

Irma Pienimaa

## **Heratiivsteen proteiinipitoisuuden määrittäminen MilkoScan-analyysaattorilla**

WPC:n mittauskanavan kalibrointi

Opinnäytetyö

Kevät 2017

SeAMK Elintarvike ja maatalous

Insinööri (AMK), Bio- ja elintarviketekniikka

**SeAMK** 

SEINÄJOEN AMMATTIKORKEAKOULU  
SEINÄJOKI UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

SEINÄJOEN AMMATTIKORKEAKOULU

## Opinnäytetyön tiivistelmä

Koulutusyksikkö: Elintarvike ja maatalous

Tutkinto-ohjelma: Insinööri (AMK), Bio- ja elintarviketekniikka

Suuntautumisvaihtoehto: Yleinen

Tekijä: Irma Pienimaa

Työn nimi: Heratiivisteiden proteiinipitoisuuden määrittäminen MilkoScan -analysointilaitteella: WPC:n mittauskanavan kalibrointi

Ohjaaja: Sarita Ventelä

Vuosi: 2017

Sivumäärä: 39

Liitteiden lukumäärä: 2

---

Tämän opinnäytetyön tarkoituksena oli selvittää, saadaanko Valion Seinäjoen tehtaan tuoretuote-osastolle hankittu MilkoScan FT 120 FTIR -spektrometri (Fourier Transform Infrared) kalibroinnin avulla mittaamaan tuoretuoteosastolla prosessoitavasta heratiivisteestä (WPC) proteiini- ja kuiva-ainepitoisuus luotettavasti. Tavoite oli saada WPC:n mittauskanava kalibrointia varten, että laitteen antamien mittaustulosten perusteella voitaisiin tiivisteen suodatustuloksia säätää spesifikaation mukaisen proteiinipitoisuuden saavuttamiseksi. Samalla oli tarkoitus perehtyä laitteen tekniikkaan ja laatia käyttöohjeet perusmittausta ja käytön aikana vaadittavia pesuja varten.

Mittauskanavan kalibroinnin säätöä varten WPC:tä suodatettiin vuoden 2016 lopussa neljä eri kertaa kahden viikon välein ja suodatusten aikana otettiin näytteitä, joista määritettiin proteiini ja kuiva-aine tuoretuoteosaston MilkoScan FT 120-laitteella. Näytteistä tehtiin rinnakkaismääritykset Seinäjoen aluelaboratoriossa. Proteiinin rinnakkaismääritys tehtiin Kjeldahl-menetelmällä ja kuiva-aine lämpökaappimenetelmällä. Lopuksi laitteen antamat mittaustulokset ja saadut vertailutulokset tallennettiin laitteen WPC-kanavan näytesettiin (SampleSet) kalibrointia varten.

Kalibroinnin tuloksena MilkoScan FT 120 -laitteen antamat mittaustulokset vastasivat vertailumenetelmällä saatuja tuloksia. Tämän perusteella laitteen antamia mittaustuloksia voidaan pitää luotettavina.

Avainsanat: MilkoScan FT 120, WPC, Kalibrointi

SEINÄJOKI UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

## Thesis abstract

Faculty: School of Food and Agriculture

Degree programme: Engineer, Food Processing and Biotechnology

Specialisation: General Food Technology

Author: Irma Pienimaa

Title of thesis: The measurement of the protein content of whey protein concentrate with the MilkoScan FT 120 Spectrometer: The calibration of the WPC measuring channel.

Supervisor: Sarita Ventelä

Year: 2017      Number of pages: 39      Number of appendices: 2

---

The purpose of this thesis is to find out, with the help of calibration, whether the Milkoscan FT 120 FTIR spectrometer (Fourier Transform Infrared) can be made to reliably measure the protein and solid content of the whey protein concentrate (WPC) measured in the Valio Seinäjoki Perishable Goods Department. The objective was to calibrate the measuring channel of the WPC so that, based on the device's measurement results, the ultrafiltration could be adjusted to satisfy the protein content specification. Furthermore, this thesis project was used as an opportunity to familiarize with the device's technology and to devise instructions for basic measuring and the washes required during usage.

For the adjustment of the measuring channel's calibration the WPC was filtered four times at the end of 2016, two weeks between each filtration. During these filtrations samples were taken, to be analysed with the Milkoscan FT 120 device for the measuring of their protein and solid content. Reference analyses were made from the samples at the Seinäjoki district laboratory. The reference analysis for protein content was carried out using the Kjeldahl method, and the reference analysis for total solids content was made with the oven method. Finally, the device's measurement results and the results of the reference analyses were saved to the SampleSet of the WPC channel for calibration.

The calibration proved that the measurement results given by the Milkoscan FT 120 device corresponded with the results of the reference analyses. Based on these findings, the measurement results of the device can be regarded as reliable.

Keywords: MilkoScan FT 120, WPC, Calibration

## SISÄLTÖ

Opinnäytetyön tiivistelmä.....	2
Thesis abstract.....	3
SISÄLTÖ.....	4
Kuva-, kuvio- ja taulukkoluetelo.....	6
Käytetyt termit ja lyhenteet.....	8
1 JOHDANTO.....	9
2 HERA.....	10
2.1 Raakaieran hyötykäyttö.....	10
2.2 Heraproteiinit.....	11
2.2.1 $\beta$ -laktoglobuliini.....	12
2.2.2 $\alpha$ -laktalbumiini.....	12
2.2.3 Seerumin albumiini.....	13
2.2.4 Immunoglobuliini.....	13
2.3 Heran jatkojalostus.....	13
2.3.1 Herajauheet.....	14
2.3.2 Herajauheiden käyttö elintarvikkeiden valmistuksessa.....	15
3 MILKOSCAN FT 120 FTIR.....	17
3.1 Infrapunasäteilyn käyttö näytteen analysoinnissa.....	17
3.2 Infrapunaspektrin muodostuminen.....	19
3.3 Toimintaperiaate.....	20
3.4 Laitteen kalibrointi.....	22
4 KALIBROINTIPROSESSI.....	24
4.1 Referenssimenetelmät.....	24
4.2 Uuden kanavan käyttöönotto.....	25
4.3 Kanavan kalibrointi.....	25
5 TULOKSET JA TULOSTEN TARKASTELU.....	27
5.1 Ensimmäinen säätö.....	27
5.2 Toinen säätö.....	28
5.3 Kolmas säätö.....	30
5.4 Neljäs säätö.....	31

5.5 Mittauksen tarkkuus kalibroinnin jälkeen.....	33
6 YHTEENVETO.....	35
LÄHTEET .....	37
LIITTEET .....	39

## Kuva-, kuvio- ja taulukkoluettelo

Kuva 1. MilkoScan FT 120 FTIR -spektrofotometri .....	20
Kuva 2. MilkoScan FT 120 FTIR -spektrofotometrin toimintalaitteisto.....	21
Kuvio 1. Näytteen nro. 4 spektri .....	18
Kuvio 2. Näytteen nro 14. spektri .....	18
Kuvio 3. MilkoScan FT 120 -laitteen sisältämä interferometri .....	19
Kuvio 4. MilkoScan -laitteen laskema WPC:n kalibrointisuora .....	22
Kuvio 5. Voimassa olevan kalibroinnin ja uuden kalibroinnin tulokset rinnakkain .	23
Kuvio 6. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviokuva ensimmäisen kalibroinnin jälkeen .....	28
Kuvio 7. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuviokuva ensimmäisen kalibroinnin jälkeen .....	28
Kuvio 8. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviokuva toisen kalibroinnin jälkeen .....	29
Kuvio 9. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuviokuva toisen kalibroinnin jälkeen ..	30
Kuvio 10. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviokuva kolmannen kalibroinnin jälkeen .....	31
Kuvio 11. WPC:n kuiva-aineen hajontakuviokuva kolmannen kalibroinnin jälkeen .....	31
Kuvio 12. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviokuva neljännen kalibroinnin jälkeen .....	32
Kuvio 13. WPC:n kuiva-aineen hajontakuviokuva neljännen kalibroinnin jälkeen .....	33
Kuvio 14. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviokuva kalibroinnin valmistuttua.....	34

Kuvio 15. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuvio kalibroinnin valmistuttua ...	34
Taulukko 1. Lehmänmaidon heraproteiinin koostumus .....	12
Taulukko 2. Proteiini- ja laktoosipitoisuus eri heratuotteissa .....	15
Taulukko 3. Herajauheiden käyttö elintarvikkeiden valmistuksessa .....	16
Taulukko 4. Suodatusprosessista 4 - 6.11.2016 otetut näytteet. ....	1
Taulukko 5. Suodatusprosessista 19 - 20.11.2016 otetut näytteet.....	1
Taulukko 6. Suodatusprosessista 2 - 4.12.2016 otetut näytteet. ....	2
Taulukko 7. Suodatusprosessista 16 - 18.12.2016 otetut näytteet.....	2
Taulukko 8. Kalibroinnin valmistumisen jälkeen analysoitu näytesarja. ....	3

## Käytetyt termit ja lyhenteet

<b>Nanohera</b>	Herasta on suodatuksen avulla poistettu vettä ja suolaa, jolloin sen kuiva-ainepitoisuudeksi jää 25 %.
<b>Interferogrammi</b>	Interferogrammi kuvaa ilmaisimelle osuvan säteen voimakkuutta interferometrin peilin liikkeen ja liikkeestä syntyvän optisen matkaeron funktiona.
<b>WPC</b>	Whey protein concentrate. Ultra- tai diasuodatusmenetelmällä valmistettu herajauhe, joka sisältää 30–85% proteiinia.
<b>FTIR- spektrometri</b>	Laite, joka mittaa valon interferenssikuvion ja muuttaa kuvion matemaattisen toimituksen, Fourier-muunnoksen avulla spektriiksi.
<b>Kyvetti</b>	Mittausastia, jota käytetään optisissa mittauksissa, joissa näytteen läpi kohdistetaan säteilyä.
<b>Absorbtiio</b>	Atomien, molekyylien ja ionien imeytyminen nesteeseen, kaasuun tai kiinteään aineeseen.
<b>Kalibrointi</b>	Toimenpiteet, joiden avulla määritetyissä olosuhteissa saadaan tietoon mittauslaitteen tai mittausjärjestelmän näyttämien tai kiintomitan tai vertailuaineen edustamien suureiden arvojen ja vastaavien mittanormaaleilla eli standardeilla toteutettujen arvojen välinen yhteys.
<b>Referenssimenetelmä</b>	Referenssimenetelmä on tarkoin määritelty ja validoitu testausmenettely, mittaus tai analyysi, jota käytetään muiden menetelmien laadullisessa vertailussa ja vertailumateriaalin ominaisuuksien tai vertailuarvojen määrittelyssä
<b>Korrelaatio</b>	Korrelaatio kuvaa kahden muuttujan välistä riippuvuutta.



# 1 JOHDANTO

Valiolla syntyy juustonvalmistuksessa heraa prosessin sivutuotteena. Myös tuotteen siirroissa osa raaka-aineesta jää putkistoihin siirtojen aloitusten ja lopetusten yhteydessä. Nämä vettä sisältävät raaka-aine-erät pyritään käsittelemään prosessissa yhdistämällä ne varsinaisen raaka-aineen, kuten esimerkiksi heran joukkoon. On taloudellisempaa käyttää tällainen sivutuote hyödyksi kuin heittää se moneen. Sen vuoksi heraa jatkojalostetaan muiden elintarvikkeiden ja rehuteollisuuden raaka-aineeksi.

Valion Seinäjoen tehtaan tuoretuoteosastolla suodatetaan Valion juustoloista kerättyä ja jo kertaalleen suodatettua nanoheratiivistettä WPC-tiivisteeksi (whey protein concentrate). Tämä tiiviste siirretään Valion Haapaveden tehtaalle edelleen kuivattavaksi. Kuivauksen lopputuloksena syntyy WPC-profeel jauhetta. Ennen myyntiinhyväksymistä Profeel-jauheen tuote-erät tarkastetaan vielä Seinäjoen aluelaboratoriossa.

Tämä työ käsittelee heratiivisteen koostumuksen mittaamista Milko Scan FT 120 -laitteella. Jatkossa tässä työssä MilkoScan FT 120 -laitteesta käytetään myös nimitystä Milko. Työn tarkoitus on saada heratiivisteen mittauskanava kalibroitu proteiinin ja kuiva-aineen määrittämiseksi. Tätä varten laitteella analysoitiin neljänä eri kertana suodatusajon aikana otettuja näytteitä marrasjoulukuussa 2016. Näytteet pyrittiin ottamaan siten, että proteiinipitoisuuden vaihteluväli niissä olisi mahdollisimman suuri. Tällä tavalla mittauskanava saadaan kalibroitu mahdollisimman tarkasti näyttämään oikeita mittaustuloksia. Referenssimäärytykset tehtiin Seinäjoen aluelaboratoriossa käytettävissä olevilla menetelmillä.

Opinnäytetyöprojektille asetettu tavoite saatiin täyttymään, sillä viimeisen kalibrointikerran jälkeen suoritettua tarkistusmittauksessa tuoretuoteosaston MilkoScan FT 120 -laite antoi mittaustulokset, jotka vastasivat samoista näytteistä referenssimenetelmillä saatuja tuloksia.

## 2 HERA

Juustonvalmistuksen yhteydessä syntyvä hera erottuu juustomassasta paloittelu- ja puristusvaiheessa (Banes, Helm, & Taylor 2014, 108). Se jaetaan valmistusmenetelmän perusteella makeaksi ja happamaksi heraksi. Makeaa heraa syntyy, kun juustomaito saostetaan juoksetteella. Juoksetetta käytetään yleensä puristettujen juustojen, esimerkiksi emmentaljuuston valmistuksessa. Hapanta heraa muodostuu silloin, kun juustomaito saostetaan hapolla tai maitohappobakteereilla kunnes maidon pH laskee alle kaseiinin isoelektrisen pisteen. Tätä tapaa käytetään tuoreiden juustomassojen valmistusprosessissa. Molemmat herat sisältävät vettä, laktoosia ja muita sokereita, orgaanisia happoja, mineraaleja, lipidejä ja proteiinia. (Banes ym. 2014, 108.) Suurin osa herasta jatkojalostetaan nykyisin spraykuivauksen ja erilaisten suodatusmenetelmien avulla jauheeksi, jota voidaan käyttää elintarvikkeiden valmistusaineena. Maailmanlaajuisesti heraa tuotetaan noin  $2 \times 10^8$  tonnia vuodessa, mikä sisältää n.  $9 \times 10^6$  tonnia laktoosia ja  $1,4 \times 10^6$  tonnia heraproteiineja (Fox ym. 2017, 757).

### 2.1 Raakaheran hyötykäyttö

Juustonvalmistuksen sivutuotteena syntynyttä heraa pidettiin aikoinaan yleisesti pelkkänä ongelmajätteenä samoin kuin rasvatonta maitoakin, sillä vielä 1800-luvun lopussa voinalmistuksesta jääneelle rasvattomalle maidolle ei löydetty parempaa tehtävää kuin sikojen rehuna käyttäminen. (Peltonen 2004, 172.) Sikataloutta on edistetty myöhemmin heran voimalla, ja jotkut meijerit perustivat oman sikalan hyödyntääkseen juustonvalmistuksesta jäänyttä heraa. Hirvinen (1998) mainitsee kirjoittamassaan historiikissa ”Kyrönmaan Osuusmeijeri 90 vuotta”, että esimerkiksi juustomeijerinä tunnetun Isonkyrön Osuusmeijerin (myöhemmin Kyrönmaan Osuusmeijeri) yhteydessä toimi sikala vuodesta 1927 aina vuoteen 1982 asti.

On yleisesti tiedossa, että sikojen ruokinnan lisäksi heraa on käytetty lannoitteena pelloilla ja laskettu ympäristöön. Lannoituskäyttöä kuitenkin rajoittaa heran aiheuttama maan happamoituminen, eikä ympäristöön laskeminen ole nykyisin sallittua.

Kunnalliseen viemäriverkostoon liitetty tuotantolaitos voi laskea heraa kunnan puhdistamolle ainoastaan sovittuina ajankohtina ennalta sovitun määrän (Opas pienmeijereille).

Paneutuessaan juuston valmistusmenetelmiin Robinson ja Wilbey (1998) löysivät muitakin juustoheran käyttötapoja, joista yksinkertaisin lienee perinteisen herajuuston valmistus. Tätä vanhaa taitoa harjoitetaan vielä tänäkin päivänä monilla alueilla. Aikoinaan vuohista ja lampaista saatiin sekä lihaa että maitoa ja kaikki raaka-aine käytettiin hyödyksi mahdollisuuksien mukaan. Norjan syrjäisiltä vuoristoalueilta peräisin olevat herajuustot mysost, gjetost ja niesost ovat edelleenkin suosittuja. Niillä on kaikilla sama valmistusmenetelmä, mutta niiden valmistuksessa käytetään erilaisia maidon ja heran yhdistelmiä. Välimeren alueella valmistettavia herajuustoja ovat mm. ricotta ja mitzithra, joita voidaan valmistaa sekä teollisesti että käsityönä. (Robinson & Wilbey 1998, 322–323.)

## 2.2 Heraproteiinit

Ennen vuotta 1880 maidon uskottiin sisältävän vain yhdyntyyppistä proteiinia. Tuolloin kuitenkin ruotsalainen tutkija Olav Hammarsten osoitti, että maidon proteiinista voitiin erottaa kaksi ryhmää: kaseiini ja heraproteiini. Nautaeläimen maidon proteiinista 80 % on kaseiinia ja 20 % pienikokoisia ja vesiliukoisia heraproteiineja (Fox ym. 2015, 148.) Teoksessa todetaan myös, että heraproteiinit kestävät huonosti kuumennusta ja saostuvat jo +70 - +80°C:ssa. Heraproteiinien tiedetään kuitenkin kestävän juoksetekäsittelyä hyvin. Heraproteiini koostuu pääasiassa immunoglobuliinia (Ig) sisältävästä laktoglobuliinista ja laktalbumiinista, jonka pääkomponentit ovat  $\beta$ -laktoglobuliini ( $\beta$ -lg),  $\alpha$ -laktalbumiini ( $\alpha$ -la), sekä seerumin albumiini (BSA) (Fox ym. 2015, 188). Kirjan sisältämästä taulukosta on muokattu Taulukko 1, josta voi nähdä lehmänmaidon heraproteiinin sisältämät pääkomponentit sekä niiden osuus heraproteiinin kokonaismäärästä.

Taulukko 1. Lehmänmaidon heraproteiinin koostumus (Fox ym. 2015, 425 mukailten).

Proteiini	Nautaeläimen maito (g/L)
Heraproteiinin kokonaismäärä	6,3
β-Lactoglobuliini	3,2
α-Laktalbumiini	1,2
Seerumialbumiini	0,4
Proteosipeptoni	1,2
Immunoglobuliinien kokonaismäärä	0,8
IgG <sub>1+2</sub>	0,65
IgA	0,14
IgM	0,05
Lactoferrini	0,1
Lysotsyymi	126x10 <sup>-6</sup>
Laktoperoksidaasi	0,03
Muut yhdisteet	0,8

### 2.2.1 β-laktoglobuliini

β-laktoglobuliinin osuus heran proteiineista on noin 50 %. Se on kuumennuksen vaikutuksesta yksi herkimmin denaturoituva heraproteiini ja sen vuoksi sitä on pidetty homogeenisuuden mittarina. β-laktoglobuliini myös sitoo vapaita rasvahappoja ja edistää täten lipolyysiä. Aikaisemmin uskottiin ainoastaan märehitijöiden maidon sisältävän β-laktoglobuliinia, mutta sitä löytyy myös sian, hevosen, kengurun, delfiinin, manaatin ja joidenkin muiden lajien maidosta. Äidinmaidossa tätä heraproteiinia ei esiinny. (Fox ym. 2015, 189–193.)

### 2.2.2 α-laktalbumiini

Lehmän maidon heraproteiineista α-laktalbumiinin osuus on 20 %. Perusrakenteeltaan α-la muistuttaa kananmunan valkuaisessa esiintyvää lysotsyymiä. α-laktalbumiinista on olemassa geneettisesti erilaisia tyyppisiä, A, B, C ja D. Länsimaisen karjan maito sisältää pääosin B-tyyppiä, mutta Intiassa ja Afrikassa kasvatettavan seebun ja Australialaisen Droughtmaster-karjan maito sisältää A- ja B-

tyyppiä. Aasiasta peräisin olevan Bali-karjan maidosta on löydetty C- ja D-muunnoksia. Äidinmaidossa  $\alpha$ -la on heraproteiinien vallitseva proteiini. (Fox ym. 2015, 194.)

### **2.2.3 Seerumin albumiini**

Seerumialbumiinia on lehmän maidon heraproteiineissa vain pieni määrä. Sen tärkein tehtävä on kuljettaa verenkierrassa nestemäisessä muodossa olevia rasvahappoja, sukupuolihormoneja, bilirubiinia ja erilaisia metalli-ioneja. Sen uskotaan siirtyvän maitoon solujen välistä tai muiden molekyylien mukana. (Fox ym. 2015, 428.)

### **2.2.4 Immunoglobuliini**

Heraproteiini sisältää kolmenlaista immunoglobuliinin isotyyppiä, joita ovat IgA, IgG ja IgM. Jokainen isotyyppi muodostuu omalle tyypilleen ominaisista raskasketjuista ja kevytketjuista, jotka yhdistyvät toisiinsa rikkisilloilla. Lehmänmaidon tärkein isotyyppi on IgG, mutta äidinmaidossa se on IgA. Immunoglobuliinit toimivat elimistössä vasta-aineina. Vastasyntyneen vasikan veren seerumissa ei ole näitä vasta-aineita, joten se on herkkä saamaan tartuntatauteja. Koska vasikan suolisto läpäisee hyvin molekyyliä kolmen päivän ajan syntymän jälkeen, sen olisi saatava ternimaitoa muutaman tunnin sisällä syntymästään. Ternimaitoa saaneen vasikan vereen ilmestyy immunoglobuliineja suunnilleen kolmen tunnin sisällä ruokailusta ja vaikutus kestää n. 3 kk. Vasikan oma elimistö alkaa tuottaa immunoglobuliinia vasta parin viikon sisällä syntymästä. (Fox ym. 2015, 198–201.) Immunoglobuliinit suojaavat yhdessä laktoferrinin ja lysotsyymin kanssa vastasyntyntä vasikkaa infektioita vastaan (Fox ym. 2015, 425–426).

## **2.3 Heran jatkojalostus**

Pääasiassa taloudellisten menetysten minimoimiseksi on meijeriteollisuudessa syntyvälle suurelle heramäärälle yritetty löytää uusia käyttökohteita. Myös ympä-

ristönäkökohdat ja heran ravitsemusvaikutukset ovat lisänneet kiinnostusta heran jatkojalostukseen. Niinpä heraproteiinien biologisista, kemiallisista ja fysikaalisista ominaisuuksista on julkaistu laajasti tutkimuksia. Tutkimusten avulla on saatu tietoa näiden proteiinien ainutlaatuisista toiminnallisista ja ravitsemuksellisista vaikutuksista, joiden vuoksi niitä on alettu käyttää laajasti elintarviketeollisuudessa ympäri maailman. (Banes ym. 2014, 108–109 .)

Aivan aluksi juuston valmistusprosessissa syntyvästä herasta otetaan rasva talteen separoimalla, jolloin syntyy herakermaa. Herakermasta valmistetaan yleensä heravoita, jota käytetään mm. sulatejuustojen valmistukseen. Jäljelle jäänyt rasvaton hera käsitellään eri suodatusmenetelmillä erityyppisiksi herajauheiksi.

### 2.3.1 Herajauheet

Herajauheen valmistusmenetelmänä käytetään nykyisin yleisesti erilaisia kalvosuodatusmenetelmiä. de Witt:n (2001) mukaan kalvosuodatuksessa käytettävä puoliläpäisevä kalvo erottaa nesteen kahdeksi erilliseksi virraksi, jolloin pienemmät molekyylit kulkeutuvat kalvon läpi suodokseen eli permeaattiin isompien molekyylien jäädessä kalvon pinnalle muodostuvaan konsentraattiin eli retentaattiin. Eri suodatusmenetelmissä käytetyn paineen ja käytettävien kalvojen tiheydestä riippuen prosessia kutsutaan joko käänteisosmoosiksi (RO), nanosuodatuksiksi (NF), ultrasuodatuksiksi (UF) tai mikrosuodatuksiksi (MF). Käytettäessä käänteisosmoosia saadaan herasta erotettua vesi, nanosuodatuksella kivennäisaineet, ultrasuodatuksella proteiinit ja mikrosuodatuksella bakteereita ja rasvaa. (de Witt 2001, 27–28.)

Suodatusmenetelmästä riippuen saadaan erilaisia herajauheita, joiden ominaisuudet mm. proteiinin ja laktoosin osalta vaihtelevat. Tätä vaihtelua on kuvattu taulukossa 2. Laktoositonta herajauhetta saadaan kiteyttämällä laktoosi heratiivisteestä ennen kuivauskäsittelyä, ja kivennäisaineita poistamalla saadaan vähäsuolaista demineralisoitua herajauhetta. (Chandan 1997, 32–33.) WPC:n valmistusmenetelmänä käytetään ultrasuodatusta ja syntyvä WPC voi sisältää proteiineja 30–85 % (Fox ym. 2015, 215). Ultrasuodatusta käytetään mm. Seinäjoella, missä Valion Joensuun meijeristä tuotava nanoheratiiviste suodatetaan WPC - heratiivisteeksi.

Eniten proteiinia sisältää mikro-suodatusmenetelmällä valmistettu heraproteiini-isolaatti (WPI). Sen proteiinipitoisuus on yli 90 %. (Fox ym. 2015, 215.)

Taulukko 2. Proteiini- ja laktoosipitoisuus eri heratuotteissa (Haines ym., [Viitattu 15.2.2017]).

Heratuote	Proteiinipitoisuus %	Laktoosipitoisuus %
Makea herajauhe	11,0-14,5	63,0-75,0
Hapan herajauhe	11,0-13,5	61,0-70,0
Vähälaktoosinen herajauhe	18,0-24,0	52,0-58,0
Demineralisoitu herajauhe	11,0-15,0	70,0-80,0
WPC34	34,0-36,0	48,0-52,0
WPC50	50,0-52,0	33,0-37,0
WPC60	60,0-62,0	25,0-30,0
WPC70	75,0-78,0	10,0-15,0
WPC80	80,0-82,0	4,0-8,0
WPI	90,0-92,0	0,5-1,0

### 2.3.2 Herajauheiden käyttö elintarvikkeiden valmistuksessa

Makeasta ja happamesta herasta valmistetut herajauheet sisältävät vettä lukuun ottamatta kaikki raaka-herän ainesosat. Laktoositonta herajauhetta ja vähäsuolaista, demineralisoitua herajauhetta voidaan käyttää elintarviketeollisuudessa mm. kasvisruoissa ja laktoosittomien tuotteiden valmistuksessa korvaamaan rasva ja sokeri. Vähän proteiinia sisältäviä jauheita on yleensä käytetty niiden paisumiskyvyn, makeuttamisen tai niiden aikaansaaman Maillard-reaktion vuoksi. Heraproteiinkonsentraattia ja -isolaattia, jotka sisältävät enemmän proteiinia, käytetään niiden ravitsemuksellisten, toiminnallisten ja rakenteellisten ominaisuuksien vuoksi. (Chandan 1997, 32–33; Fox ym. 2017, 757–759.) Näitä ominaisuuksia ovat esim. hyytelöityminen, liukoisuus, pinta-aktiivisten ainesosien emulgoituminen ja vaahdonmuodostus, viskositeetti, vedensitomiskyky ja rasvan sitomiskyky. (Banes ym. 2014, 108–109 ). Taulukossa 3 on luetteloitu herajauheiden ominaisuuksia ja niiden aikaansaamaa vaikutusta elintarvikkeissa sekä käyttökohteita elintarviketeollisuudessa.

Taulukko 3. Herajauheiden käyttö elintarvikkeiden valmistuksessa (Haines ym., [viitattu 15.2.2017]).

Ominaisuus	Vaikutus	Käyttökohteita
Emulgoituminen	Estää kokkaroitumista	Leivonnaiset, virvoitusjuomat, jäätelö, majoneesi
Aromin vahvistaminen	Vahvistaa makua ja aromia	Leivonnaiset, virvoitusjuomat, makeiset, snacksit
Hyytyminen	Ylläpitää kosteutta ja parantaa suutuntumaa	Leivonnaiset, virvoitusjuomat, meijerituotteet, jugurtit
Liukoisuus	Ehkäisee kerrostumisen juomissa, keitoissa ja kastikkeissa	Virvoitusjuomat, makeiset, jäädykkeet, äidinmaidonkorvikkeet, keitot ja kastikkeet
Vedensitomiskyky	Korvaa rasvan vaikutusta tuotteessa, jolloin rasvapitoisuutta voi vähentää. Parantaa tuotteen rakennetta ja säilyttää kosteuden	Leipomotuotteet, meijerituotteet, kahvikermat, virvoitusjuomat, keitot ja kastikkeet
Vispautuvuus, vaahtoaminen ja kuohkeus	Ylläpitää vaahtoavuutta, parantaa makua ja koostumusta	Konditoriatuotteet, jäätelö, jäädytetyt jälkiruuat
Ravitsevyys	Lisää tuotteiden proteiinipitoisuutta	Lastenruuat, meijerituotteet, proteiinijuomat, lihatuotteet
Maku	Voi saada aikaan esim. paahtuneen, pähkinän tai voin maun tuotteissa	Konditoriatuotteet, snacksit, juomat, kastikejauheet, lihatuotteet, meijerituotteet
Neutralointi	Vähentää suolan makua tuotteissa	Leivonnaiset, jäädytetyt jälkiruuat



### 3 MILKOSCAN FT 120 FTIR

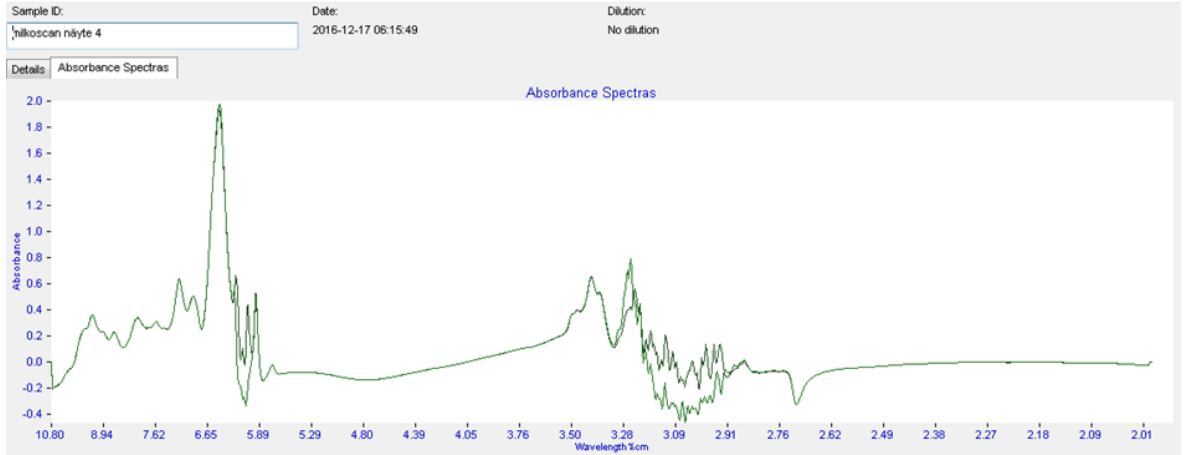
Valion Seinäjoen tuoretuoteosaston MilkoScan FT 120 FTIR on maitotuotteiden koostumusanalysointilaitteisto, jolla eri tuotteista voidaan mitata mm. rasvaa, proteiinia, laktoosia, ureaa, jäätymispistettä ja rasvahappoja (MilkoScan software manual 2011). Kyseisen laitteen, kuten FTIR-spektrometrin toiminta yleensä, perustuu valon interferenssikuvion mittaukseen ja sen muuntamiseen spektriiksi matemaattisen Fourier-muunnoksen avulla (Jaarinen & Niiranen 2005, 95).

#### 3.1 Infrapunasäteilyn käyttö näytteen analysoinnissa

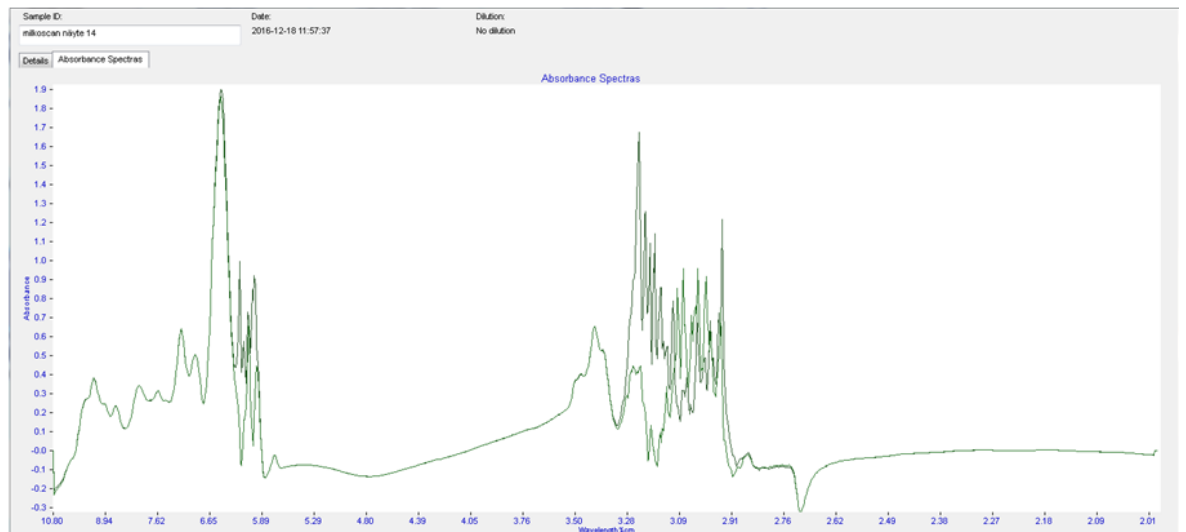
Sähkömagneettinen säteily on aaltoliikettä, joka koostuu eri aallonpituuksista. Tätä eri aallonpituuksista koostuvaa aaltoaluetta sanotaan sähkömagneettiseksi spektriksi. Spektri on jaettu säteilyn lajin mukaisiin osiin, joita ovat radioaallot, mikroaallot, lämpö- eli infrapunasäteily, näkyvä valo, ultraviolettisäteily, röntgensäteily ja gammasäteily. IR-säteilyn aallonpituudet ovat näkyvää valoa pienemmät, ja se sijoittuu sähkömagneettisessa spektrissä näkyvän valon ja mikroaaltoalueen väliin. IR-alueella säteilyä kuvataan yleensä aallonpituuden käänteisarvolla eli aaltoluvulla. IR-spektrin aaltolukualue on orgaanisilla aineilla  $5000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$  ja epäorgaanisilla aineilla  $5000\text{--}200\text{ cm}^{-1}$ . Sähkömagneettisen säteilyn ja aineen välistä vuorovaikutusta hyödynnetään IR-spektrometriassa, ja sen avulla voidaan tunnistaa eri aineita ja määrittää niiden pitoisuuksia. (Antikainen 1981, 167; Jaarinen & Niiranen 2005, 46,93; Lehtonen ym. 2004, 142, 145.)

IR-spektrometria perustuu aineen molekyylien sisältämien atomien värähdys- ja pyörähdysliikkeeseen IR-valon kulkiessa mitattavan näytteen lävitse. Kun infrapunasäteily kohtaa aineen, alkavat atomien väliset sidokset värähdellä kullekin molekyylille ominaisella tavalla. Mikäli molekyylin värähdys- tai pyörähdysenergiatilojen välinen ero vastaa näytteeseen osuvan IR-säteilyn energiaa, tapahtuu absorptio. Absorptioalueet näkyvät näytteen spektrissä piikkeinä, jotka vastaavat jotain tiettyä molekyylin osaa. Tästä johtuen jokaisella näytteellä on oma ainutlaatuinen spektrinsä, jonka avulla se voidaan tunnistaa vertaamalla näytteen spektriä referenssispektreihin. (Subramanian & Rodriguez-Saona 2009, 139; Jaarinen &

Niiranen 2005, 90; Antikainen 1981, 172.) Spektrien eroavuutta on havainnollistettu kuvioissa 1 ja 2, joissa näkyvät Milkolla mitattujen kahden eri näytteen spektrit.



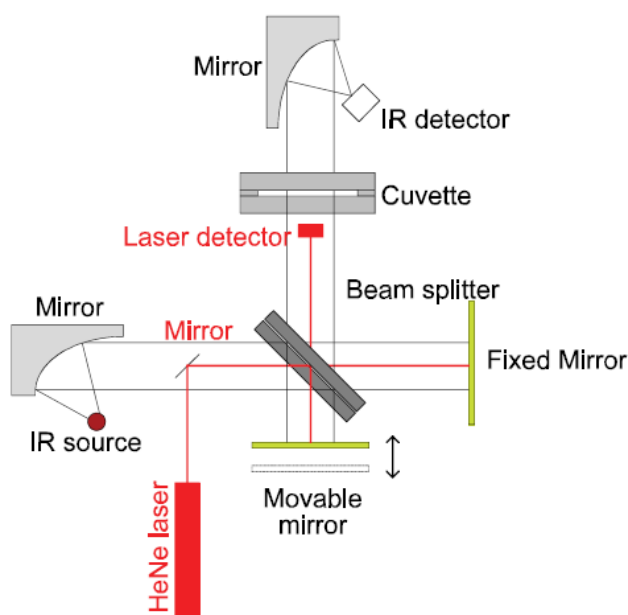
Kuvio 1. Näytteen nro. 4 spektri



Kuvio 2. Näytteen nro 14. spektri

### 3.2 Infrapunaspektrin muodostuminen

Käyttöohjeissa esitellään MilkoScan -laitteen sisältämän interferometrin toimintaperiaate, jonka avulla saadaan tuotettua näytteestä muodostuva interferogrammi. Tämän signaalin perusteella laitteen laskentaohjelma laskee näytteen lopullisen mittaustuloksen. Kyseisen interferometrin toimintaperiaate näkyy kuviossa 3. Interferogrammi syntyy, kun valonlähteestä peräisin oleva infrapunasäde jakautuu kahdella säteenjakajalla. Puolet säteestä kulkeutuu kiinteälle peilille ja toinen puoli edestakaisin liikkuvalla peilillä. Liikkuvalla peilillä kulkevan säteen matkaa muutetaan peilin liikkeen avulla, jolloin takaisin säteenjakajalle heijastuessaan säteet ovat kulkeneet eripituisen matkan. Liikkuvan peilin sijainti saadaan selville interferometriin kuuluvan helium-neon lasersäteiden avulla, joka kulkee samaa reittiä kuin infrapunasäde. Takaisin heijastuneet säteet yhdistyvät kimpuksi, josta syntyy interferogrammi. Lopuksi infrapunasäde kulkee vielä näytteen läpi detektorille eli ilmaisimelle, ja detektorin havaitsema signaali muunnetaan näytteen kemiallisen koostumusta esittäväksi IR-spektriksi. (MilkoScan software manual 2011.)



Kuvio 3. MilkoScan FT 120 -laitteen sisältämä interferometri (MilkoScan Reference Manual 2007).

### 3.3 Toimintaperiaate

Kuvassa 1 on MilkoScan FT 120 FTIR -spektrofotometri. Laitteessa on kääntyvä pipetti, jonka alle mitattava näyte asetetaan. Mittaus käynnistyy pipetin viereisestä käynnistuspainikkeesta.



Kuva 1. MilkoScan FT 120 FTIR -spektrofotometri

Kuvassa 2 näkyy MilkoScan FT 120 FTIR -spektrofotometrin kannen alla sijaitseva toimintalaitteisto. Mittauksen alkaessa pumppu käynnistyy ja imee näytteen sisään pipetin alle asetetusta näyteastiasta. Pipetissä on suodatin, joka estää 100  $\mu\text{m}$  suurempia hiukkasia menemästä sisään virtausjärjestelmään. Mittauksen aikana pipetti värähtelee. Värähtelyn tarkoitus on pitää suodatin puhtaana. Pipetistä näyte kulkeutuu letkuja pitkin ensin lämmönvaihtimeen, jonka läpi kulkiessaan se lämpee n. 40 °C: seen. Lämmönvaihtimen jälkeen näyte homogenisoidaan korkeapainepumpun tuottaman paineen (200 bar) avulla. Homogenointipäiden lävitse virratessaan näytteessä olevat rasvapalloset pilkkoutuvat sopivan kokoisiksi. Korkeapainepumpun ja kyvetin välissä on takaiskuventtiili, joka ylläpitää tiettyä painetta kyvetissä IR-skannauksen aikana. Oikea paine vaikuttaa tulosten tarkkuuteen. Seuraavaksi näyte kulkee suodattimen läpi kyvetille. Suodattimen tarkoituksena on poistaa näytteestä kaikki sellaiset ainesosat, jotka voisivat liata kyvetin. Mittauksen lopuksi näyte poistuu virtausjärjestelmästä takaiskuventtiilin kautta jäteastiaan. (MilkoScan Reference Manual 2007.)



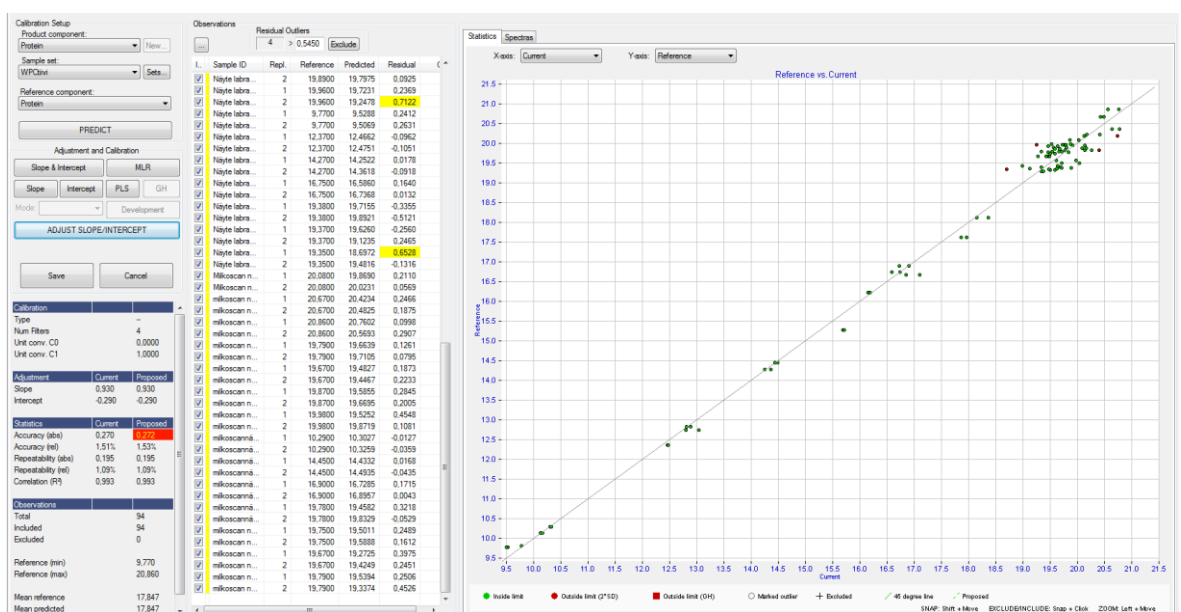
Kuva 2. MilkoScan FT 120 FTIR -spektrofotometrin toimintalaitteisto

1. Peristalttipumppu
2. Lämmönvaihdin
3. Korkeapainepumppu ja homogointipäät
4. Takaiskuventtiili
5. Detektori ja kyveti
6. Pesuliuos- ja nollaliuossäiliö

Käyttöohjeissa kerrotaan lisäksi, että pesuliokset ja suurin osa näytteistä ajetaan kyvetin ohi. Tällöin näyte kulkee alkumatkan samalla tavalla kuin mitattava näyte, mutta poistuu jäteastiaan ennen kyvetiä olevan venttiilin kautta. Näin saadaan huuhdeltua edellinen näyte pois virtausjärjestelmästä ja samalla huuhdellaan myös suodatin.

### 3.4 Laitteen kalibrointi

Kalibroinnissa laitteen kalibrointiohjelma laskee näytesettiin syötettyjen referenssitulosten ja Milkon mittaustulosten välisen korrelaatiokertoimen sekä kulmakertoimen ja leikkauspisteen. Kalibrointisuoran kulmakertoimen ja leikkauspisteen määrittäminen tehdään lineaarisen regression menetelmällä, jonka yhtälö on  $y = ax + b$ , missä  $x$  on mittalaitteen tulos,  $y$  on vertailunäytteen tulos,  $a$  on kalibrointisuoran kulmakerroin ja  $b$  on suoran  $y$ -akselin leikkauspiste (MilkoScan FT 120 User Manual 2010). Kuviossa 4 on nähtävissä laitteen antama WPC:n kalibrointisuora.



Kuvio 4. MilkoScan -laitteen laskema WPC:n kalibrointisuora

MilkoScan FT 120 software manual (2011) ohjeistaa suorittamaan kalibroinnin käyttämällä MilkoScan FT 120 analysaattorin sisältämää "Slope and Intercept" (kulmakerroin ja leikkauspiste) ominaisuutta. Laitteen kalibrointisuoran kulmakerroin ja leikkauspiste säädetään poistamalla säätörajojen ulkopuolella olevat näytteet. Hyväksymällä uudet arvot tulee uusi kalibrointi voimaan. Joskus tulosten välinen vaihtelu on riittämätön oikean kulmakertoimen ja leikkauspisteen laskemiseksi. Silloin laitteen ohjelma ehdottaa muutettavaksi vain toista edellä mainituista ominaisuuksista. Kulmakertoimen ja leikkauspisteen muutoksen säätöraajat ovat korrelaation ( $R^2$ ) osalta 0,8–1,0. Mikäli korrelaatio on kyseisellä alueella, muutetaan molempia arvoja valitsemalla "slope and intercept" -toiminto. Korrelaation ollessa 0,6–0,8 valitaan "intercept only" -toiminto. Jos korrelaatio on alle 0,6 käy-

tään "slope only" -toimintoa ja silloin on myös suositeltavaa lisätä näytteitä tai yhdistää samanlaisia tuotteita korrelaation lisäämiseksi. (MilkoScan FT 120 software manual 2011.) Käyttöohjeessa kehoitetaan tarkistamaan ja ylläpitämään kalibrointia kulmakertoimen ja leikkauspisteen säädön avulla kuukausittain.

Laitteen kalibroitiohjelmaan sisältyy kuvion 5 mukainen taulukko, jossa näkyvät rinnakkain voimassa olevat asetusarvot (current) ja meneillään olevan kalibroinnin perusteella saadut arvot (proposed). Ylimmäisinä näkyvät kulmakerroin (slope) ja leikkauspiste (intercept). Tarkkuus (accuracy) näyttää, miten tarkka kalibrointi on. Ehdotettu tarkkuus (proposed accuracy) on erojen keskihajonta. Toistettavuus (repeatability) näyttää, miten hyvin mittausta toistetaan, eli miten samanlaisia ovat tulokset samasta näytteestä. Korrelaatiokerroin (correlation) vertaa laitteella mitattuja tuloksia referenssituloksiin ja tulosten vastaavuus on paras silloin, kun kertoimen arvo on 1.

Calibration		
Type	--	
Num Filters	4	
Unit conv. C0	0,0000	
Unit conv. C1	1,0000	
Adjustment	Current	Proposed
Slope	0,930	0,930
Intercept	-0,290	-0,290
Statistics	Current	Proposed
Accuracy (abs)	0,270	0,272
Accuracy (rel)	1,51%	1,53%
Repeatability (abs)	0,195	0,195
Repeatability (rel)	1,09%	1,09%
Correlation (R <sup>2</sup> )	0,993	0,993
Observations		
Total	94	
Included	94	
Excluded	0	
Reference (min)	9,770	
Reference (max)	20,860	
Mean reference	17,847	
Mean predicted	17,847	

Kuvio 5. Voimassa olevan kalibroinnin ja uuden kalibroinnin tulokset rinnakkain

## 4 KALIBROINTIPROSESSI

Opinnäytetyön käytännön osuus koskee uuden mittauskanavan käyttöönottamista varten vaadittavaa kalibrointia. SFS 5223 -määritelmän mukaan kalibrointi tarkoittaa toimenpiteitä, joiden avulla annetuissa olosuhteissa saadaan mittalaitteen, mitausjärjestelmän tai kiintomitan näyttämien arvojen ja mittasuureen vastaavien arvojen välinen yhteys.

Spektrofotometriset mittausjärjestelmät kalibroidaan kokonaisuutena referenssimateriaalia käyttämällä. Kalibroinnin tarkoitus on selvittää laitteen toimintatarkkuutta, ts. mittalaitteen ja mitattavan ominaisuuden välistä riippuvuutta (Jaarinen & Niiranen 2005, 42). MilkoScan FT 120 FTIR on kalibroitava ennen uuden mittauskanavan käyttöönottoa ja muutenkin riittävän usein oikean tulostason ylläpitämiseksi. Kalibrointia varten otetaan näytteitä, joiden koostumus kattaa mahdollisimman laajasti oletetun pitoisuusalueen n. 10–15 kpl, joista määritetään mitattavat ominaisuudet jollain kemiallisella vertailumenetelmällä. Laitteen antamia mittaustuloksia verrataan todellisiin arvoihin ja tulosten perusteella säädetään uusi kalibrointisuora. Kalibrointia jatketaan, kunnes saavutetaan oikea tarkkuus. Viimeisen kalibroinnin jälkeen tehdään tarkistusmittaukset uusilla näytteillä. Seinäjoen aluelaboratoriossa testinäytteistä määritettiin virallisella menetelmällä proteiini- ja kuiva-ainepitoisuus. Määritykset tehtiin yhtenä kappaleena ilman rinnakkaismäärityksiä.

### 4.1 Referenssimenetelmät

Kokonaisproteiinipitoisuus elintarvikkeista määritetään yleensä analysoimalla näytteestä typpipitoisuus, jonka perusteella lasketaan proteiinipitoisuus (Mattila ym. 2001, 123). Seinäjoen aluelaboratoriossa testinäytteiden proteiinipitoisuus määritettiin Kjeldahl-menetelmällä Foss Tecatorin Kjelltec-laitteistolla.

Kuiva-ainepitoisuuden määrittäminen perustuu veden poistamiseen näytteestä, jolloin saatu tulos on haihtuvien komponenttien aiheuttama näytteen painonmenetyksen tulos (Mattila ym. 2001, 46). Seinäjoen aluelaboratoriossa kuiva-ainepitoisuus määritettiin lämpökaappimenetelmällä, jossa näytteestä haihdutetaan vesi lämpölevyllä ja



lämpökaapissa ja punnitaan jäljelle jäänyt kuiva-aine. Näytteen kuiva-aine on tällä menetelmällä saatu kuivatun näytteen paino painoprosentteina tuorepainosta.

## **4.2 Uuden kanavan käyttöönotto**

Suodatusprosessin aikana voidaan resentaatin virtausnopeutta säätämällä vaikuttaa heratiivisten proteiinipitoisuuteen. Myös proteiinin ja kuiva-aineen välinen suhde pyritään pitämään heratiivisteelle asetetun spesifikaation rajoissa. Tämän vuoksi tuoretuoteosaston Milkolle haluttiin luoda oma mittauskanava WPC:n proteiini- ja kuiva-ainepitoisuuden määrittystä varten, jolloin tuotannon työntekijöiden ei enää tarvitsisi käydä mittaamassa näytteitä laboratorion laitteella. Kun uusi mittauskanava otetaan käyttöön, se nimetään ja sinne tallennetaan tarpeellinen määrä näytetuloksia joko kopioimalla ne toisen laitteen tai kanavan näytesetistä, tai analysoimalla näytteet itse laitteella ja tallentamalla saadut tulokset kanavan näytesettiin.

Jotta WPC:n mittaus voitiin käynnistää tuoretuoteosaston MilkoScan -laitteella, sinne oli jo aiemmin tallennettu tätä tarkoitusta varten oma mittauskanava. Kanavan näytesettiin oli kopioitu Seinäjoen aluelaboratorion laitteella saatuja WPC:n mittaustuloksia.

## **4.3 Kanavan kalibrointi**

Milkolla mitattuja tuloksia ja referenssituloksia käytettiin materiaalina WPC-kanavaa kalibroitaessa. Tarkoituksena oli saada tulosten perusteella säädettyä laite mittaamaan WPC:n proteiini ja kuiva-aine siten, että laitteen antamat mittaustulokset vastaisivat referenssituloksia. WPC-tiivistettä suodatettiin vuoden 2016 lopussa neljä eri kertaa kahden viikon välein ja suodatusten aikana otettiin näytteitä, joista määritettiin proteiini ja kuiva-aine tuoretuoteosaston MilkoScan FT 120 -laitteella. Sen jälkeen samoista näytteistä analysoitiin laboratoriossa proteiinipitoisuus Kjeldahl-menetelmällä ja kuiva-aine lämpökaappi-menetelmällä. Määrittystulokset tallennettiin kalibrointiä varten WPC-kanavan näytesettiin. Tämän näytesetin avulla suoritettiin varsinainen kalibrointi. Koska kalibrointiä varten näy-

tesetin näytteiden pitää kattaa koko mitattava näytealue, otettiin näytteitä suodatusprosessin eri vaiheista, jolloin näytteiden proteiinipitoisuuden vaihteluväli saatiin tarpeeksi suureksi. Ensimmäisellä näytteenottokerralla tätä seikkaa ei ollut huomattu, joten näytteiden välinen proteiinipitoisuuden vaihtelu oli vähäistä. Tästä johtuen myös tallennettu näytemäärä oli ensimmäisellä kalibroinnin säätökerralla pienempi kuin seuraavilla säätökerroilla.

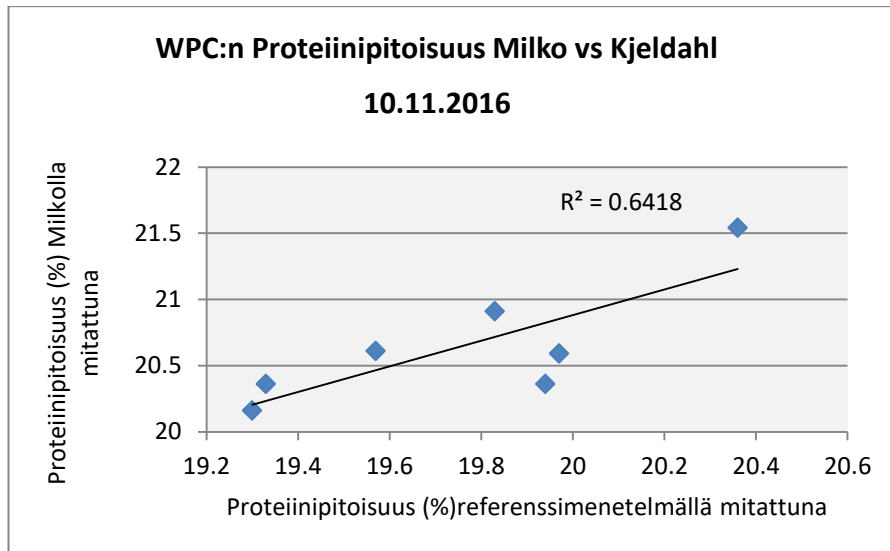
## 5 TULOKSET JA TULOSTEN TARKASTELO

Näytteenotossa saatuja tuloksia käsiteltiin korrelaatioiden avulla Excel-ohjelmaa käyttämällä. Tulosten perusteella on piirretty hajontakuviot, joissa verrataan, kuinka hyvin MilkoScan FT 120 -laitteen antamat mittaustulokset vastaavat samoista näytteistä referenssimenetelmällä saatuja tuloksia. Hajontakuvioiden vaakakselille on sijoitettu selittävä muuttuja (vertailumenetelmän tulos) ja pystyakselille selitettävä muuttuja (Milkon tulos). Verrattaessa Milkon tuloksia referenssituloksiin saadaan korrelaatiokerroin, jonka perusteella voidaan päätellä mittauksen tarkkuutta. Jos arvo on 1, otoksen korrelaatio on täydellinen eli Milkon antamat ja vertailumenetelmän arvot ovat täsmälleen samat. Eri näytteenottokertojen tulokset on taulukoitu ja ne löytyvät liitteestä 1. Tulosten korrelaatiot esitetään graafisesti kuvioissa 6–15.

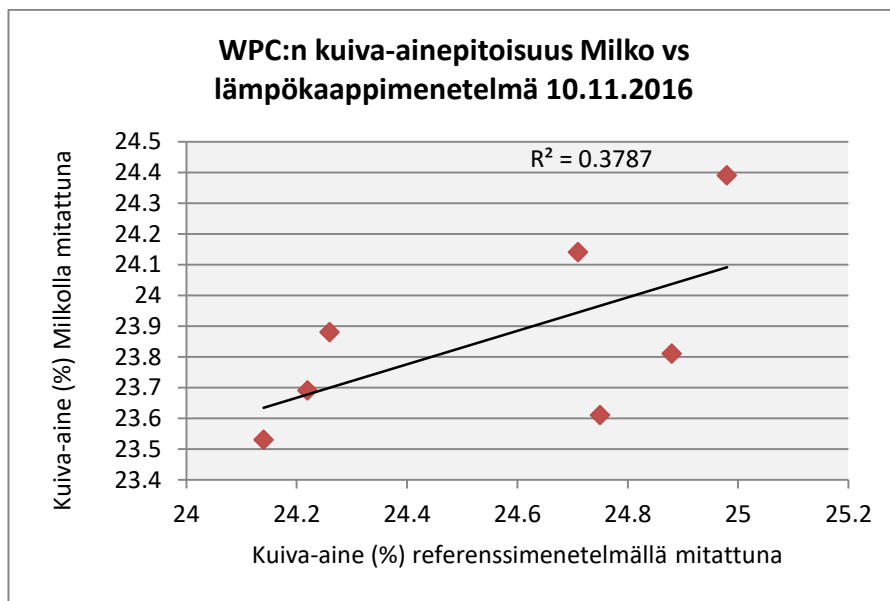
### 5.1 Ensimmäinen säätö

Laitetta ei ollut vielä kalibroitu tuotannosta otetuilla näytteillä ennen ensimmäistä mittauskertaa. Sinne oli ainoastaan tallennettu oma mittauskanava WPC:n koostumuksen analysointia varten, jotta mittaus voitiin suorittaa. Ensimmäisestä suodatuskerrasta MilkoScanin näytesettiin tallennettiin vain seitsemän näytettä, koska näytteiden välinen proteiinipitoisuuden vaihtelu oli vähäistä. Näytteiden tulokset näkyvät liitteissä olevasta taulukosta 4.

Kuviossa 6 näkyy MilkoScan FT 120 -laitteen ja referenssimenetelmän välinen korrelaatio proteiinin osalta ensimmäisen kalibroinnin jälkeen. Proteiinin korrelaatiokertoimen arvo ensimmäisen mittauskerran tulosten perusteella oli 0,6418. Vastaavasti kuviossa 7 näkyy MilkoScan FT 120 -laitteen ja referenssimenetelmän välinen korrelaatio kuiva-aineen osalta ensimmäisen kalibroinnin jälkeen. Kuiva-ainepitoisuuden korrelaatiokertoimen arvo oli 0,3787. Arvot ovat huomattavasti alle yhden, jolloin voidaan olettaa, että laitteen mitaamat arvot eivät vastaa todellista WPC:n proteiini- ja kuiva-ainepitoisuutta. Tulostasoon vaikuttanee näytteiden vähäinen määrä. Tuloksen perusteella kalibrointiin on lisättävä materiaalia korrelaation parantamiseksi sekä oikean tulostason saavuttamiseksi.



Kuvio 6. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviokuva ensimmäisen kalibroinnin jälkeen

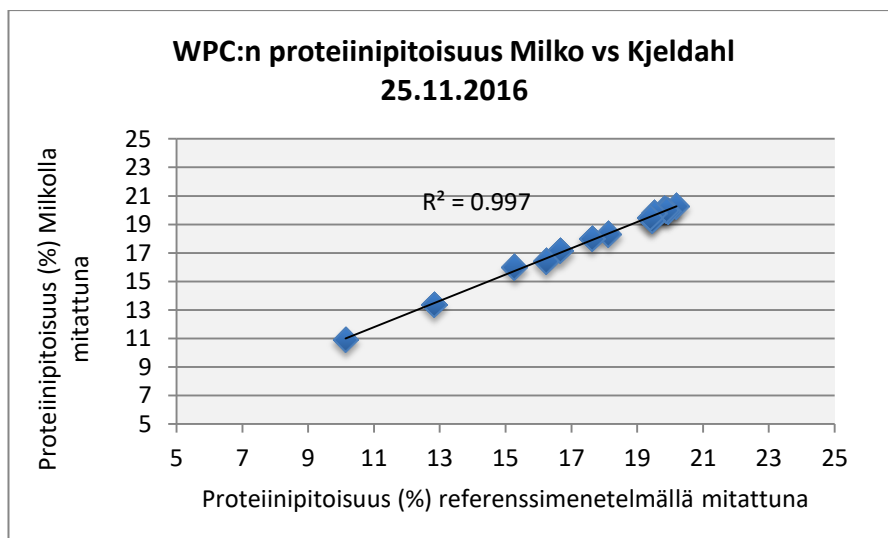


Kuvio 7. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuviokuva ensimmäisen kalibroinnin jälkeen

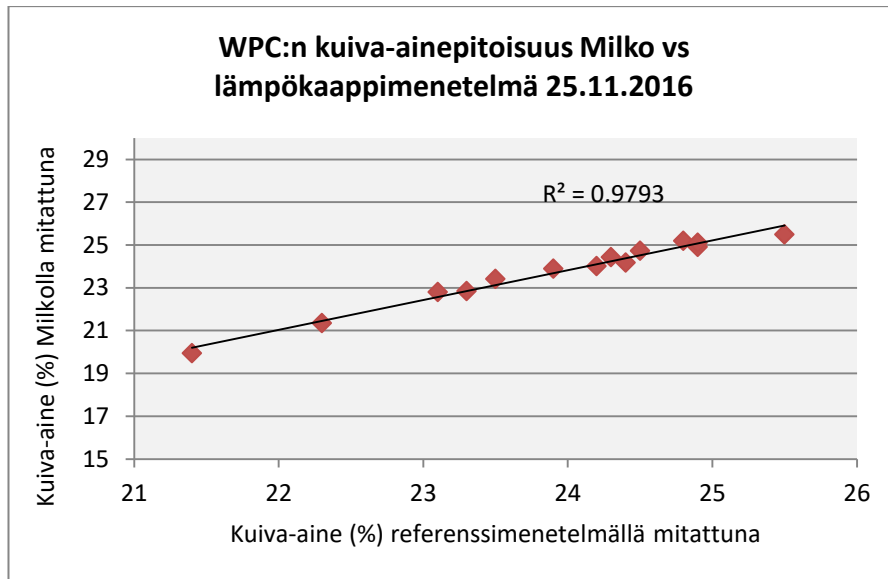
## 5.2 Toinen säätö

Toista kalibrointia varten laitteen näytesetissä oli jo aikaisemmin tallennetut näytetulokset ja sinne lisättiin vielä 14 uuden suodatuksen aikana otettua näytettä. Toisen kalibroinnin jälkeen eri menetelmillä mitatut arvot olivat huomattavasti lähem-

pänä toisiaan sekä proteiinin että kuiva-aineen osalta. Tuloksen paranemiseen vaikutti osaltaan näytemäärän lisäys ja osaltaan se, että tässä kalibroinnissa käytössä olevat näytteet kattoivat koko mitattavana näytealueen, toisin kuin ensimmäisessä kalibroinnissa käytössä olevat näytteet. Hajontakuviot 8 ja 9 osoittavat sekä proteiinin että kuiva-aineen korrelaatiokertoimen olevan lähes 1. Tämän tuloksen perusteella laitteen kalibrointi olisi jo tarpeeksi luotettavalla tasolla ja sen antamia mittaustuloksia voitaisiin pitää samanarvoisina referenssimenetelmien tulosten kanssa.



Kuvio 8. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviot toisen kalibroinnin jälkeen

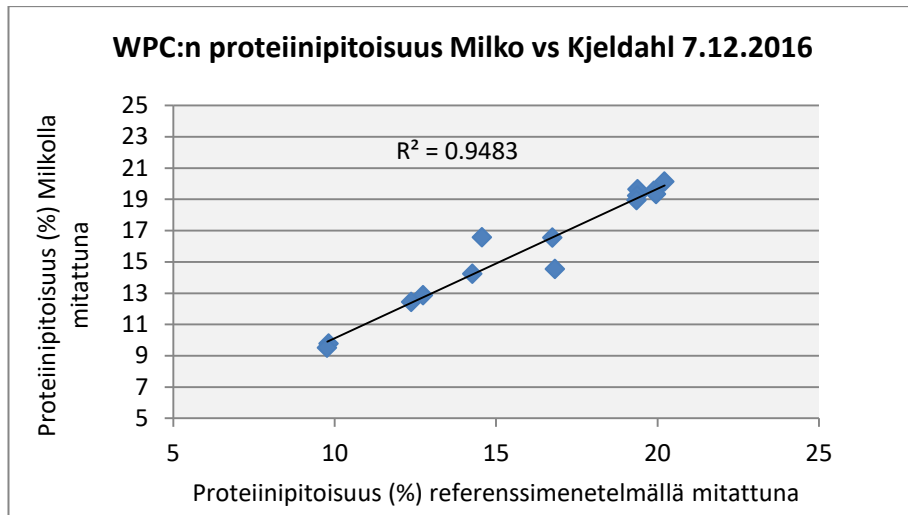


Kuvio 9. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuviotoisen kalibroinnin jälkeen

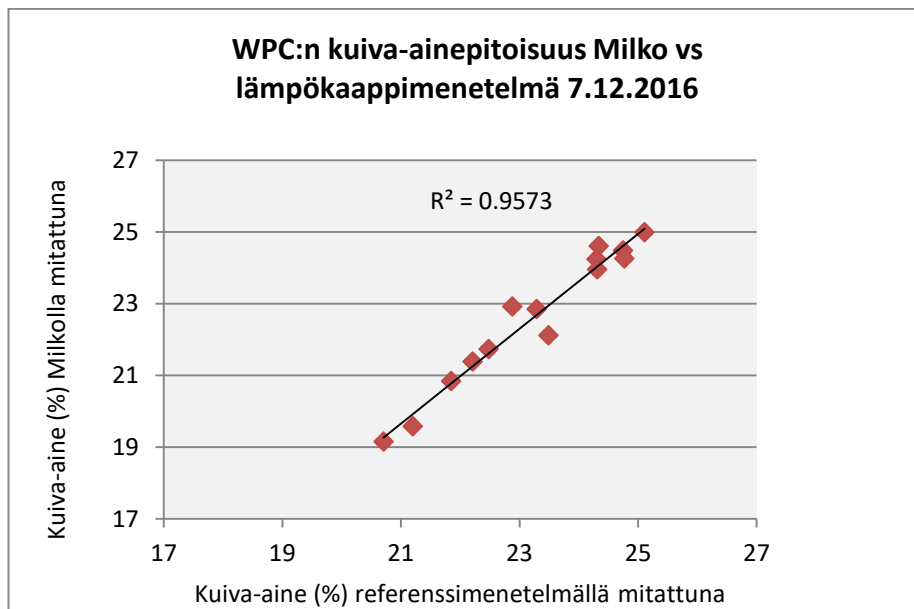
### 5.3 Kolmas säätö

Koska laitteen toimintatarkkuutta haluttiin seurata, kalibrointia jatkettiin, vaikka tulostasoa toisen kalibroinnin jälkeen voitiinkin pitää jo riittävän tarkkana näytteiden luotettavien mittaustulosten kannalta. Tälläkin kertaa uusia näytteitä tallennettiin 14 kpl WPC:n mittauskanavan näytesettiin.

Kuviot 10 ja 11 näyttävät proteiini- ja kuiva-ainepitoisuuksien vastaavuudet eri mittausten menetelmillä kolmannen kalibroinnin jälkeen. Proteiinin korrelaatiokerroin oli nyt 0,9483 ja kuiva-aineen 0,9573. Vaikka korrelaatiokertoimien arvot olivatkin hieman matalampia kuin edellisellä kerralla, oli taso kuitenkin pysynyt lähes ennallaan. Tämän perusteella voidaan olettaa laitteen toimintatarkkuuden pysyneen vakaana kalibrointien välillä.



Kuvio 10. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviot kolmannen kalibroinnin jälkeen



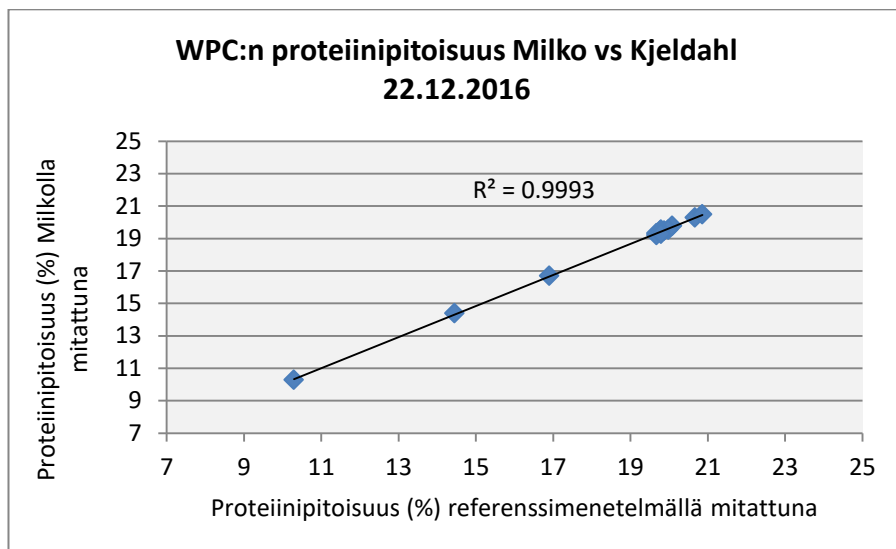
Kuvio 11. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuviot kolmannen kalibroinnin jälkeen

#### 5.4 Neljäs säätö

Neljäs kalibrointikerta oli viimeinen, jolla kalibroinnin pysyvyyttä ja laitteen toimintatarkkuutta säädettiin. Tämän viimeisenkin kalibroinnin suorittamiseksi uusia näytteitä tallennettiin laitteen WPC:n mittauskanavan näytesettiin 14 kpl. Ennen kalibrointia sieltä myös poistettiin ne tulokset, jotka oli aluksi kopioitu toiselta laitteelta.

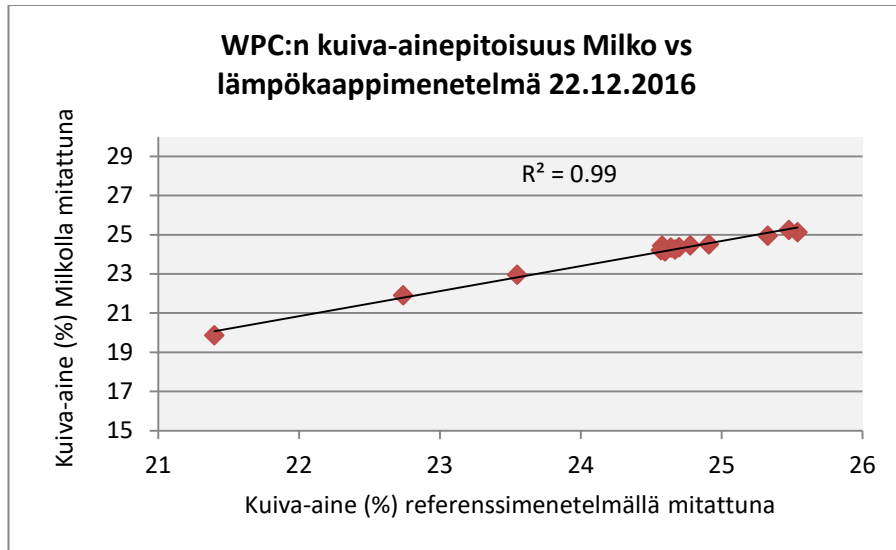
Näin ollen kalibrointia suoritettaessa käytettävissä olivat vain tällä tuoretuoteosaston laitteella mitatut tulokset ja niistä saadut referenssitulokset.

Kuvioissa 12 ja 13 on nähtävissä MilkoScan FT 120 -laitteen ja referenssimenetelmän välinen korrelaatio neljännen kalibroinnin jälkeen. Verrattaessa Milkon tuloksia referenssituloksiin näyttäisivät tulokset vastaavan toisiaan lähes täydellisesti sekä proteiinin että kuiva-aineen kohdalla. Tämän perusteella voidaan olettaa, että näytesettiin tallennetut näytteet kattavat hyvin koko mitattavan näytealueen ja Milkon antamia mittaustuloksia voidaan pitää luotettavina. Kalibroinnin voidaan näin ollen katsoa onnistuneen odotusten mukaan.



Kuvio 12. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviio neljännen kalibroinnin jälkeen





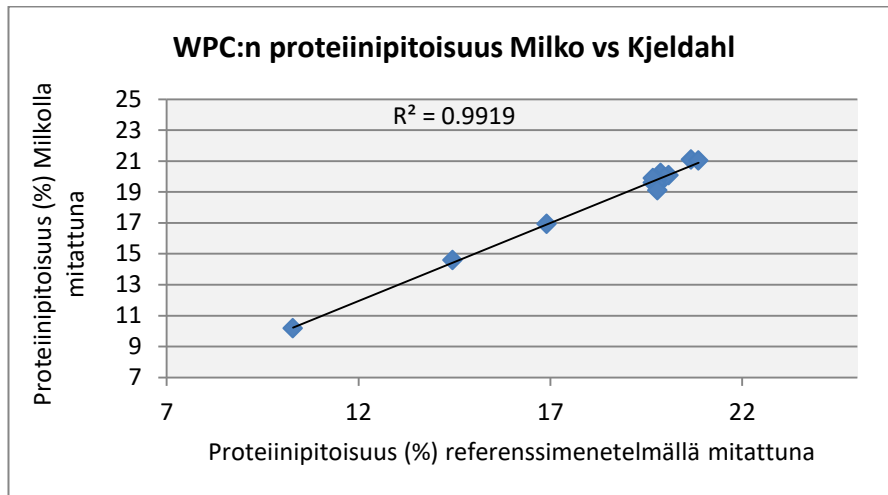
Kuvio 13. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuviokuva neljännen kalibroinnin jälkeen

### 5.5 Mittauksen tarkkuus kalibroinnin jälkeen

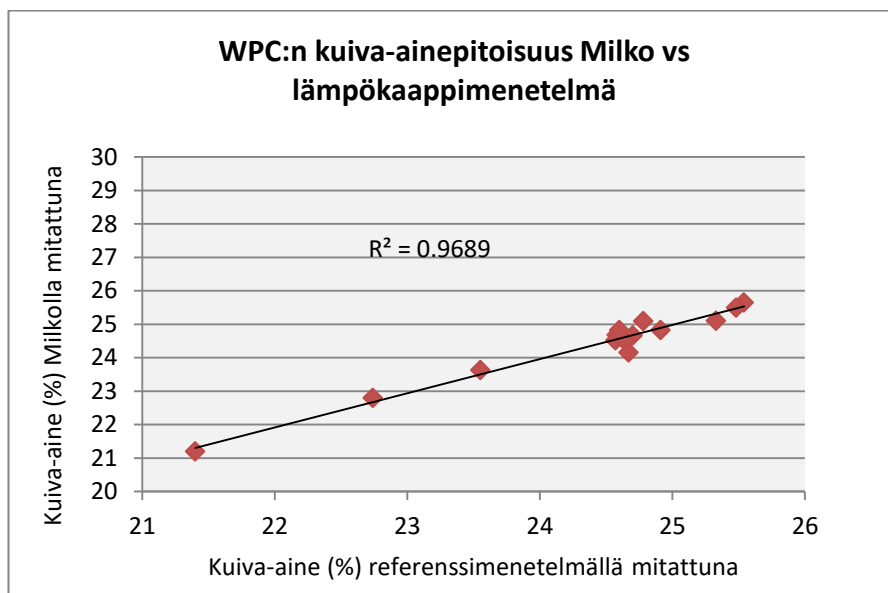
Analyysimenetelmän tarkkuus kuvaa mitatun arvon ja oikean arvon läheisyyttä, jota arvioidaan vertaamalla käytetyllä mittausmenetelmällä saatuja tuloksia toisella tarkaksi tunnetulla menetelmällä saatuihin tuloksiin. Analyysimenetelmän tarkkuuden kriteeriksi voidaan asettaa esimerkiksi sallittava erotus oikean ja mittauksessa saadun arvon välillä. (Lehtonen & Sihvonen 2006, 95.) FTIR- analyysin tarkkuus rutiinikäytössä kalibroinnin valmistuttua todennettiin mittaamalla tuoretuotesaston Milkolla uudestaan näytesarja, joka oli aiemmin analysoitu referenssimenetelmällä. Tulokset näistä mittauksista näkyvät taulukossa 8 ja Milkon ja referenssimenetelmällä saatujen tulosten välinen korrelaatio ilmenee kuvioista 14 ja 15. Tällaisia tarkistusmittauksia eli ns. referenssimäärityksiä, joissa sama näytesarja mitataan sekä Milkolla että referenssimenetelmällä, olisi hyvä tehdä säännöllisesti tietyin väliajoin kalibroinnin tason tarkistamiseksi.

Koska WPC:n suodatus tuoretuotesastolla loppui väliaikaisesti viimeisen näytteenottokerran jälkeen, ei uusia näytteitä enää ollut saatavilla. Sen vuoksi tässä todentamisessa käytettiin niitä näytteitä, joita oli käytetty viimeisen kalibrointipohjan luomisessa. Kuvioista on nähtävissä, että Milkolla kalibroinnin jälkeen mittauk-

nessa saadut arvot vastaavat hyvin referenssimenetelmällä saatuja arvoja sekä proteiinin että kuiva-aineen osalta. Tuloksen perusteella voidaan olettaa, että Milkolla voi tämän jälkeen saada luotettavia mittaustuloksia WPC-näytkekanavalla mitattaessa. Kalibrointia tulee kuitenkin ylläpitää laitevalmistajan ohjeitten mukaan kuukausittain.



Kuvio 14. WPC:n proteiinipitoisuuden hajontakuviokalibroinnin valmistuttua



Kuvio 15. WPC:n kuiva-ainepitoisuuden hajontakuviokalibroinnin valmistuttua

## 6 YHTEENVETO

Tutkimuksen aiheena oli MilkoScan FT 120 FTIR -spektrometrin (Fourier Transform Infrared) kalibrointi, jonka avulla laite saataisiin mittaamaan tuoretuoteosastolla prosessoitavasta heratiivisteestä (WPC) proteiini- ja kuiva-ainepitoisuus luotettavasti.

Tavoitteena oli saada MilkoScan -laitteen WPC:n mittauskanava neljän säätökeran puitteissa kalibrointua, jotta laitetta voitaisiin käyttää suodatuksen aikana otettavien näytteiden analysointiin. Kalibroinnissa käytettiin heran suodatusprosessin aikana otettuja näytteitä, joista mitattavat ominaisuudet määritettiin Milkon lisäksi Seinäjoen aluelaboratoriossa käytettävissä olevilla vertailumenetelmillä. Vertailumenetelmien tuloksia käytettiin referenssimateriaalina laitetta kalibroitaessa.

Koska Milkoa ei aikaisemmin ole ollut tuoretuoteosaston henkilökunnan käytössä, oli tarpeellista laatia myös laitteen käyttöohjeet mittauksen ja pesujen osalta. Tarpeeksi yksityiskohtaiset ohjeet helpottavat käyttöä sekä varmistavat oikeat toimintatavat ja mittaustulosten luotettavuuden. Käyttöohjeet laadittiin laboratorion toimintamallin mukaisesti, mutta koska tuoretuoteosastolla Milkon ympäristöolosuhteet voivat poiketa laboratorio-oloista, on se otettava huomioon laitteen käytössä. Tällainen huomioitava seikka on esimerkiksi puhtaanapito, jolla on keskeinen merkitys Milkon toimintaan. Sen vuoksi kaikki pesuohjelmaan merkityt pesut on tehtävä ajallaan oikeita pesuliukuksia käyttäen. Kalibrointiprosessin aikana Milkoa käytettiin vain harvoin, koska heran suodatusajoja oli vain kahden viikon välein, eikä Milkoa vielä käytetty muiden tuotteiden analysointiin. Niinpä kanavan ylläpitämiseksi tarvittavan viikoittaisen näytesarjan mittaaminen ja tarvittavat pesut tehtiin erikseen, jotta laite saatiin pysymään käyttökunnossa.

Varsinaisen kalibrointitapahtuman tarkkoja ohjeita ei tässä opinnäytetyössä käydä läpi, vaikka laitteen kalibrointia onkin kuvattu omassa luvussaan. Kalibrointi oli tuoretuoteosaston henkilökunnalle uusi asia ja sen vuoksi olisi ollut hyvä, jos siihen olisi saanut perehtyä tarkemmin. Tätä varten olisi kuitenkin pitänyt saada työskennellä kyseisellä osastolla, eikä se tämän opinnäytetyön valmistumisen aikana ollut mahdollista.

Kalibrointi näytti kuitenkin onnistuvan, sillä laitevalmistajan ohjeitten mukaan tärkein seurattava arvo kalibroinnin onnistumisen kannalta on korrelaatiokerroin, jonka arvon pitäisi olla 1. Tämän kalibroinnin lopputuloksena korrelaatiokertoimen arvoksi sekä proteiinin että kuiva-aineen mittauksessa saatiin 0,99. Periaatteessa tällaisen laitteen kalibrointi on tehty helpoksi, sillä uusi kalibrointi saatetaan voimaan hyväksymällä kulmakertoimen ja leikkauspisteen uudet arvot. Käytännössä tämä voi kuitenkin vaatia useampia kalibrointikertoja, mikä tarkoittaa lisänäytteiden ottamista tuotantoprosessin aikana, näiden näytteiden analysointia sekä Milkolla että referenssimenetelmillä ja saatujen tulosten kirjaamista ja uudelleen tallentamista. Tämän tutkimuksen tulosten perusteella MilkoScan FT 120 FTIR -spektrometrin uuden mittauskanavan kalibrointiin voi vähimmillään riittää jo kaksi kalibrointikertaa, jos vain näytteiden mitattavat ominaisuudet kattavat koko mitattavan näytealueen ja niitä on tarpeellinen määrä. Myös näytesetissä (SampleSet) tulee olla riittävä määrä tuloksia tallennettuna ennen kalibrointia ja säätörajojen ulkopuolella olevat näytteet tulee poistaa.

Opinnäytetyön aikana heran suodatus Seinäjoella päättyi väliaikaisesti, joten uusien näytteiden mittaaminen ja Milkon toiminnan seuraaminen ei ollut mahdollista. Laitteeseen on kuitenkin nyt tallennettu oma mittauskanava heratiivisteelle ja saatujen tulosten perusteella sillä voidaan jatkossa analysoida luotettavasti heratiivisten koostumusta.

## LÄHTEET

- Antikainen, P.J. 1981. Biotieteiden fysikaalista kemiaa. Juva: WSOY.
- Banes, J., Helm, T. & Taylor, D. 2014. Modified whey proteins as texturizers in reduced and low-fat foods. In: Y, Lal Dar, & J.M. Light . (Ed.) Food texture design and optimization. West Sussex. UK: John Wiley & Sons Ltd. Institute of food technologists series, 108-127.
- Chandan, R. 1997. Dairy-based ingredients. Practical guides for the food industry. St Paul. Minnesota: Eagan press.
- de Wit. J.N (ed.) 2001. Lecturer's handbook on whey and whey products. [Verkköjulkaisu]. Renkum, Netherlands: European whey products association. Saatavana: <http://ewpa.euromilk.org/nc/publications.html?cid=305&did=2460&sechash=d3178669>
- Fox, P.F., Guinee, T.P., Cogan T.M, & McSweeney P.L.H. 2017. Fundamentals of cheese science. 2. edition. Cork, Ireland: Springer.
- Fox., P.T., Uniacke-Lowe, T., McSweeney, P.L.H. & O'Mahony, J.A. 2015. Dairy chemistry and biochemistry. 2. edition. Cork, Ireland: Springer.
- Haines, B., Lagrange, V., Meyer, D & Page, J. (Ed.) Ei päiväystä. Reference manual for U.S whey and lactose products. [Verkköjulkaisu]. Arlington, Virginia, USA: U.S. Dairy Export Council. [Viitattu 15.2.2017]. Saatavana: [http://usdec.files.cms-plus.com/PDFs/2008ReferenceManuals/Whey\\_Lactose\\_Reference\\_Manual\\_Complete2\\_Optimized.pdf](http://usdec.files.cms-plus.com/PDFs/2008ReferenceManuals/Whey_Lactose_Reference_Manual_Complete2_Optimized.pdf)
- Hirvinen, T. 1998. Kyrönmaan Osuusmeijeri 90 vuotta. Voista Oltermanniin. Iso-kyrö: Kyrönmaan Osuusmeijeri.
- Jaarinen, S & Niiranen, J. 2005. Laboratorioanalyysitekniikka. 5., uud. p. Helsinki: Edita.
- Lehtonen, P.O. & Sihvonen, M-L. 2006. Laboratorioalan analyttinen kemia. Helsinki: Opetushallitus.
- Lehtonen, P.O., Jaarinen, S., Jansson, K., Pohjakallio, M. & Repo, R. 2004. Laboratorioalan fysiikka ja fysikaalinen kemia. Vantaa: Opetushallitus.
- Mattila, P. Piironen, V & Ollikainen V. 2001. Elintarvikekemia ja -analytiikka. Helsinki: Yliopistopaino.

MilkoScan FT1 software manual 60044622 / Rev. 5. 2011. FOSS Analytical A/S. Hillerød. Denmark.

MilkoScan Reference Manual P/N 491449 / Rev. 10. 2007. FOSS Analytical AB. Höganäs. Sweden. PDF-tiedosto. Julkaisematon.

MilkoScanFT120 User Manual 491431 / Rev. 17. 2010. FOSS Analytical A/S. Hillerød. Denmark. PDF-tiedosto. Julkaisematon.

Opas pienmeijereille. 2013–2014. [Verkkosivu] Hämeen ammatti-instituutti. Hämeen ammattikorkeakoulu. Elinkeino- liikenne- ja ympäristökeskus. Euroopan maaseudun kehittämisen talousrahasto. [Viitattu 12.1.2017]. Saatavana: <http://www.hami.fi/pienmeijerihanke/hyvien-kaytantojen-opas/9-sivuvirtojen-kasittely/Sivut/Maito-ja-maitopohjaiset-tuotteet.aspx>

Peltonen, J. 10.1.2017. Ordior Oy. Sähköpostikeskustelut

Peltonen, M. (toim.) 2004. Suomen maatalouden historia II; kasvun ja kriisien aika 1870-luvulta 1950-luvulle. Helsinki. Suomalaisen kirjallisuuden seura.

Robinson, R. K. & Wilbey R. A. 1998. Cheesemaking practice. R. Scott. 3. edition. Gaithersburg, Maryland: Aspen publishers, Inc. A Chapman & Hall Food Science Book.

Subramanian, A. & Rodriguez-Saona, L. 2009. Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. In: Sun Da-Wen. (Ed.) Infrared spectroscopy for food quality analysis and control. Belfield, Dublin:Elsevier.

## **LIITTEET**

Liite 1. Näytteiden tulokset

Liite 2. työohjeet

## Liite 1 Näytteiden tulokset

Taulukko 4. Suodatusprosessista 4–6 .11.2016 otetut näytteet

Näyte nro	Proteiini Kjeldahl	Proteiini Milko	Tulosten erotus	Kuiva-aine lämpö-kaappi	Kuiva-aine Milko	Tulosten erotus
1	20.36	21.54	-1.18	24.98	24.39	0.59
2	19.57	20.61	-1.04	24.26	23.88	0.38
3	19.33	20.36	-1.03	24.22	23.69	0.53
4	19.3	20.16	-0.86	24.14	23.53	0.61
5	19.83	20.91	-1.08	24.71	24.14	0.57
6	19.94	20.36	-0.42	24.75	23.61	1.14
7	19.97	20.59	-0.62	24.88	23.81	1.07

Taulukko 5. Suodatusprosessista 19–20 .11.2016 otetut näytteet

Näyte nro	Proteiini Kjeldahl	Proteiini Milko	Tulosten erotus	Kuiva-aine lämpö-kaappi	Kuiva-aine Milko	Tulosten erotus
1	15.27	15.99	-0.72	23.1	22.79	0.31
2	16.67	17.16	-0.49	23.5	23.4	0.1
3	18.13	18.32	-0.19	24.2	24	0.2
4	20.19	20.3	-0.11	25.5	25.48	0.02
5	19.95	19.93	0.02	24.9	24.9	0
6	19.83	20.09	-0.26	24.8	25.18	-0.38
7	19.88	20.02	-0.14	24.9	25.09	-0.19
8	10.14	10.94	-0.8	21.4	19.93	1.47
9	12.83	13.4	-0.57	22.3	21.34	0.96
10	16.23	16.42	-0.19	23.3	22.84	0.46
11	17.62	18.01	-0.39	23.9	23.89	0.01
12	19.51	19.79	-0.28	24.5	24.73	-0.23
13	19.44	19.28	0.16	24.4	24.17	0.23
14	19.39	19.47	-0.08	24.3	24.43	-0.13



Taulukko 6. Suodatusprosessista 2–4.12.2016 otetut näytteet

Näyte nro	Proteiini Kjeldahl	Proteiini Milko	Tulosten erotus	Kuiva-aine lämpö-kaappi	Kuiva-aine Milko	Tulosten erotus
1	9.81	9.76	0.05	21.2	19.58	1.62
2	12.74	12.86	-0.12	22.21	21.38	0.83
3	16.82	14.54	2.28	23.49	22.11	1.38
4	14.56	16.56	-2	22.88	22.92	-0.04
5	20.22	20.13	0.09	25.11	24.99	0.12
6	19.89	19.52	0.37	24.75	24.48	0.27
7	19.96	19.33	0.63	24.77	24.26	0.51
8	9.77	9.51	0.26	20.71	19.15	1.56
9	12.37	12.42	-0.05	21.85	20.84	1.01
10	14.27	14.23	0.04	22.48	21.73	0.75
11	16.75	16.55	0.2	23.29	22.85	0.44
12	19.38	19.64	-0.26	24.34	24.61	-0.27
13	19.37	19.22	0.15	24.3	24.24	0.06
14	19.35	18.94	0.41	24.31	23.95	0.36

Taulukko 7. Suodatusprosessista 16–18.12.2016 otetut näytteet

Näyte nro	Proteiini Kjeldahl	Proteiini Milko	Tulosten erotus	Kuiva-aine lämpö-kaappi	Kuiva-aine Milko	Tulosten erotus
1	20.08	19.78	0.3	25.33	24.94	0.39
2	20.67	20.28	0.39	25.54	25.12	0.42
3	20.86	20.49	0.37	25.48	25.23	0.25
4	19.79	19.53	0.26	24.58	24.43	0.15
5	19.67	19.31	0.36	24.57	24.2	0.37
6	19.87	19.47	0.4	24.78	24.45	0.33
7	19.98	19.54	0.44	24.91	24.5	0.41
8	10.29	10.29	0	21.4	19.86	1.54
9	14.45	14.38	0.07	22.74	21.89	0.85
10	16.9	16.7	0.2	23.55	22.94	0.61
11	19.78	19.49	0.29	24.7	24.35	0.35
12	19.75	19.39	0.36	24.64	24.33	0.31
13	19.67	19.2	0.47	24.6	24.14	0.46
14	19.79	19.28	0.51	24.67	24.24	0.43

Taulukko 8. Kalibroinnin valmistumisen jälkeen analysoitu näytesarja

Näyte	Proteiini Kjeldahl	Proteiini Milko	Tulosten erotus	Kuiva-aine lämpö- kaappi	Kuiva-aine Milko	Tulosten erotus
1	20.08	20.08	0	25.33	25.1	0.23
2	20.67	21.09	-0.42	25.54	25.64	-0.1
3	20.86	21.03	-0.17	25.48	25.49	-0.01
4	19.79	19.8	-0.01	24.58	24.68	-0.1
5	19.67	19.59	0.08	24.57	24.51	0.06
6	19.87	20.22	-0.35	24.78	25.09	-0.31
7	19.98	19.93	0.05	24.91	24.82	0.09
8	10.29	10.18	0.11	21.4	21.19	0.21
9	14.45	14.59	-0.14	22.74	22.79	-0.05
10	16.9	16.92	-0.02	23.55	23.62	-0.07
11	19.78	19.77	0.01	24.7	24.66	0.04
12	19.75	19.56	0.19	24.64	24.5	0.14
13	19.67	19.89	-0.22	24.6	24.82	-0.22
14	19.79	19.09	0.7	24.67	24.15	0.52



## MILKOSCAN LAITTEEN KÄYTTÖOHJE

1. Avaa tietokoneen työpöydältä MSC FT1-ohjelma. Odota, että ohjelma latautuu.
2. Mene **Analysis** välilehdelle.
3. Ennen mittauksen aloittamista tarkista pesu- ja nollaliuoksen määrä vasemmanpuoleista etukantta nostamalla. Lisää tarvittaessa liuoksia. Valmiita liuoksia löytyy oikeanpuoleisesta kylmiöstä.
4. **Pese ja nollaa laite** näytön vasemmassa alalaidassa olevia symboleja klikkaamalla. Pisanan kuva on pesu (Manual clean) ja alempi kuvake nollaus (Zero). Jos nollaus ei mene läpi (näytölle tulee paljon keltaisella pohjalla olevia mittaustuloksia) pese laite uudelleen ja toista nollaus. Mikäli nollaus ei ole vielä kukaan rajoissa, hyväksy nollat ja toista nollaus vielä uudelleen. Laite suorittaa nollauksen automaattisesti tunnin välein. Viimeisin nollaus näkyy, kun kone avataan ja laskuri osoittaa, koska seuraava automaattinen nollaus suoritetaan.
5. **Lämmitä mitattava näyte** (vesihauteessa) 40°C:seen homogeenisuuden varmistamiseksi. Ennen mittausta näyte kannattaa myös sekoittaa kääntelemällä purkkia ylös – alas.
6. **Aseta näyte pipetin alle**. Valitse analysoitava tuote **PRODUCT**-alasvetovalikosta (esim. maito, WPC-tiiviste). Näytetyyppi (Analysis type) valikkoon valitaan **Normal Sample**.
7. **Syötä näytetunniste tai numero ID-kenttään** (kursori oltava kentässä, jos käytetään viivakoodinlukijaa). Jos nimeät näytteen vasta mittauksen jälkeen, kaksoisklikkaa tulosalueen päällä ja kirjoita avautuvan valikon ID-kenttään näytetunnus. Tallenna toiminto painamalla SAVE.
8. **Käynnistä mittaus** pipetin viereisestä painikkeesta tai klikkaa ruudulla oranssia START – kuvaketta.
  - a. Mittausprosessin kulku näkyy ruudun alareunassa vihreänä etenemispalkkina. Laite mittaa näytteen kaksi kertaa ja laskee lopputuloksista keskiarvon ja keskihajonnan. Keskiarvotulos on analyysin lopullinen tulos.
  - b. Toisen mittauksen aikana näytölle ilmestyy ANALYSIS – ruutu, jossa teksti ”**remove the sample...**” Nyt voit poistaa näytteen. Mittaus on valmis kun punaisena oleva START-kuvake muuttuu oranssiksi.
9. Voit aloittaa uuden mittauksen heti edellisen jälkeen, mutta koska automaattinen pesutoiminto käynnistyy 60 sekunnin kuluttua mittauksesta, on uusi mittaus aloitettava ennen pesun alkua, tai odotettava, kunnes pesu on mennyt. Pesukuvakkeen vieressä näkyy teksti ”**auto clean in ... sec**”. Siitä näkyy, kauanko uuden pesun aloitukseen on aikaa jäljellä. Pesutoiminto huuhtelee takaisinpäin pipettiä, joten pipetin alle jäänyt näyte menee pilalle.
10. **Poista näyte pipetin alta mittausten loputtua**. Automaattinen pesutoiminto käynnistyy tietyn ajan kuluttua. Voit myös itse käynnistää pesun pisarakuvaketta painamalla.



## MILKOSCAN LAITTEEN KÄYTTÖOHJE

---

### Tuotekanavan vaihto/korjaus

Jos tuote on vahingossa mitattu väärän tuotekanavan kautta, tai se halutaan muuten analysoida käyttäen toista tuotekanavaa, sitä ei tarvitse mitata uudelleen. Maalaa näytealue ja klikkaa hiiren oikealla näytealueen päällä. Valitse avautuvasta valikosta **"Repredict selected samples..."** ja vaihda oikea tuotekanava. Uudet tulokset tulevat **Results-näkymään**. Sen jälkeen kaksoisklikkaa vaihdettua näytettä ja vaihda tuotteelle avautuvan valikon ID-kenttään oikea näytetunnus + SAVE. Jos tuotteen näytetunnukseksi jää **"repredict + tuotenumero"**, ei laite tallenna sitä järjestelmään.

### Näytteen poistaminen

Kaksoisklikkaa näytteen kohdalla ja poista avautuvasta valikosta näytetunnus. Tallenna toiminto painamalla SAVE. Näyte jää ruudulle, mutta ilman näytetunnusta.



## MILKOSCAN LAITTEEN KÄYTTÖOHJE

### Pesuliuosten valmistus

- Zero-liuos: yksi 5 ml:n pussi S-6060 tiivistettä liuotetaan 5 litraan tislattua tai deionisoitua vettä.
- Cleaning- eli pesuliuos: yksi 25 g:n pussi S-470 Cleaning Agent jauhetta liuotetaan 5 litraan tislattua tai deionisoitua vettä. Suositellaan käytettäväksi viikon sisällä valmistuksesta.
- MSc-Descaler: yksi pakkauksessa oleva pussi tiivistettä liuotetaan 1litraan tislattua tai deionisoitua vettä. Valmis liuos säilyy yhden kuukauden ajan.
- Equalizer-liuos on käyttövalmiina pakkauksessa.

### Pesut kerran viikossa

**Soak-pesu eli liotuspesu:** Käytetään normaalia pesuliuosta. Valitse ”**Maintenance**”:n alta kohta SOAK.

Aseta pesuliuos näytekupissa pipetin alle ja avautuvasta valikosta klikkaa CONTINUE nappia. Tällöin laite ottaa pesuliuosta sisään. Näytölle ilmestyy ”**clean and zeroset**” -valikko.

Valitse **break**, ja jätä putkisto likoamaan haluamaksesi ajaksi. Liotusajan mentyä klikkaa pisarakuvaketta (**clean**), jolloin pesu alkaa. Toista pesu vielä pari kertaa. Pesussa tapahtuu takaisinhuuhtelua pipetistä, joten pipetin alla ollut neste pitää heittää pois. Liotuksen aikana käynnistyvä automaattinen nollaus ei haittaa liotuspesua.

Soak-pesu voidaan keskeyttää koska tahansa klikkaamalla ”Clean” nappia. Normaali pesu suoritetaan tämän jälkeen. Tämä on suositeltava tapa keskeyttää Soak-pesu. Tee nollaus vielä pesun jälkeen.

**Descal pesu:** Valmista MSc-Descaler -liuos pakkauksen ohjeen mukaan. Laita liuosta 60–100 ml näytekuppiin pipetin alle. Valitse PRODUCT-valikosta oikea pesuohjelma. Pesuohjelma käynnistyy ja tulokset tulevat näytölle aina kunkin pesun lopuksi. Poista pesuastia pipetin alta ja heitä käytetty neste pois.

### Standardisointi 1krt/kk

Käytetään yksi pullo Ftir Equalizer -liuosta per standardisointikerta. Liuos säilytetään jääkaapissa (2–8 °C) ja käytetään tässä lämpötilassa. Liuos on käytettävä välittömästi avaamisen jälkeen.

Varmista, että virtausjärjestelmä on kunnolla puhdas.

Laboratoriossa tehdään liotuspesu aina ennen standardisointia. Käyttöohjeen mukaan on suositeltavaa ajaa 3–5 pesua ja nollaus ennen standardisointia.

Valitse ”**Maintenance**”: n alta **standardization**. Ohjelma suorittaa nollauksen ja pyytää sitten laittamaan Equalizer-näytteen pipetin alle. Standardisointiajo alkaa. Lopuksi tulee ilmoitus standardisointiajon päätymisestä. Jotta standardisointi tulee voimaan sammuta ohjelma ja käynnistä uudelleen. Tee nollaus Standardisoinnin jälkeen tulee tarkistaa standardisointi loki; Maintenance → Standardisation → History

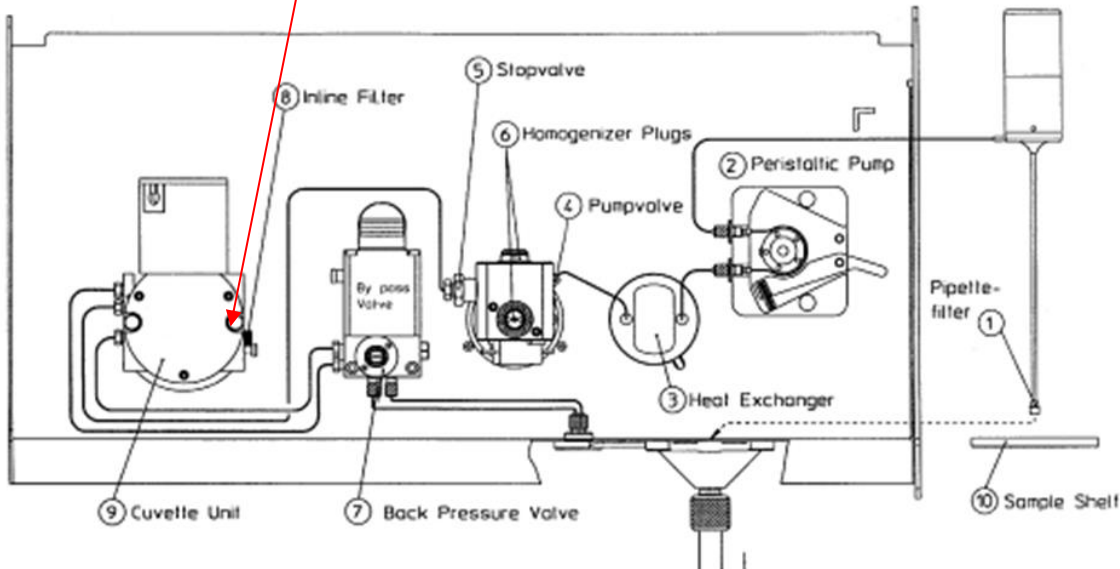
- Viimeisin ”A arvo” pitää olla pienempi kuin edellinen
- Peräkkäisten ”A arvojen” ero pitää olla <0,01
- Jos ”A arvojen” ero on suurempi kuin 0,01, standardisointiväli on liian suuri. Standardisointi pitää tehdä useammin.



## MILKOSCAN LAITTEEN KÄYTTÖOHJE

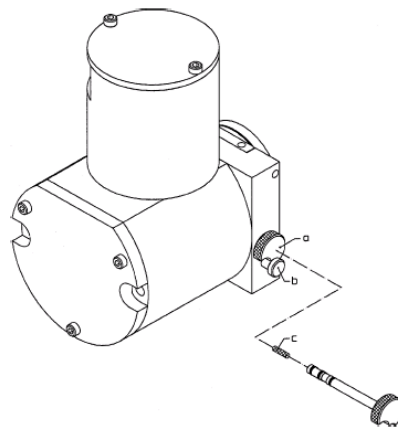
### Suodattimen vaihto

INLINE suodatin löytyy tästä



Suodatin vaihdetaan 3 kk:n välein:

Pyöräytä suodatinta **a** vastapäivään niin että nupissa oleva kolo osuu lukitusnupin **b** kohtaan ja suodattimen voi vetää pois. Suodatinosan **c** voi sitten vetää pois ja vaihtaa uuden. Suodattimen saumapuoli ei saa jäädä lukitusnupin sivussa olevaan aukkoon päin. Kun pistät suodattimen takaisin, niin paina se ensin pohjaan nupin **a** lovi lukitusnupin **b** kohdalla. Lopuksi pyöräytä suodatinta myötäpäivään niin että se jää kuvan kaltaisesti lukitukseen lukitusnupin **b** taakse. (Peltonen 10.1.2017.)





## MILKOSCAN LAITTEEN KÄYTTÖOHJE

---

### Kuivauspatruunan vaihto

Avaa Milkon päällyskansi ja kierrä kuivauspatruuna paikaltaan. Kierrä kansi auki ja tyhjennä silikageeli. Vaihda tilalle uudet rakeet. Sulje patruunan kansi ja aseta takaisin paikalleen.

Silikageeli tulisi vaihtaa n. kuukauden välein. Vaihtaminen kannattaa suorittaa iltaisin ja tehdä useampia nollauksia seuraavana aamuna ennen uusia mittauksia.

