

---

**RASVAGLOBULIINIEN KOON VAIKUTUS  
KEVYTJUUSTON VALMISTUKSEEN JA  
OMINAISUUKSIIN**



Ammattikorkeakoulun opinnäytetyö

Bio- ja elintarviketekniikan koulutusohjelma

Hämeenlinna, kevät 2016

*Jaana Jääskeläinen*

Jaana Jääskeläinen



Visamäki  
Bio- ja elintarviketekniikka  
Meijeriteknologia

---

<b>Tekijä</b>	Jaana Jääskeläinen	<b>Vuosi</b> 2016
<b>Työn nimi</b>	Rasvaglobuliinien koon vaikutus kevytjuuston valmistukseen ja ominaisuuksiin	

---

## TIIVISTELMÄ

Juuston koostumus ja sen aistittavat ominaisuudet vaikuttavat suuresti kuluttajien ostokäyttäytymiseen. Kevytjuustoissa suutuntuma on usein kova ja kumimainen. Opinnäytetyön aiheena oli rasvaglobuliinien koon vaikutus kevytjuuston aistinvaraisiin ominaisuuksiin.

Kirjallisuusosassa perehdyttiin maidon rasvaan ja rasvaglobuliinien koostumukseen. Lisäksi tarkasteltiin kalvosuodatusmekaniikoita ja niiden soveltuvuutta erilaisiin rasvafraktioihin liittyviin erotusmenetelmiin. Polymeerisen ja keraamisen mikro-suodatuskalvon ominaisuuksia ja eroja tutkittiin myös kirjallisuusosuudessa.

Tutkimuksessa käytettäviksi kalvoiksi valittiin keraaminen ja polymeerinen mikro-suodatuskalvo (MF) ja tarkoitus oli selvittää, saadanko näillä kalvoilla eroja rasvaglobuliinien fraktiointiin.

Verrattaessa permealiteiden rasvoja, kuiva-aineita ja proteiineja tilastollisesti polymeerisen ja keraamisen MF-kalvon välillä voitiin todeta keraamisen kalvon soveltuvan paremmin tähän tutkimukseen, sillä kalvo päästi rasvaa tehokkaammin läpi eli myös permealiteissa oli rasvaa. Tilastollisesti kalvojen ero rasvojen osalta oli  $P < 0,001$ . Suutuntuma ja rakenne oli pehmeämpi sekä permealiteista että retentaattista valmistetuista juustoista verrattuna Edam 17 %:n juustoon. Juustosaannoissa eikä siirtymäluvuissa ollut tilastollista eroa verrattuna Edam 17 %:n juustoon.

Jatkoa ajatellen kokeita tarvittaisiin huomattavasti enemmän, jolloin saataisiin parempi tieto permealiteiden hyödyntämisestä. Tämänkin tutkimus osoitti jo sen, että sekä retentaattia ja permealiteita voidaan käyttää juustonvalmistukseen parantamaan aistinvaraisia ominaisuuksia.

**Avainsanat** rasvaglobuliini, kalvosuodatus, permealite, retentaatti

**Sivut** 33s. + liitteet 7s.

Visamäki  
Degree Programme in Biotechnology and Food Engineering  
Dairy Technology

---

<b>Author</b>	Jaana Jääskeläinen	<b>Year</b> 2016
<b>Subject of Bachelor's thesis</b>	Effect of different fat globule size on light cheese yield and quality	

---

## ABSTRACT

The composition and organoleptic features of cheese greatly influence consumers' buying behavior. The texture and mouthfeel of low fat cheeses are often hard and rubbery. The purpose of this Bachelor's thesis was to study how the sizes of milk fat globules influence the texture and sensory qualities of low fat cheeses.

The literature review focused on the composition of milk fat and fat globules. Different membrane techniques and their suitability to separate different fat fractions were also reviewed. Differences and features between polymeric and ceramic microfiltration membranes were also the subject of the review.

One ceramic and one polymeric MF membrane were chosen to be used in the study. The aim was to find out differences between these membranes when the fat globules were fractionated.

Permeates from polymeric and ceramic filtrations were analyzed on fat, dry matter and protein. The results of the study showed that the ceramic membrane was more suitable for this study as the fat penetrated more effectively when the ceramic membrane was used. The difference was statistically significant  $P < 0,001$ . The texture and mouthfeel of cheeses made from permeate and retentate were softer compared to the control cheese Edam 17 %. There was no statistical difference in cheese yields and the transition sections compared to the control cheese.

Further studies and experiments are needed in order to get better knowledge of the benefits of permeate. Nevertheless, this study showed that both retentate and permeate could be used to improve the sensory qualities of cheese.

**Keywords** fat globulin, membrane filtration, permeate, retentate

**Pages** 33 p. + appendices 7 p.



# SISÄLLYS

1	JOHDANTO.....	1
2	MAIDON KOOSTUMUS.....	2
2.1	Maidon rasva.....	3
2.2	Rasvan jakauma maidossa.....	4
2.3	Rasvahappokoostumus.....	6
3	KALVOSUODATUSTEKNIIKAT.....	6
3.1	Polymeerinen spiraalikalvo.....	9
3.2	Keraaminen kalvo.....	10
3.3	Mikrosuodatus MF.....	12
3.4	Kalvosuodatus juustonvalmistuksessa.....	13
4	RASVAN MERKITYS JUUSTONVALMISTUKSESSA.....	15
5	MATERIAALIT JA MENETELMÄT.....	15
5.1	Työn tavoitteet.....	16
5.2	Koeajot.....	16
5.3	Suodatukset.....	16
5.4	Polymeerikalvo.....	17
5.5	Keraaminen kalvo.....	18
5.6	Tutkimuksessa käytetty koekalvo.....	18
5.7	Partikkelikokojakauma.....	19
5.8	Juuston valmistus.....	20
5.9	Minijuustot.....	21
6	TULOKSET.....	23
6.1	Polymeerikalvo.....	23
6.2	Keraaminen kalvo.....	24
6.3	Suodatusajojen tulokset.....	25
6.4	Juuston valmistuksen tulokset.....	28
6.5	Minijuustojen tulokset.....	30
7	TULOSTEN TARKASTELU.....	31
7.1	Polymeerinen MF-kalvo.....	31
7.2	Keraaminen MF-kalvo.....	31
7.3	Juustot.....	32
8	JOHTOPÄÄTÖKSET JA POHDINTA.....	32
	LÄHTEET.....	33
Liite 1	Permeaattien rasvojen tilastolliset erot polymeerisen ja keraamisen MF-kalvon välillä.	

- 
- Liite 2 Permeaattien kuiva-aineiden tilastolliset erot polymeerisen ja keraamisen MF-kalvon välillä
- Liite 3 Permeaattien proteiinien tilastolliset erot polymeerisen ja keraamisen MF-kalvon välillä
- Liite 4 Rasvojen tilastolliset erot permeaatin ja retentaatin välillä keraamisella MF-kalvolla
- Liite 5 Kuiva-aineiden tilastolliset erot permeaatin ja retentaatin välillä keraamisella MF-kalvolla
- Liite 6 Proteiinien tilastolliset erot permeaatin ja retentaatin välillä keraamisella MF-kalvolla
- Liite 7 Laskukaavat rasvattoman osan vesipitoisuuden, kuiva-aineen rasvan, siirtymälukujen, maidon menekin ja juustosaannon laskuihin

## 1 JOHDANTO

Opinnäytetyön aiheena oli rasvaglobuliinien koon vaikutus kevytjuuston valmistukseen ja aistinvaraisiin ominaisuuksiin. Toimeksiantaja oli Valio Oy. Työskentelen Valio Oy Lapinlahden tehtaalla Tutkimus- ja tuotekehityksessä tuotekehitysassistenttina.

Valio Oy Lapinlahden tehtaalla valmistetaan emmental- ja erikoisjuustoja sekä vähäsuolaisia herajauheita. Myös koejuustola sekä jauheiden erikoistuotetehdas koko Valion tarpeisiin toimivat Lapinlahdella. Lapinlahden tehtaan osuus Valion juuston valmistuksesta on n. 35 % ja jauheen n. 48 %, josta Demi™ 90 -jauheiden osuus on n. 83 %.

Juustonvalmistuksessa syntyvä hera kuivataan vähäsuolaisiksi herajauheiksi, joita käytetään pääasiassa lastenruokien valmistukseen. Herajauheista menee vientiin yli 90 %, kohdealueina ovat EU, Kiina ja Kaukoitã, kaikkiaan 28 eri maata. Lapinlahden emmentaljuustosta viedään n. 75 % USA:n, Belgian, Italian ja Ranskan markkinoille. Edam-tyyppisiä juustoja menee vientiin 9 % valmistuksesta, lähinnä USA:han ja Kyprokselle.

Lapinlahden tehtaan tuotantomäärã vuonna 2014 oli 53,1 milj. kg, josta juustojen osuus oli 23,6 milj. kg ja jauheiden 29,5 milj. kg.

Työn tarkoituksena oli testata kahta eri suodatuskalvoa rasvan fraktiointiin ja saatujen fraktioiden vaikutusta kevytjuuston valmistukseen ja aistinvaraisiin ominaisuuksiin.

Suodatusmenetelmät ovat kehittyneet, joten kerman eri komponenttien fraktiointiã on mahdollista tutkia. Kalvosuodatusmenetelmiã käytetään eri yhdisteiden konsentroidintiin, puhdistamiseen ja erotteluun. Kalvosuodatuksessa komponentit erotellaan niiden koon perusteella, pienet hiukkaset pääsevät kalvon läpi, jolloin muodostuu permeaatti ja suuret hiukkaset tiivistyvät retentaatiksi. Voima, joka suodatuksia ajaa eteenpäin suodatinlaitteissa, on paine-ero retentaatti- ja permeaattipuolen välillä.

Suodatuskalvojen tehokkuutta mitataan läpäisevyydellä ja selektiivisyydellä. Kalvon läpi virtaava permeaattivuo kertoo kalvon läpäisykyvystä ja selektiivisyys taas kertoo kalvon kyvystä läpäistä tai pidättää erotettavia molekyylejä.

Tutkittaviksi kalvoiksi suodatukseen valittiin keraaminen ja polymeerinen mikrosuodatuskalvo (MF). Suodatuksesta saatujen jakeiden partikkelikojakaumien perusteella valittiin kalvo, jonka jakeita käytettiin juustonvalmistukseen. Partikkelikojakaumien perusteella tutkimukseen valittiin keraaminen MF-kalvo.

## 2 MAIDON KOOSTUMUS

Lehmänmaito koostuu vedestä, rasvasta, proteiineista, laktoosista, sekä mineraaleista ja hivenaineista. Maidon hiilihydraatit ovat laktoosia. (Bylund 2003, 22.) Maidon eri komponenttien jakauman prosentuaalinen osuus näkyy kuvassa 1.

**Table 2.3**

*Quantitative composition of milk*

Main constituent	Limits of variation		Mean value
Water	85.5	– 89.5	87.5
Total solids	10.5	– 14.5	13.0
Fat	2.5	– 6.0	3.9
Proteins	2.9	– 5.0	3.4
Lactose	3.6	– 5.5	4.8
Minerals	0.6	– 0.9	0.8

Kuva 1. Bylund, G. 2003. Quantative composition of milk. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 22.

Useimmat komponenteista ovat liuenneita. Liukenemattomia yhdisteitä on maidon rasvassa ja tietyn tyyppisessä proteiinissa eli kaseiinissa. Liukenemattomuus johtuu joko komponenttien suuresta koosta tai siitä, että komponenttien molekyylit eivät ole tasaisesti jakautuneena maitoon. Maidon komponenteista rasvapalloilla on suurin koko. (Tapaila 2014.)

Maidon koostumuksen vaihtelu riippuu eläinlajista ja -rodusta, siihen vaikuttaa myös eläinten terveydentila, ruokinta, ikä, laktaatiokauden vaihe sekä vuodenaika (Jensen 1995; Tapaila 2014). Maidossa olevan rasvan määrä vaihtelee useiden muuttujien toimesta, mutta yleisesti maidon rasvapitoisuus on kesällä alhaisimmillaan ja talvella korkeimmillaan. (Fox & McSweeney 1998).

Maidossa olevat proteiinit jaetaan kahteen ryhmään: heraproteiineihin ja kaseiineihin. Heraproteiinit ovat kolloidiliuoksessa ja kaseiinit kolloidisuspensiossa. (Bylund 2003, 19.) Heraproteiinien osuus kaikista maidon proteiineista on noin 20 % ja kaseiinien vastaavasti 80 %. Kaseiinit jaetaan neljään alayksikköön:  $\alpha_1$ -,  $\alpha_2$ -,  $\beta$ - ja  $\kappa$ -kaseini. Heraproteiineista eniten on  $\beta$ -laktoglobuliinia (noin 50 %) ja  $\alpha$ -laktalbumiinia (noin 20 %). Loppuosa heraproteiineista koostuu pääasiassa eri immoglobuliineista ja veren seerumin albumiineista. (Fox & Mc-Sweeney 1998.)

Laktoosia esiintyy vain maidossa ja se kuuluu ryhmään orgaaniset kemialliset yhdisteet. Laktoosi eli maitosokeri on maidon pääasiallinen hiilihydraatti. Laktoosi on koostunut kahdesta monosakkaridista: D-galaktoosista ja D-glukoosista. Laktoosi on siis disakkaridi. Laktoosin osuus maidossa on noin 4,8 g/100 g. Kuumennettaessa maito korkeaan lämpötilaan ja pidettäessä siellä, maidon väri muuttuu ruskeaksi ja maku karamellimaisek-



si. Tätä kemiallista reaktiota laktoosin ja proteiinin välillä kutsutaan Mail-lard-reaktioksi. Laktoosi on vesiliukoinen ja esiintyy molekyyliliuoksena maidossa. Juustonvalmistuksessa suurin osa laktoosista jää liuenneena he-raan, josta se voidaan suodatustekniikoita hyödyntäen erottaa. Tavalliseen sokeriin verrattuna laktoosi ei ole läheskään niin makea. (Bylund 2003; Walstra ym. 2006.)

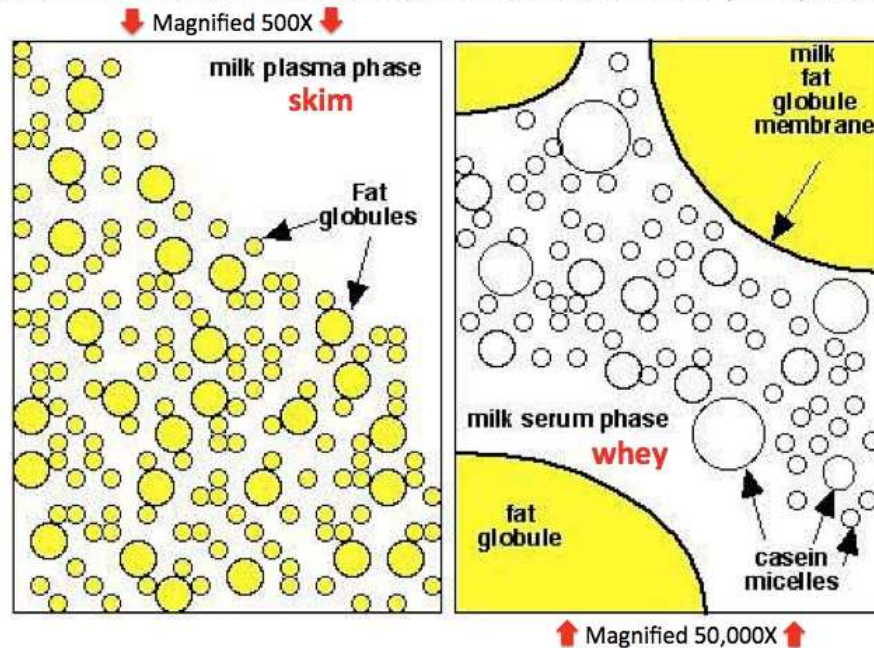
Maito sisältää myös erilaisia mineraaleja. Mineraalisuoloja esiintyy liuok-sena maidon seerumissa tai kaseiiniyhdisteinä. Tärkeimpiä suoloja ovat kalsium, natrium, kalium ja magnesium. Ne esiintyvät fosfaatteina, klori-deina, sitraatteina ja kaseinaatteina. Mineraalien yhteenlaskettu pitoisuus maidossa on alle 1 %. (Bylund 2003; Walstra ym. 2006.)

### 2.1 Maidon rasva

Maitorasva koostuu triglyserideistä, di- ja monoglyserideistä, rasvahapoi-sista, steroleista, karotenoideista (antaa rasvalle keltaisen värin), rasvaliukoi-sista vitamiineista (A, D, E, K) ja muista hivenaineista (Bylund 2003, 22). Maidon rasvasta suurin osa on triglyserolim muodossa, jolloin glyseroliin on sitoutunut kolme rasvahappoa (Aho & Hildén 2007).

Rasva antaa esimerkiksi juuston rakenteeseen elastisuutta, siitä muodostuu tuotteisiin aromiyhdisteitä, mutta myös ei-toivottuja virhemakuja aiheutta-via yhdisteitä hydrolyysin ja/tai oksidatiivisen hapettumisen seurauksena (Fox & Mc-Sweeney 1998; Michalski ym. 2004). Maidossa olevien ras-vapallosten jakaantuminen on esitelty kuvassa 2.

Milk is an Emulsion of Fat Globules in a Plasma Phase (Skim) with ...



... Casein Micelles in a Colloidal Suspension in a Serum Phase (Whey)

Kuva 2. Gerogetown Food Studies. A Nutritional View of Breastfeeding. Viitattu 18.2.2016.

<https://blogs.commonsgororgetown.edu/gufoodstudies/2013/07/14/a-nutritional-view-of-breastfeeding/>

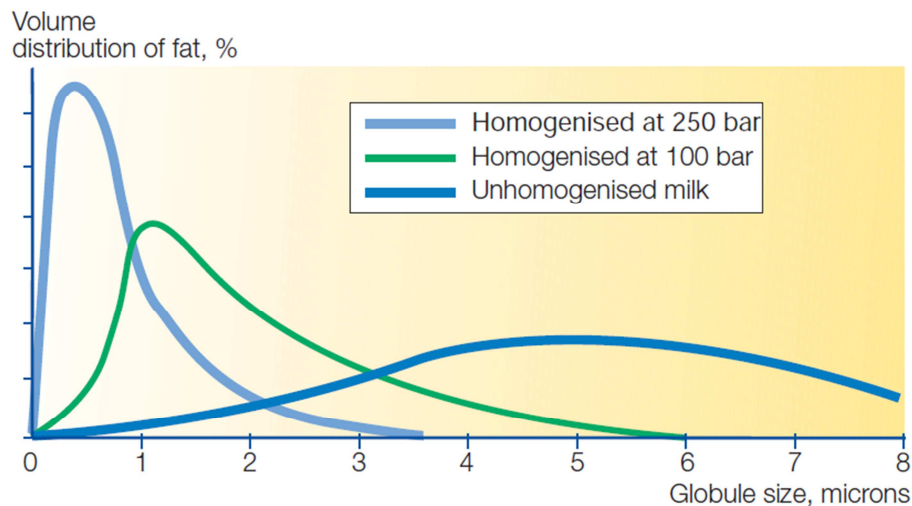
Maito on rasvavedessä tyyppinen emulsio, koska maitorasva on pieninä palloina jakaantuneena vesiosaan (Bylund 2003, 22).

## 2.2 Rasvan jakauma maidossa

Maidossa oleva maitorasva esiintyy rasvapallosina ja niitä kuvaillaan niiden koon, lukumäärän ja pinta-alan perusteella. Rasvapallosten koko vaihtelee 0,1–15  $\mu\text{m}$ :iin ja niiden keskimääräinen koko on noin 4  $\mu\text{m}$ . Maidon rasvapallosista suurin osa on kooltaan pieniä, noin 80 % maidon rasvapallosista on halkaisijaltaan alle 1  $\mu\text{m}$ . Yksi millilitra maitoa sisältää n. 15 biljoonaa rasvapallosta. (Goudédranche ym. 2000; Michalski ym. 2004, 344.)

Maidossa esiintyvien rasvapallosten ympärillä on natiivi biologinen kalvo, jonka avulla rasvapalloset ovat yhteensopivia vesipitoisen ympäristön kanssa. Tätä kalvoa kutsutaan membraanikalvoksi (MFGM). (Michalski ym. 2004, 344.) Kalvon tehtävänä on pitää rasvapallot erillään ja suojata maitorasvaa triglyseridejä hajottavilta entsyymeiltä, näitä entsyymejä kutsutaan lipaaseiksi (Bylund 2003, 22). Rasvapallosten ympärillä oleva membraanikalvo toimii emulgaattorina eli se pitää maidon emulsiona (Kammerlehner 2000, 19). Membraanikalvo koostuu fosfolipideistä, lipoproteiineista, proteiineista, nukleiinihapoista, kerebrosideista, entsyymeistä ja hivenaineista (Bylund 2003, 22).

Maidon rasvapalloset nousevat maidon pinnalle, eli maito kermoutuu, jos se jätetään seisomaan joksikin aikaa. Tämä johtuu siitä, että rasvapalloset ovat maidon suurimpia ja kevyimpiä partikkeleja. Rasvapallosten pienestä koosta johtuen kermoutuminen on hidas prosessi. Kermoutumista tapahtuu huoneenlämmössäkin, mutta nopeimmin maito kermoutuu jääkaappilämpötilassa. Maidossa on luontaisesti agglutiini-nimistä proteiinia, joka edesauttaa kylmäkermoutumista ja toimii kylmässä. Agglutiini takertuu rasvapallosten pinnalle ja vetää niitä toisiinsa. Näin syntyy rasvapallojoukkioita, joka edesauttaa maidon kermoutumista jääkaappilämpötilassa. (Aho & Hildén 2007, 32; Fox & Mc-Sweeney 1998.) Teoriaa, johon sekä kermoutuminen, että rasvan erottuminen separoitaessa perustuvat, kutsutaan Stokesin laiksi. Stokesin laissa vastusvoima on suoraan verrannollinen nopeuteen  $f=kv$ , verrannollisuuskerroin  $k$  riippuu kappaleen koosta ja muodosta sekä väliaineen ominaisuuksista. Laskeutuminen on laminaarista. (Tapaila, 2014.) Kuvassa 3 (s. 5) näkyy erikokoisten rasvapallosten esiintyminen maidossa. Rasvapallosten koko taas riippuu homogeenointipaineesta (Bylund 2003, 128).



Kuva 3. Bylund, G. 2003. Size distribution curves. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 128.

Maidon kermoutumista voidaan estää esimerkiksi homogenoinnilla. Maidon homogenoinnilla rasvapallosten koko saadaan pääsääntöisesti alle 1  $\mu\text{m}$ :n (0,2–0,3  $\mu\text{m}$ ) (kuva 3). Rasvapallosten koko vaihtelee riippuen homogenoinnin voimakkuudesta. Homogenoinnissa rasvapalloset pilkkoutuvat ja ne menettävät membraaninsa, jolloin niiden pinta-ala kasvaa. (Aho & Hildén 2007, 67–68.) Homogenoitu maito on altis lipaaseille, joten se täytyy pastöroida välittömästi homogenoinnin jälkeen. Muuten hallitsematon lipolyysi voi aiheuttaa pahoja makuvirheitä maitoon. (Kammerlehner 2000, 19.) Membraanin kalvon rikkoutuessa kaseiinimisellit ja heraproteiinit siirtyvät maidon vesiosasta rasvapallosten pinnalle, jolloin syntyy uusi membraanikalvo. Näistä yhdessä yhdistelmälipidien kanssa rasvapalloset muodostavat maitoon emulsion, joka on hyvin pysyvä. (Aho & Hildén 2007, 67–68.)

Homogenoitava maito on lämmitettävä 55–60-asteiseksi ennen homogenointia. Homogenoinnissa maito puristetaan kovalla paineella ja nopeasti homogenisaattorissa olevien pienten reikien läpi. Rasvapalloset venyvät reikien läpi kulkiessaan rihmoiksi, jolloin paine rasvapallosissa kasvaa. Kun rasvapalloset pääsevät pienten reikien läpi, niiden paine laskee äkillisesti, mikä aiheuttaa rasvarihmojen pilkkoutumisen uusiksi pienemmiksi rasvapallosiksi. (Aho & Hildén 2007, 67.)

Homogenointi turmelee kuitenkin rasvapallosten alkuperäisrakennetta ja muuttaa näin ollen rasvan luontaisia ominaisuuksia, johtuen käsittelyn voimakkuudesta. Mikrosuodatuksella on mahdollista erotella rasvapallosia muuttamatta niiden fysikaalisia ominaisuuksia. Rasvapallosten erottelun mikrosuodatuksella tekee mielenkiintoiseksi se, että erikokoisilla rasvapallosilla on todettu olevan erilaisia funktionaalisia ominaisuuksia. Maitotuotteen rakenteesta saadaan pehmeä ja elastinen käytettäessä alle 2  $\mu\text{m}$ :n rasvapallosia niiden valmistuksessa. (Goudédranche ym. 2000; Michalski ym. 2004; 2006.)

### 2.3 Rasvahappokoostumus

Kolmen rasvahapon liittyessä esterisidoksella glyseroliin, syntyy triglyseridi. Triglyseridejä (triasyyliglyseroleja) on maidon lipideistä noin 98 %. Maidossa on myös pieniä määriä di- ja monoglyseridejä. (Walstra ym. 2006.)

Olellaisia rasvahappoja on vain noin kymmenkunta, vaikka maidon rasva sisältää satoja eri rasvahappoja. Lehmänmaidossa suurin osa rasvahapoista on 14, 16 tai 18 hiilen ketjuja. Rasvahappo sisältää 1–3 kaksoissidosta ja sen tyydyttyneisyysaste vaihtelee. Suurin osa tyydyttymättömistä maidon rasvahapoista on öljyhappoa (n. 70 %). Öljyhappo on 18 hiiltä sisältävä kertatyydyttymätön rasvahappo. Lehmänmaidosta tyydyttyneitä rasvahappoja on noin 62 %, tyydyttymättömiä noin 29 % ja monityydyttymättömiä noin 4 %. Rasvahapoista on lisäksi 7–8 % lyhytketjuista (C4–C8). Maidon rasvahappokoostumukseen vaikuttaa geneettisten tekijöiden lisäksi eläimen ruokinta. (Walstra ym. 2006).

## 3 KALVOSUODATUSTEKNIIKAT

Kalvosuodatustekniikoita käytetään erotusmenetelmänä ioni- ja molekyyllitasolla. Ne perustuvat ionien ja molekyylien liikkeeseen puoliläpäisevän kalvon läpi joko paineen tai sähkökentän avulla. Tätä tekniikkaa on hyödynnetty jo 1970-luvulta meijeriteollisuudessa. (Bylund 2003, 131.)

Kuvassa 4 on puoliläpäisevän kalvon toiminnan peruseräite, jota on verrattu perinteiseen suodatukseen.

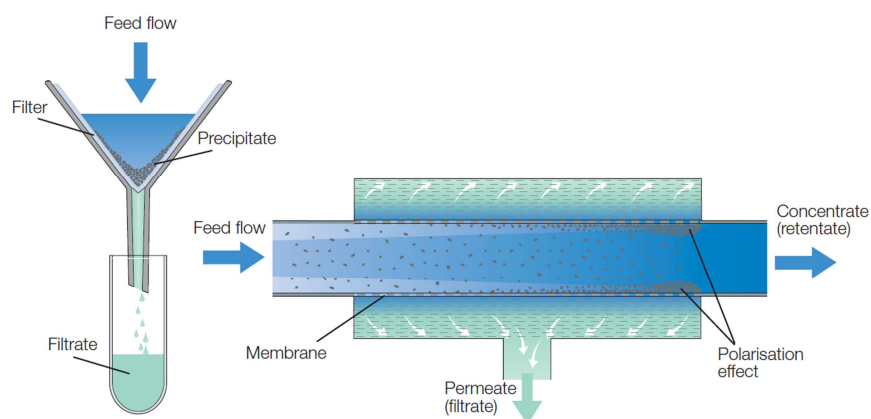


Fig. 6.4.2 Basic differences between conventional dead-end filtration and cross-flow membrane filtration.

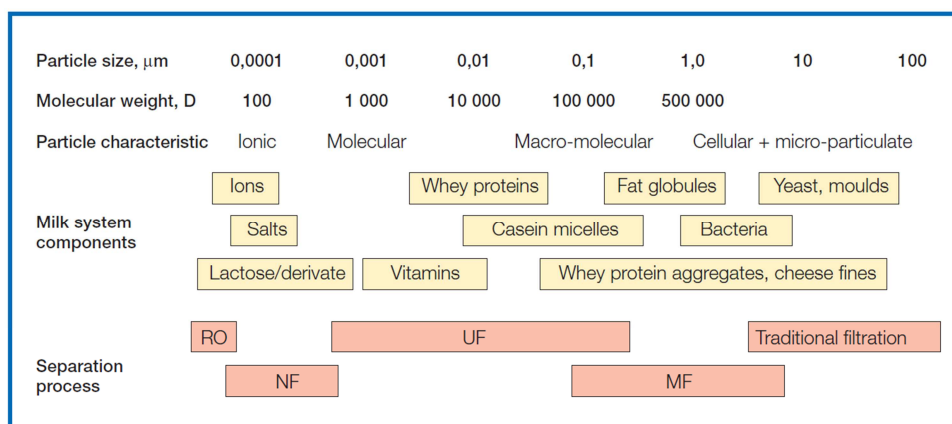
Kuva 4. Bylund, G. 2003. Basic differences between conventional dead-end filtration and cross-flow membrane filtration. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 132.

Kalvosuodatuksessa pienet partikkelit pääsevät kalvon läpi, jolloin syntyy permeaattia. Suodatuksessa suuret partikkelit, jotka eivät läpäise kalvoa tiivistyvät retentaatiksi. (Bylund 2003, 132.)

Perinteiset suodattimet ovat yleensä paksuja ja avonaisia rakenteeltaan ja ne on valmistettu paperista. Kalvosuodattimet taas ovat ohuita ja hallittuja huokoskooltaan. Kalvosuodatinten valmistusmateriaalit ovat polymeerit ja

keraaminen, harvemmin valmistetaan enää kalvoja selluloosasta. Suodatuksissa käytettävä voima, joka ajaa suodatusta eteenpäin, on paine-ero. Virtauspumppu aiheuttaa tangentiaalivirtauksen. Tämä tarkoittaa sitä, että painepumput saavat aikaan suodattumisen cross flow-periaatteella eli ts. poikittain tangentiaaliseen virtaukseen nähden. Kalvosuodatuslaitteet ovat suljettuja kiertoja. (Bylund 2003, 132.)

Suodatusteknologioiden jako eri laitteistojen välillä perustuu suodatuskalvojen ominaisuuksiin ja suodatuksissa käytettäviin suodatuspaineisiin. Meijeriteollisuudessa hyödynnetään viittä eri kalvotekniikkaa: käänteisosmoosia (RO), nanosuodatusta (NF), ultrasuodatusta (UF), mikrosuodatusta (MF) ja elektrodialyysiä (ED). (Bylund 2003, 131.) Kuvassa 5 on esitelty kalvoerotustekniikoiden käyttökohteet partikkelikoon perusteella meijeriteollisuudessa.



Kuva 5. Bylund, G. 2003. Spectrum of application of membrane separation processes in the dairy industry. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 132.

RO-menetelmällä konsentroidaan eli tiivistetään nesteitä poistamalla niistä vettä. Tällä menetelmällä voidaan esimerkiksi käsitellä tuotannon prosessivesiä ja näin ollen vähentää jätevesikuormaa. MF-, UF-, ja NF-menetelmillä voidaan erotella erilaisten nesteiden komponentteja, kuten rasvaa, proteiineja ja kivennäisaineita. NF-menetelmällä voidaan samalla sekä konsentroida että poistaa suoloja. (Heino 2009.)

RO-, ja NF-menetelmillä syötön paine on huomattavasti suurempi, kuin MF-menetelmissä. UF-menetelmillä paine on lähempänä MF-menetelmiä. Tämä johtuu siitä, että syötettävä neste täytyy pakottaa huokoskooltaan pienemmän suodatuskalvon läpi. (Heino 2009.) Kuvassa 6 (s. 8) esitellään kalvosuodatuksen menetelmät, käytettävät paineet ja kalvojen huokoskoot ja niiden läpäisykyky.



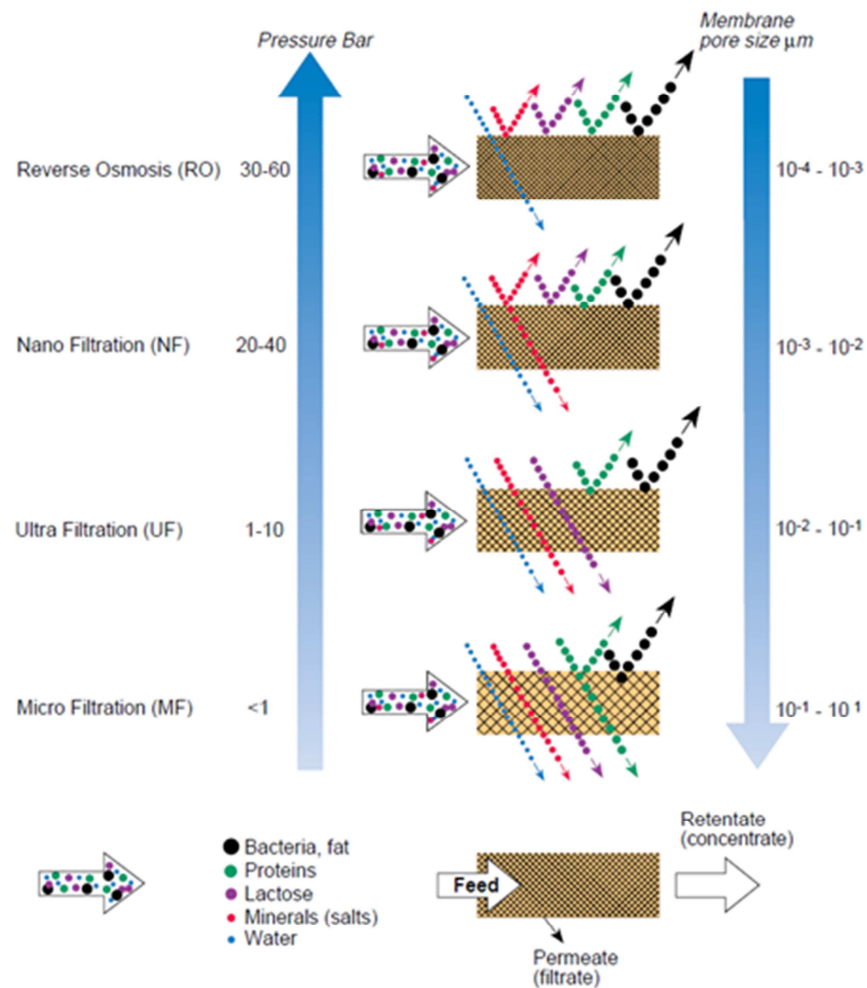


Fig 6.4.3 Principles of membrane filtration.

Kuva 6. Bylund, G. 2003. Principles of membrane filtration. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 133.

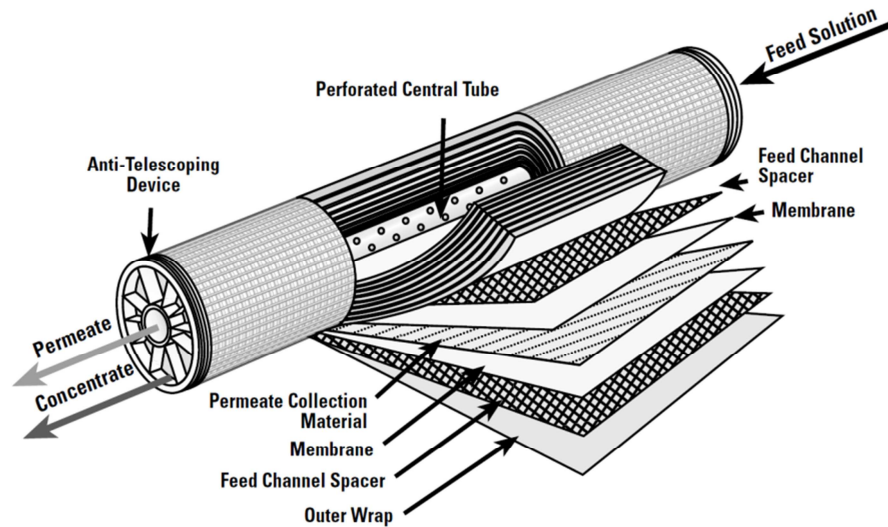
Suodatuksessa paine-eron seurauksena osa syötöstä kulkeutuu kalvon läpi, jolloin syntyy permeaattivuo ( $l \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$ ) (flux). Tämä ilmoitetaan yleensä permeaattivirtauksena ( $l \cdot h^{-1}$ ) /suodatusala ( $m^2$ ). Permeaattivuo syntyy retentaatti- ja permeaattipuolen paine-eron seurauksena ( $P_{retentaatti} > P_{permeaatti}$ ). Tämä paine-ero on eri huokoskoon omaavilla kalvoilla erilainen, eli mitä pienempi huokoskoko sitä suurempi tulee paine-eron olla. Konsentrintikerroin (CF) kuvaa syötön suhdetta syntyneen retentaatin määrään. (Aaltonen, esitelmä 24.3.2014.)

Jokainen prosessi suunnitellaan suodatuksen tarkoituksen ja suodatettavan nesteen perusteella. Suodatinlaitteistot voidaan jakaa myös neljään eri tyyppiin: levysuodattimiin, putkimallisiin suodattimiin, spiraalisuodattimiin ja ontokuitusuodattimiin. (Aho & Hildén 2007, 80–82.)

### 3.1 Polymeerinen spiraalikalvo

Spiraalikalvot suunniteltiin alun perin suolanpoistoon vedestä, mutta erittäin kompakti muotoilu ja alhainen hinta tekivät siitä suosittua muillakin teollisuuden aloilla (Wagner 2001, 16).

Polymeerinspiraalisuodatin on yleisin suodatuskalvojen muoto. Spiraalisuodattimessa kalvomateriaali on taitettu pussimaiseksi ja rullattu sisusputken ympärille. (Aho & Hildén 2007, 79, 82.) Polymeerispiraalikalvon rakenne näkyy kuvassa 7.



Kuva 7. Wagner, J. 2001. The spiral wound element. Membrane Filtration Handbook Practical Tips and Hints. England: Osmonics, 16.

Polymeerikalvoilla on hyvä hinta-hyöty-suhde ja siksi niitä käytetään paljon. Polymeerispiraalikalvossa virtauksen epätasaisuuden aiheuttaa suodatuskalvojen välissä oleva muovinen verkkomainen välikappale, jota kutsutaan feed spaceriksi ja se on kalvoissa välttämätön. (Bylund 2003, 135.)

Polymeerikalvot eivät kestä korkeita eivätkä matalia pH-arvoja omaavia kemikaaleja, joten niiden puhdistaminen on hankalaa. Kalvojen puhdistus 50 °C:n lämpötilassa pH:n on oltava 2–11 välillä ja 55 °C:n lämpötilassa pH välillä 3–9. Tästä huolimatta niiden käyttö on yleistä, koska keraamiset suodatuskalvot ovat huomattavasti kalliimpia kuin polymeeriset. (Saario 2013.)

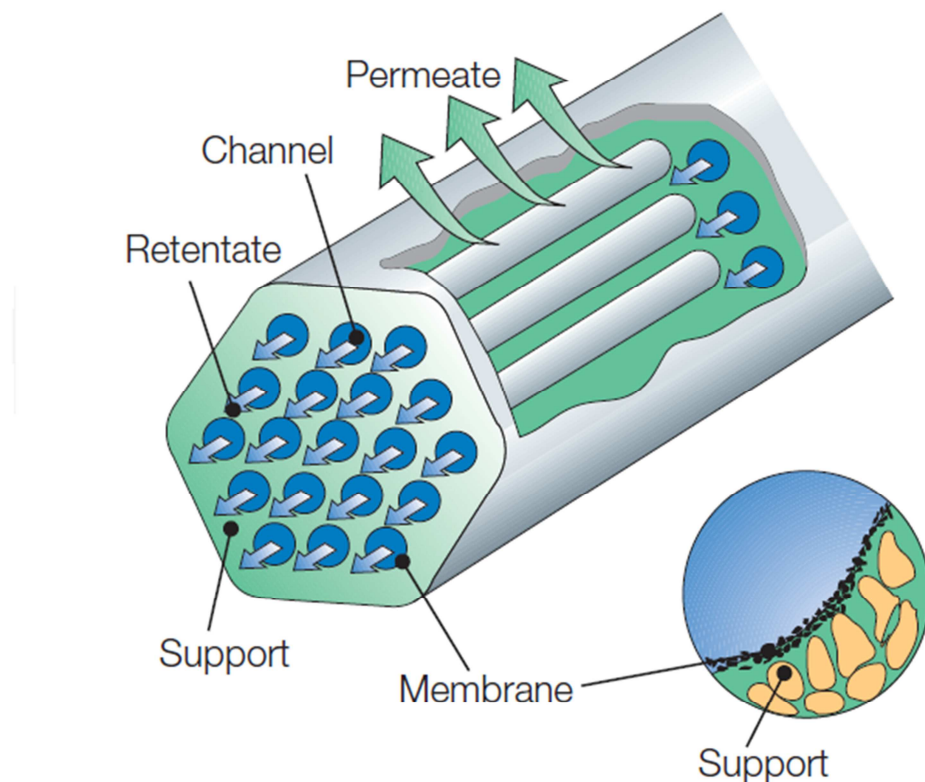
Polymeerisessä spiraalisuodattimessa olevat elementit sisältävät yhden tai useamman kalvon ja ne muodostavat ns. kirjekuoren. Kalvot tiivistetään liimalla. Nämä kirjekuoret koostuvat kahdesta membraanikerroksesta, joiden välissä on läpäisevä kalvomateriaali. Pussin sisällä on permeaatti spacerit, jotka estävät kalvojen tarttumisen toisiinsa ja mahdollistavat permeaatin kulkeutumisen permeaattiputkeen. Kalvon ulkopuolelle kiinnitetyt tukirakenteet (feed spacerit) sallivat retentaatin kulkemisen kalvon pinnalla. (Bylund 2003, 135.)

Kalvon pintaa pitkin kulkee syötettävä liuos eli syöte. Permeaatti läpäisee kalvon ja kulkeutuu suodatuspussista kalvon sisällä olevaan onttoon permeaattiputkeen. Retentaattivirtauksen säätöventtiilin avulla luodaan painero; suodatuskalvon erotuskyvyn puitteissa. Tämä kalvosysteemi on käärittynyt rullalle, josta muodostuu spiraali. Tilavuuden suhde kalvopinta-alaan nähden on erittäin hyvä. Spiraalisuodatin on energiatehokas suodatusmenetelmä, mutta ne likaantuvat ja tukkeutuvat helposti. (Aaltonen, esitelmä 24.3.2014.)

Spacerit toimivat myös turbulenssin generaattorina pitäen kalvon puhtaana suhteellisen pienillä nopeuksilla. Polymeerispiraalikalvot voidaan kytkeä sarjaan – yleensä kolme – peräkkäin ruostumattomasta teräksestä valmistettuun putkeen eli paineastiaan. (Bylund 2003, 136.)

### 3.2 Keraaminen kalvo

Putkimaiset keraamiset kalvot ovat vakiintumassa meijeriteollisuudessa, varsinkin bakteerien vähentämiseen maidosta, herasta, WPC:stä ja suolavedestä. Keraamisen kalvon ohuet seinät kanavissa on valmistettu joko erittäin puhtaasta alumiinista, zirkonista tai titaanista ja ne muodostavat yhtenäisen kalvon, jolloin pinta toimii suodatuskalvona. Biologisen materiaalin absorptio keraamisella kalvolla on lähellä nollaa. (Bylund 2003; Membralox Ceramic membrane Products 2014.) Keraamisen kalvon rakenne näkyy kuvassa 8.

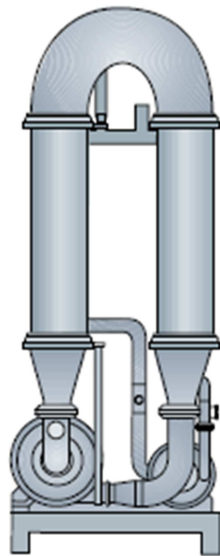


Kuva 8. Bylund, G. 2003. Cross-flow filtration in a multichannel element (19 channels). Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 134.



Suodatinelementit (1, 7 tai 19) on asennettu moduuliin, joka näkyy myös kuvassa 8 (s. 10). Teolliseen tarkoitukseen rakennetussa keraamisessa suodatuskalvosysteemissä on yleensä kaksi moduulia koottu sarjaksi. Yhdessä retentaatin kiertopumpun ja permeaatin kiertopumpun kanssa ne muodostavat silmukan, jota kutsutaan myös luupiksi. Tämä luoppi on esitetty kuvassa 9. Riippuen vaaditusta kapasiteetista, näitä luoppeja voidaan asentaa useampi rinnakkain. (Bylund 2003, 135–136.)

Syöttö pumpataan moduuliin suurella virtausnopeudella. Suuri paine-ero (Transmembrane Pressure, TMP) syötteen sisäänmenossa aiheuttaa kalvon tukkeutumisen. Kokemus on osoittanut, että paine-eron ollessa matala saadaan suodattimelle parempi suorituskyky, mutta perinteisessä ristivirta (cross-flow) mikrosuodatuksessa matala paine-ero on vain ulostulossa, joten se on hyvin pienellä osalla kalvoa. (Bylund 2003, 135.)



**Fig. 6.4.10** An industrial membrane filter loop consists of:  
– two filter modules connected in series  
– one retentate circulation pump  
– one permeate circulation pump

Kuva 9. Bylund, G. 2003. For industrial purposes, two modules are put together in series, forming a filter loop together with one retentate circulation pump and one permeate circulation pump. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 135.

Keraamisessa kalvossa permeaatti pääsee kalvon läpi ja retentaatti virtaa kanavaa pitkin suodattimen läpi. Keraamisessa kalvossa on hyvin tarkka huokoskoko.

Keraamisissa kalvoissa on suuri tilavuus verrattuna kalvoalaan. Keraamiset laitteet ja kalvot ovat kalliita hankkia ja ne ovat herkkiä nopeille olosuhteiden muutoksille. Ne kestävät kuitenkin korkeita lämpötiloja, joten sterilointi on mahdollista. (Aaltonen, esitelmä 24.3.2014.)

### 3.3 Mikro-suodatus MF

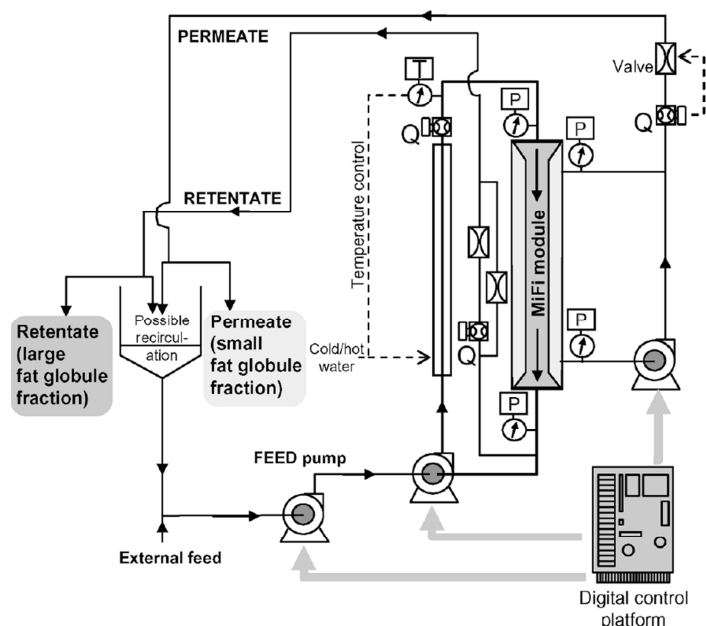
Ihanteellinen mikro-suodatusprosessi (MF) olisi sellainen, jossa suspentoituneet kiintoaineet hylättäisiin ja esimerkiksi proteiinit pääsisivät kalvon läpi. Todellisuudella ja tällä ihanteellisella prosessilla on kuitenkin suuri ero. (Wagner 2001, 8.)

Mikro-suodatusta käytetään erikokoisten partikkelien erotteluun nesteistä, kuten mikrobien tai molekyylien. MF-teknologiaa käytetään meijeriteollisuuden lisäksi lääketeollisuudessa, kemian-, kaivos- ja elintarviketeollisuudessa. MF-suodatus on vanhin suodatusmenetelmä ja ensimmäiset selluloosakalvot on suunniteltu jo lähes sata vuotta sitten. (Heino 2009.)

Mikro-suodatuksessa suodatuskalvon koko on 0,1–10 µm:n välillä ja suodatuksessa käytettävä paine on matala (<1 bar). Aiemmin kaikki MF-kalvot olivat keraamisia kalvoja, jolloin niiden käyttö oli kallista suurten mittakaavojen prosesseissa. Suodatuskalvojen tuotekehitys on kuitenkin edistynyt vuosien saatossa ja polymeeristen MF-kalvojen tultua markkinoille, on niiden käyttö mahdollistanut mikro-suodatuksen laajemmin. Polymeeriset MF-kalvot on edullisempia kuin keraamiset MF-kalvot. (Aaltonen 2012.)

Mikro-suodatuksessa syötteenä ajettavaa jaetta ajaa eteenpäin kalvon ylittävä paine-ero TMP (Transmembrane Pressure), joten mikro-suodatus on paine-ohjautuva prosessi. Mikro-suodatusprosessissa perinteiseen tyyliin TMP on korkea kalvomoduulin sisäänmenossa ja matala ulostulossa. Optimaalinen suodatus saavutetaan, kun kalvon ylittävä paine-ero on matala koko kalvon pituudella. Korkea TMP taas synnyttää korkean permeaattivuon, jolloin se edistää kalvon likaantumista. Näin ollen permeaattivuon pienenee ja kalvon selektiivisyys muuttuu. Suodatuskalvon likaantuminen ja sen vaikutus suodatustulokseen riippuu kalvon pinnalle muodostuneesta kerroksesta ja suodatuskalvon huokosten kokoon puristuneisuudesta. (Saario 2013.)

MF-kalvoja huokoskooltaan 2–6 µm käytetään rasvoglobuliinien fraktiointiin (Michalski ym. 2006, 3778). Rasvoglobuliinien eri kokojen käyttö mahdollistaa uusien tuotteiden tuotekehityksen. Esimerkiksi juustojen valmistuksessa pienemmät rasvoglobuliinit tuovat juustoon matalamman lipolyysin, paremman maun ja suutuntuman, sekä vaaleamman värin. (Michalski ym. 2003, 132; Michalski ym. 2004, 344.) MF-laitteisto on esitetty kuvassa 10 (s. 13).



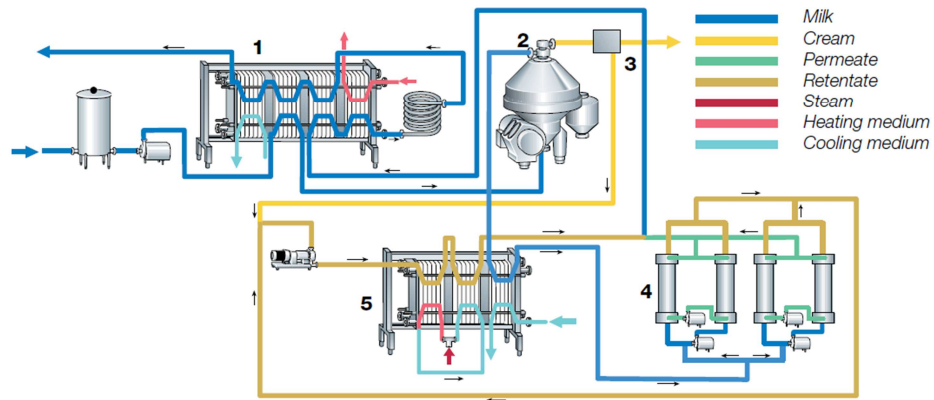
Kuva 10. Michalski MC, Leconte N, Briard-Bion V, Fauquant J, Maubois JL, Goudéranche H. 2006. Set-up of the microfiltration (MiFi) system. The electromagnetic flow meters, pumps, and temperature and pressure gauges are connected to the digital control platform where process run data is stored and exported. Microfiltration of raw whole milk to select fractions with different fat globule size distributions: Process optimization and analysis. *J. Dairy Sci.* 89:3778–3790 © American Dairy Science Association, 2006.

Mikrosuodatuksessa käytettävien kalvojen ominaisuuksiin vaikuttaa valmistusprosessi sekä kalvojen materiaali. Kalvojen vaatimuksia ovat retentiokyky, käyttöikä, korkea termien ja kemiallinen kestävyys, absorptio-ominaisuudet sekä kalvon huokoisuus. Korkea huokoisuus takaa hyvän suodatustuloksen pienillä paine-eroilla. Partikkelien erottuminen suodatuksessa tapahtuu pääasiassa kalvon ulkopinnalla, joten erotus mikrosuodatuskalvoilla perustuu lähinnä seulontaan tai partikkelien koeroon. (Saario 2003.)

### 3.4 Kalvosuodatus juustonvalmistuksessa

Rasvapallon membraanilla kalvolla on kyky sitoa vettä juustonvalmistuksessa, jolla on merkittävä vaikutus juustosaantoon. Kaseiinin ja rasvaglobuliinien vuorovaikutus vaikuttaa suuresti meijerituotteiden, kuten juuston mikrorakenteeseen ja lopulliseen tiiviyyteen. (Goudéranche ym. 2000.)

Näitä vuorovaikutuksia voi kasvattaa tai vähentää muokkaamalla käytettävää maitoa, kuten rasvaglobuliinien määrää tai rasvapitoisuutta (Goudéranche ym. 2000). Kuvassa 11 (s. 14) on esitetty juustomaidon käsittely sisältäen kaksivaiheisen MF-suodatuksen.



Kuva 11. Bylund, G. 2003. Milk treatment including double-loop microfilter and sterilization of bacteria concentrate, together with the cream needed for fat standardisation of the cheese milk. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB, 309.

Erilaisia kalvosuodatustekniikoita käytetään juustonvalmistuksessa juustomaidon esikäsittelyyn ja ne voidaan toteuttaa joko ultra- tai mikro-suodatustekniikalla. Maidon hera- ja kaseiiniproteiineja voidaan konsentroida ultrasuodattamalla ennen juustonvalmistusta. Ultrasuodatus on tällä hetkellä eniten käytetty kalvosuodatustekniikka juustonvalmistuksessa. Tämä johtuu siitä, että maidon käsittelyyn sopivien mikro-suodatuskalvojen- ja laitteistojen kehitys on ollut hitaampaa kuin ultrasuodatuslaitteistojen. Kaseiiniproteiineja voidaan konsentroida vain mikro-suodatustekniikalla, mutta sitä voidaan käyttää myös bakteerien tai somaattisten solujen poistamiseen juustomaidosta. (Saarentola 2011.)

Mikro-suodatuksella on mahdollista erotella rasvaglobuliineja eri kokoluokkiin ja näillä erikokoisilla rasvaglobuliineilla on todettu olevan erilaisia funktionaalisia ominaisuuksia. Mikro-suodatusmenetelmä ei muuta rasvaglobuliinien fysikaalisia ominaisuuksia. (Michalski ym. 2006, 3779.)

Mikro-suodatus juustonvalmistukseen teollisessa mittakaavassa on vasta kehitymässä, mutta sille ennustetaan tulevaisuudessa jopa 5 tai 7 kertaa ultrasuodatusta suurempaa kysyntää. Meijeriteollisuuden kohteisiin mikro-suodatus sopii hyvin, koska sillä voidaan erotella maidon suurimmat partikkelit toisistaan. Näitä partikkeleja rasvaglobuliinien lisäksi ovat bakteerit ja kaseiiniproteiinit. (Saarentola 2011.)

Vain hyvin suunniteltu ja valmisteltu pilottitestausta antaa oikean vastauksen oikean kalvon valintaan, kun suunnitellaan suodatuksesta saatavien jakeiden jatkokäyttöä (Wagner 2001, 11).

Juustomaidon mikro-suodatus mahdollistaa juustoprosessin ja sen sivutuotteiden laadun optimoinnin, kun maidon kaseiinipitoisuutta nostetaan suodattamalla. Suodatuksessa syntyvää MF-permeaattia voidaan kutsua ideaaliseksi, koska se on steriiliä vettä, laktoosia, heraproteiinien, liukoisten mineraalien ja ei-proteiinien läpäistävä kalvo ja siirtyessään MF-permeaattiin. MF-permeaatin proteiinit ovat natiivissa muodossa. Suuret partikkelit eli kaseiini, rasva ja bakteerit eivät läpäise mikro-suodatuskalvoa ja näin ollen ne jäävät MF-retentaattiin. MF-retentaattia voidaan lisätä

maidon joukkoon, jolloin juustomaidon MF-proteiinivakioinnilla voidaan vaikuttaa juustojen saantoon, laatuun ja kypsymiseen. (Saarentola 2011.)

#### 4 RASVAN MERKITYS JUUSTONVALMISTUKSESSA

Kypsytetyssä juustossa on kaikki muut maidon ainesosat, paitsi sokeri eli laktoosi. Juustotyyppi ja juuston koostumus vaikuttavat juuston ravintoarvoon ja yksittäisten ainesosien pitoisuuteen. Maidossa oleva valkuainen sisältää lähes kaikkia ihmiselle tarpeellisia aminohappoja. Juuston kypsyessä lipaasi hajottaa maidon rasvan vapaiksi rasvahapoiksi, sekä valkuainen hajoo aminohapoiksi useiden välivaiheiden kautta. Näiden sulavuus paranee juuston kypsyessä. Rasva on hyvä energian ja rasvaliukoisten vitamiinien lähde juustossa. Rasva antaa juuston aistinvaraisiin ominaisuuksiin makua ja rakennetta. Mitä enemmän juustossa on rasvaa, sitä paremmat nämä ominaisuudet ovat. Juuston kypsyessä maidon rasvan sulavuus paranee. (Kammerlehner 2000, 1–2.)

Juustonvalmistuksessa pätee sääntö: mitä rasvaisempaa maitoa käytetään, sitä heikommin hera eroaa. Rasvapalloset hidastavat juoksettuman kokonvetäytymiskykyä. Kevytjuustoissa tämä ilmenee juuston liiallisella kuivumisella eli rasvattoman osan vesipitoisuus (ROV) laskee liian alas. (Kärki, esitelmä 23.2.2015.)

Juuston rasvapitoisuus vaikuttaa myös happanemiseen, rasvaisempi juusto happanee hitaammin kuin vähärasvainen. Mahdollisia syitä tähän on, että rasva tai rasvapalloset vaikeuttavat ravinteiden kulkua bakteerien käyttöön. Juustomassa on huokoista ainesta, jossa on ns. herakammioita, jotka ovat yhteydessä toisiinsa. Rasvapalloset ovat usein suurempia kuin kyseiset kammiot ja näin ollen sulkevat heran vapaan kulun. Tästä seuraa se, että hera ja siihen liuennut laktoosi ei pääse kulkeutumaan rasvaisessa juustossa niin vapaasti kuin vähärasvaisessa juustossa, jossa rasvapallosia on vähemmän. Bakteereilta loppuu ravinto. (Kärki, esitelmä 23.2.2015.)

Rasvaisilla juustoilla käytetään yleensä korkeampia lämmityslämpötiloja. Kevytjuustoilla lämpötilat ovat lähempänä mesofiilihapatteiden optimilämpötiloja. (Kärki, esitelmä 23.2.2015.)

#### 5 MATERIAALIT JA MENETELMÄT

Tämän opinnäytetyön tavoitteena oli tutkia kerman fraktiointia suodatus-tekniikkaa hyödyntäen. Kokeellisen osion tarkoituksena oli tutkia, voidaanko maidon rasvapallosia jakaa mikrosuodattamalla eri kokoluokkiin.

Suodatusajojen tulosten perusteella valittiin tutkimuksessa käytettävä koe-kalvo, jonka jakeista valmistettiin kevytjuustoja. Valmistettuja kevytjuustoja verrattiin Edam 17 %:n juustoon. Kokeista tehtiin kolme toistoa. Tuloksia verrattiin sekä tilastollisesti että kemiallisesti. Juustot arvioitiin näiden lisäksi aistinvaraisesti.

## 5.1 Työn tavoitteet

Työssä tutkittiin kahta eri kalvoa, polymeerista ja keraamista MF-kalvoa. Keraaminen kalvo todettiin kalvojen testauksessa paremmaksi juustojen valmistukseen, koska sillä saatiin rasvapalloset jaettua pienemmiksi kuin polymeerisellä kalvolla.

Työssä tutkittiin mikrosuodatuksessa syntyneistä permeaatista ja retentaa-tista valmistettujen kevytjuustojen erilaisia aistinvaraisia ominaisuuksia ja eroavaisuuksia. Tarkoituksena oli saada kevytjuustoon pehmeämpi suu-tuntuma ja miellyttävämpi rakenne.

Partikkelikokojakauman määritykset tehtiin Malvern Mastersizer 2000 -analysaattorilla Valio Oy Pitäjänmäellä.

Juustot valmistettiin Lapinlahden koejuustolan laitteistoilla ja minijuusto-laitteistolla.

Jakeiden ja juustojen kemialliset määritykset tehtiin Valio Oy Pitäjänmäen kemian laboratorion analyysipalvelussa sekä Valio Oy Lapinlahden labo-ratoriossa.

## 5.2 Koeajot

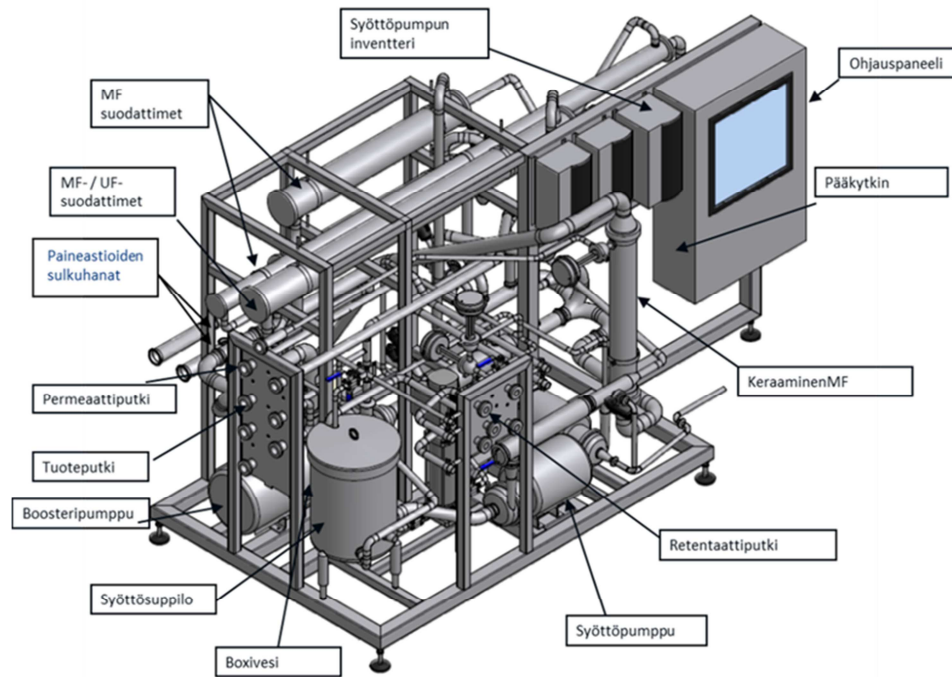
Opinnäytetyön koeajot suoritettiin vuoden 2015 kevään ja syksyn aikana Valio Oy Lapinlahden tehtaan koejuustolan tiloissa ja laitteistoilla.

Suodatuksista saaduilla jakeilla valmistettiin kevytjuustoa koejuustolan kattiloilla jo olemassa olevilla resepteillä. Vertailuna käytettiin Valio Oy Lapinlahden tehtaan tuotannossa olevaa Edam 17 % juustoa.

## 5.3 Suodatukset

Tutkittaviksi suodatuskalvoiksi valittiin polymeerinenspiraalikalvo ja ke-raaminen MF-suodatuskalvo. Huokoskoko polymeerikalvolla oli 0,2  $\mu\text{m}$  ja keraamisella kalvolla 2,0  $\mu\text{m}$ .

Mikrosuodatukset toteutettiin Valio Oy:n koejuustolan pilot-suodatuslaitteistolla (APV, Multipurpose Membrane pilot plant, Silkeborg, Tanska). (kuva 12, s. 17)



Kuva 12. Huumonen 2011. Koejuustolan pilot-suodatuslaitteisto. Valio Oy.

Suodatettavana jakeena käytettiin Valio Oy Lapinlahden tehtaalta saatua pastöroitua kermaa. Suodatuksissa käytetty kerma termisoitiin (55 °C/15 s) koejuustolassa, jolloin saatiin kerman lämpötila kohotettua suodatuslämpötilaan. Termisoinnin jälkeen kerma ajettiin suodatinhuoneen välisäiliöön, josta se ajettiin suodatuslaitteistoon. Suodatuslaitteisto lämmitettiin ennen syötteen ajoa vesijohtovedellä suodatuksessa käytettävään lämpötilaan.

Jokaisesta suodatuksista otettiin näytteet syötteestä sekä suodatuksista saaduista jakeista, joiden koostumukset ja partikkelikoot analysoitiin.

#### 5.4 Polymeerikalvo

Suodatuksissa käytettävän polymeerikalvon syöttöpaine oli 0,3 bar ja paine-ero 0,6 bar. Termisoitu ja 50 °C:ksi lämmitetty kerma pumpattiin välisäiliöstä suodatinlaitteen syöttösuppiloon, jonka jälkeen aloitettiin suodataminen. Suodatuksessa erottuva permeaatti kerättiin talteen ja retentaattia kierrätettiin ns. luupissa 2–5 tuntia. Suodatuksen aikana seurattiin kerman konsentroituamista ja kirjattiin suodatuksen eteneminen ylös, etenkin permeaattivirtaus.

Retentaatin ja permeaatin koostumukset (proteiini-, rasva ja kuivaainepitoisuudet) tarkastettiin FTIR-menetelmällä (eng. Fourier Transform Infrared Spectroscopy) (Foss ProcesScan, Foss, Hillerod, Tanska). FTIR-analyysiä varten retentaatti piti laimentaa ionivaihdetulla vedellä, suhteessa 1/3 retentaattia johtuen retentaatin korkeasta rasvapitoisuudesta. Syötteenä käytetty kerma analysoitiin samalla laitteella laimentamalla näyte samassa suhteessa kuin retentaatti.

Näytteitä otettiin ajon aikana kemiallisia analyysyjä (kuiva-aine, rasva ja proteiini), sekä partikkelikokojakauman mittauksia varten. Näytteitä otettiin syöttestä, permeaatista ja retentaatista. Näin saimme selville koostumukset sekä partikkelien jakaumat sekä syöttestä, että jakeista. Näytteet pakastettiin.

### 5.5 Keraaminen kalvo

Keraamisen kalvon syöttöpaine suodatuksissa oli 1,2 bar ja paine-ero 0,8 bar. 50°C:n kerma pumpattiin välisäiliöstä suodatinlaitteelle samalla tavalla kuin polymeerisellä kalvolla suodatettaessa. Suodatus tapahtui samalla tavalla kuin polymeerisellä kalvolla eli kerman konsentroitumista seurattiin ja permeaattivirtausta tarkkailtiin. Permeaatti kerättiin talteen ja retentaattia kierrätettiin luopissa 2–5 tuntia.

Keraamisella kalvolla suodatuksesta saatavat jakeet ja syöte analysoitiin FTIR-menetelmällä ja jakeista otettiin myös näytteitä ajon aikana partikkelikokoonmittausta ja kemiallisia analyysyjä varten. Näytteet pakastettiin.

### 5.6 Tutkimuksessa käytetty koekalvo

Polymeerisen kalvon ja keraamisen kalvon ensimmäisten suodatusten jakeiden partikkelikokojakaumat analysoitiin Malvern Mastersizer 2000 -analysaattorilla.

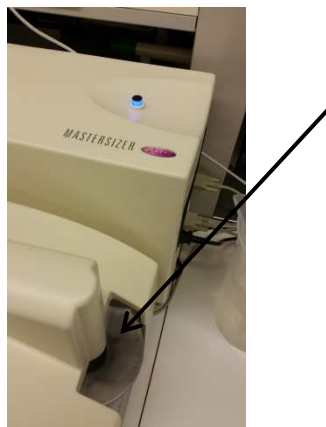
Partikkelikokojakaumien ja jakeiden koostumusten perusteella tutkimuksessa käytettäväksi koeajokalvoksi valittiin keraaminen 2 µm huokoskoon omaava MF-kalvo. Juustot valmistettiin keraamisella kalvolla suodatetuista jakeista, koska sillä saatiin pienempi rasvaglobuliinien koko eroteltua ja tilastollinen ero rasvojen erotuksen suhteen oli keraamisella kalvolla parempi. Suodatusten jälkeen jakeet analysoitiin FTIR-menetelmällä ennen juustojen keittoa, jolloin saimme laskettua jakeiden oikeat lisäysmäärät juustonvalmistukseen kattilamaidon vakiointia varten. FTIR-menetelmä ei ole paras tähän tarkoitukseen, koska laitetta ei ole kalibroitu niin rasvaisia tuotteita varten. Analysointi antoi kuitenkin suuntaa kattilamaitojen vakiointia varten.

Keraamisen kalvon pinta-alasta johtuen suodatuksesta saatava permeaatin määrä jäi hyvin pieneksi. Pilot-suodatuslaitteistoon ei ollut saatavissa suuremmalla pinta-alalla olevaa keraamista kalvoa 2 µm:n huokoskoolla. Tästä johtuen permeaatista valmistettuja juustoja ei tehty kuin yksi kattila ja siinäkin keitossa jouduimme korvaamaan osan rasvasta kermalla. Suodatuksesta saatavan permeaatin pienestä määrästä johtuen pakastettiin permeaattia ensimmäisestä koeajosta 10 litraa, jolloin saatiin valmistettua koejuustot minijuustolalla saadaksemme toistoja myös permeaatista valmistetuista juustoista. Minijuustot valmistettiin myös retentaatista ja kermasta, jolloin saatiin vertailut samalla tavalla valmistetuista juustoista kaidista jakeista.



## 5.7 Partikkelikokojakauma

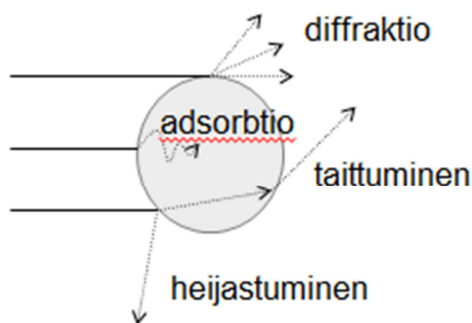
Jakeiden partikkelijakauman määitykset tehtiin Malvern Mastersizer 2000-analyssaattorilla (Malvern Instruments Ltd, Iso-Britannia). Laite on esitetty kuvassa 13. Näyte pipetoitiin nuolen osoittamaan säiliöön.



Kuva 13. Malvern Mastersizer 2000-analyssaattori.

Mittaus perustuu laserdiffraktioon, LALLS-Low Angle Laser Light Scattering, joka ei siis ole heijastumista tai taittumista. Ohjelmaan on luotu valmiita mittausohjelmia eli SOP:ja eri mitattaville materiaaleille. Tällöin kaikki mittaus- ja laskentaparametrit ovat valmiiksi tallennettuna ohjelmassa. (Kallioinen 2007.)

Laskennassa käytettävä Mie-teoria ottaa huomioon myös muita laservalon vuorovaikutuksia partikkelien kanssa. Tähän tarvitaan taite- ja adsorptiokertoimia. Mie-teoria ilmaisee partikkelikokojakauman massakeskipisteen eli painopisteen. (Kallioinen 2007.) Laserdiffraktion toimintaperiaate on esitetty kuvassa 14.

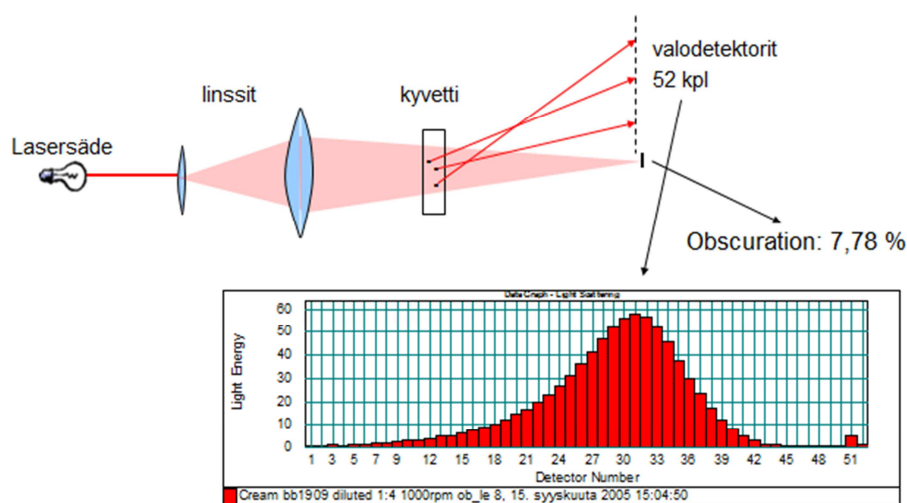


Kuva 14. Kallioinen 2007. Laserdiffraktio. Kuvassa näkyy, kuinka valo kulkee partikkelin läpi. Partikkelikoon mittaus ei ole taittumista, eikä heijastumista. Valio Oy.

Näytteiden mittauksissa käytetyt aallonpituudet olivat 466 ja 633 nm ja taitekertoimet 1,458 ja 1,460. Väliaineena käytettiin vettä ja sille tehtiin mittaukset aallonpituudella 633 nm ja taitekerroin vedelle oli 1,330.

Laitteen näytekammio täytettiin ennen näytteen lisäystä keitettyllä RO-vedellä ja siihen pipetoitiin automaattipipetillä näytettä noin 10 µl. Laite tunnisti tarvittavan näytemäärän automaattisesti analysointia varten. Näytteiden ajossa laitteen pumpun teho oli 1 000 rpm.

Mittauksen onnistumisen kannalta Malvern laitteella on oleellista, että valon sironta on halutulla alueella. Jos valon sironta jää liian alhaiseksi on vaarana liian heikko mittaussignaali, joka heijastuu tulokseen epätarkkuutena tai mittauksen täydellisenä epäonnistumisena. Toisaalta liian korkea valon sironta saattaa johtaa siihen, että sama valonsäde siroaa useammasta kuin yhdestä partikkelista, mikä taas näkyy tuloksessa partikkelikoon piehentymisenä eli johtaa väärään tulokseen. (Kallioinen 2007).



Kuva 15. Kallioinen 2007. Malvern laitteiston periaate. Kuvassa näkyy laitteiston toiminta ja miten erikokoisten partikkelien jakauma näkyy valon sironta- eli obskuraatio kuviona tuloksissa. Lasersäde kulkee linssin ja kyvetissä olevan näytteen läpi, jolloin valodetektorit mittaavat partikkelien kokoa. Valio Oy.

Mittaukset suoritettiin kaikista tutkimuksessa käytetyistä jakeista ja kattilamaidoista. Analysointi suoritettiin Helsingissä pakastetuista näytteistä. Tuorenäytteiden analysointi olisi ollut analysoinnin kannalta parempi vaihtoehto, mutta näytteitä ei pystytty analysoimaan samana päivänä suodatuksen kanssa, joten pakastaminen oli välttämätöntä.

Näytteet sulatettiin lämpöhauteessa ennen analysointia. Näytteitä sulatettaessa näytteiden rasva nousi kuitenkin pintaan ja oli erittäin hankala saada sekoittumaan takaisin näytteeseen, joka aiheutti tulosten tulkintaan omat haasteensa. Tämä näkyi esimerkiksi rasvansiirtymäluvuissa.

## 5.8 Juuston valmistus

Juustot valmistettiin yleensä suodatusta seuraavana päivänä. Juustot keitettiin koejuustolan kattiloilla (Hackman MKT Finland T-2285) ja ne tehtiin jo olemassa olevilla resepteillä, koska työssä ei haettu kevytjuustolle muuta kuin parempaa aistinvaraista ominaisuutta.

Kattilamaidot vakioitiin rasva/proteiini suhteella 0,5, joka on 17 % kevytjuuston rasva/proteiinisuhde. Kattilamaidot pastöroitiin ennen juustojen

keittämistä koejuustolan pastöörilla (72 °C/15 s) (APV Pasilac, Kolding, Tanska).

Taulukossa 1 on jakeiden lisäysmäärät sekä permeaatista että retentaatista valmistettuihin kattilamaitoihin. Permeaatin pienestä saannosta johtuen jouduttiin korvaamaan osa rasvasta kermalla. Kattilamaito permeaatista valmistettuun juustoon vakioitiin rasvattomalla maidolla, permeaatilla, UF-tiivisteellä ja kermalla. Retentaatista valmistetun juuston kattilamaidon vakiointiin käytettiin vain rasvatonta maitoa ja retentaattia. Vakioinnissa käytetty UF-tiiviste toimitettiin maidon vastaanotolta.

Taulukko 1. Jakeiden lisäysmäärät kattilamaitoihin

Rasvaton maito		Kerma	Kermafraktio (permeaatti)	UF tiiviste	Kattilamaito yhteensä
kg	420	18	20	32	490

Rasvaton maito		Kerma	Kermafraktio (retentaatti)	UF tiiviste	Kattilamaito yhteensä
kg	470	0	20	0	490

Keittoaika juustoilla oli 180 minuuttia. Keiton jälkeen juustomassa laskettiin laskultaaseen esipuristusta varten, puristusaika oli 30 min. 12 g/cm<sup>2</sup> paineella. Esipuristettu juusto leikattiin ~ 14 kg harkkomuotteihin. Juustoja puristettiin muoteissa ensin 30 min. 208 g/cm<sup>2</sup>, jonka jälkeen painetta nostettiin 346 g/cm<sup>2</sup>:n. Tässä paineessa juustoja puristettiin vielä noin tunti.

Juustoista otettiin puristuksen jälkeen tuorejuustonäyte, josta analysoitiin rasva, kuiva-aine ja proteiini. Juustoja suolattiin suolavesialtaassa (18 % NaCl, 12 °C) 20 tuntia. Suolauksen jälkeen juustot vakumoititiin ja laitettiin kypsymään 12 °C:n kypsytyksellariin. Juustoja kypsytettiin 45 vrk, jonka jälkeen niille tehtiin aistinvarainen arvio ja otettiin näytteet valmiista juustosta. Valmiista juustosta analysoitiin rasva, kuiva-aine, proteiini ja suolapitoisuus.

## 5.9 Minijuustot

Permeaatin huonosta saannosta johtuen valmistettiin kaikista jakeista koejuustot myös minijuustolalla. Näin saimme vertailut myös permeaatista valmistettuihin juustoihin siirtymälukujen, maidon menekin ja juustosaannon osalta.

Minijuustola tarkoittaa käytännössä kahden litran mittalasissa valmistettua juustoa. Käytettävät välineet juustojen valmistuksissa olivat sekoitin, leikkaustyökalu, 2 litran mittalasi ja vesihaude. Juustojen keitoissa käytettiin samoja lisäaineita, kuin isommilla juustokattiloilla keitettyissä juustoissa. Hapatetta käytettiin kymmenkertainen määrä tuotantoon verrattuna, muut lisäaineet samassa suhteessa tuotannon kanssa.

DVS-hapatetta sulatettiin isompi määrä, josta punnittiin tarvittava määrä minijuustokattilaan. Tämä siitä johtuen, että hapatelisäysmäärä näin pienen kattilamaitoon oli erittäin pieni ja näin varmistettiin hapatebakteerien riittävyys lisäyksessä.

Taulukossa 2 näkyy vakiointitaulukot minijuustoille jokaisesta jakeesta. Kattilamaidon pienestä määrästä johtuen rasva/proteiinisuhde säädettiin isommaksi kuin isoilla kattiloilla (0,67), näin saatiin järkevämät punnit-tavat määrät vakiointiin.

Taulukko 2. Minijuustojen vakiointitaulukot

<b>Vakiointi kerma</b>						
	Kerma	MF-retentaatti	MF-permeaatti	Kurri	Koko	
<b>Määrä</b>	46			954	1 000	ml
<b>Rasva (%)</b>	40			0,5	2,3	
<b>Proteiini (%)</b>	3			3,5	3,5	
				r/prot	0,67	
				tavoite	0,67	
<b>Vakiointi permeaatti</b>						
	Kerma	UF-tiiviste	MF-permeaatti	Kurri	Koko	
<b>Määrä</b>		177	650	173	1 000	ml
<b>Rasva (%)</b>		0,05	3,74	0,5	2,5	
<b>Proteiini (%)</b>		12	1,63	3,5	3,8	
				r/prot	0,67	
				tavoite	0,67	
<b>Vakiointi retentaatti</b>						
	Kerma	MF-retentaatti	MF-permeaatti	Kurri	Koko	
<b>Määrä</b>		46		954	1 000	ml
<b>Rasva (%)</b>		40		0,5	2,3	
<b>Proteiini (%)</b>		3		3,5	3,5	
				r/prot	0,67	
				tavoite	0,67	

Minijuustojen keittoaika oli 150 minuuttia. Minijuustojen kolme toisto/jae valmistettiin samasta vakioidusta kattilamaidosta, jota tehtiin yhdellä kertaa tarvittava määrä toistoja varten. Näin varmistettiin kattilamaitojen tasalaatuisuus. Kattilamaidoissa rasva nousi pinnalle ja oli hankala sekoittaa, vaikka vakioitu kattilamaito lämmitettiin ennen keittoa 50 °C:een. Lämmityksen jälkeen maito jäähdytettiin juoksettumislämpötilaan ennen kalsiumkloridin, hapatteen ja juoksetteen lisäystä.

Minijuustoja ei suolattu, koska niistä ei tehty aistinvaraista arviointia. Juustoista määritettiin ainoastaan kemialliset analyysit juustosaantoa, siirtymälukuja ja maidon menekkiä varten.

Permeaatista valmistetut minijuustot valmistettiin pakastetusta näytteestä.

Kuvassa 16 näkyy minijuuston jälkihämmennys- ja puristusvaihe, sekä puristettu valmis minijuusto.



Kuva 16. Minijuuston jälkihämmennysvaihe, puristus ja valmis juusto.

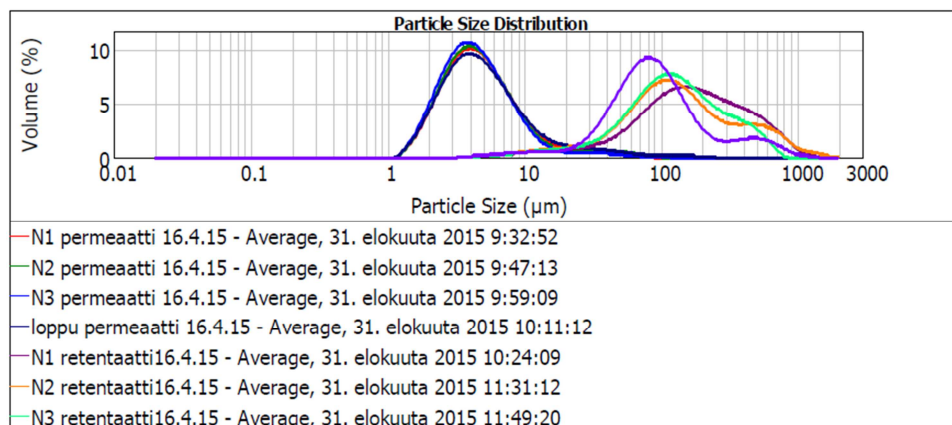
## 6 TULOKSET

Nestemäiset näytteet koeajoista analysoitiin Valio Oy Lapinlahden laboratoriossa (rasva, kuiva-aine ja proteiini), juustot analysoitiin Valio Oy Pitäjämäen kemian analyysipalvelussa (rasva, kuiva-aine ja proteiini) ja nestemäisten näytteiden partikkelikoot analysoitiin Valio Oy Pitäjänmäellä.

Tuloksiin ja tulosten tulkintaan toi omat haasteensa nestemäiset pakastetut näytteet. Sulatusten jälkeen näytteiden rasva nousi pintaan ja oli erittäin hankala saada sekoittumaan uudelleen näytteeseen analysointeja varten. Sekoitus tehtiin juuri ennen näytteen pipetointia, jolloin rasva oli näytteessä tasaisesti sekoittuneena.

### 6.1 Polymeerikalvo

Ensimmäinen suodatuskoeajo tehtiin polymeerisellä spiraalikalvolla 16.4.2015. Kuvassa 17 (s. 24) näkyvät partikkelikokojakaumat Malvernmittauksella tehdyssä analyysissä suodatetuista jakeista. Permeaatissa oli pienemmät partikkelikoot, kuin retentaatissa. Partikkelikoko ei kuitenkaan ole koko suodatusajon aikana alle  $1 \mu\text{m}$ :n. Permeaattien partikkelikoko ei juuri muuttunut suodatuksen aikana. Retentaatissa oli pientä vaihtelua ja partikkelikoko näyttäisi nousevan suodatuksen loppua kohden.



Kuva 17. Polymeerisen MF-kalvon partikkelikokojakaumat permeaatista ja retentaatista 16.4.2015. Partikkelikoko polymeerisellä MF-kalvolla on sekä permeaatissa, että retentaatissa yli 1 µm.

Suodatetuista jakeista määritettiin myös kemialliset analyysit rasva, kuiva-aine ja proteiini. Taulukossa 3 näkyvät tulokset näistä analyyseistä.

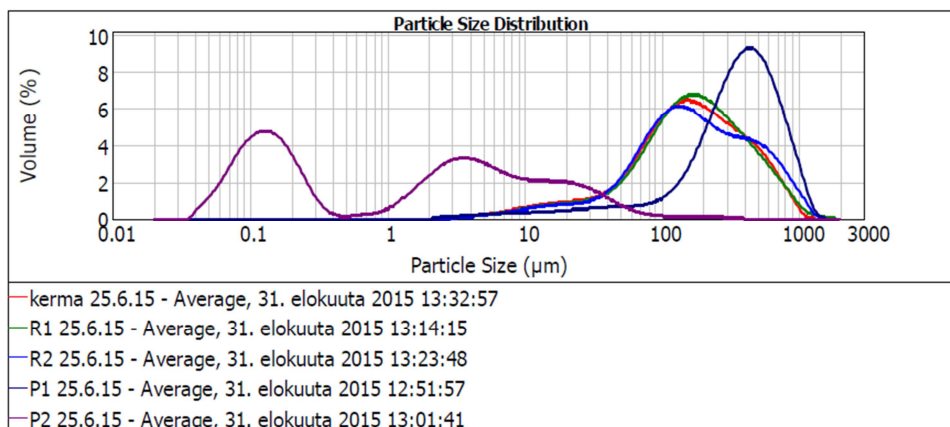
Taulukko 3. Polymeerisen MF-kalvon suodatusajon jakeiden koostumustiedot N=4

Näyte	syöte rasva	syöte ka	syöte proteiini	permeaatti rasva	permeaatti ka	permeaatti proteiini	retentaatti rasva	retentaatti ka	retentaatti proteiini
keskiarvo	37,12	45,85	1,88	0,07	4,84	0,45	51,58	56,12	2,06
keskihajonta	3,27	1,63	0,13	0,01	0,08	0,02	5,31	5,23	0,15

## 6.2 Keraaminen kalvo

Toinen suodatusajo tehtiin 25.6.2015 keraamisella kalvolla. Kalvo saatiin Valio Oy Pitäjänmäen Tutkimus- ja tuotekehityksestä ja se asennettiin pilot-suodatuslaitteistoon (APV, Multipurpose Membrane pilot plant, Silkeborg, Tanska). Kalvon pinta-ala oli pieni, mutta suuremmalla pinta-alalla olevaa saman huokoskoon (2,0 µm) omaavaa keraamista kalvoa ei ollut saatavilla.

Kuvassa 18 (s. 25) näkyvät jakeiden partikkelikokojakaumat kyseisellä kalvolla. Suodatuksen lopussa otetusta näytteestä huomataan, että partikkelikokojakauma permeaatissa on huomattavasti pienempi (0,1 µm), kuin polymeerisellä kalvolla suodatetussa (>1 µm). Retentaattien partikkelikoko suurenee suodatuksen loppua kohden aivan kuten polymeerisellä kalvolla suodatettaessa.



Kuva 18. Keraamisen kalvon partikkelijakaumat jakeista 25.6.2015. R1 ja R2 ovat retentaattinäytteiden jakeet ja P1 ja P2 ovat permeaattinäytteiden jakeet. Kuvausta huomataan, että permeaatin partikkelikoko on pienimmillään 0,1 µm.

Kaikista keraamisella kalvolla suodatetuista jakeista määritettiin rasva, kuiva-aine ja proteiini. Näiden jakeiden tulokset näkyvät taulukossa 4.

Taulukko 4. Keraamisen MF-kalvon suodatusajojen jakeiden koostumustiedot N=7

Näyte	syöte rasva	syöte ka	syöte proteiini	permeaatti rasva	permeaatti ka	permeaatti proteiini	retentaatti rasva	retentaatti ka	retentaatti proteiini
keskiarvo	30,81	36,01	1,67	3,05	8,42	1,50	28,69	37,14	1,87
keskihajonta	3,40	1,24	0,24	1,46	1,51	0,40	9,98	4,21	0,38

Rasvojen ja kuiva-aineiden osalta oli eroja retentaatin ja permeaatin välillä ( $P < 0,001$ ). Proteiinien osalta eroa ei ollut ( $P > 0,05$ ). Taulukossa 5 näkyvät tilastolliset erot näiden välillä. (liitteet 4–6)

Taulukko 5. Keskiarvot, keskihajonnat ja tilastolliset merkittävyydet permeaatin ja retentaatin välillä keraamisella MF-kalvolla

	permeaatti (%)	retentaatti (%)	P
Rasva	3,05 ± 1,46	28,69 ± 9,98	<0,001
Kuiva-aine	8,42 ± 1,51	37,14 ± 4,21	<0,001
Proteiini	1,50 ± 0,40	1,87 ± 0,38	>0,05

### 6.3 Suodatusajojen tulokset

Kemialliset analyysit ja partikkelikoot analysoitiin kaikista suodatusajojen jakeista. Partikkelikoonmittauksissa kävi ilmi, että kalvojen erotuskyky oli erilainen, joten keraamisella kalvolla saatiin pienempi rasvapallosten partikkelikoko eroteltua permeaatista, kuin polymeerisellä kalvolla. Tilastolliset erot rasvan erotuksen suhteen toivat myös ilmi keraamisen kalvon paremman suodatuskyvyn permeaatin osalta tätä tutkimusta varten.

Näiden tulosten perusteella valitsimme keraamisen kalvon varsinaisiin koeajoihin. Taulukossa 6 näkyy permeaattien rasvojen, kuiva-aineiden ja proteiinien tilastolliset erot polymeerisen ja keraamisen kalvon välillä. Verrattaessa permeaattien rasvoja, kuiva-aineita ja proteiineja tilastollisesti polymeerisen ja keraamisen MF-kalvon välillä, voitiin todeta keraamisen kalvon soveltuvan paremmin tähän tutkimukseen. Keraaminen MF-kalvo päästi rasvaa tehokkaammin läpi eli myös permeaatissa oli rasvaa. Permeaattien osalta eroa oli polymeerisen ja keraamisen MF-kalvon välillä ( $P < 0,001$ ). Polymeerinen MF-kalvo pidättää liikaa rasvaa, jolloin permeaatin rasvapitoisuus on liian alhainen käytettäväksi ja jaetta ei pystytä käyttämään kattilamaidon rasvapitoisuuden nostamiseen tai rasvan korvaamiseen. Retentaattien osalta eroa oli rasvan, kuiva-aineen ja proteiinin suhteen ( $P < 0,05$ ). Taulukossa 3 on kuvattu keraamisella ja polymeerisellä kalvolla valmistettujen jakeiden koostumukset ja niiden tilastolliset eroavuudet. (liitteet 1–3)

Taulukko 6. Permeaattien ja retentaattien koostumukset ajettaessa keraamisella ja polymeerisellä MF-kalvolla. Taulukkoon on laskettu polymeerisellä ja keraamisella kalvolla saatujen jakeiden tilastolliset eroavuudet

	Polymeeri (%)	Keraami (%)	P
Permeaatti			
Rasva	0,07 ± 0,01	4,63 ± 0,05	<0,001
Kuiva-aine	4,84 ± 0,08	9,81 ± 0,77	<0,001
Proteiini	0,45 ± 0,02	1,81 ± 0,13	<0,001
Retentaatti			
Rasva	51,58 ± 5,31	33,92 ± 0,50	<0,05
Kuiva-aine	56,12 ± 5,23	38,08 ± 0,33	<0,05
Proteiini	2,06 ± 0,15	1,44 ± 0,00	<0,05

Taulukossa 7 nähdään partikkelikokojakaumien keskiarvot ja keskihajonnat kermalle, permeaatille ja retentaatille sekä polymeerisellä, että keraamisella kalvolla.

Taulukko 7. Partikkelikokojakaumat kermalle, permeaatille ja retentaatille

partikkelikokojakauma	kerma	polymeeri permeaatti	polymeeri retentaatti	keraaminen permeaatti	keraaminen retentaatti
keskiarvo	95,2	47,2	261,9	39,4	139,1
keskihajonta	198,4	62,3	384,9	75,4	277,2

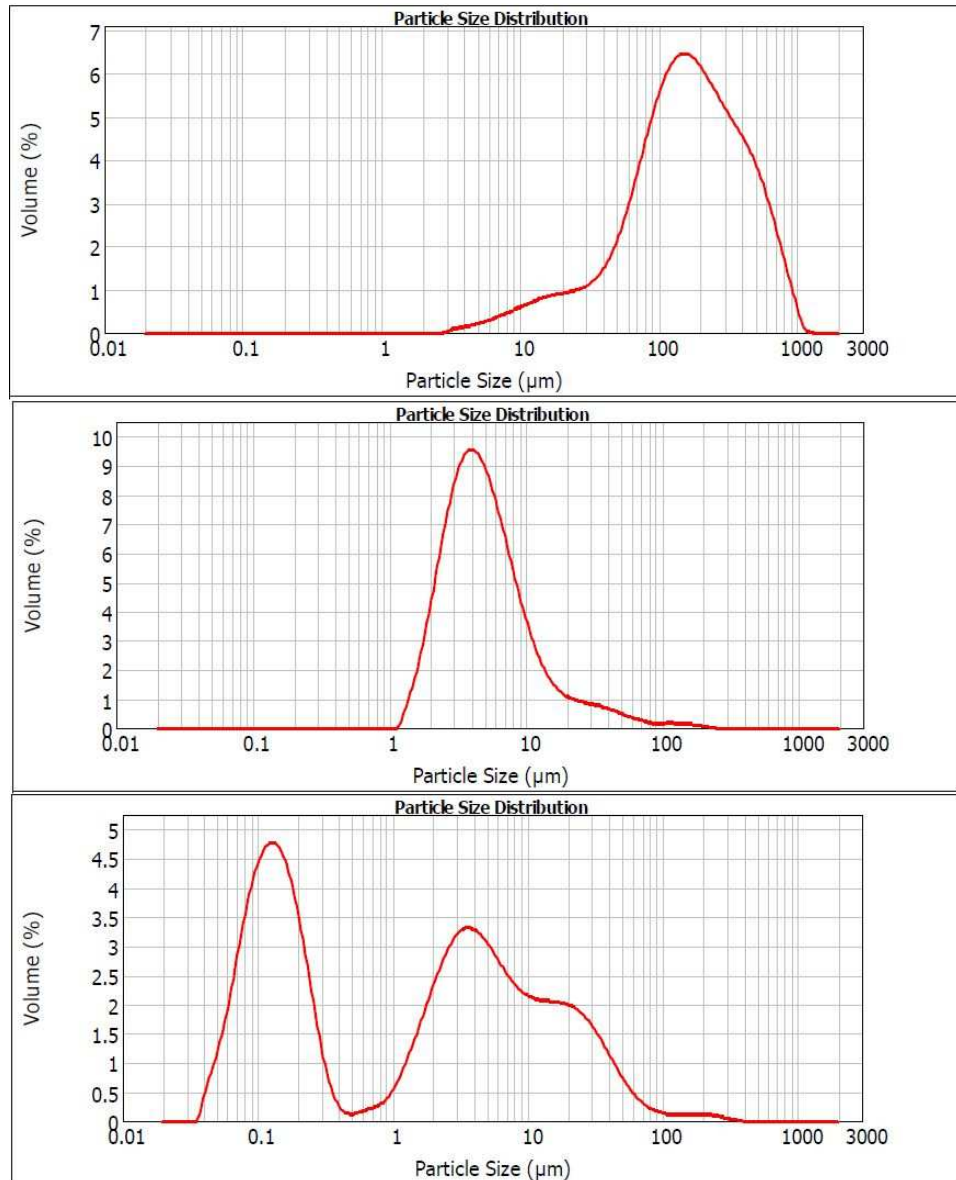
Tilastollista eroa partikkelikokojakaumassa permeaatin ja retentaatin sekä polymeerisen, että keraamisen MF-kalvon välillä ei ollut ( $P > 0,05$ ). Tämä on esitetty taulukossa 8.

Taulukko 8. Permeaattien tilastolliset erot polymeerisellä ja keraamisella MF-kalvolla

	Polymeeri (µm)	Keraami (µm)	P
Permeaatti	47,2 ± 62,3	39,4 ± 75,4	>0,05
Retentaatti	261,9 ± 384,9	139,1 ± 277,2	>0,05

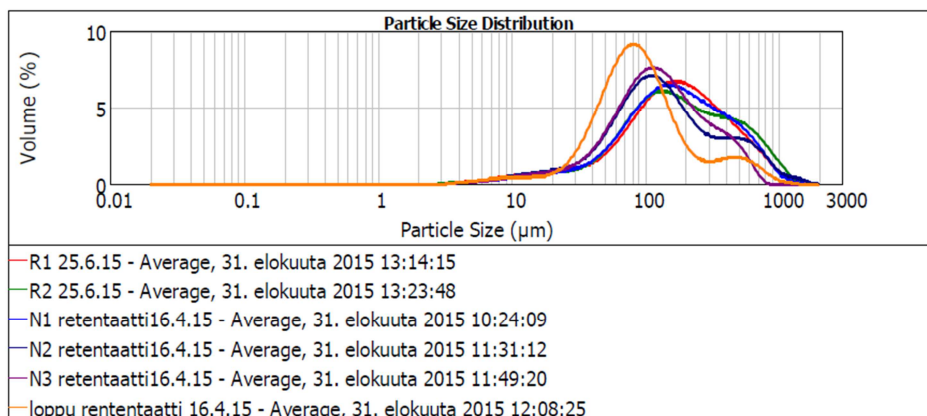


Kuitenkin kuvassa 19 nähdään kerman ja permeaattien partikkelikokoja-kaumien erot, vaikka tilastollista eroa näillä ei ollut. Ylimpänä kuvassa on kerman partikkelikokojakauma, keskellä polymeerisen MF-kalvon permeaatin partikkelikokojakauma ja alimpana keraamisen MF-kalvon permeaatin partikkelikokojakauma. Kuvasta huomataan, että keraamisen MF-kalvon partikkelikokojakaumassa on myös rasvapallosia, joiden halkaisija on 0,1  $\mu\text{m}$ . Kerman ja polymeerisen MF-kalvon partikkelikokojakaumat on kaikki yli 1  $\mu\text{m}$ .

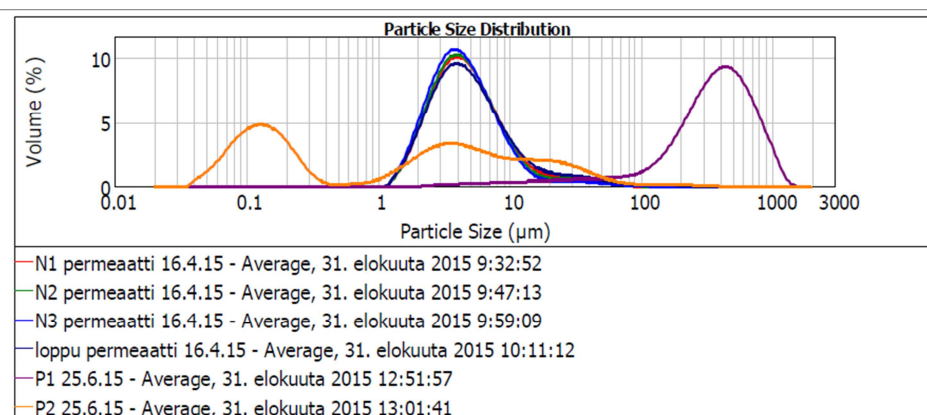


Kuva 19. Kerman, polymeerisen MF-kalvon permeaatin ja keraamisen MF-kalvon permeaatin partikkelikokojakaumat.

Retentaatissa partikkelikokojaumien ero kalvojen välillä suodatuksen lopussakaan ei ollut niin merkittävä, kuin permeaattien partikkelikokojakauma. Tämä näkyy kuvassa 20 (s. 28). Permeaatin pienempi partikkelikoko suodatusajon lopussa näkyy selkeästi kuvassa 21 (s. 28). Polymeerisellä kalvolla suodatus tehtiin 16.4.2015 ja keraamisella kalvolla suodatus tehtiin 25.6.2015.



Kuva 20. Retentaattien partikkelikokojakaumat sekä polymeerisella-, että keraamisella kalvolla. Polymeerikalvon tulokset ovat 16.4.2015 tehdystä ajosta ja keraamisen kalvon tulokset 25.6.2015 tehdystä ajosta. Retentaattien partikkelikokojakaumasta huomataan, että kaikki partikkelikoot ovat yli 5 µm kummallakin kalvolla.



Kuva 21. Permeaattien partikkelikokojakaumat sekä polymeerisella-, että keraamisella kalvolla. Polymeerikalvon tulokset ovat 16.4.2015 tehdystä ajosta ja keraamisen kalvon tulokset 25.6.2015 tehdystä ajosta. Kuvasta huomataan, että keraamisella kalvolla saadaan 0,1 µm partikkeleita eroteltua, kun taas polymeerisella kalvolla kaikki partikkelien koot ovat 1–10 µm väliltä.

#### 6.4 Juuston valmistuksen tulokset

Suodatuskokeiden perusteella valittiin juustonvalmistuskokeisiin keraaminen MF-kalvo. Koejuustolassa valmistettiin kolme kattilaa juustoja retentaatista ja yksi kattila permeaatista. Permeaatista valmistettujen juustojen tulokset perustuvat lähinnä siis vain minijuustoihin. Permeaatista valmistettuun kattilaan jouduimme korvaamaan osan rasvasta kermalla, permeaatin pienen saannon vuoksi. Tästä johtuen permeaatista ei valmistettu kuin yksi kattila, koska vertailuna se olisi ollut huono lisäkerman vuoksi. Permeaatista valmistettu juusto oli kuitenkin mukana aistinvaraisessa arviossa.

Juustot valmistettiin jo olemassa olevalla Edam 17 %:n juuston valmistusreseptillä. Kattilamaidoista ja juustoista analysoitiin rasva, kuiva-aine ja proteiini. Tulosten perusteella juustoista laskettiin rasvattoman osan vesipitoisuus (ROV) (kaava 1), kuiva-aineen rasva (KAR) (kaava 2), rasvan,

kuiva-aineen ja proteiinin siirtymäluvut (SL) (kaava 3), maidon menekki (MM) (kaava 4), sekä juustosaanto (JS) (kaava 5) (liite 7).

Tilastollista eroa ei ollut vertailuna käytetyn Edam 17 %:n juuston ja retentaatista valmistetun juuston välillä. Taulukossa 9 näkyvät tilastolliset erot rasvojen ja kuiva-aineiden siirtymälukujen suhteen, sekä maidon menekin ja juustosaannon suhteen. Nämä kaikki olivat yli  $P < 0,05$  merkittävyydellä, jolloin tilastollista eroa ei ole. Proteiinien siirtymälukuja ei voitu verrata, koska tuotannon juustoista ei automaattisesti määritetä muuta kuin rasva ja kuiva-aine.

Rasvojen siirtymäluvut ovat virheelliset, koska siirtymäluku ei voi olla yli 100 %. Tämä johtuu luultavasti väärästä analyysimenetelmästä rasvojen analysoinnissa.

Taulukko 9. Keskiarvot, keskihajonnat ja tilastolliset merkittävyydet retentaatista valmistettujen juustojen sekä Edam 17 % välillä

	Edam 17 % (%)	retentaatti (%)	P
Rasva SL	90,62 ± 0,29	122,69 ± 20,68	>0,05
Kuiva-aine SL	46,44 ± 0,40	47,14 ± 6,48	>0,05
	Edam 17 % (%)	retentaatti (%)	P
Maidon menekki	8,98 ± 0,16	9,43 ± 0,92	>0,05
Juustosaanto	11,14 ± 0,19	10,67 ± 0,98	>0,05

Taulukossa 10 näkyy permeaatista valmistetun kattilan, retentaatista valmistettujen kattiloiden keskiarvo sekä vertailuna käytetyn Edam 17 % keskiarvo tulokset ROV:n ja KAR:n osalta. KAR:n osalta ainoastaan oli hieinan suurempi ero retentaatista valmistettujen juustojen osalta.

Taulukko 10. Edam 17 %:n, permeaatista valmistetun juuston sekä retentaatista valmistettujen juustojen koostumustiedot rasvattoman osan vesipitoisuuden (ROV) ja kuiva-aineen rasvan (KAR) osalta N=3

	ROV	KAR
Edam 17 %	62,17	33,27
permeaatti	60,73	31,34
retentaatti	63,66	37,05

Aistinvaraisessa arvioinnissa huomattiin, että permeaatista valmistettu juusto oli rakenteeltaan pehmeämpi, kuin vertailuna käytetty Edam 17 % juusto, mutta juusto oli runsaskoloinen ja maultaan käyneen ja kitkerän makuinen. Maku johtui luultavasti juuston pitkästä iästä, vaikka juusto säilytettiin kypsytysten jälkeen kylmässä. Retentaatista valmistetut juustot olivat rakenteeltaan sulatejuustomaisia ja maultaan kermaisia ja pehmeitä verrattuna vertailujuustoon.

## 6.5 Minijuustojen tulokset

Minijuustojen permeaattijuustot jouduttiin valmistamaan kaikki pakastetusta permeaatista, joka otettiin talteen ensimmäisestä koesuodatuksesta keraamisella kalvolla.

Juustoja valmistettiin kolme toistoa. Kattilamaidoista ja juustoista analysoitiin rasva, kuiva-aine ja proteiini. ROV, KAR, siirtymäluvut, maidon menekit ja juustosaannot laskettiin kaavoilla 1–5 (liite 7).

Taulukossa 11 ovat rasvan ja kuiva-aineen siirtymäluvut minijuustolalla valmistetuista juustoista. Vertailuna käytettiin tuotannon Edam 17 %:sta juustoa. Tilastollisesti siirtymäluvuilla ei ollut juurikaan eroa. Ainoastaan rasvan siirtymäluvuissa oli tilastollinen ero ( $P < 0,01$ ) tuotannon Edam 17 % verrattuna kermasta valmistettuun minijuustoon. Tämä johtui rasvan siirtymälukujen virheellisyydestä. Rasvan siirtymäluku ei voi olla yli 100 %, joten virhe on tapahtunut joko analysoinnissa, maidon mittauksessa tai juuston punnituksessa. Väärä analysointimenetelmä on todennäköisin virhe.

Taulukko 11. Rasvan ja kuiva-aineen siirtymäluvut minijuustoista verrattuna tuotannon Edam 17 %: n juustoon. Keskiarvot, keskihajonnat ja tilastolliset merkittävyydet

	Edam 17 % (%)	kerma (%)	P
Rasva	90,62 ± 0,29	111,71 ± 5,84	<0,01
Kuiva-aine	46,44 ± 0,40	44,94 ± 1,60	>0,05
	Edam 17 % (%)	retentaatti (%)	P
Rasva	90,62 ± 0,29	78,89 ± 46,34	>0,05
Kuiva-aine	46,44 ± 0,40	40,68 ± 3,51	>0,05
	Edam 17 % (%)	permeaatti (%)	P
Rasva	90,62 ± 0,29	89,27 ± 8,52	>0,05
Kuiva-aine	46,44 ± 0,40	44,57 ± 3,26	>0,05

Taulukossa 12 (s. 31) näkyy maidon menekit, juustosaannot ja hajonnat minijuustojen osalta.

Taulukko 12. Minijuustojen maidon menekit, juustosaannot ja hajonnat verrattuna Edam 17 % N=3

	maidon- menekki (l/100kg)	juusto- saanto (kg/100 l)	keskihajonta maidon- menekki	keskihajonta juustosaanto
kerma	7,3	13,8	0,39	0,72
permeaatti	7,2	13,9	0,32	0,61
retentaatti	7,2	13,8	0,88	1,61
vertailu	7,2	13,8	0,16	0,19

Maidon menekkiä ja juustosaantoa verrattaessa huomataan, ettei niillä ole mitään eroa.

## 7 TULOSTEN TARKASTELO

Tuloksia tarkastellessa voidaan todeta, että keraamisella MF-kalvolla saadaan eroteltua rasvaglobuliinit paremmin kuin polymeerisellä MF-kalvolla. Tilastolliset erot permeaattien osalta verrattaessa polymeeristä ja keraamista MF-kalvoa osoittavat keraamisen kalvon paremmasta soveltuvuudesta tutkimukseen. Tilastollinen ero permeaateilla oli  $P < 0,001$ .

### 7.1 Polymeerinen MF-kalvo

Polymeerisen kalvon pidätyskyky oli liian tehokas tutkimuksessa käytetyllä huokoskoolla. Se pidättää huomattavasti paremmin rasvaa kuin keraaminen kalvo, mutta samalla se pidättää myös kuiva-ainetta. Retentaattien partikkelikoot nousevat suodatuksen lopussa. Tämä johtuu kalvojen tukkeutumisesta ajon loppua kohden. Isommalla huokoskoolla polymeeristä MF-kalvoa voisi testata kerman fraktiointiin. Permeaattien partikkeliko ei pienene koko ajon aikana alle 1  $\mu\text{m}$ .

### 7.2 Keraaminen MF-kalvo

Keraaminen MF-kalvo 2  $\mu\text{m}$  huokoskoolla soveltui tutkimukseen hyvin. Permeaatin partikkelikoosta osa on suodatuksen lopussa 0,1  $\mu\text{m}$ , kun polymeerisellä kalvolla pienin koko oli 1  $\mu\text{m}$ . Kalvon pinta-alaa kasvattamalla suodatettuja jakeita olisi saanut nopeammin, mutta tutkimuksessa käytetyllä pinta-alalla suodatusta olisi pitänyt jatkaa useita tunteja pidempään, jolloin kalvojen pesu suodatuksen välissä olisi ollut välttämätöntä. Tähän tutkimukseen ei ollut saatavilla suuremmalla pinta-alalla olevaa 2,0  $\mu\text{m}$  omaavaa keraamista MF-kalvoa. Käytetyllä pinta-alalla kalvo tukkeutuu helposti ja suodatus kestää todella kauan. Retentaattien partikkelikoko nousee myös keraamisella MF-kalvolla, johtuen siinäkin kalvon tukkeutumisesta ajon lopussa.

### 7.3 Juustot

Juustojen tuloksia tarkastellessa huomataan, että rasvojen siirtymäluvut tutkimuksessa tehdyistä juustoista ovat virheelliset. Tämä johtuu joko maidon punnitusvirheestä, juustojen punnitusvirheestä tai väärästä analyysimenetelmästä. Todennäköisin syy on väärä analyysimenetelmä, koska koejuustolan vaa'at kalibroidaan säännöllisesti. Koejuustolassa myös kattilat ovat vaa'an päällä.

Maidon menekit ja juustosaannot eivät eronneet millään tavalla tuotannon vertailujuustosta, joten sillä ei saatu tässä tutkimuksessa kannattavuuteen perustuvaa näyttöä. Aistinvaraisessa arvioinnissa sekä permeaatista, että retentaatista valmistetut juustot olivat koostumukseltaan ja suutuntumaltaan parempia verrattuna Edam 17 % juustoon.

## 8 JOHTOPÄÄTÖKSET JA POHDINTA

Aihe oli mielenkiintoinen ja työnantaja suositteli sitä, koska se voitiin sisällyttää Valio Oy Lapinlahden tehtaalla meneillään olevaan investointiprojektiin ja tietoja voidaan hyödyntää jatkossa.

Tutkimuksessa kävi ilmi, että keraaminen MF-kalvo soveltuu paremmin rasvaglobuliinien erotteluun, koska sillä saadaan eroteltua pienemmät rasvaglobuliinit. Tutkimuksessa käytettävän kalvon pinta-alan olisi pitänyt olla suurempi, jolloin permeaatin saanto olisi ollut järkevässä suodatusajassa parempi. Suodatuksen aikana kalvo tukkeutuu ja kalvon erottelukyky heikkenee, jolloin vain pienimmät partikkelit pääsevät kalvon läpi. Koikeita olisi pitänyt tehdä huomattavasti enemmän ja isommalla pinta-alalla olevalla keraamisella MF-kalvolla, jolloin juustoja olisi saatu myös aistinvaraiseen arviointiin enemmän permeaatista valmistetuista juustoista. Partikkelikokojakauman hajonnasta ei saatu tilastollista eroa polymeerisen ja keraamisen MF-kalvon väliltä, vaikka keraamisella kalvolla saadaan huomattavasti pienempiä partikkelikokoja (0,1  $\mu\text{m}$ ). Tämä johtuu siitä, että prosentuaalisesti yli 1  $\mu\text{m}$ :n partikkelikoko on paljon myös keraamisella kalvolla suodatetussa jakeessa.

Aistinvaraisesti arvioituna sekä permeaatista että retentaatista valmistetut juusto olivat suutuntumaltaan ja rakenteeltaan pehmeämpiä, kuin vertailuna käytetty Edam 17 % juusto.

Jatkoa ajatellen tutkimuksesta oli hyötyä siinä mielessä, että saimme selville keraamisen ja polymeerisen MF-kalvon erot rasvaglobuliinien fraktioinnissa. Keraaminen MF-kalvo sopisi siis paremmin rasvaglobuliinien erotteluun kuin polymeerinen MF-kalvo, mutta keraamiset kalvot ovat vielä erittäin kalliita verrattuna polymeerisiin kalvoihin. Tähän tutkimukseen oli valittu isoimmalla huokoskoolla olemassa oleva polymeerinen MF-kalvo. Polymeeristen kalvojen haasteena on se, että kalvojen huokoskoko ei ole saatavilla rasvaglobuliinien fraktiointiin soveltuvalla isommalla huokoskoolla kuin mitä käytettiin tutkimuksessa.

## LÄHTEET

- Aaltonen, T. 2012. Cheese-making by full concentration of milk whit membrane filtration and evaporation. Helsingin yliopisto, elintarviketecnologian laitos. Väitöskirja.
- Aaltonen, T. 2014. Kalvosuodatusmenetelmät meijeriteollisuudessa. Seminaari. Helsinki. 24.3.2014. Valio Oy. Seminaarin jaettu moniste.
- Aho, J. & Hildén, T. 2007. Maidon Matkassa. Helsinki: Edita Prima Oy.
- Bylund, G. 2003. Dairy Processing Handbook. Lund, Ruotsi: Tetra Pak Processing systems AB.
- Fox P.F & McSweeney P.L.H. 1998. Dairy chemistry and biochemistry. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers. 478.
- Goudéranche H, Fauquant J & Maubois J-L. 2000. Fractionation of globular milk fat by membrane microfiltration. Lait 80 (2000) 93-98 © INRA, EDP Sciences.
- Heino, A. 2009. Microfiltration in Cheese and Whey Processing. Helsingin yliopisto, elintarviketecnologian laitos. Väitöskirja.
- Huumonen, I. 2011. Valio Research and Development Cheese Technologies. Pilot Cheese Plant/ Lapinlahti. Esitelmä. Helsinki. 30.3.2011. Esitelmän jaettu moniste.
- Jensen R.G, Ferris A.M & Lammi-Keefe C.J. 1991. Symposium: Milk fat – composition, function and potential for change. J Dairy Sci 74:3228–3243
- Jensen R.G. 1995. Handbook of milk composition. San Diego, Kalifornia: Academic Press, Inc. 919.
- Kallioinen, H. 2007. Malvern MS2000 Partikkelikokojakauman mittaus. Valio Oy.
- Kammerlehner, J. 2000. Juustonvalmistusteknologia. Käännös Kivelä, T, ja Vihma, R. Helsinki: Valio Oy.
- Kärki, M. 2015. Juustonvalmistusteknologia. Seminaari. Helsinki. 23.2.2015. Valio Oy. Seminaarin jaettu moniste.
- Michalski M.C, Camier B, Briard V, Leconte N, Gassi J.Y, Goudéranche H, Michel F & Fauquant J. 2004. The size of native milk fat globules affects physico-chemical and functional properties of Emmental cheese. Lait 84 (2004) 343–358 © INRA, EDP Sciences, 2004 DOI: 10.1051/lait:2004012.

Michalski M.C, Leconte N, Briard-Bion V, Fauquant J, Maubois J.L & Goudéranche H. 2006. Microfiltration of raw whole milk to select fractions with different fat globule size distributions: Process optimization and analysis. *J. Dairy Sci.* 89:3778–3790 © American Dairy Science Association, 2006.

Pall Corporation. 2014. Membralox Ceramic Membrane Products. Viitattu 15.3.2016. <https://www.pall.com/main/food-and-beverage/product.page?id=41052>

Saario, T. 2013. Heran ja maidon mikrosuodatus. Lappeenrannan teknillinen yliopisto, teknillinen tiedekunta. Diplomityö.

Saarentola, V. 2011. Mikro- ja ultrasuodatustekniikka Edamjuuston valmistuksessa. Helsingin yliopisto, elintarvike- ja ympäristötieteiden laitos. Pro Gradu.

Tapaila, M. 2014. Maidon koostumus. Meijeriteollisuuden perusteet opintojakson verkkoaineisto. Hämeen ammattikorkeakoulu, Moodle-aineisto.

Wagner, J. 2001. *Membrane Filtration Handbook Practical Tips and Hints*. England: Osmonics.

Walstra P, Wouters J.T.M & Geurts T.J. 2006. *Dairy science and technology*. 2. p. CRC/Taylor & Francis. 782.



## PERMEAATTIEN RASVOJEN TILASTOLLISET EROT POLYMEERISEN JA KERAAMISEN MF-KALVON VÄLILLÄ

Anova: Single Factor

## SUMMARY

<i>Groups</i>	<i>Count</i>	<i>Sum</i>	<i>Average</i>	<i>Variance</i>
Column 1	4	0,29	0,0725	9,16667E-05
Column 2	2	9,25	4,625	0,26645

## ANOVA

<i>Source of Variation</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Between Groups	27,633675	1	27,63368	414,4144718	3,4382E-05	7,708647422
Within Groups	0,266725	4	0,066681			
Total	27,9004	5				

## PERMEAATTIEN KUIVA-AINEIDEN TILASTOLLISET EROT POLYMEERISEN JA KERAAMISEN MF-KALVON VÄLILLÄ

Anova: Single Factor

## SUMMARY

<i>Groups</i>	<i>Count</i>	<i>Sum</i>	<i>Average</i>	<i>Variance</i>
Column 1	4	19,36	4,84	0,007
Column 2	2	19,61	9,805	0,59405

## ANOVA

<i>Source of Variation</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Between Groups	32,8683	1	32,8683	213,760182	0,000127313	7,708647422
Within Groups	0,61505	4	0,1537625			
Total	33,48335	5				

## PERMEAATTIEN PROTEIINIEN TILASTOLLISET EROT POLYMEERISEN JA KERAAMISEN MF-KALVON VÄLILLÄ

Anova: Single Factor

## SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	4	1,79	0,4475	0,000358333
Column 2	2	3,62	1,81	0,0162

## ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	2,475208333	1	2,475208333	573,1307284	1,80555E-05	7,708647
Within Groups	0,017275	4	0,00431875			
Total	2,492483333	5				

RASVOJEN TILASTOLLISET EROT PERMEAATIN JA RETENTAATIN  
VÄLILLÄ KERAAMISELLA MF-KALVOLLA

Anova: Single Factor

## SUMMARY

<i>Groups</i>	<i>Count</i>	<i>Sum</i>	<i>Average</i>	<i>Variance</i>
Column 1	7	21,34	3,048571429	2,122114286
Column 2	7	200,85	28,69285714	99,51405714

## ANOVA

<i>Source of Variation</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Between Groups	2301,702864	1	2301,702864	45,29298638	2,10337E-05	4,747225347
Within Groups	609,8170286	12	50,81808571			
Total	2911,519893	13				

## KUIVA-AINEIDEN TILASTOLLISET EROT PERMEAATIN JA RETENTAATIN VÄLILLÄ KERAAMISELLA MF-KALVOLLA

Anova: Single Factor

## SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	7	58,97	8,424285714	2,276595238
Column 2	7	260	37,14285714	17,75969048

## ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	2886,647207	1	2886,647207	288,1419489	9,37596E-10	4,747225347
Within Groups	120,2177143	12	10,01814286			
Total	3006,864921	13				

PROTEIINIEN TILASTOLLISET EROT PERMEAATIN JA RETENTAATIN  
VÄLILL KERAAMISELLA MF-KALVOLLA

Anova: Single Factor

## SUMMARY

<i>Groups</i>	<i>Count</i>	<i>Sum</i>	<i>Average</i>	<i>Variance</i>
Column 1	7	10,47	1,495714286	0,159628571
Column 2	7	13,12	1,874285714	0,145395238

## ANOVA

<i>Source of Variation</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Between Groups	0,501607143	1	0,501607143	3,288970416	0,094816213	4,747225347
Within Groups	1,830142857	12	0,152511905			
Total	2,33175	13				

LASKUKAAVAT RASVATTOMAN OSAN VESIPITOISUUTEEN (ROV), KUIVA-AINEEN RASVAN (KAR), SIIRTYMÄLUKIJEN (SL), MAIDON MENEKIN (MM) JA JUUSTOSAANNON (JS) LASKUIHIN

$$ROV = \left( \frac{100 - \text{tuorejuuston } k-a \%}{100 - \text{tuorejuuston rasva } \%} \right) \times 100 \quad (1)$$

$$KAR = \left( \frac{\text{tuorejuuston rasva } (\%)}{\text{tuorejuuston } k-a (\%)} \right) \% \times 100 \quad (2)$$

$$SL (\%) = \left( \frac{\text{komponentin pitoisuus juustossa } (\%) \times \text{juusto } (kg)}{\text{komponentin pitoisuus juustomaidossa } (\%) \times \text{maito } (kg)} \right) \times 100 \quad (3)$$

$$MM = \frac{\text{maitomäärä } (kg)}{\text{juustokilot } (kg)} \quad (4)$$

$$JS = \frac{\text{juusto } (kg) \times 100}{\text{maitomäärä } (kg)} \quad (5)$$