



 <p>AGRANA ROMANIA</p>	INSTRUCTIUNE DE LUCRU DETERMINARE POLARIZATIEI SFECLA DE ZAHAR PRIN METODA DIGESTIEI LA RECE	Cod: CC IL 62 Editia: 8 Pag. 1 / 4
--	---	--

1. SCOP

Determinarea continutului de zahar polarizabil pentru sfecla proaspata si inghetata, prin metoda digestiei la rece conform Metodelor aprobate ICUMSA.

2. DOMENIU DE APLICARE

Se aplica in cadrul Laboratorului Agricol la receptia sfeclei de zahar in fabrica pentru pentru determinarea polarimetrica a continutului de zahar (digestie).

Aceasta metoda constituie baza contractului de achizitie a sfeclei de zahar si masoara rotatia optica (polarizatia) a unei solutii cu digestie jumata normala din pasta de sfecla (proba de sfecla fin maruntita).

Polarizatia este exprimata in °Z pe Scara Internationala a Zaharului.

3. REFERINTA DE BAZA

3.1 Metodele ICUMSA : Metoda GS 6-3(1994) Metoda digestiei la rece-utilizare agent limpezire sulfat de aluminiu

3.2 CC IL 79 : Preparare reactivi pentru determinare polarizatie

4. DEFINITII

4.1 Solutie normala de zahar: este definita ca 26.0160 grame de zaharoza pura cantarita in vacuum si dizolvata in apa pura la 20 grd.C pana la un volum final de 100 ml. Aceasta corespunde la la 26.000 g zaharoza dizolvata in atmosfera ambianta in apa pura la 20 grd.C pana la un volum de 100 ml.

4.2 Solutie seminormala de zahar: este preparata în așa fel încât greutatea pastei de sfeclă și volumul soluției agentului de limpezire (sulfat de aluminiu) luate pentru analiza sa conduca la o concentrație de pasta de sfeclă în extractul obtinut, corespunzatoare greutatii semi-normale de zaharoză (13 g / 100 ml).

5. MOD DE LUCRU

5.1 Aparatura

- Rezervor cu sistem de racire si recirculare la temperatura $20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$, pentru stocarea si alimentarea cu agent de limpezire (sulfat de aluminiu), de o capacitate cca 300 l;
- Dispenser automat pentru dozarea solutiei sulfat de aluminiu;
- Balanta tehnica de precizie pentru cantarirea probei si a solutiei de sulfat de aluminiu;
- Polarimetru cu tub polarimetric termosatat la 20 grade C (calibrat in °Z la o temperatura de 20°C); tuburi polarimetrice (200 mm) si tuburi de quart pentru verificare;
- Baie termostata pentru asigurare temperatura de 20 grade C de citire a probei in polarimetru;
- Banda transport probe VENEMA cu agitatoare magnetice, dispuse in serie pe intreaga lungime a benzii;
- Bare magnetice.

5.2 Materiale si sticlari

- Hartie pergaminata pentru cantarirea probelor (greutatea = $30\text{g}/\text{m}^2$; dimensiuni = $120\text{mm} \times 120\text{mm}$)
- Hartie de filtru creponata 609 WS, D=240mm
- Pahare „Berzelius” 300 ml pentru dozarea agentului de defecare/ limpezire
- Recipienti cilindrici din metal cca.500 ml pentru macerarea/ mixarea probei (pasta si agent dedefecare)
- Palnie de filtrare (cap.min 120 ml)
- Pahare pentru culegerea filtratului ($V = 300\text{ml}$; $H \approx 11\text{cm}$, $D = 6\text{cm}$).

5.3 Reactivi utilizati

- Solutie de sulfat de aluminiu x 18 H₂O, 0.3 %, densitate 0.9987g/ cmc, conform **Metoda GS 6-3 (1994)**.

5.4 Descrierea sistemului de masurare automata

Pentru seria de probe, se utilizeaza un sistem integrat de masurare compus din urmatoarele echipamente :

- Rezervor pentru stocarea si alimentarea cu agent de limpezire (sulfat de aluminiu) de capacitate cca 300 l, cu sistem de racire si recirculare la temperatura $20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$
- Sistem automat integrat, programabil de dozare si cantarire tip PFA m2 format din :
 - dispenser automat de dozare lichide cu unitate centrala si un grup magnetic de 2 valve care asigura dozarea lichidului in cele doua etape grosiera si fina
 - balanta tehnica adecvata masurarii/ cantaririi probelor de pasta de sfecla si agent de limpezire (sulfat de



INSTRUCTIUNE DE LUCRU DETERMINARE POLARIZATIEI SFECLA DE ZAHAR PRIN METODA DIGESTIEI LA RECE

Cod: CC IL 62
Editia: 8
Pag. 2 / 4

- aluminiu 0.3%) in comunicare cu unitatea centrala a dispenserului programabil
- un sistem de mixare in serie, format din mai multe agitatoare magnetice
- un sistem de filtrare in serie
- un polarimetru automat cu tub termostat
- baie de apa termostata la 20 grade C
- un PC care asigura interfata cu polarimetrul automat pentru identificarea si interregistrarea rezultatelor probelor analizate

Inainte de pornirea masuratorilor/ cantaririlor, balanta se verifica si calibreaza cu greutati etalon .

Punctul "zero" al balantei este obtinut prin asezarea pe platan a unei foite de hartie pergaminata si a unui pahar de laborator tarat. Acesta este efectuat inaintea fiecarei probe (cantarire pasta si dozare automata agent de limpezire).

5.5 Pregatirea probei

- Pasta proaspata se obtine dintr-o proba reprezentativa de sfecla de zahar de aprox.20-30 kg, prin prelevarea, decoletarea, spalarea, taierea si maruntirea fina a radacinilor de sfecla in instalatia automata VENEMA.
- Pasta obtinuta astfel se amabileaza in pungi de PE, se eticheteaza corespunzator probei urmarite si se supune analizei .
- Dupa o omogenizare corespunzatoare, se ia in lucru cantitatea necesara pentru analiza, conform celor descrise la analiza propriu-zisa. Restul de pasta din punga etichetata cu codul de bare se congeleaza si se pastraza in congelator ca proba martor pe o perioada de 7 zile.
- Pasta inghetata (pasta proaspata omogenizata si pastrata in pungi perfect etanse la temperatura de - 20°C) se decongeleaza in frigider la 4°C sau in stare congelata se supune imediat analizei.

5.6 Analiza propriu-zisa :

- Se porneste balanta de precizie si dispenserul automat de dozare.
- Se pune paharul pe platan in vederea dozarii automate a agentului de limpezire.
- Se plaseaza hartia pergaminata pe un suport special destinat (sticla de ceas sau capsula), dupa care se tareaza balanta (obtinera punctului „0 ”).
- Se cantaresc 26.00 ± 0.05 g pasta care apare pe display-ul balantei. Concomitent pe display-ul dispenserului apare cantitatea de proba cantarita si cantitatea totala pasta si lichid de limpezire (cantitatea finala la care trebuie sa ajunga dupa dozare).

Cantitatea finala este calculata automat de unitatea centrala = cantitate proba + cantitate agent de limpezire (factorul de dilutie multiplicat cu greutatea probei de pasta luata in lucru).

Dozarea automata a agentului de defecare se face in 2 trepte de la grosiera la fina .

- Dupa dozare hartia pergaminata cu pasta cantarita si agentul de limpezire se introduc in recipientul de amestec, se acopera cu capacul, pe care se dispune proba martor. Aceasta se transporta spre sistemul de filtrare, timp in care este agitata energic cca.5 min cu ajutorul agitatoarelor magnetice inseriate de-a lungul benzii.
- La descarcarea maceratului (amestecul omogen pasta si solutie de defecare) din recipient in palnia de filtrare, primii 5 ml de filtrat se indeparteaza automat.
- Filtratul limpede obtinut la terminarea ciclului de filtrare (min. 120 ml) se toarna in palnia polarimetrului, se citeste codul de bare pentru identificarea probei, pornirea citirii polarizatiei (°Z) si inregistrarii automate a acesteia in baza de date a probelor de analizat.

5.7 Mod de calcul:

Valoarea digestiei sfeclei (continutul de zahar din sfecla) = Valoarea indicata de polarimetru x 2 (la tub de 200 mm)

5.8 Verificarea polarimetrului

Polarimetrul trebuie verificat zilnic cu o solutie standardizata. Pentru aceasta, se cantaresc 19,5 grame de sucroză într-un balon cotate de un litru. Se umple balonul cotate până la jumătate și se agită balonul până când zahărul se dizolvă. Se umple balonul până la semn. Linia de lichid trebuie să se oprească pe linia de măsurare. Se transferă soluția etalon în polarimetru și se așteaptă până când temperatura este stabilă la 20°C. Polarimetrul trebuie să afișeze un conținut de zahăr corectat de 15°Z la o concentrație de 19,5 grame pe litru. Abaterea absolută nu trebuie să depășească 0,1 Aceasta înseamnă că rezultatul trebuie să fie cuprins între 14,9 și 15,1 °Z. Se Noteaza valoarea verificării zilnice în scopuri de documentare.



INSTRUCTIUNE DE LUCRU
DETERMINARE POLARIZATIEI SFECLA DE ZAHAR
PRIN METODA DIGESTIEI LA RECE

Cod: CC IL 62
Editia: 8
Pag. 3 / 4

6. RESPONSABILITATI:

6.1 Manager Calitate

- a. Raspunde de asigurarea reactivilor, instrumentelor / ustensilelor si materialelor necesare pentru efectuarea analizelor.
- b. Asigura suportul tehnic, mentenanta echipamentelor de laborator si verificare/ etalonarea metrologica externa

6.2 Responsabil receptie sfecla

- a) Coordoneaza activitatea laboratorului receptie sfecla.
- b) Instruieste personalul din cadrul Laboratorului receptie sfecla.
- c) Raspunde de verificarea metrologica interna a aparaturii de laborator.
- d) Prepara si verifica reactivii pentru determinarile de polarizatie conform CC IL 79.
- e) Verifica si inregistreaza temperatura din rezervorul agentului de limpezire.
- f) Verifica si inregistreaza densitatea agentului de limpezire.
- g) Asigura identificarea si pastrarea probelor de pasta inghetata pe perioada stabilita in instructiunea de receptie.
- h) Verifica temperatura de pastrare a probelor congelate.

6.3 Sef schimb Control Calitate

- a) Raspunde de prepararea reactivilor necesari pentru efectuarea probelor conform CC IL 79.
- b) Asigura suportul tehnic in laborator pe perioada unui schimb in timpul campaniei.
- c) Asigura reactivii, solutia standard de zaharoza de verificare, echipamentele si materialele de laborator necesare pentru efectuarea analizelor.

6.4 Laborant

- a) Realizeaza analizele pentru probele de pasta primite.
- b) Urmareste buna functionare a aparatelor pe durata efectuarii fiecărei analize conform indicatiilor din prezenta instructiune .
- c) Urmareste mentinerea nivelului si temperaturii agentului de defecare in rezervor si asigura alimentarea continua a acestuia la parametrii stabiliti de functionare.
- d) Urmareste proba pe toata linia automata de analiza.
- e) Face citirile la polarimetru si urmareste inregistrarea corecta a rezultatelor obtinute pe suport informatic si pentru probele efectuate manual in formularele aferente.
- f) Verifica de 2 ori pe schimb cu solutia standard de zaharoza de 15°Z acuratetea determinarilor la polarimetru.

7 . INREGISTRARI:

- Rezultatele analizelor pe suport electronic disponibile in baza de date .
- Formular „Registru rezultate probe digestie si glucoza sfecla -[CC IL 62 F01]”
- Formular „Verificare densitate si temperatura solutie sulfat de aluminiu 0.3% - [CC IL 62 F02]
- Formular „Verificare temperatura pastrare probe pasta sfecla inghetata -[CC IL 62 F03].



INSTRUCTIUNE DE LUCRU
DETERMINARE POLARIZATIEI SFECLA DE ZAHAR
PRIN METODA DIGESTIEI LA RECE

Cod: CC IL 62
 Editia: 8
 Pag. 4 / 4

Editia	Data	Modificari	Aprobat	Verificat	Elaborat
1	19.03.2009	Initial	Director Agricol si Calitate Gebhard Mueller	Director Calitate Catalin Simionescu	Sef Control Calitate Violeta Domnu
2	01.03.2012	Integral	Manager Calitate Domnu Violeta	Manager Calitate Domnu Violeta	Responsabil Laborator Receptie sfecla Cociorva Roxana
3	15.02.2013	Integral	Manager Calitate Domnu Violeta	Manager Calitate Domnu Violeta	Responsabil Laborator Receptie sfecla Cociorva Roxana
4	15.02.2015	Eliminarea modului de lucru cu agent de limpezire acetat bazic de plumb	Manager Calitate Domnu Violeta	Manager Calitate Domnu Violeta	Responsabil Laborator Receptie sfecla Cociorva Roxana
5	15.09.2016	Cap.5.4, 5.6, 6	Manager Calitate Domnu Violeta	Manager Calitate Domnu Violeta	Responsabil Laborator Receptie sfecla Cociorva Roxana
6	03.09.2018	Cap. 5.1; 5.4 Cap.6	Manager Calitate Domnu Violeta	Manager Calitate Domnu Violeta	Responsabil Laborator Receptie sfecla Cociorva Roxana
7	07.09.2020	Cap.5.5; 6.2; 7	Manager Calitate Domnu Violeta	Manager Calitate Domnu Violeta	Responsabil Receptie sfecla Cretu Florin
8	01.09.2025	Cap. 5; 6	Director Fabrica Simionescu Catalin	Manager Controlul Calitatii Martinas Narcisa	Responsabil Receptie sfecla Cretu Florin