. Mjerenje polarizacije je značajno zbog određivanja kvaliteta i čistoće saharoze u sirovom šećeru, kao i zbog kontrole procesa rafinisanja. Sirovi šećer čija je polarizacija manja od 98,5 °Z smatra se šećerom lošijeg kvaliteta.

Koeficijent čistoće

Još jedan u nizu važnih parametara za procjenu kvaliteta i vrijednosti sirovog šećera jeste koeficijent čistoće, jer pokazuje prisustvo nečistoća, odnosno koliki dio ukupne suve materije čini saharoza. Izražava se u procentima kao odnos polarizacije i sadržaja suve materije i daje uvid u nivo nečistoće sirovog šećera. Ovaj koeficijent se koristi u tehnološkoj kontroli procesa prerade i trgovini šećerom. Vrijednost koeficijenta čistoće ne može da bude veća od 100 %.

pH vrijednost

Ovaj parametar je važan indikator prisustva kiselih ili baznih nečistoća u sirovom šećeru, koje mogu značajno uticati na efikasnost u njegovoj daljoj preradi. Analiza pH vrijednosti je bitna za sirovi šećer, jer se u njemu nalaze nečistoće poput organskih kiselina i soli koje utiču na pH vrijednost. Vrijednost pH sugerise da li će biti potrebna veća ili manja količina hemikalija na saturaciji, jer se u toj fazi procesa mora strogo voditi računa o pH vrijednosti. Iako u rafineriji ne postoji određena gornja i donja granica za pH vrijednost sirovog šećera, kontrola pH ima veliki značaj, jer pri pH ispod 7 dolazi do gubitka saharoze inverzijom, a pri pH većem od 9 može doći do povećanja boje zbog razgradnje šećera u tragovima (Engida, 2013). U praksi je pH vrijednost blago kisela, dok bazan pH nije karakterističan za šećer. Kisela pH vrijednost može biti povezana sa manjkom količine kreča pri bistrenju soka, što otežava uklanjanje nečistoća i dodatno podstiče inverziju saharoze (Guerra i Mujica, 2010). Pored toga, kisela pH vrijednost je posljedica organskih kiselina, koje zahtijevaju više kreča na saturaciji i povećavaju gubitak šećera kroz melasu (Chou, 2000). U praksi se ne mjeri pH šećera kao čvrste supstance direktno, nego se uvijek mjeri pH njegovog rastvora, a uređaj pomoću koga se određuje je pH metar.

Boja

Određivanje boje sirovog šećera zasniva se na mjerenju apsorpcije rastvora uzorka na talasnoj dužini $\lambda = 420$ nm. Za određivanje boje se koristi spektrofotometar ili kolorimetar sa optičkom ćelijom. Jedinica u kojoj se izražava boja je ICUMS (IU). Boja sirovog šećera je još jedan parametar koji ukazuje na kvalitet sirovine. Boji sirovog šećera doprinose biljni pigmenti (polifenoli kao što su flavonoidi, fenolne kiseline, fenolni glukozidi i fenilpropanoidi) ili procesom nastala obojena jedinjenja (Engida i saradnici, 2013). Što je boja sirovog šećera veća to će više kreča biti potrebno za njegovo prečišćavanje i izbjeljivanje, a samim tim i sirupi nastali od ovakvog šećera će imati veću boju i veća količina sirupa će se slati ka melasi. Posljedice visoke boje sirovog šećera su manje iskorištenje, veći troškovi i veći gubici – više šećera završi u melasi, tako da je poželjno da boja sirovog šećera bude što niža. U praksi se radi sa sirovim šećerom čija boja ne prelazi preko 2000 IU, a idealna sirovina za rad je sirovi šećer čija je vrijednost za boju manja od 1000 IU.

Vlaga

Vlaga je jedan od osnovnih parametara kvaliteta sirovog šećera, jer utiče na njegovu stabilnost pri skladištenju i mogućnost mikrobiološke kontaminacije. Sadržaj vlage ispod 0,15 % se

generalno smatra zadovoljavajućim, jer ovo stanje nije pogodno za rast mikroorganizama koji mogu da izazovu kvarenje i gubitak saharoze (Engida i saradnici, 2013). Sadržaj vlage u sirovom šećeru može da bude posljedica različitih agronomskih faktora kao što su vlaga, vrsta navodnjavanja, uslovi zemljišta, sezona žetve i raznolikost usjeva trske (Din i Rasool, 2015). Vlaga može da bude i posljedica loših vremenskih uslova prilikom transporta sirovog šećera ili loših uslova u skladištu sirovog šećera, jer je šećer ipak higroskopna supstanca. Sadržaj vlage kao i sadržaj suve materije se određuje i iz razloga da se vidi da li je i u kojem stepenu šećer za preradu suv, jer vlažan ili mokar sirovi šećer je ljepljiv i zahtijeva veću potrošnju energije za njegovu preradu, a i sam proces istovara ovakvog šećera iz vagona je otežan. Dodatno, vlažan sirovi šećer često obrazuje grudve koje otežavaju i rastapanje ovakvog šećera, te je za očekivati zastoje na vagama i na sitima pri radu sa ovakvim materijalom. Određivanje vlage u sirovom šećeru se radi gravimetrijskom metodom ili pomoću uređaja – analizera vlage, a izražava se u procentima. U praksi se radi ili određivanje sadržaja suve materije ili određivanje sadržaja vlage, nema potrebe da se rade obje analize, jer se drugi parametar dobije oduzimanjem od 100 %.

Provodljivost

Provodljivost je još jedna od važnih analiza koja ukazuje na čistoću šećera. Služi kao indikator prisustva nečistoća koje utiču na provodljivost šećera. Sirovi šećer, koji je manje rafinisan, sadrži određenu količinu nečistoća kao što su minerali ili organska jedinjenja, a provodljivost je mjera ukupne provodljivosti svih supstanci koje mogu disosovati i zavisi od jonske aktivnosti. Provodljivost sirovog šećera se određuje konduktometrom, a jedinica u kojoj se izražava je $\mu\text{S}/\text{cm}$. Vrijednost provodljivosti sirovog šećera nema određen dozvoljeni raspon. U praksi sirovi šećer čija je provodljivost manja od $300 \mu\text{S}/\text{cm}$ smatra se da ima nisku provodljivost i klasifikuje se kao šećer visokog kvaliteta koji sadrži manje nečistoća.

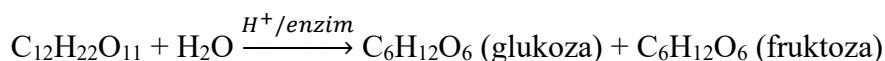
Pepeo

Analiza pepela je usko povezana sa analizom provodljivosti i u praksi predstavlja još jednu važnu metodu za procjenu čistoće sirovog šećera. Ova analiza mjeri stvarni sadržaj neorganskih ostataka nakon sagorijevanja sirovog šećera. Sadržaju pepela u sirovom šećeru doprinose neorganski katjoni, anjoni i jonizovane kiseline koje su povezane sa ubranom šećernom trskom (odnosno njenim tkivom), kao i kreč koji se koristi u procesu prečišćavanja (Engida i saradnici, 2013). Visok sadržaj pepela se obično pripisuje visokom nivou kalijuma, kalcijuma i magnezijuma koji daju neprijatan ukus šećeru i ometaju njegovu kristalizaciju

(Lee i saradnici, 2018). Pepeo u sirovom šećeru se može se određivati gravimetrijski ili konduktometrijski. Iako se gravimetrijsko i konduktometrijsko određivanje pepela rade na različite načine, istraživanja su pokazala da su dobijene vrijednosti u prosjeku veoma približne i ne postoji statistički značajna razlika, stoga su obje metode značajne (Chou, 2000). Pošto je konduktometrijski način za određivanje pepela u uskoj vezi sa određivanjem provodljivosti, taj način se uglavnom koristi, jer je praktičnije. Pepeo u sirovom šećeru se izražava u procentima, a gornja granica pepela je 0,2 %. Veći sadržaj pepela ukazuje na slabiji kvalitet šećera i na viši nivo nečistoća, te se može očekivati otežana saturacija i kristalizacija, kao i više taloga (više karbokalka) pri radu s takvom sirovinom.

Invert

Analiza invertnog šećera u sirovom šećeru je važan pokazatelj prisustva redukujućih šećera – glukoze i fruktoze, koji nastaju hidrolizom saharoze. Kada su disaharidi hidrolizovali do monosaharida, smjer rotacije je obrnut ili „invertan“ (Caldwell, 2001). Termin „invert“ se odnosi na činjenicu da je ravan polarizovane svjetlosti obrnuto rotirana kada prolazi kroz rastvor u kome se nalazi invert u odnosu na rastvor saharoze. Invertni rastvor rotira ravan polarizovane svjetlosti ulijevo. Invert, kao i saharoza, sadrži glukozu i fruktozu, ali za razliku od saharoze kod inverta ne postoji povezanost između glukoze i fruktoze.



Šećerni kristali u invertnom šećeru su manji od saharoze, a tako manji kristali se rastvaraju brže nego kristali saharoze. Određivanje inverta u sirovom šećeru radi se iz razloga što invertni šećer utiče na kristalizaciju, jer smanjuje čistoću rastvora i otežava formiranje kristala saharoze. Gornja granica za sadržaj inverta u kvalitetnom sirovom šećeru je 0,25 %. Sirovi šećer slabijeg kvaliteta može sadržavati i preko 2 % invertnog šećera (Aleksić, 1984).

1.7.2. Analize bijelog šećera

Bijeli konzumni šećer ima dređena ograničenja koja treba da ispune zahtjeve određenih korisnika, na primjer proizvođače gaziranih pića, farmaceutske industriju, proizvođače konditorskih proizvoda i drugih. Analize kvaliteta bijelog šećera se rade na svaka dva sata tokom procesa proizvodnje, a ukoliko je potrebno i češće, da se vidi da li je šećer u specifikaciji koju nalaže zakon ili koju zahtijeva tržište. Ove analize podrazumijevaju analizu vlage, boje, mutnoće, provodljivosti, sadržaja pepela, sadržaja inverta, sadržaja nerastvorenih materija i granulaciju. Ukoliko jedan od ovih parametara nije u specifikaciji u kojoj bi trebalo

da bude, to može ukazivati na neke probleme u fabrici i radnicima u proizvodnji služi kao alarm za uzbunu da nešto nije u redu, a takav šećer se vraća ponovo na preradu.

Vlaga

Određivanje vlage bijelog šećera je jedna od osnovnih analiza koja ukazuje na njegov kvalitet. Rok trajanja i senzorna svojstva prehrambenih proizvoda, pa tako i šećera, zavise od količine vlage koja je u njima uskladištena. Šećer je higroskopna supstanca, te ako izađe previše vlažan iz fabrike doći će brzo do njegovog očvršćavanja. Generalno, visok sadržaj vlage u šećeru podstiče aglomeraciju kristala i formiranje grudvi, kao i biohemijsku degradaciju, a sve to skraćuje rok trajanja šećera. Pored toga dovodi i do problema u transportu i skladištenju šećera, a na višim temperaturama može doći i do njegove karamelizacije. Određivanje vlage u bijelom šećeru se radi na isti način kao i kod sirovog šećera – gravimetrijskom metodom ili pomoću analizera vlage, a vrijednost se izražava u procentima. Vlaga bijelog šećera u praksi ne smije da prijeđe 0,06 %.

Boja

Analiza boje bijelog šećera je još jedan od ključnih parametara u kontroli kvaliteta u šećernoj industriji, jer ukazuje na njegovu čistoću i kvalitet. Boji bijelog šećera doprinose procesom nastala obojena jedinjenja (melanoidini, karamele i alkalni proizvodi razgradnje fruktoze) i faktori koji mogu da ometaju uklanjanje boje, kao što su dekstran, teški metali, pH, temperatura obrade i efikasnost prečišćavanja (Engida i saradnici, 2013). Određivanje boje bijelog šećera se vrši na istom principu kao i kod sirovog, a jedinica u kojoj se izražava je IU. Boja bijelog šećera se kreće do 45 IU, ukoliko kupac nema drugačije zahtjeve, kao što na primjer kompanija Coca-Cola zahtijeva da boja bijelog šećera ne prelazi 35 IU. Šećer čija se boja kreće do 45 IU se generalno smatra šećerom vrlo visokog kvaliteta.

Turbiditet

Turbiditet (mutnoća ili zamućenost) je jedan od glavnih parametara koji se koristi za procjenu učinka procesa bistrenja, jer je povezan sa prisustvom nečistoća i materijala koji doprinose suspendovanoj formaciji kao što su skrob, dekstran i drugi polisaharidi šećerne trske. Može se zaključiti da je analiza turbiditeta bijelog šećera važna dopunska analiza koja daje informacije o prisustvu fizičkih nečistoća i koloidnih čestica koje nisu vidljive golim okom. Ovaj faktor je naročito važan kupcima koji šećer koriste za proizvodnju gaziranih i negaziranih pića. Određivanje turbiditeta se određuje na osnovu analize za boju, jer su ove dvije analize usko povezane, te se i ova vrijednost izražava u IU kao i vrijednost za boju. Mutnoća rastvora

bijelog šećera u praksi kreće se do 20 IU. Veća vrijednost znači da u procesu dobijanja bijelog šećera postoji problem. Mutnoća može ukazivati na lošu filtraciju, nepotpunu saturaciju, prisustvo nerastvorljivih soli ili metala ili na mikrobiološku kontaminaciju.

Provodljivost

Iako sama saharoza ne provodi električnu struju u svom čistom suvom obliku, mjerenje provodljivosti rastvora je važna kontrolna analiza u industriji šećera, koja se koristi kao indirektni pokazatelj prisustva nečistoća, posebno neorganskih jona. Provodljivost rastvora zavisi od prisustva jona. Jedinica u kojoj se izražava je $\mu\text{S}/\text{cm}$, a određuje se konduktometrom s mogućnošću mjerenja do $0,5 \mu\text{S}/\text{cm}$ i tačnosti od $\pm 2 \%$. Preporučuje se upotreba mjernih ćelija čija se temperatura može održavati na $20 \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ pomoću vodenog kupatila. Obzirom da je bijeli šećer visoko rafinisan i da saharoza ne disosuje na jone u vodi, rastvor saharoze bi trebalo da ima vrlo nisku provodljivost zbog smanjenog broja jona u njemu. Kao kod sirovog šećera, ni u ovom slučaju ne postoji definisana granica za gornje i donje vrijednosti.

Pepeo

Analiza pepela bijelog šećera, kao i kod sirovog, usko je povezana sa analizom provodljivosti i u praksi predstavlja još jednu važnu metodu za procjenu čistoće bijelog šećera, odnosno procjenu neorganskih nečistoća koje ostaju u proizvodu nakon njegove rafinacije. Pod pepelom u bijelom šećeru se podrazumijevaju neorganske materije koje ostanu nakon što se šećer termalno razgradi i ispari sav organski materijal. To su najčešće katjoni natrijuma, kalijuma, kalcijuma i magnezijuma; te anjoni hlorida, sulfata i fosfata. Pepeo u bijelom šećeru se može se određivati gravimetrijski ili konduktometrijski, ali se zbog brzine analize praktikuje konduktometrijska metoda, kao što je slučaj i kod sirovog šećera. Vrijednost pepela u bijelom šećera se izražava u %. Za razliku od sirovog šećera, bijeli šećer ima mnogo nižu gornju granicu za sadržaj pepela, koja iznosi 0,02 %. Šećer čiji je sadržaj pepela manji od 0,02 % smatra se šećerom izuzetnog kvaliteta, dok se šećer sa sadržajem pepela preko 0,02 % smatra šećerom niže klase.

Invert

Za bijeli šećer se takođe analizira sadržaj inverta (mješavina glukoze i fruktoze), ali u ovom slučaju iz nešto drugačijih razloga nego što je to bio slučaj kod sirovog šećera. Ova analiza je ključna da se osigura visok kvalitet šećera i efikasnost procesa proizvodnje. Iako bijeli šećer (saharoza) u svom idealnom obliku sadrži vrlo malo ili nimalo invertovanog šećera, njegovo prisustvo se ipak prati, jer utiče na kvalitet i stabilnost proizvoda. Visok sadržaj inverta je

nepoželjan, a što je važno za održavanje roka trajanja i za samu teksturu bijelog šećera, jer invertni šećer zadržava vlagu bolje nego saharoza. Prekomjeren nivo inverta ukazuje na razgradnju saharoze, odnosno na neke nepravilnosti u procesu proizvodnje, na primjer visoka temperatura ili nizak pH. Praćenjem nivoa inverta postiže se kontrola i optimizacija procesa proizvodnje, te prevencija kvarenja proizvoda. Vrijednost inverta se izražava u procentima, ali je gornja granica sadržaja inverta za bijeli šećer mnogo niža nego za sirovi i iznosi 0,04 %, a šećer sa ovakvim sadržajem inverta smatra se šećerom visokog kvaliteta.

Nerastvorene materije

Analiza nerastvorenih materija je pokazatelj higijene i kvaliteta proizvodnje. Iako je bijeli šećer veoma čist prehrambeni proizvod i izgleda kao čista kristalna supstanca, prilikom proizvodnje ili pakovanja može da dođe do njegove kontaminacije, tako da može da sadrži neke nerastvorene materije koje utiču na kvalitet i tržišnu vrijednost. Zbog toga je jako važno kontrolisati prisustvo tih čestica. Nerastvorene materije u bijelom šećeru predstavljaju čvrste čestice ili nečistoće koje se ne rastvaraju u vodi prilikom pripreme rastvora šećera. U ove nečistoće najčešće spadaju mehaničke nečistoće kao što su čestice prašine, metala, ostaci kreča i karamelizovani šećer koji nastaje zbog nepravilnog rada rafinerije. Nerastvorene materije se određuju metodom membranske filtracije, a vrijednost nerastvorenih materija se izražava u mg/kg. Gornja granica za nerastvorene materije je 10 mg/kg, a veće vrijednosti od navedene ukazuju na neke probleme u proizvodnji ili pakovanju, kao što su loša filtracija, kontaminacija opreme ili ambalaže i slično.

Granulacija

Granulacija bijelog šećera odnosi se na veličinu i raspodjelu kristala saharoze u proizvodu i predstavlja prosječnu veličinu kristala – MA (*middle average*). To je jedan od ključnih parametara kvaliteta šećera, jer direktno utiče na rastvorljivost, izgled, teksturu i primjenu šećera. U toku proizvodnje šećera potrebna je optimalna kontrola rasta kristala u fazi kristalizacije, jer je to ključni faktor za proizvodnju šećera čija je veličina kristala u određenoj specifikaciji. Proces rasta i veličina kristala može se posmatrati primjenom različitih metoda koje uključuju vizuelne inspekcije kao i indirektna mjerenja (Din i Rasool, 2015). Granulaciju bijelog šećera je bitno pratiti kako bi proizvod bio usklađen sa industrijskim zahtjevima, ali i zbog iskorištenja i rada centrifuga. Ukoliko je granulacija veća nego što bi trebalo da bude, može lako doći do lomljenja kristala i stvaranja šećerne prašine, a samim tim dolazi i do problema rada na centrifugama i smanjenja iskorištenja u proizvodnji. Suviše mali kristali

takođe nisu dobri, jer mogu biti uvučeni kroz sistem usisavanja šećerne prašine, što će opet dovesti do smanjenja iskorištenja u proizvodnji. Granulacija se u praksi određuje pomoću tresilice sa sitima različitih otvora i izažava se u mm. U literaturi su pronađeni podaci da je prihvatljiv opseg veličine čestica šećera od 0,6–1,0 mm, dok je u industrijskoj praksi poželjna veličina 0,8 mm (Engida i saradnici, 2013).

1.7.3. Analize melase

Kada su u pitanju analize melase, rade se prilikom svakog izbacivanja melase iz rafinerije u vanjski tank za melasu, kao i prilikom svake prodaje melase. Za melasu se analiziraju sadržaj suve materije, polarizacija, koeficijent čistoće, pH vrijednost i gustina. Analiza melase se radi da bi se izračunali gubici u proizvodnji, jer melasa u sebi sadrži veliku količinu šećera, ali i zbog kupaca koji otkupljuju melasu kako bi imali uvid u njenu specifikaciju i kvalitet.

Suva materija

Sadržaj suve materije melase predstavlja ukupan sadržaj svih supstanci u melasi koje nisu voda, a među koje spadaju šećeri, minerali, proteini i druga organska jedinjenja. Vrijednosti ovog parametra se izražavaju u °Bx i zavise od porijekla i načina proizvodnje melase. U praksi se sadržaj suve materije kreće od 75 do 84 °Bx, a to znači da se sadržaj vode u melasi kreće između 16 i 25 %. Analiza suve materije je važna, jer govori o kvalitetu melase – što je vrijednost suve supstance veća to se manje vode nalazi u melasi, a više hranljivih materija. Manji sadržaj suve materije ukazuje na to da je melasa razrijeđena i potrebno je provjeriti da li dolazi do nenamjernog ispuštanja vode u melasu. To je naročito važno ako se melasa koristi za fermentaciju, jer manje šećera znači da će proizvodnja alkohola biti slabija; zatim za proizvodnju stočne hrane – niži sadržaj suve supstance ukazuje na to da melasa ima nižu energetska vrijednost; te za proizvodnju kvasca – manja podloga za rast mikroorganizama. S druge strane, previsoka vrijednost sadržaja suve materije znači da je melasa koncentrovana, a to može dovesti do otežanog rada centrifuge ili do oštećenja druge opreme u rafineriji, jer je takva melasa gusta i ljepljiva, te je njeno pumpanje iz rafinerije otežano. Određivanje suve materije melase, kao i kod uzoraka šećera, vrši se pomoću refraktometra.

Polarizacija

Polarizacija melase je jako važna laboratorijska analiza za procjenu kvaliteta melase, ali i za procjenu gubitaka pri procesu proizvodnje bijelog šećera. Ovaj parametar predstavlja količinu šećera (saharoze) u melasi, a sav šećer koji je završio u melasi zapravo predstavlja gubitak pri procesu proizvodnje bijelog šećera. Što je polarizacija veća – to se više šećera nalazi u melasi

i takva melasa ima veću energetska vrijednost i pogodnija je za dalju preradu (dobijanje alkohola, stočne hrane i tako dalje). Određuje se pomoću uređaja polarimetara i zasniva se na istom principu kao kod uzoraka šećera, pa je i jedinica za polarizaciju melase ista, a to je °Z. Vrijednost za polarizaciju nema gornju i donju granicu, ali se u praksi kreće oko 50 °Z.

Koeficijent čistoće

Koeficijent čistoće melase se koristi kao pokazatelj kvaliteta i potencijala melase za dalju preradu. Pored toga, ovaj parametar se koristi i kao tehnološki pokazatelj efikasnosti proizvodnje bijelog šećera. Izražava u % kao odnos polarizacije i sadržaja suve materije i daje uvid u nivo nečistoće melase, odnosno pokazuje koliki dio suve materije u melasi čini saharoza. Koeficijent čistoće melase se kreće od 58 do 65 %. Što je niži koeficijent čistoće to znači da je iz sirovine izvučeno više saharoze, odnosno da će iskorištenje biti veće. Visok koeficijent čistoće ukazuje na potencijalne probleme u procesu prerade, a to su uglavnom problemi na kristalizaciji bijelog šećera (slabija kristalizacija ostavlja više šećera u melasi). Na vrijednost koeficijenta čistoće najveći uticaj ima tehnologija prerade, ali i neki drugi faktori poput skladištenja sirovine za preradu i njenog porijekla.

pH vrijednost

Vrijednost pH melase je bitan parametar koji nam govori koliko je melasa kisela ili bazna, što je naročito bitno zbog njenog skladištenja i dalje upotrebe. Vrijednosti zavise od porijekla, tehnologije prerade i sadržaja nečistoća poput organskih kiselina, proteina, soli i drugih. Prisustvo organskih kiselina snižava pH, dok s druge strane, na primjer, korištenje NaOH tokom procesa prerade sirovog šećera povećava pH vrijednost melase. Vremenom se pH vrijednost može smanjiti zbog razvoja mikroorganizama i fermentacije melase. U slučaju niže pH potrebno je povećati njenu vrijednost do optimalne, kako ne bi došlo do fermentacije melase prije nego što bude isporučena kupcu, jer blago kiseli nivoi su u optimalnom opsegu za fermentaciju (Mangwanda, 2023). Drugim riječima, blago kiseli uslovi mogu inhibirati rast mikroorganizama koji sprečavaju fermentaciju. Melasa koja fermentiše tokom skladištenja gubi šećer i postaje nestabilna. Previsok ili prenizak pH može iritirati digestivni trakt životinja ukoliko se melasa koristi za proizvodnju stočne hrane. Optimalna pH vrijednost melase u praksi se kreće od 7 do 9, jer je ova pH vrijednost najpogodnija za njeno skladištenje.

Gustina melase

Gustina melase je važan parametar za procjenu sastava i kvaliteta melase, jer je povezana sadržajem suve materije i polarizacijom, odnosno sa sadržajem šećera. Gustina predstavlja

masu melase po jedinici zapremine i u praksi prerade šećera najčešće se izražava u g/cm^3 . Zavisi od temperature i sastava melase. Melasa koja sadrži više suve materije, odnosno više šećera, imaće veću gustinu. S porastom temperature gustina melase opada. Analiza gustine melase pomaže u praćenju efikasnosti izdvajanja šećera iz posljednje šećerovine, kao i u praćenju funkcionalnosti centrifuga, te u kontroli efikasnog rada opreme. Što je veća gustina melase to je teže pumpama da je izbace van rafinerije. Pored toga, gustina melase se određuje zbog kupaca koji kupuju melasu i vrše njenu dalju preradu, jer im podatak za gustinu, primjera radi, može poslužiti u optimizaciji procesa fermentacije. U praksi se gustina melase kreće od 1,3 do 1,4 g/cm^3 .

1.8. ODREĐIVANJE METALA METODOM „INDUKTIVNO KUPLOVANE PLAZME SA OPTIČKOM EMISIONOM SPEKTROMETRIJOM (ICP-OES)“

U uskoj vezi sa opasnošću i rizikom po zdravlje ljudi je i izloženost ljudi metalima u hrani koji se nalaze u tragovima. Šećerna trska i njeni proizvodi mogu biti kontaminirani toksičnim metalima na različite načine (preko zemljišta, vode za navodnjavanje, pesticida i tako dalje). Koncentracija nekih elemenata u zemljištu je povezana sa biološkim i geohemijskim ciklusima i pod uticajem je antropogenih aktivnosti, kao što su poljoprivredne prakse, transport, industrijske aktivnosti, tretman i odlaganje otpada i dr. Poznato je da hemijski sastav biljaka obično odražava elementarni sastav mjesta na kome se uzgaja. Visoke biljke apsorbiraju hemijske elemente iz vazduha ili vode preko njihovog lišća, a apsorpcija iz zemlje kroz korijenje može biti glavni put elemenata do biljaka (Salles i saradnici, 2015).

Jedan od načina da metali dospiju u proizvode šećerne trske je preko hemikalija koje se koriste u procesu njene prerade. U različitim fazama procesa dobijanja bijelog šećera koriste se različite hemikalije koje mogu direktno ili indirektno doprinijeti metalnim jonima u finalnom proizvodu. Rezultat svega navedenog je da se metali u tragovima mogu pronaći i u bijelom šećeru. Pored toga, bijeli šećer može da sadrži neke metalne nečistoće u zavisnosti od kvaliteta šećerne trske koja se koristi u tehnologiji proizvodnje (Mekassa i saradnici, 2024). Najveću zabrinutost obično izaziva prisustvo arsena, kadmijuma, olova i žive u šećeru, zbog njihove toksičnosti. Drugi elementi, poput bakra, željeza, mangana i cinka su takođe zabrinjavajući, jer mogu, pored već navedenih načina, kontaminirati šećer i tokom proizvodnje preko korozije iz cijevi i mašina (Salles i saradnici, 2015).

Neki od ovih teških metala prisutnih u tragovima su esencijalni za život, na primjer željezo, mangan, cink; dok su neki drugi poput olova i kadmijuma neesencijalni. Esencijalni metali u tragovima igraju vitalnu ulogu kada su prisutni u ljudskom tijelu, jer predstavljaju mikronutrijente koji su od velike koristi za metaboličke aktivnosti. Mikro nivo podrazumijeva potrebu za ovim metalima u veoma maloj koncentraciji. Iako su metali u tragovima neophodni za životni proces, oni predstavljaju zdravstveni problem ako su prisutni u koncentraciji koja prelazi dozvoljeni nivo (Yadata, 2014). Teški metali su visoko toksični čak i pri niskim koncentracijama i imaju tendenciju da se bioakumuliraju putem lanca ishrane i predstavljaju rizik po zdravlje ljudi. Toksične posljedice teških metala su opširno dokumentovane. Teški metali kao što su kadmijum, olovo, nikl, hrom, gvožđe, kobalt, cink, mangan i bakar imaju širok spektar simptoma toksičnosti za ljude nakon izlaganja visokim nivoima metala. Neke od prijavljenih hroničnih toksičnosti teških metala uključuju neurotoksičnost, hepatotoksičnost, nefrotoksičnost, teratogenost i efekte mutagenosti (Mekassa i saradnici, 2024).

Maksimalni dozvoljeni nivo toksičnih metala u ljudskoj hrani utvrdio je stručni komitet FAO/WHO za aditive u hrani i preporučio maksimalno podnošljiv dnevni unos iz svih izvora hrane, vazduha i vode za sljedeće elemente: kadmijum 1–2, kobalt 3,5–4, nikl 2–4, bakar 2–2,5 i cink 8–15 µg/kg tjelesne mase (Yadata, 2014). Kontaminacija bijelog šećera teškim metalima je prioritetna bezbjednosna briga, obzirom da je danas šećer prisutan u svemu i da je konzumacija šećera u konstantnom porastu. Zbog toga je određivanje nivoa koncentracije teških metala u tragovima i procjena rizika po ljudsko zdravlje od izuzetne važnosti za zdravstvenu sigurnost potrošača, kako u svim prehrambenim proizvodima tako i u šećeru.

Induktivno kuplovana plazma sa optičkom emisijom spektrometrijom (ICP-OES) je moćna metoda za određivanje metala, metaloida i nekih nemetala u najrazličitijim tipovima uzoraka (hrana, voda, biološki i humani uzorci, zemljište, sirovine, otpad, rude i tako dalje). Ovom tehnikom se tečni uzorci uvode u vidu aerosola u argonsku visokotemperaturnu plazmu koja se stvara i održava prenosom energije posredno (indukcijom) sa radiofrekventnog generatora. Za uvođenje tečnog uzorka se koristi koncentrični nebulajzer i direktno uvođenje uzoraka, to jest direktna aspiracija tečnog uzorka u vidu aerosola. Prije pristupa samoj metodi potrebno je izvršiti pripremu uzoraka, a za pripremu uzoraka korištena je mikrotalasna digestija u prisustvu oksidacionih sredstava ($\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$).

Sistem za mikrotalasnu digestiju se sastoji od mikrotalasne pećnice, rotirajuće ploče sa nekoliko digesticionih „bombi“ i sistema za ventilaciju sa sistemom za kontrolu, koji omogućava praćenje pritiska i temperature u kiveti za digestiju. Mikrotalasna digestija se

odvija u zatvorenim kivetama u prisustvu mikrotalasa na povišenoj temperaturi i pritisku. Mikrotalasi griju rastvor sa uzorkom i povećavaju broj efikasnih sudara koji su neophodni za reakciju razgradnje. Tokom ovog procesa dolazi do totalne mineralizacije organske supstance, a metali ostaju u rastvoru u vidu rastvorenih soli. Kivete su napravljene od polimera teflona, koji je otporan na visoke temperature i na visok pritisak. Maksimalna temperatura u kivetama može biti 240 °C, dok na spoljašnjem zidu kivete temperatura ne smije da pređe 140 °C (Milošković, 2017). Priprema uzoraka mikrotalasnom digestijom ima nekoliko prednosti među kojima su: efikasna i brza totalna mineralizacija, upotreba malih količina i manje agresivnih oksidacionih reagenasa, nemogućnost kontaminacije česticama iz vazduha, eliminacija gubitaka lako isparljivih metala, te kontrolisan ispust gasova.

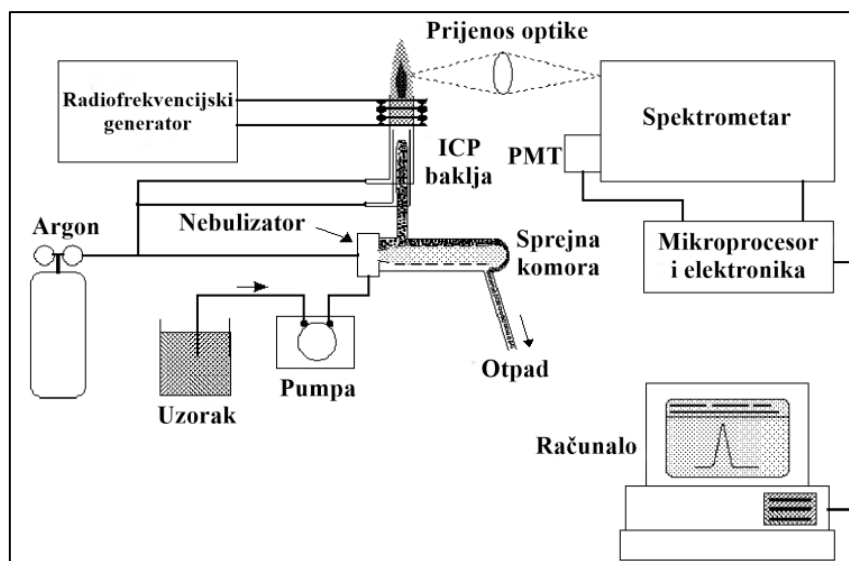
Induktivno kuplovana plazma (ICP) je razvijena sredinom 1960-ih godina za optičku emisiju spektrometriju (OES) (Hou i Jones, 2000), a zasniva se na teoriji atomske emisije spektrometrije – talasna dužina emitovane svjetlosti je određena specifičnom strukturom elektronskog omotača, pa tako svaki element ima karakterističan linijski spektar koji emituje (Milošković, 2017). Samo prisustvo elementarne atomske linije za ispitivani element je dokaz njegovog prisustva u analiziranom uzorku i predstavlja princip na kome se zasniva kvalitativna analiza. Kvantitativna analiza zasniva se na činjenici da je intenzitet svjetlosti atomske emisije linije direktno proporcionalan broju čestica u izvoru koji emituje zračenje, odnosno koncentraciji elemenata u analiziranom uzorku (Milošković, 2017). Za razliku od atomske emisije spektrometrije, kod optičke emisije spektrometrije uzorak je izložen visokim temperaturama. Visoka temperatura dovodi do disocijacije uzorka na atome i do jonizacije nastalih atoma u uzorku. Kada su atomi ili joni u pobuđenom stanju, oni se mogu spustiti na niže energetske nivoe pri čemu dolazi do emitovanja termalne ili radijacijske energije u vidu svjetlosti karakteristične talasne dužine, λ (nm). Kod optičke emisije spektrometrije, intenzitet emitovanog zračenja na određenim talasnim dužinama se mjeri i koristi za određivanje koncentracija elemenata od značaja.

Ova metoda ima brojne prednosti, a jedna od najvažnijih je to što visokoenergetski izvori mogu da izazovu veliki broj prelaza elektrona u ekscitovana stanja (na različite dozvoljene nivoe) u atomima i jonima. Ovi prelazi (ekscitacija) se istovremeno dešavaju kod svih elemenata uzorka koji su uvedeni u plazmu. Pobuđeni atomi i joni emituju karakteristična zračenja povratkom elektrona na niže dozvoljene nivoe. Rezultat toga je fleksibilnost biranja između različitih talasnih dužina za neki element i mogućnost da se izabere nekoliko različitih talasnih dužina za odgovarajući element kao i mogućnost mjerenja emisija različitih

elemenata. Ova prednost dovodi i do jedne mane, a to je da s porastom broja emisija talasnih dužina povećava se i broj potencijalnih interferenci emisionih linija koje se nalaze previše blizu da bi mogle da se mjere odvojeno.

Slijedi nekoliko najvažnijih karakteristika ICP-OES metode (Hou i Jones, 2000):

- visoka temperatura (7000–8000 K),
- visoka elektronska gustina (10^{14} – 10^{16} cm³),
- primjetan stepen jonizacije za mnoge elemente,
- odlične granice detekcije za većinu elemenata (0,1–100 ng/mL),
- istovremena analiza većeg broja elemenata (preko 70, uključujući fosfor i sumpor),
- niske hemijske smetnje,
- visoka stabilnost – velika tačnost i preciznost,
- širok linearan dinamički opseg (LDR) – veličine četiri do šest redova,
- primjenljivo na vatrostalne elemente,
- isplative analize.



Slika 9. Shematski prikaz instrumentalizacije ICP-OES

Izvor: Jorgić, 2015

Na slici 9 su prikazane glavne komponente ICP-OES instrumentalizacije, a to su:

- 1) Peristaltička pumpa
- 2) Raspršivač (nebulajzer, nebulizator)
- 3) Sprej komora
- 4) Odvodne cijevi za otpad

- 5) ICP „baklja“ (plamenik)
- 6) Radiofrekventni generator
- 7) Detektor
- 8) Spektrometar
- 9) Kompjuter sa softverom

Uzorci koji se analiziraju ICP-OES metodom se uglavnom prevode u rastvore, tako da se u instrument uvode kao struja tečnog uzorka. Unutar instrumenta tečnost se pretvara u aerosol kroz proces nazvan nebulizacija, a zatim se u vidu aerosola uvodi u plazmu (Jorgić, 2015). Peristaltička pumpa koristi seriju valjaka za pumpanje uzorka kroz cjevčice do nebulajzera koristeći proces nazvan peristaltika. Na ovaj način je izbjegnuta mogućnost kontaminacije uzorka, jer sama pumpa nema kontakt sa uzorkom, jedino sa cjevčicom koja nosi uzorak od suda uzorka do nebulajzera. Za tečne uzorke se najčešće koristi sistem koji se sastoji od raspršivača (eng. *nebulizer*) i sprej komore (eng. *spray chamber*).

Osnovna funkcija raspršivača je transformacija tečnog uzorka u fine čestice aerosola. Samo veoma fine kapljice (prečnika oko 8 μm) u aerosolu su pogodne za ubrizgavanje u plazmu (Hou i Jones, 2000). Aerosol se transportuje do plazme u kojoj se rastvara, isparava, atomizira i pobuđuje ili jonizuje. U plazmi se pobuđuju joni, a pri povratku u osnovno stanje dolazi do emisije zračenja karakterističnih talasnih dužina za pojedinačne elemente, a intenzitet emitovanog zračenja predstavlja mjeru koncentracije analita u plazmi (Jorgić, 2015).

Sprej komora služi za razdvajanje velikih kapi od malih kapi koje formira raspršivač, tako da u plazmu mogu da uđu samo čestice odgovarajuće veličine, koje nakon ulaska u centralni kanal neće narušiti stabilnost plazme. Najveće kapi se uklanjaju, a najmanje kapi, koje čine svega 1–5 % od ukupnog rastvora, su nošene strujom argona kroz raspršivač do plazme (Jevtić, 2018). Kada bi se aerosol uvodio u plazmu direktno iz raspršivača, tada bi prošle i kapljice većeg prečnika od dozvoljenog i u tom slučaju bi došlo do treperenja plazme i nepreciznog mjerenja, a moguće je i gašenje plazme (Hou i Jones, 2000). Raspršivači i komore za raspršivanje se izrađuju od kvarcnog stakla ili teflona u zavisnosti od vrste raspršivača. Za isparljive organske rastvarače koriste se vodom hlađene kvarcne raspršivačke komore, dok se za uzorke u HF koriste teflonski raspršivači (Jevtić, 2018).

Odvodne cjevčice za dreniranje koje nose velike kapljice do otpadnog kontejnera mogu imati veliki uticaj na performanse ICP instrumenta. Pored toga što ove cjevčice odvede višak uzorka iz sistema, one omogućavaju i pozadinski pritisak koji nosi uzorak u obliku aerosola

kroz raspršeni gas i kroz cjevčicu injektora baklje do plazme. Ako sistem za odvod ne funkcioniše jednako u svakom svom dijelu ili ako se desi da mjehurići prolaze kroz cjevčice, injektovanje uzorka u plazmu može biti prekinuto ili onemogućeno na adekvatan način, tako da bi se u tom slučaju pojavio šum na emisionim signalima.

Na izlasku iz sprej komore čestice aerosola prolaze kroz injekcionu cjevčicu koja je sastavni dio plamenika i ulaze u bazu plazme. U plazmi postoje različite temperaturne zone, tako da se u određenim dijelovima odigravaju različiti procesi. Zone plazme su (Petrović, 2017):

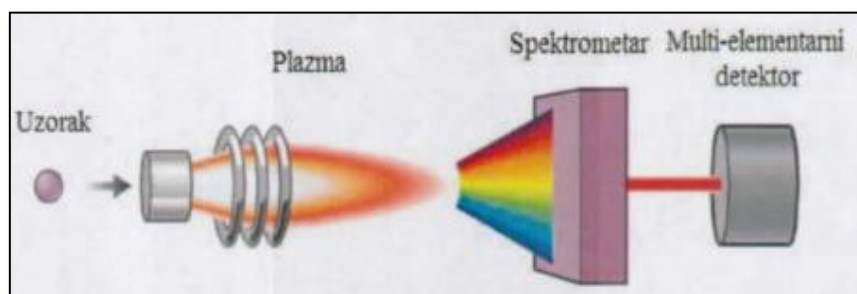
- visokotemperaturna zona u kojoj se vrši isparavanje i atomizacija uzorka;
- analitička zona u kojoj se vrši pobuđivanje analita, a koja je 15–20 mm udaljena od indukcionog kalema čija je temperatura oko 6500 K;
- niskotemperaturna zona (rep plazme) koja može da posluži za pobuđivanje elemenata sa niskim energijama pobuđivanja.

Na ulasku u plazmu dolazi do desolvatacije uzorka – čestice aerosola se prevode u čestice soli. Zatim, ulaskom u toplije dijelove plazme, čestice soli se razlažu na atome i jone i prevode u gasovito stanje. Transfer energije na atome i jone vodi ka ekscitaciji njihovih elektrona na više energetske nivoe. Budući da se elektroni u pobuđenom stanju nalaze veoma kratko iz razloga što su u energetske nestabilnijoj poziciji, vrlo brzo dolazi do njihovog vraćanja u osnovni energetski nivo, pri čemu emituju elektromagnetno zračenje ultraljubičastog i vidljivog dijela spektra (Milošković, 2017).

Spektrometar je optički sistem veoma visoke rezolucije koji pomoću disperzionog elementa propušta svjetlosni zrak na nekoliko talasnih dužina istovremeno. Disperzioni element je najčešće kvarcna prizma ili difrakciona rešetka. Nakon što se izoluje emisiona linija od interesa uz pomoć odgovarajućih spektrometara, koristi se detektor za mjerenje njenog intenziteta. Detektor pretvara intenzitet svjetlosti koja dopire do njega u električni signal. Postoji nekoliko različitih tipova detektora, a najčešće se koriste fotomultiplikatori, fotodiode ili poluprovodni detektori.

Fotomultiplikatori su se godinama koristili kao detektori kod ICP-OES instrumenata. Oni predstavljaju vakuumske fotoćelije – cijevi koje sadrži fotoosjetljiv materijal i koje izbacuju elektrone kada su pogođene svjetlošću. Fotomultiplikatori se sastoje od evakuisanog balona sa fotoosjetljivom katodom i kolektorskom anodom između kojih se nalazi 5–10 elektroda, takozvanih dinoda. Svaka dinoda je na pozitivnijem naponu za oko 100 W u odnosu na prethodnu, omogućavajući na taj način emisiju sekundarnih elektrona pomoću kojih se postiže

pojačanje. Nakon što su primarni elektroni oslobođeni sa površine katode pod dejstvom fotona, dolazi do njihovog ubrzanja ka dinodi koja izbacuje od dva do pet sekundarnih elektrona za svaki elektron koji pogodi njenu površinu, a koji se zatim ubrzavaju na putu prema sljedećoj dinodi sa čije površine svaki elektron izbacuje 2–5 novih sekundarnih elektrona i proces multiplikacije se ponavlja sve do anode (Velimirović, 2013).



Slika 10. Shematski prikaz ICP-OES metode

Izvor: Hou i Jones, 2000

Plazma predstavlja jonizovani gas koji je makroskopski neutralan, a to znači da je broj pozitivnih čestica (jona) jednak broju negativnih čestica (elektrona). Može se reći da je plazma „oblak“ gasovitih jona i njihovih elektrona sa visokim naponom. Smatra se četvrtim agregatnim stanjem materije, a formiraju je izolovani atomi u ravnoteži između njihovog neutralnog i jonizovanog stanja i sa pripadajućim elektronima koji obezbjeđuju ukupnu neutralnost od medijuma.

Induktivno kuplovana plazma je plazma koja je kuplovana sa elektromagnetnim poljem visoke frekvencije. Elektromagnetno polje visoke frekvencije je potrebno da bi plazma sve vrijeme bila postojana, tačnije, da bi bila u stanju u kojem najviše egzistiraju zasebno odvojene naelektrisane čestice koje međusobno reaguju, a visoko frekventno polje onemogućava ili otežava njihovu međusobnu interakciju, to jest sudaranje suprotno naelektrisanih čestica (Petrović, 2017).

Plazma se formira u plameniku ili baklji (eng. *torch*), koja se sastoji od tri koncentrične kvarcne cijevi. Kroz najtanju, unutrašnju (centralnu) cijev u plazmu se uvode fine čestice aerosola tečnog uzorka koje su nošene strujom argona. Argon za formiranje plazme se uvodi kroz središnju cijev. Kroz najširu, spoljašnju cijev se uvodi argon koji služi za hlađenje zidova kvarcne cijevi plamenika i za stabilizaciju plazme. Oko spoljašnje cijevi plamenika namotana su 3–4 navoja induktivnog kalema, koji su povezani sa radiofrekventnim generatorom (Milošković, 2017).

Visokofrekventna naizmjenična struja koja protiče kroz induktivni kalem stvara oscilatorno magnetno i električno polje koje svoju energiju indukcijom predaje gasu koji protiče unutar kvarcne cijevi i stvara se jonizovani gas (plazma) – smješa jona, elektrona i atoma. Oni se ubrzavaju vremenski promjenljivim električnim poljem, što dovodi do zagrijavanja i dodatne jonizacije. Pošto u početku argon ne sadrži naelektrisanе čestice, plazma se uspostavlja kratkim uključivanjem Teslinog pražnjenja. Temperatura plazme varira od 6000–10000 K i opada sa visinom iznad indukcionog kalema (Jevtić, 2018).

Za nastanak i održavanje plazme potrebno je da se obezbijedi energija spolja u vidu elektromagnetnog zračenja. Dio te energije će nastala plazma da prenosi uzorku, pri čemu će se vršiti njegova atomizacija, jonizacija i pobuđivanje. Najčešći radni gas od koga se pravi plazma je argon. Poput ostalih plemenitih gasova, argon je monoatomski element sa visokom energijom jonizacije (15,76 eV) i hemijski je inertan. Elektromagnetno polje koje stvara radiofrekventni generator ubrzava elektrone koji jonizuju gas plazme, a potom se joni argona radijativno rekombinuju sa elektronima, što dovodi do pobuđivanja atoma argona, pri čemu dolazi do pojave pozadinske emisije. Pozadinska emisija je direktna posljedica radijativne rekombinacije koja se dešava u UV oblasti spektra.

Radiofrekventni generator je dio koji služi za snabdijevanje snagom ICP-a. Snaga koja je potrebna za mjerenje je od 600–800 W, a to zavisi od tipa uzorka koji se analizira, dimenzija izvora plazme i tako dalje. Većina generatora ima kapacitet da dostigne snagu od 2000 W, iako se operativna snaga potrebna za analizu vodenih rastvora kreće od 950–1500 W. Frekvencija koju stvara generator kod većine instrumenata je 27,12 Hz ili 40,68 Hz, ali mogu da budu i znatno veće. Generatori sa frekvencijom 40,68 Hz daju dobru efikasnost kuplovanja, a to za posljedicu ima veće temperature i poboljšanu stabilnost plazme, pa takva plazma može da koristi i druge gasove pored argona, te bi samim tim bila pogodna i za analizu uzoraka u organskim rastvaračima. Pored navedenog, takva plazma bi imala manje pozadinskih emisija i poboljšan limit detekcije. Generatori se mogu hladiti pomoću vode ili pomoću vazduha (Velimirović, 2013).

Ova metoda ima nekoliko potencijalnih smetnji (interferenci) pri analizi. Spektralne smetnje kod ove metode se svrstavaju u nekoliko različitih kategorija:

- obično bekgraund pomjeranje,
- koso preklapanje spektra,
- direktno preklapanje,

- apsorpciona interferenca,
- kompleksno pomjeranje bekgraunda.

Najčešći tip interferenci koji se dešava u praksi jeste onaj kojeg je najlakše i otkloniti, a to je obično bekgraund pomjeranje. Ova smetnja je definisana kao promjena u intenzitetu bekgraunda koja je konstantna iznad datog opsega, na primjer 0,5 nm na obje strane linije analita.

Postoje dvije glavne konfiguracije plazme, odnosno dva moguća pristupa kojima se sakuplja emitovana svjetlost koja dolazi iz plazme, a to su aksijalna i radijalna konfiguracija. Kod radijalnog tipa (ili side-on) spektrometar je postavljen sa bočne strane plazme, dok kod alternativnog aksijalnog tipa (end-on) spektrometar je postavljen ispred plazme i omogućava sakupljanje emitovane svjetlosti duž centralnog kanala baklje (Hill, 2008). Stariji tipovi ICP instrumenata su imali jednu od dvije spomenute mogućnosti, dok instrumenti novije generacije posjeduju obje. Pri analizi koncentrovanijih rastvora primjenjuje se radijalno posmatranje plazme, dok se aksijalno posmatranje primjenjuje pri analizi rastvora nižih koncentracija.

2. EKSPERIMENTALNI DIO

2.1. MATERIJAL I UZORKOVANJE

2.1.1. Uzorkovanje sirovog šećera

Dovoz sirovog šećera u rafineriju iz morske luke Ploče (Hrvatska) se vrši vagonima željeznice. Tokom prijema i istovara sirovog šećera vrši se vaganje i ulazna vizuelna kontrola, a zatim njegovo skladištenje i kontrola kvaliteta. Zaposleni na istovarnoj stanici uzimaju uzorke iz svakog vagona (jedna lopatica po vagonu) i odlažu u kantu predviđenu za uzorkovanje. Na kraju svake smjene uzorci u kanti se promiješaju i pakuju u dvije providne kese (svaka kesa od 1 kg). Providne kese je potrebno označiti naljepnicama na kojima treba da budu napisani datum i smjena. Nakon toga zaposleni na istovarnoj stanici nosi uzorke u laboratoriju na analizu.

2.1.2. Uzorkovanje bijelog šećera

Uzorkovanje bijelog šećera iz proizvodnje se uglavnom vrši periodično na svakih 1–2 sata, a prosječan uzorak se sastoji od djelimičnih uzoraka uzetih automatskim uređajem za uzorkovanje ili ručno na obilježenom mjestu za uzorkovanje. Ako se uzorkovanje vrši automatski uređajem, onda uređaj za uzorkovanje mora da bude podešen tako da se 50–100 g šećera ispušta iz toka šećera u posudu za uzorkovanje u redovnim vremenskim intervalima (svaka 3 minuta), tj. tako da količina uzorka za 1 sat iznosi 1–2 kg. Posle svakog punog sata, laborant iz kontejnera za uzorkovanje prenosi uzorak u manju kantu i nosi ga u laboratoriju. Moguće je raditi i četveročasovne uzorke, a za pripremu takvog uzorka laborant uzima u kantu oko 200 g šećera iz svakog uzorka od 1 sata i sve dobro promiješa. U posebnim slučajevima, ukoliko je to potrebno, moguće je uraditi prosječan dnevni uzorak koji se priprema tako što se iz svakog uzorka od 1 sata uzima oko 100 g u kantu i dobro promiješa. Uzorci koji se čuvaju do sljedeće kampanje se čuvaju u papirnim ili plastičnim kesama, na kojima se obilježi datum. Za pripremu prosječnih uzoraka šećera za eksternu analizu teških metala, laborant stavlja oko 100 g od svakog prosječnog dnevnog uzorka u obilježenu posudu ili kesu, temeljito izmiješa, zapečati u PE kese i tako pošalje u eksternu laboratoriju. Za mikrobiološko ispitivanje, uzima se uzorak sa transportne trake bijelog šećera od zahlađivača do bunkera, zatvara se u PE vreću i šalje u eksternu laboratoriju.

2.1.3. Uzorkovanje melase

Uzorkovanje melase vrši laborant, a za potrebe redovnih analiza u rafineriji melasa se može uzorkovati na jedan od sljedećih načina: kao tačkasti uzorak iz ulazne cijevi na vagu melase ili kontinualnim uređajem za uzorkovanje iz rezervoara melase. U oba slučaja potrebno je uzeti oko 0,5 kg melase. Uzorkovanje i analiza melase se radi prilikom svake proizvodnje melase i prije njenog izbacivanja u vanjski tank za melasu, koji mora da bude suv. Pored toga, rade se i analize melase koja se nalazi u vanjskom tanku prije svake isporuke kupcima.

2.2. METODE RADA

2.2.1. Određivanje ukupne suve materije sirovog šećera

Aparatura i pribor

- refraktometar DUR-SW (Schmidt + Haensch) ili refraktometar RFM 840 (Bellingham Stanley)
- čaša od 200 mL
- tehnička vaga autodozer GP3202-OCE (Sartorius)
- šejker
- kašika

Procedura

1. Pripremiti rastvor uzorka i vode 1:1 u čaši sa poklopcem.
2. Homogenizovati rastvor na šejkeru.

Za vrijeme miješanja rastvora čaša mora biti poklopljena.

3. Homogenizovani rastvor neposredno prije mjerenja promiješati kašikom, a zatim nasuti na prizmu refraktometra i poklopiti.
4. Pritisnuti start za očitavanje vrijednosti °Bx, odnosno ukupne suve materije.

Nakon toga pritisnuti start još dva puta i zapisati krajnju vrijednost.

Izražavanje rezultata

Rezultat izraziti sa dva decimalna broja.

Rezultat se izražava u jedinicama °Bx.

2.2.2. Određivanje polarizacije sirovog šećera

Reagensi

- sredstvo za bistrenje: bazični rastvor olovo-acetata, gustine 1,25 g/mL
- dietil-etar

Aparatura i pribor

- normalni sud od 1000 mL
- analitička vaga AC211S (Sartorius) ili analitička vaga CP224S-OCE (Sartorius)
- oprema za filtraciju: lijevak, filter papir i čaša
- odmjerne tikvice od 100 mL s čepom
- polarimetar Saccharomat NIR W2 (Schmidt + Haensch) ili polarimetar Saccharomat Z (Schmidt + Haensch) koji mora biti kalibrisan standardnim kvarcnim pločama
- izvor svjetlosti – natrijumova svjetiljka
- vodeno kupatilo s termostatski kontrolisanom temperaturom od $20 \pm 0,1$ °C
- magnetna mješalica ili šejker

Procedura

1. Priprema rastvora olovo acetata

Dodati 560 g suvog bazičnog olovo-acetata u približno 1000 mL tek provrele vode. Ostaviti da vri 30 minuta, a zatim ostaviti da stoji preko noći. Dekantovati supernatant i razrijediti tek provrelom vodom kako bi se dobio rastvor zahtijevane gustine 1,25 g/mL pri 20 °C.

2. Priprema rastvora uzorka

Izvagati što je brže moguće tačno $26 \pm 0,002$ g uzorka i kvantitativno prenijeti u odmjernu tikvicu od 100 mL s približno 60 mL vode. Otopiti kružnim pokretima, bez zagrijavanja. Ako je potrebno bistrenje dodati 0,5 mL rastvora olovo-acetata. Izmiješati rastvor rotirajući tikvicu i pri tom ispirući stijenke tikvice, sve dok volumen ne bude takav da je menisk približno 10 mm ispod oznake. Smjestiti tikvicu u kontrolisano vodeno kupatilo na $20 \pm 0,1$ °C, dok temperatura rastvora šećera ne bude konstantna. Voditi računa da nema mjehurića, a ukoliko postoje potrebno ih je ukloniti dodavanjem kapi dietil-etra. Nakon toga dodati destilovanu vodu do oznake, tako da se voda slijeva niz zidove suda. Začepiti tikvicu i temeljito izmiješati okrećući je. Ostaviti rastvor da odstoji pet minuta kako bi se omogućilo taloženje.

3. Polarizacija

Podesiti uređaj na 0 i održavati temperaturu na $20 \pm 0,1$ °C u svim daljnjim postupcima. Pripremljen rastvor uzorka profiltrirati kroz filter papir. Odbaciti prvih 10 mL filtrata i za daljnu upotrebu koristiti sljedećih 50 mL filtrata. Cijev polarimetra očistiti ispirući je dva puta rastvorom uzorka za analizu. Cijev polarimetra zatim pažljivo napuniti uzorkom za analizu. Ukloniti sve mjerhuriće zraka pri zatvaranju cijevi. Postaviti napunjenu cijev u ležište uređaja i sačekati dok rezultat na displeju ne bude konstantan. Zabilježiti rotaciju s tačnošću 0,05 °Z ili 0,02 ugaonih stepeni. Postupak ponoviti još četiri puta.

Izražavanje rezultata

Izračunati srednju vrijednost pet očitavanja. Rezultati se izražavaju u stepenima Z s tačnošću od 0,1 °Z. Za pretvaranje ugaonih stepeni u °Z koristi se sljedeća formula:

$$^{\circ}\text{Z} = \text{ugaoni stepen} \cdot 2,889$$

Napomena

Razlika između dva određivanja istog uzorka, koja provodi isti analitičar istovremeno ili neposredno jedno za drugim, u istim uslovima, tako da svaka predstavlja srednju vrijednost pet očitavanja, ne smije prelaziti 0,1 °Z. Pod uslovima reproduktivnosti ova razlika ne smije prelaziti 0,25 °Z.

2.2.3. Određivanje koeficijenta čistoće sirovog šećera

Koeficijent čistoće (Q) se izračunava iz podataka o sadržaju suve materije i polarizaciji.

Izražavanje rezultata

Formula za računanje koeficijenta čistoće je sljedeća:

$$Q = \frac{P}{S} \cdot 100 \%$$

gdje je:

P – polarizacija sirovog šećera,

S – sadržaj suve materije sirovog šećera.

Rezultat se zapisuje na dvije decimale.

2.2.4. Određivanje pH vrijednosti sirovog šećera i melase

Reagensi

- rastvor KCl, koncentracije 3 mol/L

Aparatura i pribor

- magnetna mješalica
- pH metar pH340i (WTW), pH metar inoLab pH 730 (WTW) ili pH metar BOECO BT-600 (BOECO)
- pH elektroda
- ostali potrebni stakleni pribor

Procedura

1. Pripremiti rastvor uzorka 1:1.
2. Isprati elektrodu destilovanom vodom i zaroniti je u ispitivani uzorak i očitati vrijednost na displeju kada pH vrijednost postane konstantna. Temperatura uzorka mora biti $22,5 \pm 2,5$ °C.
3. Nakon mjerenja elektrodu isprati vodom i staviti u rastvor KCl, koncentracije 3 mol/L.

Izražavanje rezultata

Vrijednost sa displeja zapisati na dvije decimale. Princip je isti za sirovi šećer i za melasu.

2.2.5. Određivanje boje sirovog šećera

Aparatura i pribor

- spektrofotometar Jenway 6300 (Jenway) ili kolorimetar sa optičkom ćelijom Colormat (Schmidt + Haensch)
- filter papir (oznaka 390) i lijevak
- refraktometar DUR-SW (Schmidt + Haensch) ili refraktometar RFM 840 (Bellingham Stanley), za slučaj provjere brikša
- magnetna mješalica ili šejker
- tehnička vaga CP2202S-OCE (Sartorius)

Procedura

1. Priprema uzorka

Homogenizovati uzorak, a nakon toga odmjeriti na tehničkoj vagi $20 \pm 0,1$ g u erlenmajeru od

250 mL. Zatim dodati do $100 \pm 0,1$ g vode i rastvoriti šećer miješanjem uz pomoć magnetne mješalice na sobnoj temperaturi (rastvor 20°Bx). Filtrirati smjesu pomoću filter papira i lijevka u čist i suv erlenmajer ili čašu.

2. Mjerenje boje

Podesiti instrument za mjerenje boje prema uputstvu i podesiti na talasnu dužinu od 420 nm. Mjerenje na Colormatu se radi u programu 1 predviđenom za mjerenje IU. Dužina kivete koja se koristi za ispitivanje je 10 cm. Kivetu je potrebno prethodno isprati destilovanom vodom, zatim je napuniti destilovanom vodom i nulirati instrument, a nakon nuliranja na displeju treba da nam se pokaže vrijednost nula. Poslije toga izmjeriti vrijednost boje uzorka.

Izražavanje rezultata

Dobijenu vrijednost za boju uzorka zaokružiti na cijeli broj. Ukoliko se za određivanje boje koristi program 5 na Colormatu ili spektrofotometar Jenway, rezultat koji se očitava na displeju predstavlja apsorbanciju, pa se mora primijeniti obrazac za izračunavanje boje:

$$\text{Boja (IU)} = \frac{A \cdot 1000 \cdot \frac{100}{S \cdot \rho}}{b}$$

gdje je:

A – apsorbancija,

b – dužina kivete u cm,

S – sadržaj suve supstance u Bx i

ρ – gustina rastvora u g/cm^3 .

Rezultat zaokružiti na cijeli broj.

2.2.6. Određivanje vlage u sirovom i bijelom šećeru

Principi za određivanje vlage su isti i za uzorke sirovog šećera i za uzorke bijelog šećera.

1) Određivanje vlage gravimetrijski

Aparatura i pribor

- sušnica s odgovarajućom ventilacijom i regulatorom temperature koji održava temperaturu od $103 \pm 2^\circ\text{C}$
- eksikator sa svježje aktiviranim silikagelom ili ekvivalentnim sušilom

- metalne posudice za vaganje s ravnim dnom, otporne na djelovanje uzorka i uslove analize, promjera najmanje 100 mm i dubine najmanje 30 mm
- analitička vaga AC211S (Sartorius) ili analitička vaga CP224S-OCE (Sartorius)
- ostali pribor: rukavice, mašice

Procedura

1. Osušiti metalne posudice za vaganje do konstantne mase na 103 ± 2 °C.
 2. Nakon sušenja, koristeći rukavice i mašice za držanje, premjestiti posude u eksikator na hlađenje najmanje 30–35 minuta i zatim ih izvagati na analitičkoj vagi.
- Svi postupci u koracima koji slijede moraju se provoditi odmah po otvaranju posude sa uzorkom.
3. U posudice odvagati približno 20–30 g uzorka s tačnošću od 0,1 mg
 4. Posude sa uzorcima postaviti u sušnicu na 103 ± 2 °C u vremenu od tri sata.
 5. Nakon toga ostaviti posude sa uzorcima na hlađenje u eksikator. Hladiti do temperature okoline, a zatim izvagati posude sa uzorcima sa tačnošću od 0,1 mg.
 6. Ponovo postaviti posude u sušnicu na 103 ± 2 °C u vremenu od trideset minuta. Zatim ih ostaviti da se ohlade u eksikatoru i na kraju izvagati s tačnošću od 0,1 mg. Ako se masa poveća, za izračunavanje koristiti najnižu izmjerenu vrijednost.
 7. Ukupno vrijeme sušenja ne smije prelaziti četiri sata.

Izražavanje rezultata

Gubitak mase sušenjem predstavlja sadržaj vlage koji se izražava kao % originalne mase uzorka i dat je sljedećom jednačinom:

$$\text{vlaga \%} = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \cdot 100 \%$$

gdje je:

m_0 = početna masa uzorka u g,

m_1 = masa uzorka nakon sušenja u g.

Rezultat zapisati na dvije decimale.

Napomena

Razlika između rezultata dva određivanja istog uzorka koju provodi isti laborant istovremeno ili neposredno jedno za drugim, u istim uslovima, ne smije prelaziti 0,02 g na 100 g uzorka.

2) Određivanje vlage pomoću analizera vlage

Aparatura

- analizer vlage MA 150 (proizvođač Sartorius) ili analizer vlage MA 40 (proizvođač Sartorius)

Procedura

1. Potrebno je odmjeriti 20 g uzorka koji je prethodno homogenizovan.
2. Uzorak staviti u analizer vlage i uključiti ga.
3. Nakon zvučnog signala očitati vrijednost na displeju.

Izražavanje rezultata

Rezultat zapisati na dvije decimale.

2.2.7. Određivanje provodljivosti sirovog šećera

Aparatura i pribor

- konduktometar Cond 315i (WTW) ili konduktometar inoLab Cond720 (WTW)
- odmjerne tikvice od 100 mL
- tehnička vaga CP2202S-OCE (Sartorius)

Procedura

1. Rastvoriti 5 g uzorka sirovog šećera u odmjernoj tikvici od 100 mL i dopuniti do crte.
2. Izmjeriti provodljivost vode. Nakon miješanja rastvora uzorka, zaroniti elektrodu u rastvor i izmjeriti provodljivost na sobnoj temperaturi. Provjeriti tačnost mjerenja koristeći referentne rastvore – rastvor kalijum-hlorida, koncentracije 0,01 mol/dm³.

Izražavanje rezultata

$$C = C_1 - C_2,$$

gdje je:

C_1 = izmjerena provodljivost rastvora u $\mu\text{S}/\text{cm}$

C_2 = specifična provodljivost vode u $\mu\text{S}/\text{cm}$

C = korigovana provodljivost uzorka u $\mu\text{S}/\text{cm}$

Dobijeni rezultat zapisati sa dva decimalna mjesta.

2.2.8. Određivanje pepela u sirovom šećeru

1) Konduktometrijsko određivanje pepela

Izražavanje rezultata

Nakon što se uradi konduktometrija, potrebno je vrijednost za provodljivost pomnožiti sa faktorom da bi se dobila vrijednost konduktometrijskog pepela, a sadržaj pepela u procentima se određuje prema sljedećoj formuli:

$$\text{pepeo (\%)} = \frac{1,8 \cdot (c_{\text{uz}} - c_v)}{1000}$$

gdje je:

1,8 – empirijski koeficijent,

c_{uz} – provodljivost uzorka u $\mu\text{S/cm}$ na 20 °C,

c_v – provodljivost vode u $\mu\text{S/cm}$ na 20 °C.

Dobijeni rezultat zapisati na tri decimale.

2) Gravimetrijsko određivanje pepela

Gravimetrijsko određivanje pepela se u praksi rjeđe radi, jer oduzima više vremena i hemikalija. Određuje se ostatak mase nakon spaljivanja uzorka u oksidacijskoj atmosferi u peći za žarenje u prisustvu sumporne kiseline, zbog čega se ova metoda naziva metoda određivanja sulfatnog pepela. Gravimetrijsko određivanje pepela se radi na isti način za sirovi i bijeli šećer.

Reagensi

- voda provodljivosti manje od 2 $\mu\text{S/cm}$
- rastvor sumporne kiseline – pažljivo dodati 100 mL koncentrovane sumporne kiseline ($\rho_{20} \approx 1,84 \text{ g/mL}$) u 300 mL vode uz miješanje
- rastvor hlorovodonične kiseline – pažljivo dodati 100 mL koncentrovane hlorovodonične kiseline ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ g/mL}$) u 500 mL vode uz miješanje

Pribor i aparatura

- električna peć za žarenje – opremljena termostatom i kontrolnim uređajem, koja omogućava da se spaljivanje izvodi u temperaturnom opsegu od 500–650 °C
- platinasta posuda (lončić) kapaciteta 50 mL i minimalne radne površine 15 cm^2
- Bunsenov plamenik ili rešo (napomena: osigurati potpunu čistoću grijane ploče)

- automatska pipeta
- eksikator
- analitička vaga AC211S (Sartorius) ili analitička vaga CP224S-OCE (Sartorius)

Procedura

1. Priprema posude za žarenje

Očistiti posudu kipućom hlorovodoničnom kiselinom i dobro isprati vodom. Nakon toga posudu zagrijati u peći do temperature od 550 °C, a zatim ohladiti do sobne temperature u eksikatoru i izvagati. Ovu masu zapisati kao m_0 .

2. Priprema uzorka za testiranje

Odvagati između 5 i 10 g sirovog šećera u platinastu posudu i dodati 2 mL rastvora sumporne kiseline pomoću automatske pipete. Masu uzorka označiti kao m_1 .

3. Predžarenje

Pažljivo i postepeno zagrijavati posudu sa uzorkom iznad Bunsenovog plamenika ili na električnoj ploči (rešou), dok testirana masa ne bude u potpunosti ugljenisana.

4. Žarenje

Staviti posudu sa spaljenim uzorkom u peć za žarenje na 550 °C u trajanju od 2 sata. Nakon žarenja ostaviti da se ohladi, zatim dodati 2 mL rastvora sumporne kiseline i ostaviti da ispari na vrućoj ploči ili iznad Bunsenovog plamenika, a potom spaliti na 650 °C do konstantne mase (u trajanju od oko 30 minuta). Nakon toga posudu prebaciti u eksikator da se ohladi na sobnu temperaturu. Poslije hlađenja, izvagati posudu sa pepelom i zapisati masu kao m_2 .

Izražavanje rezultata

Količina ostalog pepela, izražena kao maseni udio pepela u originalnom uzorku, računa se pomoću sljedeće formule:

$$\text{pepeo (\%)} = \frac{(m_2 - m_0)}{m_1} \cdot 100 \%$$

Zabilježiti procenat na tri decimale.

Napomena

Koristiti dobro ventilisan uređaj za dimove u svim koracima postupka gdje se dimovi pojavljuju. Apsolutna razlika između dva rezultata na istom sirovom šećeru pod uslovima reproducibiliteta (ponavljanja) ne bi trebalo da bude veća od 0,038 % pepela.

2.2.9. Određivanje inverta u sirovom šećeru

Reagensi

- indikator – rastvor skroba
- hlorovodonična kiselina, 1 mol/L
- Ofnerov rastvor
- rastvor natrijum tiosulfata, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0323 \text{ mol/L}$
- rastvor joda, $c(\text{I}_2) = 0,0323 \text{ mol/L}$

Pribor i aparatura

- tehnička vaga CP2202S (Sartorius)
- birete od 50 mL
- erlenmajer posude, 300 mL
- sahatno staklo za prekrivanje erlenmajera
- rešo
- vodeno kupatilo

Procedura

1. Odmjeriti 5,0 g uzorka sirovog šećera i rastvoriti u vodi do 50 mL.
2. Pomiješati 50,0 mL pripremljenog rastvora sa 50,0 mL Ofnerovog rastvora u erlenmajeru. Dodati staklene kuglice.
3. Staviti rastvor da ključa tačno 5 minuta. Početi mjeriti od pojave prvog mjehurića. Nakon 5 minuta hladiti smjesu u vodenom kupatilu. Poslije otprilike 10 minuta smjesa će imati sobnu temperaturu.
4. Dodati 15 mL hlorovodonične kiseline, tako da je pipeta naslonjena na zid suda. Dok dodajemo kiselinu iz pipete kružimo po zidu.
5. Dodati 15 mL rastvora joda. Pokriti erlenmajer sahatnim staklom 2 minute. Nakon 2 minute isprati čep blagim mlazom vode u erlenmajer.
6. Na kraju dodati 1 mL rastvora skroba i takav rastvor će se obojiti u tamnoplavu boju. Titrisati uzorak rastvorom natrijum-tiosulfata do pojave svijetloplave (tirkizne) boje. Zapisati utrošenu zapreminu.

Izražavanje rezultata

Rezultat se izražava na tri decimalna mjesta pomoću sljedeće formule:

$$\text{invert (\%)} = \frac{(V_1 k_1 - V_2 k_2) - k}{m \cdot 10}$$

gdje je:

V_1 – zapremina dodatog joda u cm^3 ,

k_1 – korekcija rastvora joda (faktor standardnog rastvora),

V_2 – zapremina rastvora natrijum-tiosulfata potrebnog za titraciju u cm^3 ,

k_2 – korekcija rastvora natrijum-tiosulfata (faktor standardnog rastvora),

k – korekcija zapremine joda ($k = 0,1 \text{ cm}^3$ rastvora joda na 1 g saharoze),

m – masa uzorka.

Izračunavanje za sirovi šećer:

- za vrijednost faktora $k_1 = 1$, $k_2 = 1$ i za masu uzorka $m = 5 \text{ g}$, sadržaj inverta se izračunava:

$$\text{invert (\%)} = 0,02 \cdot (V_1 - V_2 - 0,5)$$

2.2.10. Određivanje boje bijelog šećera

Pribor i aparatura

- spektrofotometar Jenway 6300 (Jenway) ili kolorimetar sa optičkom ćelijom Colormat (Schmidt + Haensch)
- erlenmajer tikvice od 250 mL
- membranski filteri 0,45 nm
- aparatura za filtraciju pod pritiskom
- ultrazvučno kupatilo
- refraktometar DUR-SW (Schmidt + Haensch) ili refraktometar RFM 840 (Bellingham Stanley), za slučaj provjere briksa
- magnetna mješalica ili šejker
- tehnička vaga CP2202S-OCE (Sartorius)

Procedura

1. Priprema uzorka

Homogenizovati uzorak. Nakon toga na tehničkoj vagi odmjeriti $100 \pm 0,1 \text{ g}$ uzorka i staviti u tikvicu od 250 mL. Dodati do $100 \pm 0,1 \text{ g}$ vode i rastvoriti šećer miješanjem na sobnoj temperaturi (rastvor 50 °Bx). Filtrirati smjesu pomoću aparature za filtraciju pod pritiskom, koristeći membranske filtere 0,45 nm u čist i suv erlenmajer ili čašu. Nakon toga deaerisati smjesu u ultrazvučnom kupatilu 5 min. Zatim se pristupa mjerenju boje.

2. Mjerenje boje

Potrebno je podesiti instrument za mjerenje boje prema uputstvu na talasnu dužinu od 420 nm. Mjerenje na Colormatu se radi u programu 1 (uputstva za instrumente) predviđenom za mjerenje IU. Dužina kivete koja se koristi za ispitivanje je 10 cm. Prethodno oprati kivetu destilovanom vodom i izmjeriti apsorbanciju vode, nakon čega vrijednost na displeju treba da iznosi nula. Poslije toga se na isti način mjeri apsorbancija filtriranog uzorka.

Izražavanje rezultata

Dobijenu vrijednost za boju uzorka zaokružiti na cijeli broj. Ukoliko se za određivanje boje koristi program 5 na Colormatu ili spektrofotometar Jenway, rezultat koji se očitava na displeju predstavlja apsorbanciju, pa se mora primijeniti obrazac za izračunavanje boje:

$$\text{Boja (IU)} = \frac{A \cdot 1000 \cdot \frac{100}{S \cdot \rho}}{b}$$

gdje je:

A – apsorbancija,

b – dužina kivete u cm,

S – sadržaj suve supstance u Bx i

ρ – gustina rastvora u g/cm³.

2.2.11. Određivanje turbiditeta bijelog šećera

Pribor i aparatura

Koristi se pribor i aparatura iz prethodno opisane analize, jer su povezane.

Procedura

1. Da bismo odredili mutnoću, treba prvo odrediti boju filtriranog uzorka kako je opisano u prethodnoj metodi za određivanje boje, a zatim na isti način i boju nefiltriranog uzorka.
2. Nefiltrirani uzorak bijelog šećera je potrebno prvo staviti 5 minuta u ultrazvučno kupatilo, a zatim izmjeriti i izračunati boju kao kod filtriranog uzorka.

Izražavanje rezultata

$$\text{turbiditet (IU)} = \text{boja (filtriranog uzorka)} - \text{boja (nefiltriranog uzorka)}$$

Razlika boja između filtriranog i nefiltriranog uzorka se naziva turbiditet (mutnoća) i izražava se u IU. Rezultat zapisati kao cijeli broj.

2.2.12. Određivanje provodljivosti bijelog šećera

Pribor i aparatura

- konduktometar Cond 315i (WTW) ili konduktometar inoLab Cond720 (WTW)
- odmjerne tikvice od 100 mL
- tehnička vaga CP2202S-OCE (Sartorius)

Procedura

1. Priprema rastvora uzorka

Pripremiti rastvor šećera koncentracije 28 % (28 °Bx). Takav rastvor se priprema rastvaranjem $31,3 \pm 0,1$ g šećera pri $20 \pm 0,2$ °C u odmjernoj tikvici od 100 mL ili rastvaranjem 28,0 g šećera u vodi i dopunjavanjem vode do mase 100 g.

2. Mjerenje provodljivosti

Poslije temeljitog miješanja i potpunog rastvaranja, prenijeti rastvor u posudu za mjerenje provodljivosti kada temperatura rastvora bude tačno $20 \pm 0,2$ °C. Nakon toga očitati provodljivost.

3. Određivanje specifične provodljivosti vode

Količina vode jednaka onoj korištenoj za pripremu rastvora uzorka miješa se u odmjernoj tikvici od 100 mL na isti način kao pri rastvaranju šećera. Dopuni se do 100 mL i mjeri na približno 20 °C. Pri mjerenju nije potrebna precizna termostatska kontrola, jer su moguće korekcije temperature manje od greške mjerenja.

Izražavanje rezultata

Oduzeti od očitane vrijednosti 50 % za upotrijebljenu vodu. Prema tome, rezultatna vrijednost je:

$$C_{28} = C_{\text{očitana}} - 0,5 \cdot C_{\text{vode}}$$

gdje je:

C – specifična provodljivost u $\mu\text{S}/\text{cm}$ na 20 °C,

indeks 28 označava da je upotrijebljen 28 % rastvor šećera.

Napomena

Za pripremu svih rastvora koristi se dva puta destilovana ili dejonizovana voda specifične provodljivosti manje od 2 $\mu\text{S/cm}$. Sav laboratorijski pribor koji se koristi mora se prije upotrebe isprati vodom opisane kvalitete. Instrumenti za mjerenje provodljivosti kalibrišu se N/500 rastvorom kalijum-hlorida, koji se mora pripremiti svjež prije svake kalibracije.

2.2.13. Određivanje pepela u bijelom šećeru

1) Konduktometrijsko određivanje pepela

Izražavanje rezultata

Iz dobijenih vrijednosti za provodljivost izračunati sadržaj pepela.

Broj bodova = $0,320 \cdot C_{28}$, tj. 3,13 $\mu\text{S/cm}$ odgovara jednom bodu ili 1 bod = 0,0018 % pepela.

Na osnovu svega navedenog, formula za sadržaj pepela je sljedeća:

$$\text{pepeo (\%)} = 0,320 \cdot 18 \cdot 10^{-4} \cdot C_{28}$$

2) Gravimetrijsko određivanje pepela

Gravimetrijsko određivanje pepela se u praksi rjeđe radi, jer oduzima više vremena i hemikalija i u principu služi po potrebi kao metoda za provjeru. Radi se na isti način kao kod sirovog šećera – određuje se ostatak mase nakon spaljivanja uzorka u oksidacijskoj atmosferi u peći za žarenje u prisustvu sumporne kiseline.

2.2.14. Određivanje inverta u bijelom šećeru

Reagensi

- indikator – rastvor skroba
- hlorovodonična kiselina, 1 mol/L
- Ofnerov rastvor
- rastvor natrijum tiosulfata, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0323 \text{ mol/L}$
- rastvor joda, $c(\text{I}_2) = 0,0323 \text{ mol/L}$

Pribor i aparatura

- tehnička vaga CP2202S (proizvođač Sartorius)
- birete, 50 mL

- erlenmajer posude, 300 mL
- sahatno staklo za prekrivanje erlenmajera
- rešo
- vodeno kupatilo

Procedura

1. Odmjeriti 10,0 g uzorka bijelog šećera i rastvoriti u vodi do 50 mL.
2. Pomiješati 50,0 mL pripremljenog rastvora sa 50,0 mL Ofnerovog rastvora u erlenmajeru. Dodati staklene kuglice.
3. Staviti rastvor da ključa tačno 5 minuta. Nakon 5 minuta hladiti smjesu u vodenom kupatilu. Poslije otprilike 10 minuta smjesa će imati sobnu temperaturu.
4. Dodati 15 mL hlorovodonične kiseline pipetom, kružeći po zidu suda.
5. Dodati 10 mL rastvora joda. Pokriti erlenmajer sahatnim staklom 2 minute. Nakon 2 minute isprati čep blagim mlazom vode u erlenmajer.
6. Zatim dodati 1 mL rastvora skroba i takav rastvor će se obojiti u tamnoplavu boju. Titrisati uzorak rastvorom natrijum-tiosulfata do pojave svijetloplave (tirkizne) boje. Zapisati utrošenu zapreminu.

Izražavanje rezultata

Rezultat se izražava na tri decimale pomoću sljedeće formule:

$$\text{invert (\%)} = \frac{(V_1 k_1 - V_2 k_2) - k}{m \cdot 10}$$

gdje je:

V_1 – zapremina dodatog joda u cm^3 ,

k_1 – korekcija rastvora joda (faktor standardnog rastvora),

V_2 – zapremina rastvora natrijum-tiosulfata potrebnog za titraciju u cm^3 ,

k_2 – korekcija rastvora natrijum-tiosulfata (faktor standardnog rastvora),

k – korekcija zapremine joda ($k = 0,1 \text{ cm}^3$ rastvora joda na 1 g saharoze),

m – masa uzorka.

Izračunavanje za bijeli šećer:

- za vrijednost faktora $k_1 = 1$, $k_2 = 1$ i za masu uzorka $m = 10 \text{ g}$, sadržaj inverta se izračunava:

$$\text{invert (\%)} = 0,01 \cdot (V_1 - V_2 - 1)$$

2.2.15. Određivanje nerastvorenih materija u bijelom šećeru pomoću membranske filtracije

Reagensi

- Hromatografski sprej reagens (priprema se rastvaranjem 1,0 g α -naftola u 100 mL etanola, nakon čega se doda 10 mL ortofosforne kiseline, $\rho \approx 1,69$ g/mL).

Pribor i aparatura

- membranski filteri sa hidrofobnim ivicama prečnika 50 mm i veličine pora 8,0 μ m
- aparatura za filtraciju od nehrđajućeg čelika
- erlenmajer ili plastična čaša sa ručkom zapremine 2 L
- petrijeve šolje ili metalne posude sa poklopcem
- sušnica, $t = 60\text{--}65$ °C
- analitička vaga AC211S (Sartorius) ili analitička vaga CP224S-OCE (Sartorius) i vaga kapaciteta 5 kg
- ostali pribor: pinceta, makaze, rukavice

Procedura

1. Priprema membranskog filtera

Oprati filter uranjanjem u ključalu destilovanu vodu u trajanju od 6 minuta. Ocijediti višak vode iz membrane i premjestiti membranu u čistu i suhu petrijevu šolju pomoću pincete. Sušiti membranu u poluotvorenoj šolji 1 sat na 60–65 °C u sušnici. Nakon sušenja, skloniti poklopac i staviti u eksikator na hlađenje 30 minuta. Zapisati masu ohlađene membrane izmjerene na analitičkoj vagi. Efikasno pranje membrane je od velikog značaja prilikom ove analize. Može da se provjeri na sljedeći način: poprskati membranu sprej reagensom i zagrijati do 105 °C. Membrana mora biti potpuno oslobođena svih tragova ljubičaste boje.

2. Priprema vode

Filtrirati 5 L vode kroz membranski filter od 8 μ m pripremljen kao što je opisano u prethodnom koraku. Nakon filtriranih 500 mL, isključiti vakuum. Nakon toga promiješati 500 mL u flaši i prosuti, a zatim nastaviti filtraciju preostalih 4,5 L vode. Ova voda mora biti iskorištena kao što je to zahtijevano u svim naredno opisanim koracima. Svi uređaji moraju biti isprani u ovoj vodi prije upotrebe.

3. Priprema uzorka

Odmjeriti 500 g uzorka direktno u erlenmajeru ili plastičnoj čaši sa ručkom. Ukoliko postoji

problem sa filtracijom ili količinom uzorka, masa se može redukovati na 250 g. Dodati vruću destilovanu vodu (oko 95 °C) u erlenmajer tako da bi konačna zapremina bila 900 mL. Promiješati smjesu sa nehrđajućim štapićem ili na magnetnoj mješalici i zagrijati do 95 °C, a zatim nastaviti miješanje dok se šećer potpuno ne rastvori.

4. Filtracija rastvora šećera

Navlažiti membranski filter destilovanom vodom u petrijevoj šolji. Staviti vlažan filter u držač za filter i propustiti kroz njega cijelu količinu pripremljenog uzorka pod sniženim pritiskom. Pažljivo isprati lonac i štapić za miješanje u držaču za filter sa vrućom destilovanom vodom. Isprati preostalu količinu nerastvorene materije i membranu u držaču za filter sa vrućom destilovanom vodom oko 500 mL.

5. Sušenje i vaganje membrane

Vratiti membranu u njenu originalnu petrijevu šolju. Osušiti poluotvoren sud u trajanju od 1 sat na temperaturi od 60–65 °C. Nakon toga skloniti poklopac i hladiti u eksikatoru 30 minuta. Izvagati membranu na analitičkoj vagi. Iz dobijenih vrijednosti odvaga izračunati sadržaj nerastvorenih materija u mg/kg.

Izražavanje rezultata

Rezultat se zapisuje na jednu decimalu, a računa se pomoću sljedeće formule:

$$\text{nerastvorene materije (mg/kg)} = \left(\frac{m_2 - m_1}{m_0} \right) \cdot 10^6$$

gdje je:

m_1 = masa membranskog filtera u g,

m_2 = masa filtera i nerastvorenih materija u g,

m_0 = masa uzorka uzetog za ispitivanje u g.

2.2.16. Određivanje granulacije bijelog šećera

Pribor i aparatura

- tresilica sa sedam sita i dnom (sita su poredana po veličini otvora od gore prema dolje: 1 mm; 0,8 mm; 0,63 mm; 0,5 mm; 0,4 mm; 0,315 mm; 0,16 mm i dno)
- tehnička vaga CP2202S-OCE (Sartorius)
- četka

Procedura

1. Odmjeriti 100,00 g prethodno homogenizovanog uzorka. Na tresilici podesiti vrijednost za amplitudu i vrijednost za vrijeme (5–10 minuta). Nasuti uzorak na gornje sito i početi sa analizom granulacije šećerom pritiskom na taster *Start*.
2. Nakon završene operacije izmjeriti na tehničkoj vagi sadržaje koji su ostali na situ i zapisati njihovu vrijednost u tabelu predviđenu za to. Masa uzorka u gramima na svakom situ predstavlja procenat udjela date frakcije. Svako sito mora da bude četkom dobro očišćeno od šećera prije nego što se sadržaj šećera izmjeri. Masa koja se nalazi na dnu se dobija oduzimanjem ukupne mase zostale na sitima od 100,00 g mase uzorka.

Izražavanje rezultata

Izračunavanje prosječne veličine zrna (MA) izražene u mm i koeficijenta varijacije (CV) izražene u % radi softver, a u tu svrhu mogu se koristiti četiri ICUMSA metode: Powersova, Rens, Butler i RRSB.

2.2.17. Određivanje ukupne suve materije melase

Pribor i aparatura

- refraktometar DUR-SW (Schmidt + Haensch) ili refraktometar RFM 840 (Bellingham Stanley)
- čaša plastična, 200 mL
- tehnička vaga CP2202S-OCE (Sartorius)
- šejker
- kašika

Procedura

1. Priprema uzorka melase u omjeru 1:1 vrši se po sljedećem principu: odvaga se 100 g uzorka i 100 g destilovane vode u čašu ili posudu sa poklopcem, a zatim se uzorak rastvori pomoću magnetne mješalice ili šejkera. Dok se rastvor miješa čaša mora da bude poklopljena.
2. Homogenizovani rastvor neposredno prije mjerenja promiješati kašikom. Kašikom ili pipetom nanijeti nekoliko kapi rastvora na čistu prizmu refraktometra i poklopiti.
3. Pritisnuti taster *start* za očitavanje vrijednosti °Bx. Pritisnuti taster još 2 puta i krajnju vrijednost zapisati. Vrijednosti ne bi trebalo da se razlikuju za više od 0,2 %. U suprotnom, ponoviti postupak sa novom dozom rastvora.

Izražavanje rezultata

Rezultat izraziti sa dva decimalna broja u jedinici °Bx.

2.2.18. Određivanje polarizacije melase

Reagensi

- etanol
- rastvori Herles 1 i Herles 2

Pribor i aparatura

- polarimetar Saccharomat NIR W2 (Schmidt + Haensch) ili polarimetar Saccharomat Z (Schmidt + Haensch)
- normalni sud, 100 mL
- plastična čaša sa poklopcem, 200 mL
- filter papir
- sahatno staklo

Procedura

1. Pripremiti rastvor uzorka i vode 1:1 u čaši sa poklopcem i homogenizovati ga na šejkeru. Tokom miješanja i rastvaranja čaša sa uzorkom mora da bude poklopljena.

2. Nakon homogenizacije odmjeriti 26,00 g homogenizovanog rastvora u normalni sud i dodati još 70 mL destilovane vode, a nakon toga 10 mL rastvora Herles 1 i 10 mL rastvora Herles 2.

Nakon toga dodati vodu do crte.

3. Ukoliko dođe do pojave mjehurića dodati 1–2 kapi etanola.

Takav rastvor profiltrirati kroz filter papir.

4. Prvu profiltriranu zapreminu od 10 mL vratiti ponovo na filtraciju.

Tokom filtracije lijevak mora da bude pokriven sahatnim staklom da ne bi došlo do isparenja.

Izmjeriti polarizaciju filtriranog rastvora na polarimetru.

Izražavanje rezultata

Rezultat zapisati na dva decimalna mjesta u jedinici °Z.

2.2.19. Određivanje koeficijenta čistoće melase

Izražavanje rezultata

Rezultat se zapisuje na dvije decimale, a računa se preko sljedeće formule:

$$Q = \frac{P}{S} \cdot 100 \%$$

gdje je:

P – polarizacija melase i

S – sadržaj suve materije melase.

2.2.20. Određivanje gustine melase

Pribor i aparatura

- menzura od 250 mL ili 1 L
- tehnička vaga

Procedura

Odvagati praznu menzuru na tehničkoj vagi i nakon toga tarirati vagu. Zatim homogenizovani uzorak melase sipati u menzuru i odvagati masu uzorka.

Izražavanje rezultata

Gustina melase (ρ) se računa prema klasičnoj formuli za gustinu.

$$\rho = \frac{m}{V}$$

gdje je:

m – masa uzorka melase u g

V – zapremina uzorka melase u cm³ ili u dm³.

2.2.21. Analiza uzoraka metodom ICP-OES

1) Mikrotalasna digestija

Prvo je potrebno izvršiti pripremu svih uzoraka mikrotalasnom digestijom. Na analitičkoj vagi u kivetu za pripremu uzoraka pojedinačno je odmjereno oko 1 g homogenizovanog uzorka.

Tokom procesa digestije korištena je smjesa od 7 mL HNO₃ i 1 mL H₂O₂. Digestija je izvedena u trajanju od 20 minuta na konstantnoj temperaturi od 200 °C i na pritisku od 100 bar. Nakon digestije i hlađenja do sobne temperature i bez filtracije, svaki rastvor je razblažen do fiksne zapremine od 10 mL u normalnom sudu. Za razblaženje je korištena ultra-čista voda, koja je imala električnu provodljivost 0,05 µS/cm.

2) ICP-OES

Koncentracija metala, nemetala i metaloida u rastvorima dobijenim poslije mikrotalasne digestije je izmjerena pomoću analitičke tehnike koja se naziva Indukovano kuplovana plazma sa optičkom emisijom spektrometrijom (ICP-OES). Mjerenje je urađeno na instrumentu model iCAP 6500 Duo ICP (Thermo Fisher Scientific, Cambridge, UK) sa iTEVa operacionim softverom. Standardni rastvori za kalibraciju instrumenta za mjerenje koncentracija ispitivanih elemenata pripremljeni su od sertifikovanih standardnih rastvora proizvođača Alfa Aesar GmbH & Co KG, Germany.

Tabela 1. Instrumentalni operacioni uslovi za ICP-OES snimanje elemenata

Parametar	Vrijednost
Snaga radiofrekventnog generatora (RF)	1150 W
Orijentacija plazme	Aksijalno
Raspršivač	Standardni koncentrični (stakleni)
Raspršivačka komora	Standardna ciklonska (staklena)
Crijeva za pumpu (Tygon)	Uzorak (narandžasto-bijelo) Otpad (bijelo-bijelo)
Centralna keramička cijev	2 mm
Noseći gas	Argon
Protok argona kroz raspršivač	0,50 L/min
Protok argona za formiranje plazme	0,50 L/min
Protok argona za hlađenje	12 L/min
Vrijeme ispiranja	40 s
Broj obrtaja pumpe tokom analize	50 rpm
Vrijeme integracije: niske (166–230 nm) visoke (230–847 nm)	15 s 5 s
Brzina analize	Brza
Program	iTEVA

Za svaki uzorak ICP-OES mjerenje je rađeno u duplikatu ($n = 2$). U statističkoj analizi dobijenih rezultata izvedenog eksperimenta, kao osnovne statističke metode korišćeni su deskriptivni statistički parametri. Deskriptivni statistički parametri, kao što su aritmetička sredina, standardna devijacija, minimalna i maksimalna vrijednost i druge, omogućavaju opisivanje eksperimentalnih rezultata i njihovo tumačenje.

Izražavanje rezultata

Očitani rezultati dobijeni su u ppb jedinicama, a zatim je izvršeno njihovo preračunavanje u mg/kg. Ove koncentracije se odnose na mase šećera od 1 g. Radni uslovi instrumenta optimizovani su tako da se dobije zadovoljavajuća osjetljivost i preciznost, a prikazani su u tabeli 1.

3. REZULTATI I DISKUSIJA

Cilj ovog rada bio je uraditi analizu kvaliteta sirovog tršćanog šećera, bijelog šećera koji je dobijen iz datog sirovog i sporednog proizvoda melase, te istražiti da li postoje kvalitativne razlike u analizama navedenih sirovina koje su dobijene od različitih šarži sirovog šećera.

Pored navedenog, cilj ovog rada je bila i analiza sadržaja elemenata u tragovima (metala, metaloida, te fosfora i sumpora) u spomenutim uzorcima metodom „Induktivno kuplovane plazme sa optičkom emisionom spektrometrijom (ICP-OES)“. Jedan od najvažnijih motiva bio je utvrditi da li je bijeli šećer zdravstveno ispravan.

U ovom dijelu rada su predstavljeni svi rezultati pojedinačno za sve uzorke i urađeno je poređenje sa sličnim istraživanjima. Rezultati svih analiza prikazani su u tabelama od 3 do 8, te na slikama od 11 do 14 u ovom poglavlju. Rezultati predstavljaju srednje vrijednosti najmanje dvije iste ponovljene analize.

Kada je riječ o metodi ICP-OES, tačne odvage uzoraka mogu se vidjeti u tabeli 2.

Tabela 2. Mase analiziranih uzoraka metodom ICP-OES

Uzorak	Sirovi šećer			Bijeli šećer			Melasa		
Broj uzorka	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Masa uzorka [g]	1,0402	1,0451	1,0716	1,0230	1,0397	1,0460	1,0765	1,1311	1,0822

Metodom ICP-OES analiziran je sadržaj sljedećih elemenata, ukupno dvadeset i dva, a to su: aluminijum, arsen, bor, barijum, kalcijum, kadmijum, kobalt, hrom, bakar, željezo, kalijum, litijum, magnezijum, mangan, natrijum, nikl, fosfor, olovo, sumpor, silicijum, stroncijum i cink.

Važno je napomenuti da se sumpor, fosfor i svi ostali elementi odnose na ukupnu koncentraciju (zbir organskog i neorganskog, jer instrument mjeri elemente i ne može da radi ovakvu vrstu selekcije).

3.1. REZULTATI ANALIZA SIROVOG ŠEĆERA

Tabela 3. Rezultati analiza kvaliteta sirovog šećera

Sirovi šećer					
Parametar	Raspon vrijednosti	Jedinica	Uzorak 1	Uzorak 2	Uzorak 3
Suva materija	-	°Bx	99,92	99,92	99,91
Polarizacija	98,50–99,50	°Z	99,41	99,44	99,40
Koeficijent čistoće	-	%	99,49	99,52	99,49
pH	-	-	6,53	6,40	6,25
Boja	do 2000	IU	740	1056	966
Vlaga	do 0,15	%	0,08	0,08	0,09
Provodljivost	-	µS/cm	74,70	68,10	65,40
Pepeo	do 0,2	%	0,122	0,118	0,111
Invert	do 0,25	%	0,166	0,130	0,090

U tabeli 3 prikazani su rezultati analiza kvaliteta sirovog šećera, koje se rade u laboratoriji rafinerije, dok su u tabeli 4 prikazani rezultati analiza dobijenih metodom ICP-OES. Svi rezultati analiza sirovog šećera koje su rađene u laboratoriji rafinerije su u okviru zahtijevanih parametara.

Ako se uporede rezultati za sadržaj suve materije, polarizaciju, koeficijent čistoće, pH vrijednost, količinu vlage i sadržaj pepela, može se vidjeti da su ove vrijednosti približne ili čak identične u nekoliko slučajeva. Na primjer, vrijednosti sadržaja suve materije prvog i drugog uzorka su jednake i iznose 99,92 %, dok je ova vrijednost kod trećeg uzorka za nijansu niža i iznosi 99,91 %. Na osnovu toga i vrijednosti za vlagu prvog i drugog uzorka su jednake i iznose 0,08 %, dok je sadržaj vlage kod trećeg uzorka 0,09 %.

Vrijednosti polarizacija se kreću u uskom rasponu i iznose 99,41 °Z; 99,44 °Z i 99,40 °Z idući od prvog uzorka ka trećem. Zbog polarizacije i saharizacije su i vrijednosti koeficijenta čistoće takođe bliske, odnosno jednake kod prvog i trećeg uzorka i iznose 99,49 %, dok je vrijednost koeficijenta čistoće kod drugog uzorka blago veća i iznosi 99,52 %.

Manjih ili većih razlika ima u ostalim analizama sirovog šećera. Vrijednosti pH su u rasponu od 6,25 do 6,53; dok su vrijednosti sadržaja pepela u rasponu od 0,111 do 0,122 %. Najveće razlike se mogu primijetiti ako se upoređi boja: vrijednost boje prvog uzorka je 740 IU, vrijednost boje drugog uzorka je 1056 IU i vrijednost boje trećeg uzorka je 966 IU. Boja nam ukazuje da je prvi uzorak sirovog šećera najbolje prečišćen prilikom ekstrakcije i da je njega lakše rafinirati u bijeli šećer. Za preradu i prečišćavanje ovakvog šećera potrebno je manje energije i hemikalija, prvenstveno kreča, jer ovakav šećer će lako da izgubi boju čak i pri slabijoj reakciji kreča; boje njegovih sirupa i klera u procesu proizvodnje će biti niže, a samim tim biće i manje melase. Za razliku od prvog uzorka, šećer čija je boja 1056 IU se teže prečišćava prilikom saturacije i sa njega se teže skida boja, samim tim je potrebno utrošiti više kreča, naročito ako je kreč slabijeg kvaliteta, a nastaće i više melase. Uočena je povezanost između boje sirovog šećera i sadržaja metala, jer metali u tragovima poput gvožđa reaguju sa fenolnim jedinjenjima i doprinose tamnijoj boji šećera.

Ako pogledamo provodljivost, vidjećemo da prvi uzorak ima veću provodljivost, kao i veći sadržaj inverta od druga dva uzorka. Provodljivost prvog uzorka iznosi 74,70 $\mu\text{S}/\text{cm}$, drugog 68,10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ i trećeg 65,40 $\mu\text{S}/\text{cm}$, dok je sadržaj inverta kod prvog uzorka 0,166 %, kod drugog 0,130 % i kod trećeg 0,090 %. Ovi podaci nam ukazuju da prvi uzorak sadrži malo veću količinu nečistoća, kao i da se malo više saharoze razgradilo u invert, a kao posljedica toga biće više sirupa koji cirkulišu u procesu proizvodnje i biće proizvedeno više melase, ali ove razlike se neće negativno odraziti u procesu proizvodnje, jer su rezultati u okviru zahtijevanih parametara.

Kada je riječ o rezultatima analiziranih elemenata metodom ICP-OES, u uzorcima sirovog šećera pronađena je veća ili manja koncentracija sedamnaest elemenata od ukupno dvadeset i dva koliko je analizirano. Od navedenih analiziranih elemenata, nijedan od uzoraka sirovog šećera nije sadržavao sljedeće elemente: arsen, bor, kadmijum, natrijum i olovo, što je jako bitno obzirom da su arsen, kadmijum i olovo izuzetno toksični. Za razliku od njih, nikl je pronađen samo kod drugog uzorka u jako maloj koncentraciji – 0,002 mg/kg. Svi preostali elementi su u većoj ili manjoj koncentraciji bili prisutni u svim uzorcima sirovog šećera.

U najvećoj koncentraciji u svim uzorcima je bilo elementa kalijuma, u prosjeku 155,792 mg/kg, zatim kalcijuma u prosjeku 70,162 mg/kg, a slijede ih sumpor, magnezijum, fosfor, silicijum, željezo i aluminijum. Koncentracije ostalih elemenata u svim uzorcima su manje od 1 mg/kg. Od elemenata prisutnih u tragovima, u uzorcima sirovog šećera najviše ima mangana u prosjeku 0,6 mg/kg, dok najmanje ima litijuma i to u prosjeku od 0,003 mg/kg.

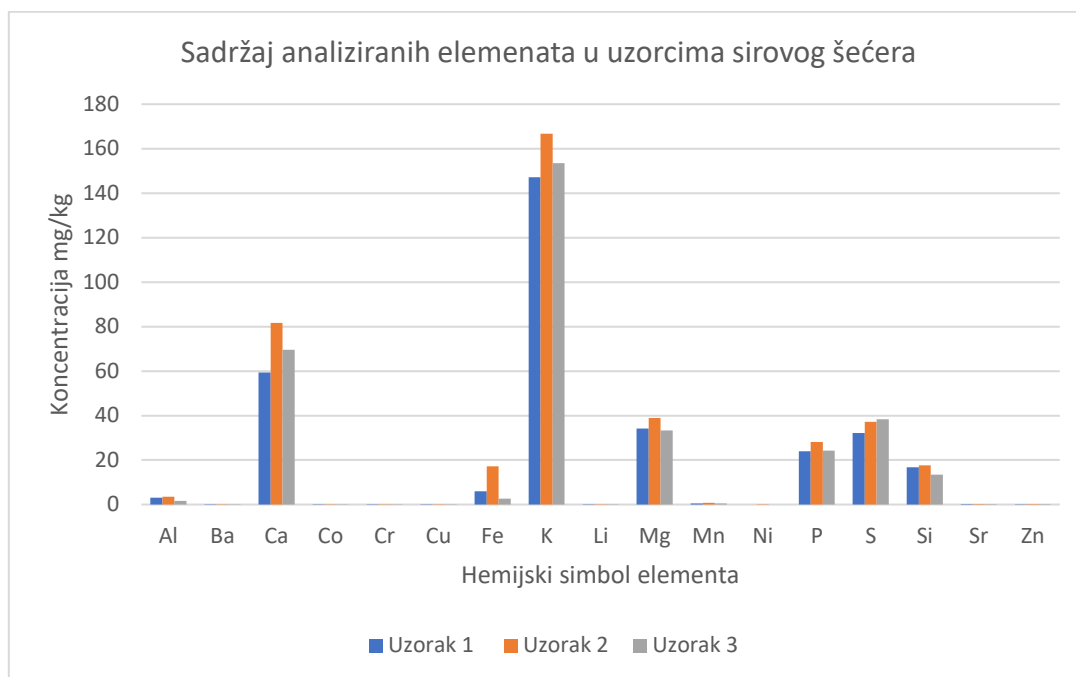
Tabela 4. Rezultati analiza sirovog šećera metodom ICP-OES

Sirovi šećer				
Element	Jedinica	Uzorak 1	Uzorak 2	Uzorak 3
Al	mg/kg	3,076	3,491	1,669
As	mg/kg	n.d. ⁴	n.d.	n.d.
B	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
Ba	mg/kg	0,063	0,133	0,088
Ca	mg/kg	59,364	81,600	69,522
Cd	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
Co	mg/kg	0,006	0,007	0,003
Cr	mg/kg	0,005	0,021	0,003
Cu	mg/kg	0,096	0,120	0,077
Fe	mg/kg	5,895	17,233	2,591
K	mg/kg	147,183	166,683	153,509
Li	mg/kg	0,003	0,003	0,003
Mg	mg/kg	34,205	38,858	33,268
Mn	mg/kg	0,549	0,809	0,456
Na	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
Ni	mg/kg	n.d.	0,002	n.d.
P	mg/kg	24,005	28,189	24,188
Pb	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
S	mg/kg	32,157	37,240	38,279
Si	mg/kg	16,804	17,577	13,485
Sr	mg/kg	0,158	0,216	0,210
Zn	mg/kg	0,117	0,173	0,177

Zanimljiva je činjenica da je četrnaest od sedamnaest pronađenih elemenata, uključujući i nikl, u većim koncentracijama prisutno u drugom uzorku sirovog šećera, nego u prvom i trećem. Ova varijabilnost među uzorcima je mogla biti uzrokovana agroekološkim faktorima (sorta trske, klima, zemljište, rukovanje usjevima) i procesnim faktorima (nivo ekstrakcije soka, metoda bistrenja, čistoća kreča, efikasnost uklanjanja nečistoća).

⁴ n.d. < 0.001 mg/kg

Na slici 11 dat je grafički prikaz prisutnih elemenata u uzorcima sirovog šećera.



Slika 11. Grafički prikaz elemenata koje sadrži sirovi šećer

3.2. REZULTATI ANALIZA BIJELOG ŠEĆERA

Tabela 5. Rezultati analiza kvaliteta bijelog šećera

BIJELI ŠEĆER					
Parametar	Raspon vrijednosti	Jedinica	Uzorak 1	Uzorak 2	Uzorak 3
Vlaga	do 0,06	%	0,01	0,03	0,01
Boja	do 45	IU	31	37	42
Turbiditet	do 20	IU	3	4	5
Provodljivost	-	μS/cm	7,70	9,80	9,30
Pepeo	do 0,027	%	0,004	0,005	0,005
Invert	do 0,04	%	0,001	0,001	0,001
Nerastvorene materije	do 10	mg/kg	2,2	2,8	3,6
Granulacija	do 0,80	mm	0,71	0,66	0,74

U tabeli 5 prikazani su rezultati analiza bijelog šećera koje se rade u laboratoriji rafinerije, dok su u tabeli 6 prikazani rezultati analiza dobijenih metodom ICP-OES. Svi rezultati analiza bijelog šećera koje su rađene u laboratoriji rafinerije su u okviru zahtijevanih parametara sa većim ili manjim razlikama između uzoraka. Neki od ovih rezultata su čak i identični, što nije iznenađenje i što se i očekivalo da bude tako, jer je proces proizvodnje bijelog šećera fokusiran na konkretne parametre i sve što je van tih parametara ne može da ide na tržište.

Rezultati za sadržaj vlage su jednaki kod prvog i trećeg uzorka i iznose 0,01 %, dok je sadržaj vlage kod drugog uzorka 0,03 %. Boje uzoraka se kreću u rasponu od 31 IU kod prvog uzorka, preko 37 IU kod drugog, do 42 IU kod trećeg uzorka. Boja trećeg uzorka je blizu gornje granice i služi kao blagi znak upozorenja tehnolozima koji rade na procesima kristalizacije i centrifugiranja. Uočena je povezanost između mutnoće i boje bijelog šećera. Što je veća boja to je veća i mutnoća, jer se povećava i sadržaj jedinjenja koja nisu šećer, što doprinosi zamućenju, pa se tako vrijednosti analiza mutnoće kreću u uskom intervalu i rastu redom od prvog do trećeg uzorka: 3 IU, 4 IU i 5 IU.

Manjih odstupanja između uzoraka bijelog šećera ima u rezultatima za analizu provodljivosti, pa je tako provodljivost prvog uzorka 7,70 $\mu\text{S}/\text{cm}$, drugog 9,80 $\mu\text{S}/\text{cm}$ i trećeg 9,30 $\mu\text{S}/\text{cm}$, ali ova odstupanja ne utiču na kvalitet proizvoda. Vrijednosti za sadržaj pepela su jednake kod drugog i trećeg uzorka i iznose 0,005 %, dok je vrijednost sadržaja pepela kod prvog uzorka za nijansu niža i iznosi 0,004 %.

Kada je riječ o invertu, vrijednost je identična u svim uzorcima i iznosi 0,001 %, a to znači da je ispod gornje granice. Ako pogledamo rezultate analiza nerastvorenih materija, možemo vidjeti da ih najmanje ima u prvom uzorku – 2,2 mg/kg; dok je ova vrijednost kod drugog uzorka 2,8 mg/kg i kod trećeg 3,6 mg/kg. Obzirom da je gornja granica za nerastvorene materije 10 mg/kg, ove razlike između uzoraka ne utiču negativno na kvalitet bijelog šećera.

Blagih odstupanja ima i u rezultatima za granulaciju, pa tako ona kod prvog uzorka iznosi 0,71 mm; kod drugog 0,66 mm i kod trećeg 0,74 mm. Gornja granica za granulaciju je 0,80 mm, tako da na osnovu rezultata kod uzoraka možemo zaključiti da su kristali mogli da budu veći što se postiže na postupku kristalizacije, naročito kod drugog uzorka čija granulacija je blago snižena u poređenju sa druga dva. Što je veća granulacija to će biti manje šećerne prašine koja mora da se vrati nazad u proces proizvodnje i biće veće iskorištenje na centrifugama, a samim tim manji gubici u proizvodnji i manje šećera ide ka melasi. Uočene razlike u granulaciji između uzoraka svakako ne utiču negativno na kvalitet šećera.

Ako pogledamo tabelu analiziranih elemenata metodom ICP-OES, u uzorcima bijelog šećera pronađena je veća ili manja koncentracija trinaest elemenata od ukupno dvadeset i dva koliko je analizirano.

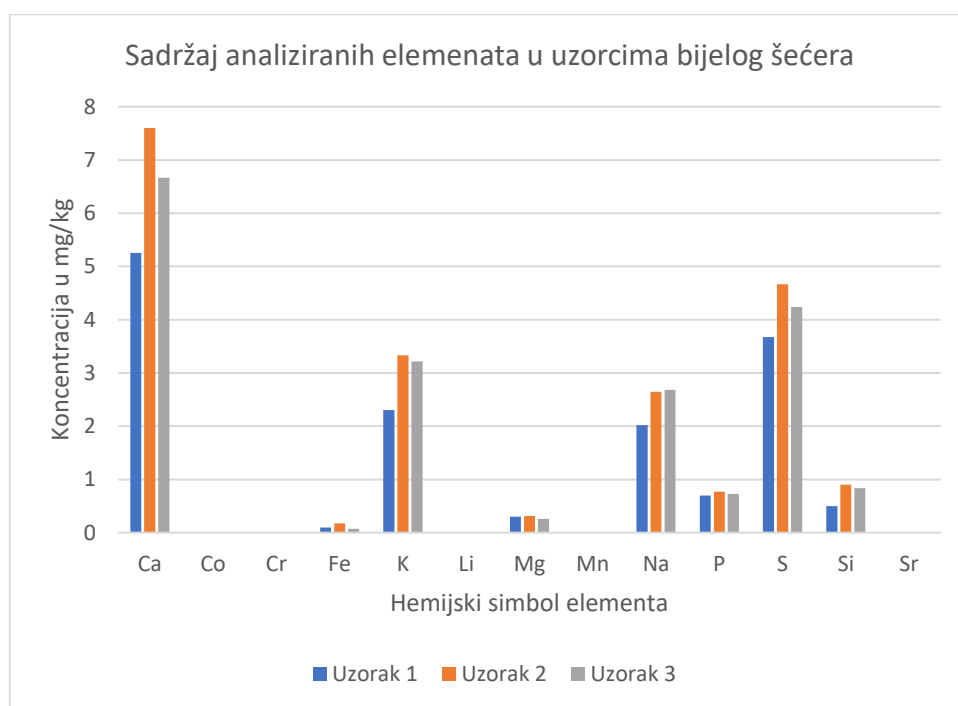
Tabela 6. Rezultati analiza bijelog šećera metodom ICP-OES

Bijeli šećer				
Element	Jedinica	Uzorak 1	Uzorak 2	Uzorak 3
Al	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
As	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
B	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
Ba	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
Ca	mg/kg	5,255	7,601	6,665
Cd	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
Co	mg/kg	0,001	n.d.	0,001
Cr	mg/kg	n.d.	0,001	n.d.
Cu	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
Fe	mg/kg	0,095	0,172	0,072
K	mg/kg	2,301	3,330	3,215
Li	mg/kg	0,001	0,002	0,001
Mg	mg/kg	0,301	0,314	0,258
Mn	mg/kg	n.d.	n.d.	0,003
Na	mg/kg	2,020	2,646	2,682
Ni	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
P	mg/kg	0,698	0,770	0,728
Pb	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
S	mg/kg	3,676	4,667	4,236
Si	mg/kg	0,497	0,902	0,838
Sr	mg/kg	0,002	0,011	0,004
Zn	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.

Od navedenih analiziranih elemenata, ni u jednom od uzoraka bijelog šećera nije utvrđeno prisustvo sljedećih elemenata: aluminijuma, arsena, bora, barijuma, kadmijuma, bakra, nikla, olova i cinka. Za razliku od njih, na granici detekcije, to jeste u koncentraciji od 0,001 mg/kg

utvrđeno je prisustvo kobalta kod prvog i trećeg uzorka, prisustvo hroma kod drugog uzorka i prisustvo mangana kod trećeg uzorka čija je koncentracija za nijansu veća i iznosi 0,003 mg/kg. U najvećoj koncentraciji u svim uzorcima je potvrđeno prisustvo kalcijuma, u prosjeku 6,507 mg/kg, zatim sumpora u prosjeku 4,193 mg/kg, a slijede ih kalijum i natrijum. Nije čudno da upravo kalcijuma i sumpora ima u bijelom šećeru u najvećoj koncentraciji, jer se sirovi šećer prečišćava pomoću kalcijum-hidroksida, a natrijum-bisulfit se koristi za smanjenje obojenosti sirupa u proizvodnji.

Koncentracija ostalih elemenata (željeza, litijuma, magnezijuma, fosfora, silicijuma i stroncijuma) potvrđenih u uzorcima bijelog šećera je niža od 1 mg/kg, a od ovih elemenata najveću koncentraciju imaju silicijum i fosfor, dok su stroncijum i litijum prisutni u jako niskoj koncentraciji. Grafički prikaz prisutnih elemenata u bijelom šećeru dat je na slici 12.



Slika 12. Grafički prikaz elemenata koje sadrži bijeli šećer

3.3. REZULTATI ANALIZA MELASE

U tabeli 7 prikazani su rezultati analiza melase, koje se rade u laboratoriji rafinerije, dok su u tabeli 8 prikazani rezultati analiza dobijenih metodom ICP-OES. Svi rezultati analiza, koje su rađene u laboratoriji rafinerije, su u okviru zahtijevanih parametara sa većim ili manjim razlikama između uzoraka.

Tabela 7. Rezultati analiza kvaliteta melase

MELASA					
Parametar	Raspon vrijednosti	Jedinica	Uzorak 1	Uzorak 2	Uzorak 3
Suva materija	75–84	°Bx	82,60	82,60	83,07
Polarizacija	-	°Z	51,61	51,69	50,22
Koeficijent čistoće	58–65	%	62,48	62,58	60,45
pH vrijednost	7,0–9,0	-	8,07	8,68	8,76
Gustina	-	g/cm ³	1,332	1,303	1,330

Kao što je bio slučaj kod rezultata analiza za uzorke šećera, i rezultati analiza za uzorke melase se kreću uglavnom u uskom rasponu, a neki su čak i identični. Na primjer, rezultati analiza za sadržaj suve materije su isti kod prvog i drugog uzorka i iznose 82,60 °Bx, dok je kod trećeg uzorka ovaj rezultat blago veći i iznosi 83,07 °Bx. Rezultati analiza polarizacije su takođe približni i iznose 51,61 °Z za prvi uzorak, za drugi uzorak 51,69 °Z i 50,22 °Z za treći uzorak.

Vrijednost koeficijenta čistoće kod trećeg uzorka je nešto manja u odnosu na prvi i drugi i iznosi 60,45 %, dok je ova vrijednost kod prvog uzorka 62,48 %, odnosno kod drugog 62,58 %. Odstupanje u koeficijentu čistoće kod trećeg uzorka nema negativan uticaj na kvalitet melase, jer su ovi rezultati dobijeni na osnovu podataka o sadržaju suve materije i polarizaciji.

Vrijednosti pH rastu od prvog ka trećem uzorku. Prvi uzorak ima 8,07 pH vrijednost, drugi 8,68 i treći 8,76; s tim da je bitno napomenuti da je pH trećeg uzorka blizu gornje granice (9,0). Rezultati analiza gustine imaju približne vrijednosti, pa kod prvog uzorka ta vrijednost iznosi 1,332 g/cm³; kod drugog 1,303 g/cm³ i kod trećeg 1,330 g/cm³.

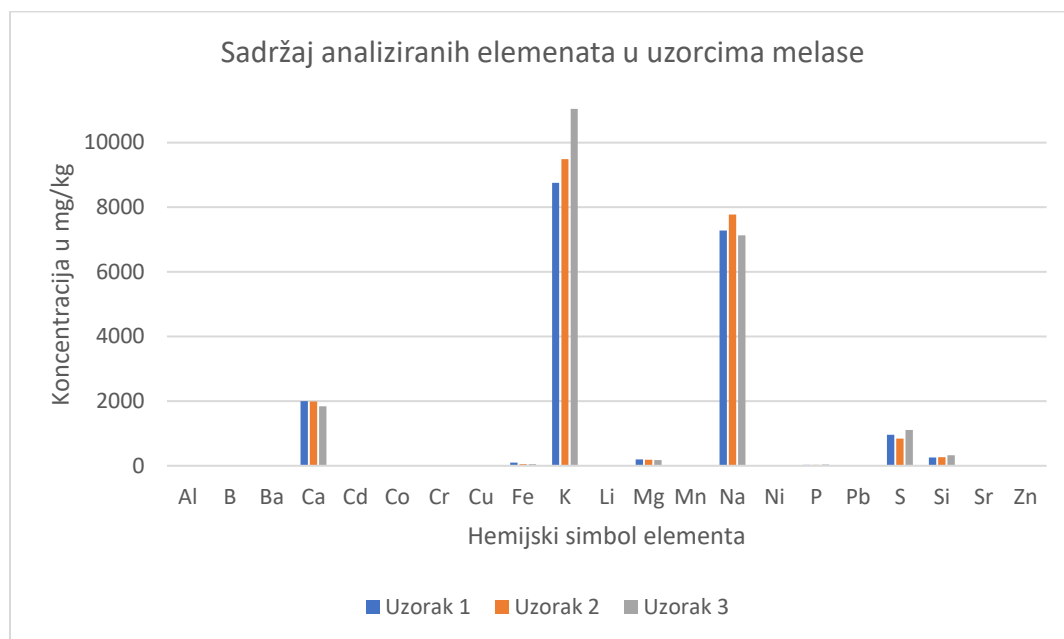
Ako pogledamo tabelu analiziranih elemenata metodom ICP-OES, u uzorcima melase je utvrđeno prisustvo najvećeg broja analiziranih elemenata – čak dvadeset i jedan od ukupno dvadeset i dva analizirana elementa. Analizirajući rezultate melase, može se zaključiti da je koncentracija većine elemenata pronađenih u uzorcima melase u značajnoj mjeri veća nego u uzorcima bijelog i sirovog šećera, što se svakako moglo očekivati, jer sve što se odstrani iz sirovog šećera završi u nusproizvodima.

Tabela 8. Rezultati analiza melase metodom ICP-OES

Melasa				
Element	Jedinica	Uzorak 1	Uzorak 2	Uzorak 3
Al	mg/kg	5,642	3,251	5,376
As	mg/kg	n.d.	n.d.	n.d.
B	mg/kg	1,485	1,178	1,138
Ba	mg/kg	0,265	0,275	0,263
Ca	mg/kg	1996,284	1985,678	1846,239
Cd	mg/kg	0,005	0,001	0,001
Co	mg/kg	0,057	0,052	0,050
Cr	mg/kg	0,143	0,122	0,133
Cu	mg/kg	0,460	0,397	0,621
Fe	mg/kg	97,074	51,622	43,421
K	mg/kg	8751,510	9486,341	11042,321
Li	mg/kg	0,138	0,113	0,127
Mg	mg/kg	195,355	184,864	173,535
Mn	mg/kg	1,213	0,704	0,590
Na	mg/kg	7278,216	7770,312	7135,465
Ni	mg/kg	1,452	1,063	0,947
P	mg/kg	28,388	32,172	34,532
Pb	mg/kg	0,076	0,067	0,084
S	mg/kg	960,520	842,543	1103,308
Si	mg/kg	256,386	264,610	323,046
Sr	mg/kg	4,007	4,021	3,936
Zn	mg/kg	0,135	0,017	0,030

Od navedenih analiziranih elemenata, ni u jednom od uzoraka melase nije utvrđeno prisustvo arsena, dok su svi ostali elementi prisutni. Jako je bitno da se u melasi ne nalazi arsen zbog njene dalje upotrebe, kao i da su koncentracije kadmijuma i olova u koncentraciji manjoj od 0,1 mg/kg. U najvećoj koncentraciji, u svim uzorcima melase je utvrđeno prisustvo kalijuma, u prosjeku 9760,057 mg/kg; prate ga natrijum u prosjeku 7394,664 mg/kg i kalcijum u prosjeku 1942,734 mg/kg. Značajno je povećana i koncentracija sumpora u uzorcima melase u

poređenju sa koncentracijama sumpora u uzorcima sirovog i bijelog šećera, pa je tako prosječna koncentracija sumpora u uzorcima melase 968,790 mg/kg. Koncentracije ostalih elemenata su u prosjeku znatno niže. Grafički prikaz prisutnih elemenata u melasi dat je na slici 13.



Slika 13. Grafički prikaz elemenata koje sadrži melasa

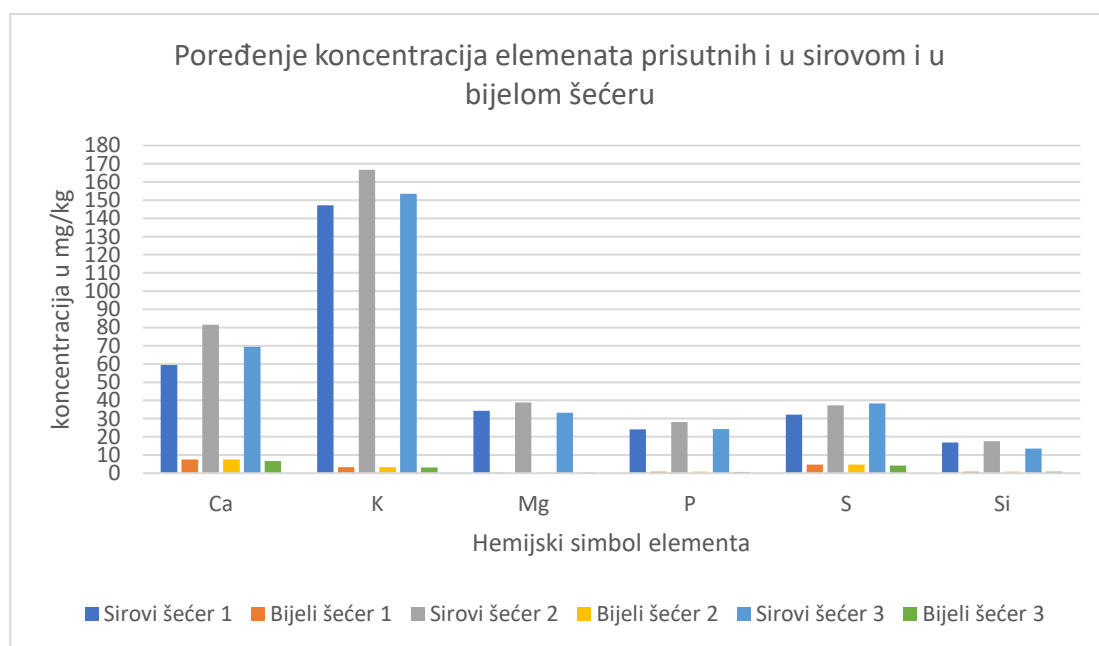
3.4. GENERALNA DISKUSIJA

Za analize svih uzoraka, koje se rade u laboratoriji rafinerije, može se reći da su sve u okviru odgovarajućih parametara, a to je jako važno. Ako uporedimo rezultate istih analiza koje su rađene i kod sirovog i kod bijelog šećera u laboratoriji rafinerije, a to su boja, provodljivost pepeo i invert, možemo primijetiti da su sve vrijednosti kod bijelog šećera značajno manje. To upravo i treba da bude tako s obzirom da se sirovi šećer rafiniše u bijeli, jer u suprotnom to bi značilo da se nešto desilo u procesu proizvodnje što je napravilo problem koji se odrazio na finalnom proizvodu.

Osvrnuvši se na melasu i uporedivši iste analize koje se rade za melasu i sirovi šećer, a to su sadržaj suve materije, saharizacije, koeficijent čistoće i pH vrijednost, može se vidjeti da su, izuzev pH vrijednosti, svi rezultati navedenih analiza drastično manji u melasi. Ovo je sasvim uobičajeno, jer cilj proizvodnje bijelog šećera i jeste da se dobije što bolje iskorištenje i da što manje šećera završi u melasi, jer šećer u melasi predstavlja gubitke za rafineriju. Vrijednost

pH melase je veća nego kod sirovog šećera iz tog razloga što se u toku procesa proizvodnje održava optimalna alkalna sredina svih sirupa i klera koji na kraju, kada se iz njih više ne može izdvojiti šećer, završe u melasi. Iz rezultata je vidljivo da melasa sadrži veliku količinu šećera – svi uzorci melase imaju preko 50 % saharoze. Može se zaključiti da u melasi zaostaje relativno velika količina saharoze koja se ne može izdvojiti kristalizacijom zbog visokog sadržaja nešećera. Ovo je posljedica svojstva saharoze čija se rastvorljivost povećava s povećanjem koncentracije nečistoća. Melasa predstavlja 80 % gubitka saharoze s obzirom na ukupne gubitke šećera.

Ako se uporede rezultati analiza dobijenih metodom ICP-OES, može se zaključiti da je broj pronađenih elemenata u uzorcima bijelog šećera manji u odnosu na uzorke sirovog šećera, što znači da su neki elementi, koji su bili prisutni u sirovom šećeru, u toku rafinisanja eliminisani. Upoređivanjem koncentracija elemenata koji su ostali u uzorcima bijelog šećera sa koncentracijama istih elemenata u sirovom šećeru, može se primijetiti i da se koncentracija svih elemenata nakon rafinisanja sirovog šećera značajno smanjila. Ovo je od izuzetnog značaja i to se moglo i očekivati s obzirom da se sirovi šećer ipak prečišćava i prerađuje u bijeli, tako da bi prisustvo nekih elemenata u bijelom šećeru u većoj koncentraciji nego u sirovom šećeru bilo znak za uzbunu. Grafički prikaz poređenja koncentracija elemenata sirovog i bijelog šećera dat je na slici 14. Na grafiku su prikazani samo elementi sa najvećim koncentracijama u uzorcima.



Slika 14. Grafički prikaz poređenja koncentracija elemenata prisutnih i u sirovom i bijelom šećeru

U grupu elemenata koji su u potpunosti eliminisani iz sirovog šećera spadaju aluminijum, barijum, bakar, cink i nikl koji je u tragovima bio prisutan samo u drugom uzorku. Koncentracije nekih elemenata su jako niske, neke čak na granici detekcije, a u ovu grupu spadaju kobalt, hrom, mangan i stroncijum. Važno je napomenuti da prisustvo nekih od navedenih elemenata nije pronađeno u svim uzorcima bijelog šećera, pa je tako hrom prisutan samo u drugom uzorku, a mangan u trećem.

Ako se analiziraju i uporede pojedinačni rezultati svih uzoraka sirovog i bijelog šećera, može se vidjeti da je u prvom uzorku bijelog šećera eliminisano pet od šesnaest elemenata koliko je potvrđeno u sirovom šećeru, a od prisutnih jedanaest, tri elementa su na granici detekcije. Kod drugog uzorka u sirovom šećeru je potvrđeno prisustvo sedamnaest elemenata, dok se u bijelom šećeru drugog uzorka nalazi jedanaest, a od toga su dva na granici detekcije. U slučaju trećeg uzorka, u sirovom šećeru je bilo prisutno šesnaest elemenata, a u bijelom je ostalo trinaest elemenata, od kojih su dva elementa na granici detekcije.

Interesantno je da je u svim uzorcima bijelog šećera potvrđeno prisustvo jednog elementa koji se ne nalazi ni u jednom uzorku sirovog šećera. U pitanju je element natrijum, čija je prosječna koncentracija 2,449 mg/kg. Razlog za prisustvo natrijuma u bijelom šećeru svakako je održavanje optimalne pH vrijednosti raznih sirupa i klera koji cirkulišu u procesu proizvodnje, a za održavanje optimalne pH vrijednosti koristi se natrijum-hidroksid. Pored natrijum-hidroksida, u procesu proizvodnje bijelog šećera se koristi i natrijum-bisulfit koji služi za smanjenje boje sirupa koji cirkulišu u rafineriji. U bijelom šećeru, kao i u sirovom, većina prisutnih elemenata se u većim koncentracijama nalazi u drugom uzorku bijelog šećera, čak devet od trinaest.

Ako se pogledaju rezultati ICP-OES metode za uzorke melase, u kojima se, kako je već rečeno, nalazi najveći broj prisutnih elemenata, može se zaključiti da se u melasi nalaze i elementi kojih ranije nije bilo u sirovom šećeru. U grupi elemenata koji su detektovani u melasi, a koji nisu detektovani u sirovom šećeru, nalaze se: bor, kadmijum, natrijum i olovo. Pored ova četiri elementa, u svim uzorcima melase je prisutan i nikl i to u prvom uzorku u koncentraciji od 1,452 mg/kg, u drugom uzorku u koncentraciji od 1,063 mg/kg i u trećem uzorku u koncentraciji od 0,947 mg/kg; dok je prisustvo nikla u uzorcima sirovog šećera detektovano samo kod drugog uzorka i to u koncentraciji od 0,002 mg/kg.

Velika koncentracija natrijuma u melasi nije iznenađujuća zbog već spomenutih natrijum-hidroksida i natrijum-bisulfita koji se koriste u procesu proizvodnje. Prisustvo ostalih

elemenata koji se nalaze u melasi i kojih nije bilo u sirovom šećeru se vjerovatno može pripisati njihovom prisustvu u opremi ili u hemikalijama koje se koriste u procesu proizvodnje bijelog šećera; konkretno kreč koji se koristi sadrži i kadmijum i olovo i nikl, ali su njihove koncentracije u skladu sa referentnim vrijednostima i odgovaraju Standardu SRPS EN 12518:2015. Ostaje pod znakom pitanja kako se bor pojavio u melasi i da li se i on nalazi u kreču, a ono što je najbitnije je svakako to da nijedan od ovih elemenata nije prisutan u bijelom šećeru.

3.4.1. Poređenje sa sličnim istraživanjima

Dobijeni rezultati istraživanja su upoređeni sa rezultatima iz sličnih istraživanja. Babeker i saradnici su određivali sadržaj teških metala u sirovom tršćanom šećeru, a rezultati su objavljeni u radu *Određivanje nekih teških metala i mikrobiološkog profila uzoraka sirovog šećera prikupljenih iz sudanskih industrija šećera u sezoni 2017. u odnosu na standarde EU.1998 i ICUMSA,1974* (eng. *Determination of some heavy metals and microbial profile of raw Sugar samples collected from Sudanese Sugar Industries in season 2017 in relation to European Unit EU.1998 and ICUMSA,1974 standards*). Ovo istraživanje je rađeno 2017. godine, a uzorci su uzeti iz svih sudanskih šećerana (*Kenana, White Nile, Assalaya, Sennar, Guneid, i New Halfa*). Određivana je koncentracija žive, kadmijuma, olova i arsena. Analiza ovih teških metala u sirovom šećeru je sprovedena prema Međunarodnoj komisiji za jedinstvene metode analize šećera (*ICUMSA*).

Rezultati su pokazali da je srednja koncentracija žive bila 0,02 mg/kg, kadmijuma 0,62 mg/kg, olova 6,74 mg/kg i arsena 2,73 mg/kg šećera. Ovi rezultati pokazuju da su svi uzorci usaglašeni sa kritičnom graničnom maksimalnom vrijednošću. Poređenjem navedenih rezultata sa rezultatima analiza sirovog šećera koji se prerađuje u Brčkom može se zaključiti da kadmijum, olovo i arsen nisu detektovani ni u jednom od uzoraka sirovog šećera koji se prerađivao u Brčkom, dok živa nije određivana. Poređenje je prikazano u tabeli 9.

Tabela 9. Poređenje prosječnih koncentracija Cd, Pb i As u uzorcima sirovog šećera iz Sudana sa uzorcima sirovog šećera iz Brčkog

	Cd	Pb	As
Sudan	0,62	6,74	2,73
Brčko	n.d.	n.d.	n.d.

Babeker i saradnici su analizirali i fizičko-hemijske parametre pomenutih uzoraka, a rezultate

su objavili u radu *Vrednovanje parametara kvaliteta uzoraka šećerne trske i sirovog šećera u sezoni 2017. godine sa osvrtom na SASTA (2009) i ICUMSA (1994) standarde* (eng. *Evaluation the quality parameters of sugar cane and raw sugar samples at season 2017 with reference to (SASTA, 2009) and (ICUMSA, 1994) Standards*). Analize parametara koje su mogle da se uporede sa analizama sirovog šećera koji se prerađuje u Brčkom su boja, polarizacija, koeficijent čistoće, vlaga i sadržaj pepela.

Poređenjem rezultata ovih parametara može se zaključiti da su sve vrijednosti za boju sirovog šećera u Brčkom veće od najniže boje sirovog šećera u Sudanu, ali u isto vrijeme je najveća boja u Brčkom manja od najveće boje u Sudanu. Kada je riječ o polarizaciji, sve vrijednosti polarizacije uzoraka iz Brčkog su veće od najniže polarizacije u Sudanu i bliske su najvećoj vrijednosti u Sudanu. Ako uporedimo koeficijente čistoće, možemo zaključiti da svi uzorci u Brčkom imaju veće vrijednosti od svih sudanskih uzoraka. Uzorci iz Brčkog imaju za nijansu veću vrijednost vlage od najniže vrijednosti izmjerene u Sudanu, ali imaju mnogo manju vlagu nego što je najviša vlaga izmjerena u sudanskim uzorcima. Vrijednosti za sadržaj pepela su malo veće kod svih uzoraka iz Brčkog.

Upoređivanjem uzoraka iz Sudana sa uzorcima iz Brčkog, može se zaključiti da među uzorcima ima većih ili manjih varijacija, ali je sirovi šećer koji se prerađuje u Brčkom uglavnom kvalitetniji kada su u pitanju vrijednosti polarizacije, koeficijenta čistoće i sadržaja vlage. Poređenje je prikazano u tabeli 10, s napomenom da je tabelarno predstavljen raspon od najnižih do najviših vrijednosti, a nisu prikazani svi rezultati pojedinačno.

Tabela 10. Poređenje rezultata analiza kvaliteta bijelog šećera iz Sudana sa rezultatima analiza kvaliteta bijelog šećera iz Brčkog

	Boja	Polarizacija	Koeficijent čistoće	Vlaga	Pepeo
Sudan	360–1460	98,03–99,75	97,0–99,0	0,04–0,68	0,06–0,08
Brčko	740–1056	99,40–99,44	99,49–99,52	0,08–0,09	0,111–0,122

U radu *Fizičko-hemijska karakterizacija i određivanje metala u tragovima u šećeru proizvedenom iz šećerne trske* (eng. *Physicochemical Characterization and Determination of Trace Metals in Sugar Manufactured from Sugar Cane*) je objavljeno da su u bijelom tršćanom šećeru detektovani sljedeći elementi: željezo 0,89 mg/kg; mangan 0,28 mg/kg; cink 0,79 mg/kg; hrom 0,88 mg/kg; nikl 0,61 mg/kg i kobalt 0,33 mg/kg. Koncentracije bakra,

srebra i kadmijuma nisu otkrivene. Analitička metoda koja je korištena je plamena atomska apsorpciona spektroskopija, a istraživanje je rađeno na odsjeku za hemiju Fakulteta prirodnih i računarskih nauka na Mizan Tepi Univerzitetu u Etiopiji.

Poređenjem navedenih rezultata sa rezultatima analiza bijelog šećera proizvedenog u Brčkom, možemo zaključiti da većina navedenih elemenata nije detektovana u uzorcima bijelog šećera iz Brčkog ili je na granici detekcije, izuzev željeza koje je detektovano u svim uzorcima, ali u znatno manjoj koncentraciji.

Tabela 11. Poređenje koncentracija Fe, Mn, Zn, Cr, Ni, Co, Cu, Ag i Cd u uzorcima bijelog šećera iz Etiopije sa uzorcima bijelog šećera iz Brčkog

	Fe	Mn	Zn	Cr	Ni	Co	Cu	Ag	Cd
Etiopija	0,89	0,28	0,79	0,88	0,61	0,33	n.d.	n.d.	n.d.
Brčko 1	0,095	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	0,001	n.d.	n.d.	n.d.
Brčko 2	0,172	n.d.	n.d.	0,001	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Brčko 3	0,072	0,003	n.d.	n.d.	n.d.	0,001	n.d.	n.d.	n.d.

U radu *Fizičko-hemijski kvalitet etiopijskog bijelog šećera iz tri fabrike* (eng. *Physicochemical Quality of Ethiopian Plantation White Sugar from Three Sugar Factories*) prikazani su rezultati analiza parametara kvaliteta bijelog šećera iz tri etiopijske fabrike (*Metahara, Finchaa and Wonji*). Analize parametara kvaliteta bijelog šećera iz Brčkog koje mogu da se uporede sa parametrima kvaliteta etiopijskog šećera su sljedeće: boja, mutnoća, pepeo, vlaga, nerastvorene materije i granulacija.

Poređenjem navedenih parametara možemo zaključiti da su vrijednosti za boju, mutnoću, sadržaj nerastvorenih materija i granulaciju znatno manje u analizama bijelog šećera proizvedenog u Brčkom. Vrijednosti za vlagu su približne, dok su vrijednosti za pepeo nešto više kod šećera proizvedenog u Brčkom.

Tabela 12. Poređenje rezultata analiza kvaliteta bijelog šećera iz Etiopije sa rezultatima analiza kvaliteta bijelog šećera iz Brčkog

	Boja	Mutnoća	Pepeo	Vlaga	Nerastvorene materije	Granulacija
Etiopija	210–271	181–210	0.012–0.018	0.010–0.023	82.67–118.67	0.90–1.02
Brčko	31–42	3–5	0,04–0,05	0,01–0,03	2,2–3,6	0,66–0,74

Najveće razlike se ogledaju u boji, mutnoći i sadržaju nerastvorenih materija. Za razliku od etiopijskog šećera, domaći šećer bi mogao da ispuni zahtjeve svih kupaca kada su u pitanju ovi parametri. Poređenje je prikazano u tabeli 10, s napomenom da je tabelarno predstavljen raspon od najnižih do najviših vrijednosti, a nisu prikazani svi rezultati pojedinačno

U radu *Uticaj nekih teških metala u melasi na svojstva proizvedenog pekarskog kvasca* (eng. *Effect of some heavy metals in molasses medium on the produced baker's yeast properties*) su objavljeni rezultati analiza uzoraka egipatske melase dobijene iz šećerne trske. Cilj istraživanja bio je da se utvrde koncentracije teških metala (kadmijuma, nikla, olova i bakra) u sirovoj i tretiranoj melasi kroz četiri godišnja doba (istraživanje provedeno 2013. godine).

Koncentracija olova se kretala u rasponu od 4,58 do 13,95 mg/kg; bakra od 7,99 do 22,93 mg/kg; kadmijuma od 2,84 do 6,08 mg/kg i nikla od 5,68 do 12,57 mg/kg. Poređenjem ovih rezultata sa rezultatima za uzorke melase proizvedene u Brčkom, može se zaključiti da svi uzorci iz Brčkog imaju u velikoj mjeri nižu koncentraciju navedenih metala. Poređenje je prikazano u tabeli 13, s napomenom da je tabelarno predstavljen raspon od najnižih do najviših vrijednosti, a nisu prikazani svi rezultati pojedinačno.

Tabela 13. Poređenje koncentracija Pb, Cu, Cd i Ni u uzorcima melase iz Egipta sa uzorcima melase iz Brčkog

	Pb	Cu	Cd	Ni
Egipat	4,58–13,95	7,99–22,93	2,84–6,08	5,68–12,57
Brčko	0,067–0,084	0,397–0,621	0,001–0,005	0,947–1,452

U radu *Proizvodnja električne energije iz melase šećerne trske koristeći tehnologije mikrobnih gorivnih ćelija* (eng. *Electricity generation from sugarcane molasses using microbial fuel cell technologies*) objavljeni su rezultati analiza kvaliteta egipatske melase iz šećerne trske, koja je korištena u svrhu istraživanja proizvodnje električne energije iz melase. Parametri kvaliteta melase proizvedene u Egiptu koji mogu da se uporede sa parametrima melase proizvedene u Brčkom su sljedeći: sadržaj suve materije, pH vrijednost i gustina.

Melasa proizvedena u Egiptu ima veću vrijednost sadržaja suve materije i ima veću gustinu u poređenju s melasom proizvedenom u Brčkom, dok veću pH vrijednost ima melasa proizvedena u Brčkom. Iz navedenog možemo zaključiti da je melasa proizvedena u Brčkom boljeg kvaliteta u odnosu na melasu proizvedenu u Egiptu, jer ima pH na kojoj neće doći do

spontane fermentacije, a i lakše je vršiti njenu dalju preradu zbog nižeg sadržaja suve materije i zbog manje gustine. Poređenje je prikazano u tabeli 14.

Tabela 14. Poređenje rezultata analiza kvaliteta melase iz Egipta sa rezultatima analiza kvaliteta melase iz Brčkog

	Suva materija	pH vrijednost	Gustina
Egipat	86,67	5,1	1,40
Brčko	82,6–83,07	8,07–8,76	1,303–1,332

Generalno, varijacije i sličnosti proučavanih nivoa koncentracije teških metala u uzorcima šećera i melase u ovom radu i sličnim istraživanjima mogu se pripisati vrsti šećera, metodama prerade šećera, sortama šećerne trske, prethodnim tretmanima uzoraka i analitičkim metodama. Nekoliko drugih faktora takođe može doprinijeti varijacijama u nivoima metala u šećeru, kao što su okruženje rasta trske, tip zemljišta, voda za navodnjavanje koja se koristi, antropogene aktivnosti i zagađenje biosfere, upotreba đubriva i pesticida, uticaj hemikalija tokom procesa proizvodnje i drugi faktori.

Kada je riječ o varijacijama i sličnostima analiziranih parametara kvaliteta uzoraka iz Brčkog sa uzorcima iz drugih istraživanja, takođe ih možemo pripisati istim faktorima. Pored navedenih faktora, na kvalitet uzoraka, naročito bijelog šećera, veliki uticaj može da ima i tržište, ukoliko rafinerije ispunjavaju zahtjeve određenih kupaca.

ZAKLJUČAK

Prehrambene navike čovječanstva dovele su potrošnju šećera do enormnih količina, tako da je industrija šećera danas jedna od najrazvijenijih industrija u svijetu, a proizvodnja šećera je u konstantnom porastu. Od svih vrsta šećera, saharoza se dobija u najčistijem obliku na srazmjerno najjeftiniji način. Glavne biljke za njeno izolovanje, tj. za proizvodnju šećera, su šećerna repa i šećerna trska. U fokusu ovog rada bila je proizvodnja šećera iz šećerne trske.

Proizvodnja šećera je dugačak, težak i komplikovan proces koji iziskuje velika mašinska postrojenja i veliku stručnost. Poslije izolovanja sirovog šećera potrebno je uraditi njegovo dalje rafinisanje da bi se dobio bijeli šećer. Saharoza se iz sirupa izdvaja kroz više ciklusa prečišćavanja, kristalizacije i centrifugiranja. Nakon završnog ciklusa izdvajanja kristala zaostaje vrlo viskozni, tamni sirup koji se naziva melasa. To je jedan od najvažnijih sporednih proizvoda u industriji šećera. Melasa sadrži veliku količinu šećera koja predstavlja gubitak za rafineriju. Kontrola kvaliteta proizvoda je jako važan faktor u svakoj industriji, a konkretno u industriji šećera vrši se kontrola svih faza proizvodnog procesa, od ulaska početne sirovine do izlaska bijelog šećera.

Cilj ovog rada bio je uraditi analizu kvaliteta sirovog tršćanog šećera i bijelog šećera u koji se prerađuje, kao i melase, te istražiti da li postoje kvalitativne razlike u analizama navedenih sirovina koje su dobijene od različitih šarži sirovog šećera. Pod analizama se podrazumijevaju sve analize koje se odnose na kvalitet navedenih supstanci, a koje se rade u internoj laboratoriji rafinerije šećera iz koje su dobijeni uzorci. Pored navedenog, cilj ovog rada je bila i analiza sadržaja metala, a pored metala analiziran je i sadržaj metaloida, te fosfora i sumpora u spomenutim uzorcima metodom „Induktivno kuplovane plazme sa optičkom emisijom spektrometrijom (ICP-OES)“. Jedan od najvažnijih motiva bio je utvrditi da li je bijeli šećer zdravstveno ispravan u smislu sadržaja štetnih elemenata u visokim koncentracijama.

Ako se uporede rezultati analiza kvaliteta sirovog šećera, može se vidjeti da ne postoje značajnije razlike u kvalitetu sirovog šećera, naročito kada je u pitanju sadržaj saharoze. Najveće razlike u uzorcima sirovog šećeru se ogledaju u boji i u koncentraciji detektovanih elemenata, što se može pripisati tehnološkom postupku izolovanja sirovog šećera iz trske, kao i samom kvalitetu trske.

Kada je riječ o bijelom šećeru, sve analize su u okviru zahtijevanih parametara i ne postoje značajne razlike između uzoraka. Jako je važno naglasiti da bijeli šećer ne sadrži toksične

elemente poput arsena, olova i kadmijuma. Pored toga, koncentracije elemenata koji su detektovani u uzorcima sirovog šećera su značajno manje u uzorcima bijelog šećera. Dio elemenata koji je detektovan u sirovom šećeru nije detektovan u bijelom šećeru, dok je dio detektovanih elemenata u bijelom šećeru na granici detekcije.

Najviše elemenata je detektovano u melasi, što je bilo i za očekivati, jer se sve nečistoće tokom proizvodnje šalju ka melasi. Značajnih razlika u kvalitetu nema ni među uzorcima melase.

Iz dobijenih rezultata vidljivo je da je analizirani konzumni šećer proizveden iz šećerne trske zdravstveno ispravan i da su utvrđene vrijednosti parametara u skladu sa trenutno važećim zakonskim propisima u Bosni i Hercegovini, a to su: Zakon o hrani (Službeni glasnik BiH br. 50/04), Pravilnik o šećerima (Službeni glasnik BiH, br. 25/10) i Pravilnik o maksimalno dozvoljenim količinama određenih kontaminanata u hrani (Službeni glasnik BiH, br. 68/14, 79/16, 9/17 i 84/18), koji su usklađeni s regulativama Evropske Unije. Na samom kraju još jednom je važno napomenuti da je u radu korišteno dosta stručnih termina koji su opšteprihvaćeni u tehnologiji šećera, kao i da analize koje se rade, metode koje se koriste i željeni parametri zavise od rafinerije do rafinerije.

LITERATURA

- Abbott, E. (2008). *Sugar: A Bittersweet History*. Penguin Group (Canada).
- Abdel-Rahman, G. N., Nassar, N. R., Heikal, Y. A., Abou-Donia, M. A., Naguib, M. M., & Fadel, M. (2016). Effect of Different Treatments on Heavy Metal Concentration in Sugar Cane Molasses. *International Journal of Agricultural and Biosystems Engineering*.
- Agriculture and rural development, European Commission. (2024). Sugar. Preuzeto Novembar 7, 2024 sa https://ec.europa.eu/agriculture/sugar_en
- Aleksić, M. S. (1984). *Poznavanje sirovina*. Niš: Univerzitet u Nišu.
- Aronson, M., & Budhos, M. (2010). *Sugar changed the world: A story of magic, spice, slavery, freedom, and science*. New York: Clarion Books.
- Babeker, A. M., Ahmed, A. R., & Mastafa, G. A. (2020). Evaluation the quality parameters of sugar cane and raw sugar samples at season 2017 with reference to (SASTA, 2009) and (ICUMSA, 1994) Standards). *European Journal of Food Science and Technology*.
- Babeker, A. M., Ahmed, A. R., Mastafa, G. I., & Abdalla, A. A. (2022). Determination of some heavy metals and microbial profile of raw Sugar samples collected from Sudanese Sugar Industries in season 2017 in relation to EU.1998 and ICUMSA,1974 standards. *International Journal of Agricultural Science and Food Technology*.
- Caldwell, D. (2001). *Molasses in feeds*. Kentucky Equine research.
- Chami, D. E., Daccache, A., & Moujabber, M. E. (2020). What are the impacts of sugarcane production on ecosystem services and. *Annals of Agricultural Sciences*.
- Chou, C. C. (2000). *Handbook of Sugar Refining: A manual for the Design and Operation of Sugar Refining Facilities*. John Wiley and Sons, Inc.
- Daniels, C. (1996). Agro-industries: Sugarcane Technology. U J. Needham, *Science and Civilisation in China*. Cambridge: Cambridge University Press.
- Din, Z.-u., & Rasool, G. (2015). Physico-Chemical Analysis and Polarization Value Estimation of Raw Sugar from Refining Point of View. *American Journal of Plant Sciences*.
- Doherty, W. O., Fellows, C. M., Gorjian, S., Senogles, E., & Cheung, W. H. (2003). Flocculation and Sedimentation of Cane Sugar Juice Particles with Cationic Homoand Copolymers. *Journal of Applied Polymer Science*.
- Engida, E., Bultosa, G., & Bussa, N. (2013). Physicochemical Quality of Ethiopian Plantation White Sugar from Three Sugar Factories. *International Journal of Scientific and Research Publications*.
- Everingham, Y. L., Smyth, C. W., & Inman-Bamber, G. (2009). Ensemble Data Mining Approaches to Forecast Regional Sugarcane Crop Production. *Agricultural and Forest Meteorology*.

- Galloway, J. H. (2000). Sugar. U *The Cambridge World History of Food*. Cambridge: Cambridge University Press.
- Guerra, M. J., & Mujica, M. V. (2010). Physical and chemical properties of granulated cane sugar "panelas". *Food Science and Technology (Campinas)* .
- Hassan, S., Zohri, A.-N. A., & Kassim, R. M. (2019). Electricity generation from sugarcane molasses using microbial fuel cell technologies. *Energy The International Journal*.
- Hill, S. J. (2008). *Inductively Coupled Plasma Spectrometry and its Applications*. John Wiley & Sons.
- Hou, X., & Jones, B. T. (2000). Inductively Coupled Plasma/Optical Emission Spectrometry. U R. A. Meyers, *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. Chichester: John Wiley & Sons Ltd.
- How Sugar is Made - an Introduction*. (2024, 12 10). Preuzeto sa Sugar Knowledge International Ltd: <https://www.sucrose.com/learn.html>
- Hrvatska enciklopedija, mrežno izdanje*. (2024, 7 5). Preuzeto sa Leksikografski zavod Miroslav Krleža: <https://www.enciklopedija.hr/clanak/secerna-trska>
- Jevtić, M. D. (2018). ICP-OES određivanje sadržaja teških metala u uzorcima lista biljne vrste *Bellis perennis* L. (Asteraceae). Master rad . Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Nišu.
- Jorgić, S. (2015). Destruktivne i nedestruktivne metode u analizi nakita. Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije.
- Langrish, T. A., & Wang, S. (2008). Crystallization Rates for Amorphous Sucrose and Lactose Powders from Spray Drying: A Comparison. *Drying Technology*.
- Lee, J. S., Srinivasan, R., Jo, I. G., Kwon, Y. S., Bahuguna, A., Oh, Y. S., . . . Kim, M. (2018). Comparative study of the physicochemical, nutritional, and antioxidant properties of some commercial refined and non-centrifugal sugars. *Food Research International*.
- Ludecke, H. (1956). *Šećerna repa*. Zagreb: Poljoprivredni nakladni zavod.
- Macinnis, P. (2002). *Bittersweet: The Story of Sugar*. Crows Nest NSW 2065: Allen & Unwin.
- Mangwanda, T., Mani, J., Johnson, J., Jackson, S., McKeown, T., & Naiker, M. (2023). Physicochemical and Nutritional Analysis of Molasses for Rum Fermentation. *The 4th International Electronic Conference on Foods session Food Quality and Safety*.
- Marković, M. I. (1947). *Šećer i šećerna repa*. Beograd: Rad.
- Mekassa, B., Etana, E., & Merga, L. B. (2024). Proximate analysis, levels of trace heavy metals and associated human health risk assessments of Ethiopian white sugars. *Journal of Agriculture and Food Research*.
- Milošković, A. (2017). Prostorni monitoring teških metala kopnenih voda Srbije na osnovu bioakumulacije u ribama. Univerzitet u Kragujevcu.

- Mintz, S. W. (1985). *Sweetness and Power: The Place of Sugar in Modern History*. New York: Penguin books.
- Nesigurna hrana može uzrokovati više od 200 različitih bolesti. (2025, 4 8). *Poslovne novosti*. Sarajevo: Poenta d.o.o.; Tirada d.o.o.
- Odum, E. P. (1971). *Fundamentals of Ecology*. Philadelphia: W.B. Saunders Co.
- Organisation for Economic Co-operation and Development (OECD) and the Food and Agriculture Organization (FAO) of the United Nations. (2024). *OECD-FAO Agricultural Outlook 2024-2033*. Rim: OECD; FAO.
- Paladino, B. (1948). *Tehnologija šećera*. Beograd: Industrijska knjiga.
- Petrović, S. (2017). Optimizacija i validacija ICP-OES metoda određivanja mineralnog sastava uzoraka meda i polena. Master rad. Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Nišu.
- Popović, A., & Mikijelj, Đ. L. (1963). *Osnovi tehnologije II*.
- Pravilnik o maksimalno dozvoljenim količinama za određene kontaminante u hrani. (n.d.). Službeni glasnik BiH br. 68/14, 79/16, 9/17 i 94/18.
- Pravilnik o metodama analiza šećera. (2010). Službeni glasnik BiH br. 77/10.
- Pravilnik o šećerima. (2010). Službeni glasnik BiH br. 25/10.
- Salles, P. M., Menezes, M. A., Jaćimović, R., & Campos, T. P. (2015). Inorganic elements in sugar samples consumed in several countries. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*.
- Sharpe, P. (1998). Sugar Cane: Past and Present. *Ethnobotanical Leaflets*.
- Smith, A. F. (2015). *Sugar: A Global History*. London: Reaktion Books Ltd.
- Šušić, S. (1980). *Priručnik za industriju šećera 1*. Beograd: Savez hemičara i tehnologa Jugoslavije .
- Šušić, S. (1980). *Priručnik za industriju šećera 2*. Beograd: Savez hemičara i tehnologa Jugoslavije.
- Šušić, S., & Guralj, E. M. (1965). *Osnovi tehnologije šećera*. Beograd: Naučna knjiga.
- Šušić, S., Sava Petrov, G. K., Sinobad, V., Perunović, P., Koronsovac, B., & Bašić, Đ. (1994). *Osnovi tehnologije šećera 1*. Beograd: Jugošećer.
- Šušić, S., Sava Petrov, G. K., Sinobad, V., Perunović, P., Koronsovac, B., & Bašić, Đ. (1995). *Osnovi tehnologije šećera 2*. Beograd: Jugošećer.
- Tfouni, S. A., Souza, N. G., Neto, M. B., Loredó, I. S., Leme, F. M., & Furlani, R. P. (2009). Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in sugarcane juice. *Food Chemistry*.
- Thavarungkul, P., Suppapitnarm, P., Kanatharana, P., & Mattiasson, B. (1999). Batch injection analysis for the determination of sucrose in sugar cane juice using immobilized invertase and thermometric detection. *Biosensors and Bioelectronics*.

- Valli, V., Gomez-Caravaca, A. M., Di Nunzio, M., Danesi, F., Caboni, M. F., & Bordoni, A. (2012). Sugar Cane and Sugar Beet Molasses, Antioxidant-rich Alternatives to Refined Sugar. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*.
- Velimirović, D. (2013). Optimizacija, validacija i primena ICP-OES metoda određivanja sadržaja metala u realnim uzorcima. Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Nišu.
- Yadata, D. (2014). Physicochemical Characterization and Determination of Trace Metals in Sugar Manufactured from Sugar Cane . *Food Science and Technology*.
- Zakon o hrani. (2004). Službeni glasnik BiH br. 50/04.
- Zohri, A. E.-N., Soliman, M. F., Ibrahim, O. M., & Aziz, A. M. (2022). Reducing heavy metals content in sugarcane molasses and its effect on ethanol fermentation efficiency. *Egyptian Sugar Journal*.

POPIS SLIKA I TABELA

SLIKE

Slika 1. Šećerna trska

Slika 2. Sirovi šećer dobijen iz šećerne trske

Slika 3. STUDEN-AGRANA, rafinerija šećera u Brčkom

Slika 4. Uprošćeni shematski prikaz tehnološkog procesa prerade sirovog šećera

Slika 5. Struktura molekule saharoze

Slika 6. Bijeli šećer

Slika 7. Melasa

Slika 8. Karbokalk

Slika 9. Shematski prikaz instrumentalizacije ICP-OES

Slika 10. Shematski prikaz ICP-OES metode

Slika 11. Grafički prikaz elemenata koje sadrži sirovi šećer

Slika 12. Grafički prikaz elemenata koje sadrži bijeli šećer

Slika 13. Grafički prikaz elemenata koje sadrži melasa

Slika 14. Grafički prikaz poređenja koncentracija elemenata prisutnih i u sirovom i bijelom šećeru

TABELE

Tabela 1. Instrumentalni operacioni uslovi za ICP-OES snimanje elemenata

Tabela 2. Mase analiziranih uzoraka metodom ICP-OES

Tabela 3. Rezultati analiza kvaliteta sirovog šećera

Tabela 4. Rezultati analiza sirovog šećera metodom ICP-OES

Tabela 5. Rezultati analiza kvaliteta bijelog šećera

Tabela 6. Rezultati analiza bijelog šećera metodom ICP-OES

Tabela 7. Rezultati analiza kvaliteta melase

Tabela 8. Rezultati analiza melase metodom ICP-OES

Tabela 9. Poređenje prosječnih koncentracija Cd, Pb i As u uzorcima sirovog šećera iz Sudana sa uzorcima sirovog šećera iz Brčkog

Tabela 10. Poređenje rezultata analiza kvaliteta bijelog šećera iz Sudana sa rezultatima analiza kvaliteta bijelog šećera iz Brčkog

Tabela 11. Poređenje koncentracija Fe, Mn, Zn, Cr, Ni, Co, Cu, Ag i Cd u uzorcima bijelog šećera iz Etiopije sa uzorcima bijelog šećera iz Brčkog

Tabela 12. Poređenje rezultata analiza kvaliteta bijelog šećera iz Etiopije sa rezultatima analiza kvaliteta bijelog šećera iz Brčkog

Tabela 13. Poređenje koncentracija Pb, Cu, Cd i Ni u uzorcima melase iz Egipta sa uzorcima melase iz Brčkog

Tabela 14. Poređenje rezultata analiza kvaliteta melase iz Egipta sa rezultatima analiza kvaliteta melase iz Brčkog

Biografija autora

David Cvjetković rođen je 30.11.1995. godine u Brčko distriktu, grad Brčko, država Bosna i Hercegovina.

Osnovnu školu „Vaso Pelagić“ u Pelagićevo, opština Pelagićevo, je završio 2009. godine, a potom upisao gimnaziju. U JU Gimnazija „Vaso Pelagić“ Brčko je završio opšti smjer 2014. godine. Iste godine upisao je Hemiju, smjer nastavni, na Prirodno-matematičkom fakultetu Univerziteta u Banjoj Luci.

Dana 4.7.2019. godine odbranio je diplomski rad na temu „Psihološki korelati stavova i zadovoljstva studenata studijskim programom hemija“ kod mentora dr Siniše Subotić sa ocjenom 10 (deset), stekavši zvanje Diplomirani profesor hemije.

Drugi ciklus studija upisuje na istom fakultetu 2022. godine. Nakon što je položio sve ispite, stekao je uslov za odbranu master rada kod mentora prof. dr Mališe Antić na temu „Ispitivanje kvaliteta sirovog tršćanog šećera i njegovih proizvoda s fokusom na sadržaj metala“.

Od juna 2022. godine zaposlen je u Rafineriji šećera STUDEN-AGRANA kao inženjer u proizvodnji.

Author's Biography

David Cvjetković was born on November 30, 1995 in Brčko District, city of Brčko, State of Bosnia and Herzegovina.

He finished elementary school in 2009 at the Elementary School „Vaso Pelagić“ in Pelagićevo, municipality of Pelagićevo, and after that he enrolled in high school. In 2014, he graduated from the general program of high school. In the same year he enrolled in Faculty of Natural Sciences and Mathematics, University of Banja Luka, Department of Chemistry education.

On July 4, 2019, with the mentorship of Dr Siniša Subotić, he defended his graduate thesis on the topic of „Psychological correlations of students attitudes and satisfaction with Chemistry Department“ with a grade of 10 (ten) and obtained the title of Graduated Chemistry Teacher.

He enrolled in the second cycle of studies at the same faculty in 2022. After he passed all exams and acquired the conditions for the defense of the master's thesis with the mentorship of Professor Dr Mališa Antić on the topic „Evaluation of the quality of raw cane sugar and its products with emphasis on metal content“.

Since June 2022, he has been employed at the STUDEN-AGRANA Sugar Refinery as an Engineer in production.

U Banjoj Luci, 9.9.2025.

IZJAVA O AUTORSTVU

Izjavljujem da je master/magistarski rad

Naslov rada „Ispitivanje kvaliteta sirovog tršćanog šećera i njegovih proizvoda s fokusom na sadržaj metala“

Naslov rada na engleskom jeziku “Evaluation of the quality of raw cane sugar and its products with emphasis on metal content”

- rezultat sopstvenog istraživačkog rada,
- da master/magistarski rad, u cjelini ili u dijelovima, nije bio predložen za dobijanje bilo koje diplome prema studijskim programima drugih visokoškolskih ustanova,
- da su rezultati korektno navedeni i
- da nisam kršio autorska prava i koristio intelektualnu svojinu drugih lica.

U Banjoj Luci, 9.9.2025.

Potpis kandidata

Ybjeukobut

**Izjava kojom se ovlašćuje Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Banjoj Luci da
master/magistarski rad učini javno dostupnim**

Ovlašćujem Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Banjoj Luci da moj master/magistarski rad, pod naslovom „Ispitivanje kvaliteta sirovog tršćanog šećera i njegovih proizvoda s fokusom na sadržaj metala“ koji je moje autorsko djelo, učini javno dostupnim.

Master/magistarski rad sa svim prilogima predao sam u elektronskom formatu, pogodnom za trajno arhiviranje.

Moj master/magistarski rad, pohranjen u digitalni repozitorijum Univerziteta u Banjoj Luci, mogu da koriste svi koji poštuju odredbe sadržane u odabranom tipu licence Kreativne zajednice (Creative Commons), za koju sam se odlučio.

1. Autorstvo
2. Autorstvo - nekomercijalno
3. Autorstvo - nekomercijalno - bez prerade
- ☒ 4. Autorstvo - nekomercijalno - dijeliti pod istim uslovima
5. Autorstvo - bez prerade
6. Autorstvo - dijeliti pod istim uslovima

U Banjoj Luci, 9.9.2025.

Potpis kandidata

Ybjeukobut

**Izjava o identičnosti štampane i elektronske verzije
master/magistarskog rada**

Ime i prezime autora: David Cvjetković

Naslov rada: Ispitivanje kvaliteta sirovog tršćanog šećera i njegovih proizvoda s fokusom na sadržaj metala

Mentor: Prof. dr Mališa Antić

Izjavljujem da je štampana verzija mog master/magistarskog rada identična elektronskoj verziji koju sam predao za digitalni repozitorijum Univerziteta u Banjoj Luci.

U Banjoj Luci, 9.9.2025.

Potpis kandidata

David Cvjetković

**КОМИСИЈА ЗА ПРЕГЛЕД, ОЦЈЕНУ И ОДБРАНУ ЗАВРШНОГ/МАСТЕР РАДА НА П
ЦИКЛУСУ СТУДИЈА У САСТАВУ:**

др Милица Балабан, ванредни професор Природно-математичког факултета
Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Органска хемија, **предсједник**

др Малиша Антић, редовни професор Природно-математичког факултета
Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Хемија, **ментор-члан**

др Дијана Јелић, редовни професор Природно-математичког факултета Универзитета
у Бањој Луци, ужа научна област: Физичка хемија, **члан**

ВИЈЕЋУ СТУДИЈСКОГ ПРОГРАМА ХЕМИЈА

**НАУЧНО-НАСТАВНОМ ВИЈЕЋУ
ПРИРОДНО МАТЕМАТИЧКОГ ФАКУЛТЕТА
УНИВЕРЗИТЕТА У БАЊОЈ ЛУЦИ**

Одлуком Наставно-научног вијећа Природно-математичког факултета Универзитета у
Бањој Луци број 19/3.1457/25. од 18.06.2025. године именовани смо у Комисију за
преглед, оцјену и одбрану **завршног/мастер рада кандидата Давида Цвјетковић** под
насловом:

**„Испитивање квалитета сировог тршчаног шећера и његових производа с фокусом
на садржај метала“.**

Након прегледа предатог завршног/мастер рада подносимо сљедећи

ИЗВЈЕШТАЈ

**О ОЦЈЕНИ УРАЂЕНОГ ЗАВРШНОГ/МАСТЕР РАДА „ИСПИТИВАЊЕ КВАЛИТЕТА
СИРОВОГ ТРШЧАНОГ ШЕЋЕРА И ЊЕГОВИХ ПРОИЗВОДА С ФОКУСОМ НА
САДРЖАЈ МЕТАЛА“, КАНДИДАТА ДАВИДА ЦВЈЕТКОВИЋ**

Мастер рад кандидата Давида Цвјетковић је урађен у оквиру II циклуса студија на
Студијском програму *хемија* под менторством проф. др Малише Антић. Рад је написан
на 92 странице и садржи 14 слика и 14 табела. Рад је укорићен у тврди повез А4
формата, одштампан у боји, двострано.

Рад садржи: Сажетак на српском и енглеском језику, Захвалницу, Садржај, Увод,
Теоријски дио, Експериментални дио, Резултате и дискусију, Закључак, Литературу,
Попис слика и табела и Биографију аутора.

уобичајена и литературно утемељена методологија, резултати су на правилан начин анализирани и дискутовани. Код дискусије резултата су кориштени параметри за узорке који се захтијевају у рафинерији, као и одговарајућа савремена литература, те одговарајући закони и препоруке.

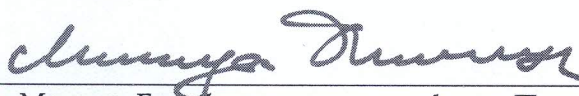
ЗАКЉУЧАК И ПРИЈЕДЛОГ

На основу оцјене завршног/мастер рада под називом: „Испитивање квалитета сировог тршчаног шећера и његових производа с фокусом на садржај метала“, кандидата Давида Цвјетковић, Комисија закључује да је дати завршни/мастер успјешно завршен, концептуално правилно постављен и уређен, те практично примјенљив. Овај рад представља значајан допринос у анализи здравствене исправности конзумног шећера на домаћем тржишту с аспекта садржаја метала и других елемената у траговима, обзиром да на нашем подручју нема пуно сличних радова када је ова намирница у питању. Поред тога, овај рад доприноси и развоју сарадње јавног и реалног сектора. Кандидат је научно засновао и стручно спровео своје истраживање.

На основу свега наведеног Комисија предлаже Научно-наставном вијећу Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци да усвоји Извјештај и позитивну оцјену завршног/мастер рада и да према предвиђеној процедури закаже јавну одбрану рада будући да су се стекли сви потребни услови за то.

У Бањој Луци, 20.08.2025. године

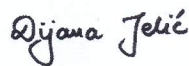
КОМИСИЈА



др Милица Балабан, редовни професор Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци,
ужа научна област: Органска хемија, предсједник



др Малиша Антић, редовни професор Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци,
ужа научна област: Хемија, ментор-члан



др Дијана Јелић, редовни професор Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци,
ужа научна област: Физичка хемија, члан