



SEINÄJOEN AMMATTIKORKEAKOULU
SEINÄJOKI UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Suvi Taalamo

Maitokalibrointisarjan valmistus IDF 490: n mukaisesti ja näytteiden säilyvyyden seuranta

Valio Oy

Opinnäytetyö

Kevät 2022

Insinööri (AMK), Bio- ja elintarviketekniikka



SEINÄJOEN AMMATTIKORKEAKOULU

Opinnäytetyön tiivistelmä

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

Suuntautumisvaihtoehto: Elintarviketeknologia

Tekijä: Suvi Taalamo

Työn nimi: Maitokalibrointisarjan valmistus IDF 490: n mukaisesti ja näytteiden säilyvyyden seuranta

Ohjaaja: Sarita Ventelä

Vuosi: 2022

Sivumäärä: 54

Liitteiden lukumäärä: 10

Tämän opinnäytetyön toimeksiantajana toimii Valion aluelaboratorio. Työ toteutettiin Seinäjoen aluelaboratoriossa yhteistyössä kemian ja maitolaboratorion kanssa. Opinnäytetyön tavoitteena oli selvittää, voidaanko nykyisen maitokalibrointisarjan valmistusmenetelmä korvata IDF 490 -standardin mukaisella valmistusmenetelmällä. Nykyisen maitokalibrointisarjan näytteet valmistetaan kaupanesteistä ja raakamaidosta. Etenkin raakamaidosta valmistetut näytteet eivät pysy tarpeeksi tasalaatuisina kahden viikon analysoinnin aikana. Näytteitä käytetään laboratorioissa sekä tuotannossa kalibrointinäytteinä FTIR-analysaattoreilla.

Työssä toteutettiin kolme tutkimusta. Ensimmäisenä selvitettiin raakamaidon koostumuksen laatu ja miten se mahdollisesti muuttuu säilytyksen aikana sekä mitkä tekijät säilyvyyteen vaikuttavat. Toisessa tutkimuksessa tutkittiin, miten standardin menetelmän maidon eri komponentit pastöroitu kuorittu maito, pastöroitu kerma, permeaatti ja proteiinijae toimivat erillisinä kalibrointisarjoissa. Viimeisessä tutkimuksessa valmistettiin sarjat standardin menetelmän mukaisesti yhdistämällä maitojakeita sekä seurattiin säilyvyyttä viiden viikon ajan. Työn tutkimuksien tulokset osoittivat, että standardin mukaisella menetelmällä valmistetut maitokalibrointisarjat soveltuvat käytettyihin analyysimenetelmiin ja nykyinen menetelmä voidaan korvata uudella osittain tai kokonaan.

¹ Asiasanat: kalibrointi, näyte, maito, säilyvyys, seuranta, standardi

SEINÄJOKI UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Thesis abstract

Degree programme: Bachelor of Engineering (UAS), Food processing and Biotechnology

Specialisation: Food Technology

Author: Suvi Taalamo

Title of thesis: Preparation of milk calibration kit according to IDF 490 and monitoring of preservability

Supervisor: Sarita Ventelä

Year: 2022

Number of pages: 54

Number of appendices: 10

This thesis was commissioned by Valio regional laboratory. The work was carried out in the Seinäjoki regional laboratory in collaboration with the chemistry and milk laboratory. The purpose of the thesis was to study whether the current production method of the milk calibration sample set could be replaced by the production method according to the IDF 490 standard. Samples from the milk calibration set currently in use are prepared from commercial milk products and raw milk. The samples prepared especially from raw milk do not remain homogeneous during the two weeks of analysis. The samples are used in the laboratories and in production as calibration samples by FTIR analyzers.

Three studies were carried out for the thesis. The research question was to find out the quality of the raw milk composition, its changes during storage and the factors effecting on its shelf life. The second study examined different components of the standard method milk: pasteurized skim milk, pasteurized cream, permeate and protein and how they act separately in the calibration series. In the last study, sample sets were prepared according to the standard method by combining milk fractions and the storage was monitored for five weeks. The results of these three studies showed that the milk calibration sample sets prepared according to the standard method are suitable for the analytical methods and that the current method can be partially or completely replaced with it.

¹ Keywords: calibration, sample, milk, preservability, follow-up study, standard

SISÄLTÖ

Opinnäytetyön tiivistelmä	2
Thesis abstract	3
SISÄLTÖ	4
Kuva-, kuvio- ja taulukkoluetelo	6
Käytetyt termit ja lyhenteet.....	8
1 JOHDANTO	9
1.1 Työn tausta ja tavoitteet	9
1.2 Rakenne.....	9
2 MAITO.....	10
2.1 Maidon koostumus	10
2.2 Maidon käsittely.....	12
2.3 Näytteenotto ja laadunvarmistus	15
3 INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF) 490	17
3.1 Taustatietoa ja historiaa	17
3.2 Käyttötarkoitus ja ominaisuudet.....	19
3.3 Yhdistettyjen maitojakeiden valmistusmenetelmä	19
4 MILKOSCAN™ FT3 ANALYSAATTORI	22
4.1 Toimintaperiaate.....	22
4.2 Analysointi.....	23
5 NYKYTILANNE	25
5.1 Maitokalibrointisarjan käyttö	25
5.2 Nykyisen maitokalibrointisarjan valmistus	25
5.2.1 Sarjojen 1–4 valmistus.....	26
5.2.2 Sarjojen 5–7 valmistus.....	27
6 RAAKAMAIDON SÄILYVYYSSSEURANTA 1	29
6.1 Lähtötiedot	29
6.2 Toteutus	29
6.3 Tulokset.....	31
7 RAAKAMAIDON SÄILYVYYSSSEURANTA 2	38

7.1	Lähtötiedot	38
7.2	Toteutus	38
7.3	Tulokset.....	39
8	LOPULLINEN MAITOSARJA JA SÄILYVYYSSEURANTA.....	43
8.1	Lähtötiedot	43
8.2	Toteutus	43
8.3	Tulokset.....	46
9	YHTEENVETO JA JOHTOPÄÄTÖKSET.....	50
	LÄHTEET	52
	LIITTEET	54

Kuva-, kuvio- ja taulukkoluetelo

Kuva 1. Raakamaidon bakteerien kasvu eri lämpötiloissa	13
Kuva 3. MilkoScan FT3.....	22
Kuva 5. FTIR-laitteiston toimintaperiaate	23
Kuva 7. Watson-Marlow annostelupumppu.	26
Kuva 8. Pikareihin annostelu automaattirobotilla.	27
Kuva 9. Huonolaatuinen näytepikari.	29
Kuva 10. Maidon suodatus a.	43
Kuva 11. Maidon suodatus b.	44
Kuvio 1. Maidon käsittely.	12
Kuvio 2. Maitojakeiden edustavuus.	17
Kuvio 3. Yhdistettyjen maitojakeiden valmistusprosessi.	20
Kuvio 4. Raakamaito 1 rasvatason seuranta kolmen viikon ajalta.	31
Kuvio 5. Raakamaito 1 proteiinitason seuranta kolmen viikon ajalta.	32
Kuvio 6. Raakamaito 1 kuiva-ainepitoisuuden seuranta kolmen viikon ajalta.	33
Kuvio 7. Raakamaito 2 rasvatason seuranta kolmen viikon ajalta.	34
Kuvio 8. Raakamaito 2 proteiinitason seuranta kolmen viikon ajalta.	35
Kuvio 9. Raakamaito 2 kuiva-ainepitoisuuden seuranta kolmen viikon ajalta.	36
Kuvio 10. Rasvatason seuranta pastöroidusta kuoritusta maidosta ja kermasta.	40
Kuvio 11. Rasvatasot siilo raakamaidosta ja pastöroidusta kermasta.	40

Kuvio 12. Proteiinitason seuranta kolmen viikon ajalta.	41
Taulukko 1. Säilyvyysseuranta 1 tuloksien keskihajonnat.....	36
Taulukko 2. Ainesosien lähtötiedot	38
Taulukko 3. Säilyvyysseuranta 2, sarjat ja pitoisuudet.....	39
Taulukko 4. Proteiinipitoisuuksien keskihajonta tulokset.	42
Taulukko 5. Rasvapitoisuuksien keskihajonta tulokset.	42
Taulukko 6. Jakeiden pitoisuudet.....	44
Taulukko 7. Halutut sarjojen rasva- ja proteiinipitoisuudet.....	45
Taulukko 8. FT3 0-näytteet.	45
Taulukko 9. Proteiinisarjan tulokset ja keskihajonnat taulukoituna.	47
Taulukko 10. Rasvasarjan tulokset ja keskihajonnat taulukoituna.	48
Taulukko 11. Kuiva-ainepitoisuuden tulokset ja keskihajonnat taulukoituna.	49

Käytetyt termit ja lyhenteet

FFA	Free Fatty Acids, vapaat rasvahapot.
FOSS Combi	Raakamaidon analysaattori.
Homogeeninen	Koostumukseltaan yhtenäinen aine.
ISO	Kansainvälinen standardisoimisjärjestö.
Kalibrointi	Laitteen antamaa lukemaa verrataan jäljitettävästi mittanormaaliin. Kalibroinnin avulla käytetty laite voidaan virittää.
LIMS	Laboratorion tiedonhallintajärjestelmä.
Mittaepävarmuus	Mitattuun tulokseen liittyvä mittaepävarmuus. Mittaustulokset sisältävät epävarmuuden, vaihteluvälin, mikä kuvaa mitatun tuloksen vaihteluväliä.
Nicolet	FTIR spektrofotometri.
Näyte	Perusjoukon tai yksikköryhmän osa, joka on tarkoituksen mukaisesti otettu, jotta voidaan tutkia sen ominaisuuksia.
Permeaatti	Kalvosuodatustekniikan kalvon läpäissyt osa.
Sarja	Yhden näytteen isompi kokonaisuus.
Separaattori	Erottelulaite.
Stabiili	Vakaa, tasalaatuinen.
UF-suodatettu Proteiinijae	Ultrasuodatettu maito.

1 JOHDANTO

1.1 Työn tausta ja tavoitteet

Tämän opinnäytetyön toimeksiantajana toimii Valio Oy Seinäjoen aluelaboratorio. Työn tutkimusosio suoritettiin kemian laboratoriossa sekä osittain yhteistyössä maitolaboratorion kanssa. International Dairy Federation eli kansainvälinen meijeriliitto on julkaissut yhteistyössä ISO:n kanssa standardin IDF 490, joka sisältää tietoa maidon kalibrointinäytteiden käyttötarkoituksesta, analyysimenetelmästä ja näytteiden valmistustavasta eri mittakaavan ympäristöissä. Opinnäytetyön tarkoituksena oli selvittää, voidaanko vanha maitokalibrointisarjan valmistustapa korvata uudella IDF 490 -standardin mukaisesti tehdyllä menetelmällä, jossa kalibrointinäytesarjat valmistetaan käyttämällä maidon eri komponentteja niitä yhdistämällä. Maidon eri komponentteja, joita käytetään ovat kuorittu maito, kerma, uf-suodatettu permeaatti ja proteiinijae. Nykyisellä maitokalibrointisarjan menetelmällä näytteet valmistetaan kauppamaidoista ja raakamaidosta eivätkä raakamaidosta tehdyt näytteet pysy täysin tasalaatuisina kahden viikon analysoinnin aikana. Selvitys tehtiin näiden kahden menetelmän valmistustapaa vertailemalla, näytteiden stabiiliutta ja kemiallista säilyvyyttä seuraamalla

Nykyisessä kalibrointisarjojen valmistusmenetelmässä käytetään kauppamaitoja ja raakamaitoa. Etenkin raakamaidosta valmistetut sarjat tuottavat ongelmia niiden stabiiliuden osalta. On huomattu, että näytteiden tulokset alkavat heittelemään eivätkä ne pysy tarpeeksi tasalaatuisina kahden viikon käyttöänsä aikana. Kalibrointisarjan näytteitä käytetään laboratorioissa ja tuotannossa. Analysointia suoritetaan Foss MilkoScan FT3 -analysaattorilla, referenssimenetelmillä sekä maitolaboratorion Foss Combi -analysaattorilla.

1.2 Rakenne

Opinnäytetyössä käydään läpi teoriaosiossa raakamaidon koostumusta ja käsittelyä, FTIR-tekniikkaan perustuvaa analysaattoria ja IDF 490 -standardiin perustuvaa kalibrointisarjan menetelmää. Työssä toteutettiin laboratoriossa kolme tutkimusta, jotka on esitetty jokainen omassa luvussaan. Tutkimuksien luvut sisältävät lähtötiedot, toteutuksen ja tulokset. Tutkimuksien tuloksia ja jatkosuunnitelmia on vedetty yhteen työn viimeisessä luvussa.

2 MAITO

2.1 Maidon koostumus

Raakamaito tarkoittaa maitoa, joka on lypsyn jälkeen ainoastaan jäädytetty (Euroopan parlamentin ja neuvoston asetus eläinperäisiä elintarvikkeita koskevista erityisistä hygieniasäännöistä 853/2004). Raakamaitoon ei ole lisätty tai siitä ei ole poistettu mitään. Sitä ei ole kuumennettu yli 40 celsiusasteeseen. Alarinnan (2020) mukaan maito on valkoista, tasalaatuista ja läpinäkymätöntä nestettä. Se on maultaan ja hajultaan puhdasta sekä hieman makeaa. Maito koostuu kahdesta pääfaasista, jotka ovat rasvafaasi ja rasvaton vesifaasi. Rasva ja vesifaasit koostavat maidosta emulsion, joka on öljy vedessä (Bylund, 2003, s. 19). Alarinnan (2020) mukaan vesipitoisuus maidossa on 87 % ja loput 13 % on kuiva-ainetta. Veden lisäksi maito sisältää hiilihydraatteja 4,7 %, rasvaa 4,3 %, proteiineja 3,5 % ja kivennäisaineita 0,7 %. Normaali maidon pH on yleensä 6,5–6,7, maidon ollessa 25 °C. Maidon rasvafaasi liukenee maidon vesiosaan, jota kutsutaan myös polydisperssisysteemiksi.

Maito sisältää rasvaa yleensä noin 4,4 %, mutta koostumus voi vaihdella lehmän mukaan rodusta ja ruokinnasta (Bylund, 2003, s. 22). Maitorasva esiintyy pieninä palloina maitoseerumissa. Maitorasva koostuu tri-, di- ja monoglyserideistä, rasvahapoista, karotenoideista, sterooleista ja vitamiineista. Maidon rasvapalloset ovat kevyitä, minkä takia kerma nousee pinnalle. Maitorasva on sekoitus erilaisia rasvahappoestereitä, jotka muodostavat noin 90 % maitorasvasta. Rasvahappoestereitä kutsutaan triglyserideiksi, jotka koostuvat glyserolista ja erilaisista rasvahapoista.

Proteiinien osuus maidossa on noin 3,5 % (Bylund, 2003, s. 25). Proteiinin määrä ei vaihtelee niin paljon kuin rasvan määrä maidossa. Maidon proteiineista 80 % koostuu kaseiinista ja loput 20 % heraproteiinista. Kaseiini muodostaa maidolle ominaisen valkoisen värin. Juuston valmistuksen yhteydessä sivutuotteena muodostunut hera voidaan hyödyntää jauhemuotoisen heraproteiinin valmistukseen. Maidon proteiinit ovat isoja molekyyliä, jotka koostuvat yhdestä tai useammasta aminohappoketjusta. Proteiinimolekyyli sisältää 100–200 kytkeytyntä aminohappoa.

Bylund (2003, s. 33) tuo esiin, että maidon entsyymeistä tehdään erilaisia laadunvalvonnallisia analyysejä, niitä ovat fosfataasi, katalaasi, lipaasi ja peroksidaasi. Entsyymit vaikuttavat

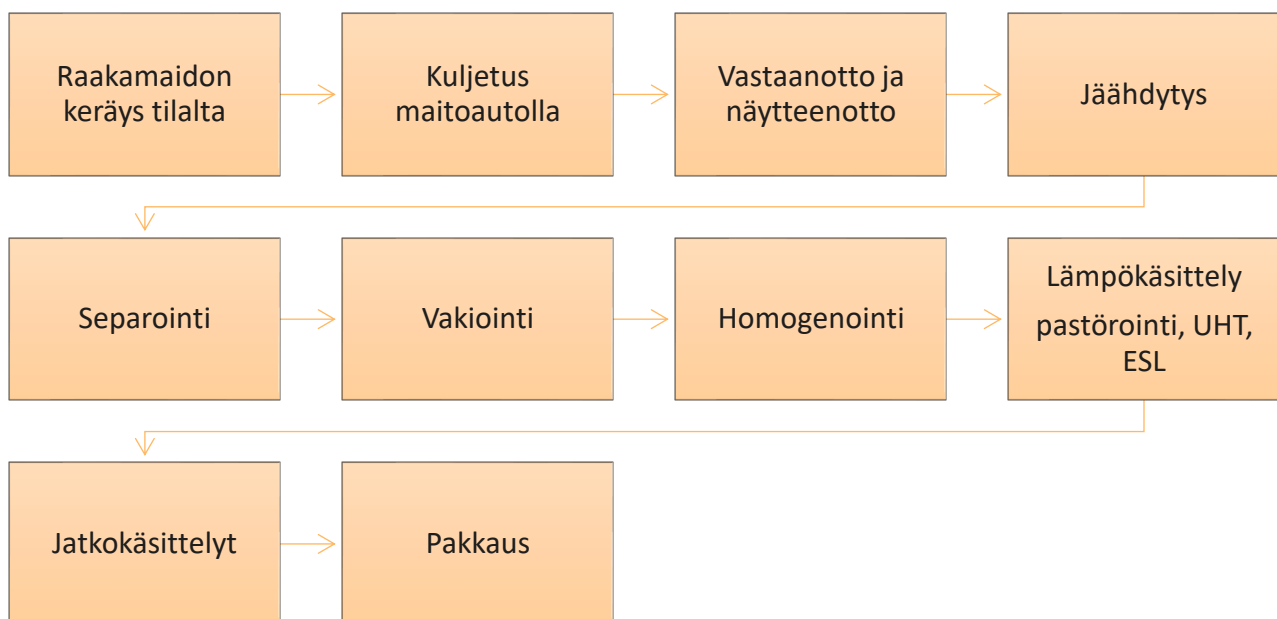
maidon makuun, hajuun ja säilyvyyteen. Entsyymit ovat proteiineja, jotka aktivoivat kemiallisia reaktioita ja vaikuttavat reaktion kulkuun sekä nopeuteen. Entsyymaattiseen toimintaan vaikuttaa eniten lämpötila ja pH, koska entsyymit ovat aktiivisimpia 25–50 °C. Jos lämpötila kohoaa yli 50 asteen, entsyymien toiminta voi häiriintyä tai lakata kokonaan.

Laktoosi on sokeria, jota esiintyy maidossa molekyyliliuoksena (Bylund, 2003, s. 34). Laktoosi kuuluu orgaanisten yhdisteiden ryhmään, hiilihydraatteihin. Hiilihydraatit ovat suuri energianlähde ruokavaliossa. Ne hajoavat energiapitoisiksi yhdisteiksi, jotka liittyvät biokemiallisiin reaktioihin, joihin tarvitaan energiaa. Maitosokeri on disakkaridi, molekyyli sisältää glukosia ja galaktoosia, jotka ovat monosakkarideja. Maitohappobakteerit tuottavat laktaasientsyymiä, joka pilkkoo maidon laktoosia ja alkaa muuttamaan sitä glukosiksi ja galaktoosiksi (Bylund, 2003, s. 34). Maitohappobakteerien muut entsyymit muuttavat galaktoosia ja glukosia maitohapoksi. Maidon laktoosipitoisuus voi vaihdella 3,6 % - 5,5 %. Jos maitoa kuumentetaan liian kauan korkealla lämpötilalla, maito alkaa muuttua rusehtavaksi. Reaktiota kutsutaan karamellisoitumiseksi, joka ei ole entsyymaattinen reaktio, vaan siihen osallistuvat pelkistävät sokerit. Maidon kuumentamiseen liittyy myös entsyymaattinen reaktio, Maillardin reaktio, jossa maidon laktoosi reagoi proteiinien vapaiden aminoryhmien kanssa. Maillardin reaktio voi aiheuttaa epätoivottuja maku- ja värivirheitä elintarvikkeissa.

Maidosta saa monipuolisesti vitamiineja ja kivennäisaineita. Maitotuotteista saa esimerkiksi kalsiumia, kaliumia, jodia, B- ja C-vitamiinia (Bylund, 2003, s. 35). Vitamiinit merkitään isoilla kirjaimilla ja perässä voi olla numeeriset alaindeksit. Yleisimpiä vitamiineja ovat A-, B-, C- ja D-vitamiinit. A- ja D-vitamiinit liukenevat rasvaan, muut vitamiinit ovat vesiliukoisia. Yleisesti kaikki maitotuotteet ovat hyvä vitamiinin lähde. Vähärasvaiset tai rasvattomat tuotteet sisältävät vähemmän A- ja D-vitamiinia ja luomumaidossa ei ole ollenkaan D-vitamiinia. Vitamiinit ovat orgaanisia aineita, jotka esiintyvät hyvin pieninä pitoisuuksina. Elimistö ei pysty syntetisoimaan vitamiineja, joten ne tulee saada ravinnosta. Vitamiinien lisäksi maito sisältää useita kivennäisaineita, mutta niiden kokonaisuuspitoisuus maidossa on alle 1 % (Bylund, 2003, s. 35). Maidon seerumissa tai kaseiiniyhdisteissä esiintyy mineraalisuoloja, joista tärkeimmät ovat kalsium, kalium, natrium ja magnesium. Suolojen määrät eivät ole maidossa vakioita.

2.2 Maidon käsittely

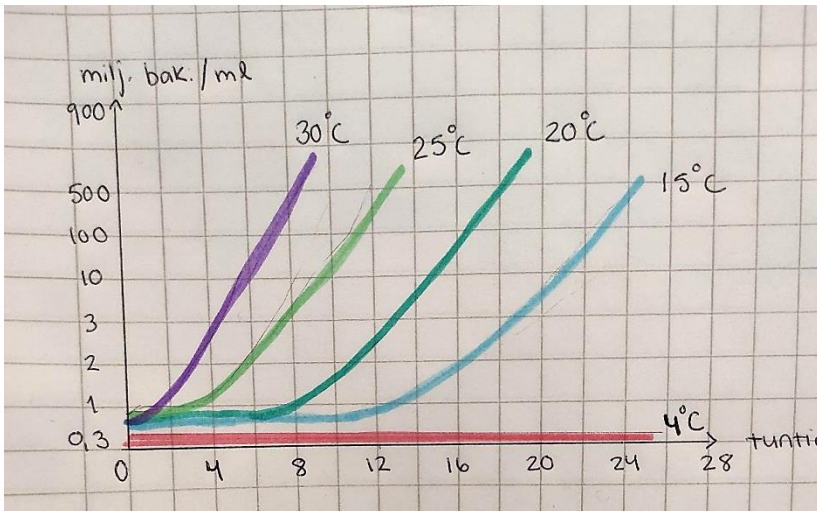
Raakamaidon käsittely alkaa sen keräämisestä tiloilta tilatankkeihin (kuvio 1), jotka jäähdytetään (Kautiainen 2019b). Joka toinen päivä maitoauto käy tyhjentämässä tilatankit ja kuljettaa maidon meijeriin jatkokäsittelyyn. Maitoauton saapuessa tilalle säiliöauton täyttöletku liitetään maatilalla jäähdytyssäiliön poistiventtiin (Bylund, 2003, s.75). Maitoautossa on virtausmittari ja pumppu, joiden avulla kirjataan maidon tilavuus. Maitoautoissa on yleensä myös ilmanpoistolaite, jotta maidon sekaan ei sekoitu ilmaa. Pumppaus pysähtyy heti, kun tilan jäähdytyssäiliö on tyhjä. Maitoauton säiliö on jaettu useisiin osiin, jotta kuljetuksen aikana maito pysyy vakaana, eikä aiheuta heijausliikettä. Maito kuljetaan meijeriin säiliöautojen vastaanottohalliin.



Kuvio 1. Maidon käsittely (soveltaen Hämeen ammatti-instituutti i.a.).

Ennen vastaanottoa jokaisesta maitoerästä tarkistetaan lämpötila ja mikrobilääkejäämät (Hämeen ammatti-instituutti, i.a.). Jos maidossa todetaan mikrobilääkejäämiä, maitoa ei käytetä jalostukseen. Maitokuormasta otetaan myös maitonäyte automaattisella näytteenottolaitteella. Näytteestä tehdään asetetun omavalvontasuunnitelman mukaiset mittaukset. Varmistetaan, että maito täyttää kaikki asetetut laatu- ja terveystaamukset. Bylundin (2003, s.76) mukaan yleisimpiä maitonäytteiden analysointieja ovat maku ja haju, tankkipuhtaus,

suodatus, somaattiset solut, bakteerimäärä, proteiinipitoisuus, rasvapitoisuus ja jäätymispiste. Raakamaito on erittäin hyvä kasvualusta erilaisille bakteereille, joten sitä käsiteltäessä pitää huolehtia hyvästä hygieniasta ja puhtaanapidosta. Nopea raakamaidon jäähdytys estää bakteerimäärän kasvun (kuva 1).



Kuva 1. Raakamaidon bakteerien kasvu eri lämpötiloissa (soveltaen Bylund, 2003, s. 66).

Nopea jäähdytys parantaa säilyvyyttä huomattavasti (Bylund, 2003, s. 66). Pääasiassa raakamaidossa olevat bakteerit ovat peräisin lehmästä sisältä tai utareista ja kaikesta, minkä kanssa maito on kosketuksissa. Hyvälaatuisessa raakamaidossa mikro-organismeja on alle 20 000 CFU/ml. Maitohygienialiiton (i.a.-a) mukaan tuottajamaidon valtakunnallinen bakteerilukujen aritmeettinen keskiarvo oli 9 500 pmy/ml vuonna 2020. Bakteerilukuihin vaikuttaa vuodenaikavaihtelut. Vuonna 2020 bakteeriluvut ovat olleet korkeimmillaan elokuussa. Raakamaidon somaattiset solut kertovat lehmän utareen terveydestä (Maitohygienialiitto i.a.-b). Mikäli maidon solupitoisuus kasvaa yli 200 000 solua/ml, kyseessä on mahdollisesti utaretulehdus. Suomessa tilojen raakamaidosta solupitoisuus tarkistetaan vähintään kaksi kertaa kuukaudessa. Somaattisten solujen aritmeettinen keskiarvo tuottajamaidosta oli 152 000 solua/ml vuonna 2020.

Raakamaito otetaan vastaan maitoautosta erillisessä vastaanottotilassa (Hämeen ammatti-instituutti, i.a.). Maidon vastaanoton tulee olla huolellisesti erotettu tuotantotiloista, koska raakamaidon mukana voi tulla bakteerifageja (Alarinta, 2020). Niitä esiintyy luonnossa lannassa, maaperässä ja pintavesissä. Vastaanotettu raakamaito punnitaan ja pumpataan varastosiiloihin odottamaan käsittelyä (Bylund, 2003, s. 77–79). Siilojen tilavuus on noin 25 000–150 000 litraa ja ne ovat varustettu yleensä sekoitusjärjestelmällä ja CIP (clean in place) -

pesujärjestelmällä (Spreer, 1998, s. 73). Siiloissa on sekoitus, jotta kerma ei nouse pinnalle. Sekoitus ei ole voimakasta, sillä voimakas sekoitus aiheuttaa rasvapallosten hajoamisen ja tämä altistaa maidon lipaasientsyymien aktivoitumisen, lipolyysi aiheuttaa maitoon virhemakuja. Kautiainen (2019a) korostaa, että raakamaidon lämpötila pidetään alle neljän celsiusasteen, jonka jälkeen se voidaan separoida, vakioida, lämpökäsitellä ja mahdollisesti homogenoida. Kautiainen (2019b) painottaa, että raakamaitoa käsitellään erilaisilla menetelmillä riippuen valmistettavan tuotteen ominaisuuksien mukaan. Käsitteilyllä varmistetaan tuotteiden laatu ja turvallisuus.

Ensimmäinen vaihe vastaanoton jälkeen on separointi (Hämeen ammatti-instituutti, i.a.). Sillä tarkoitetaan komponenttien mekaanista erottamista käyttäen keskipakovoimaa. Separointia käytetään meijeriteollisuudessa maidon rasvaosan ja rasvattoman osan erottamiseen. Rasvan erottuminen separoinnissa perustuu Stokesin lakiin. Kun maito johdetaan separaattoriin, kerma ja rasvaton maito erottuvat pyörivän kuulan levyväleissä. Separattorin toiminnassa vaikuttaa keskipakovoima ja keskihakuvoima. Toiminnan aikana rasvaton maito kulkeutuu reunoilla ja rasvapallot liikkuvat keskelle, koska ne painavat enemmän. Rasvapallojen erottuminen tapahtuu nopeasti, mikäli vesi- ja rasvaosan tiheydet ovat erisuuruisia. Kylmä maito kuoriutuu huonommin, koska viskositeettiarvo on suurempi kylmällä maidolla kuin lämpimällä maidolla. Maito lämmitetään ennen kuin se johdetaan separaattorille. Optimaalinen lämpötila vaihtelee 45–65 °C välillä.

Maidon vakiointi tapahtuu separoinnin jälkeen (Hämeen ammatti-instituutti, i.a.). Vakiointi tarkoittaa rasvapitoisuuden säätöä. Meijeriin saapuvan raakamaidon rasvaprosentti on n. 4,3 %. Rasvapitoisuus säädetään vakioinnilla kaupassa myytävien maitojen rasvapitoisuuksiin, jotka ovat 0 % rasvaton maito, 1 % ykkösmaito, 1,5 % kevytmaito ja 3,5 % täysmaito. Vakioinnin voi tehdä kolmella eri tapaa panosvakiointina, suoravakiointina tai komponenttivalmistuksena. Panosvakiointi tarkoittaa, että täysmaitoa lisätään rasvattomaan maitoon ennalta määrättyssä suhteessa. Suoravakioinnissa kermaa ja rasvatonta maitoa sekoitetaan toisiinsa separoinnin aikana jatkuvatoimisesti. Komponenttivalmistus tarkoittaa maidon vakiointi kahdesta eri komponentista. Komponentit ovat rasvaton maito ja 12 % kerma.

Homogenoinnin tarkoituksena on saada maidosta homogeeninen seos eli rasvapallosten kohoaminen pintaan estetään (Hämeen ammatti-instituutti, i.a.). Homogenoinnin aikana maidon rasvapallot pilkkoutuvat niin pieniksi, että ne eivät nouse pintaan vaan pysyvät tasaisesti maidon seassa. Homogenoinnin jälkeen suoritetaan pastörinti (Hämeen ammatti-instituutti,

i.a.). Se on lämpökäsittely, jonka aikana tuhotaan mahdolliset tautia aiheuttavat bakteerit. Pastörinti ei kuitenkaan poista mikrobeja tai ole mikrobivapa. Pastörinti tapahtuu levylämmönvaihtimessa tai putkilämmönvaihdinta käyttäen. Maito kuumennetaan pastörintissa vähintään +72 asteeseen 15 sekunniksi. Lämpökäsittely on lievä, eikä vaikuta kemialliseen koostumukseen tai ravintoarvoon. Pastörinti koostuu eri toimintavaiheista, jotka ovat esikuumennus, kuumennus pastörintilämpötilaan ja jäähditys. Muita lämpökäsittelyvaihtoehtoja on iskukuumennus (UHT-käsittely) tai ESL (Extended Shelf life) -tekniikka, jolloin maito kuumennetaan 0,5–2 sekunnin ajaksi 125–135 asteeseen pidemmän säilyvyysajan saamiseksi.

2.3 Näytteenotto ja laadunvarmistus

Lehtosen ja Sihvosen (2009, s. 57) mukaan jokaiselle näytetyypille on näytteenottosuunnitelma, jonka mukaan selvitetään näytteenottotapahtuman lisäksi näytteiden käsittely ja varastointi. Suunnitelman avulla pidetään huolta, että näyte pysyy edustavana analysointitapahtumaan asti. Näytteenottomenetelmään vaikuttavat tutkittavien yhdisteiden ominaisuudet, näytteen ominaisuudet ja niistä haluttavat tiedot, analyysimenetelmä ja resurssit sekä tärkeimpänä, mikä on tutkimuksen tarkoitus. Näytteenottoon liittyy virhemahdollisuuksia, jotka ovat virheellinen näytteenottotapa, näytteen kontaminoituminen, väärä jatkokäsittely ja epäedustava näyte.

Mattila, Ollilainen ja Piironen (2001, s. 32–35) nostavat esiin, että näytteenoton jälkeen näyte voi vielä muuttua laadullisesti esimerkiksi säilytyksen aikana. Näytteitä ei välttämättä pysty analysoimaan heti tai tarkoituksella niitä säilytetään varastossa ennen analysointia. Säilytyksen virhelähteitä voivat olla veden haihtuminen, rasvan hapettuminen, veden imeytyminen, kontaminaatio tai erilaiset reaktiot säilytysastioiden materiaalin kanssa. Rasvan mahdollisia muutoksia säilytyksen aikana ovat hapettuminen ja vesi-öljy-seoksessa faasien erottuminen. Hapettuminen aiheuttaa monitydyttymättömien rasvahappojen tuhoutumisen. Hapettumista voidaan estää pakkasvarastoinnilla, vakuuilla, typpiatmosfäärillä tai antioksidanttien lisäämisellä. Faasien erottuminen johtaa näytteen epähomogeenisuuteen. Näytteen analysointivaiheessa näytteen tulee olla homogeeninen seos, joten näyte pitää lämmittää ennen analysointia, jotta saadaan näytteestä homogeeninen.

Aho, Koponen, Pasto ja Stalder (2020, s. 154–197) toteavat, että mikrobiologisesti raakamaito voi olla käyttökelpoista, jos se sisältää haitallisia bakteereja, bakteerien

kokonaismäärä on liian suuri tai maidossa on liikaa soluja, mikä tarkoittaa, että maidossa on taudinaiheuttajabakteereita. Liian lämmin varastointi lisää mikrobien kasvua. Jalostettavan maidon ei kuitenkaan tule olla puhdasta vaan siinä saa olla bakteereja. Maidon mikrobiologinen laatu varmistetaan aina, eli siitä katsotaan bakteerien pesäkemäärä, soluluku, jäätympiste ja mahdollisesti rasva- ja valkuaisainepitoisuudet. Ruokaviraston (2018) mukaan käsittelemätön raakamaito voi sisältää erilaisia ihmiselle tautia aiheuttavia bakteereja, raakamaidon käsittelyssä tulee huolehtia hyvästä hygieniasta, jotta kontaminaatoriski estetään. Tautia aiheuttavia bakteereja raakamaidossa voi olla EHEC-bakteerit, kampylobakteeri, salmonella, *Listeria monocytogenes*, *Yersinia enterocolitica* ja *Yersinia pseudotuberculosis*-bakteerit. Bakteerien lisäksi raakamaidossa voi olla viruksia ja toksoplasma-loisia. Bakteerien ja virusten esiintymisen takia raakamaito tutkitaan erilaisten näytteiden avulla ennen kuin sitä päästetään tuotantoon.

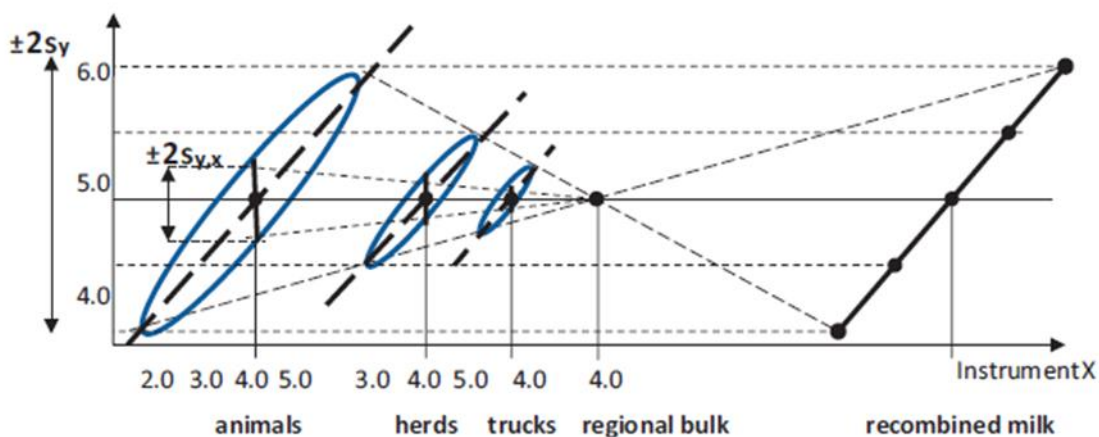
Korkealan (2007, s. 209) mukaan maito ei pilaannu ainoastaan mikrobien vaikutuksesta vaan luonnostaan maidossa esiintyvät proteaasit ja lipaasit voivat aiheuttaa samankaltaisia muutoksia kuin mikrobit. Muutokset jäävät kuitenkin pienemmiksi vähäisten entsyymipitoisuuksien takia. Suurin maidon kemiallinen pilaantuminen voi tapahtua liian kovalla mekaanisella käsittelyllä, esimerkiksi pumppaamisella. Käsittely voi aiheuttaa maidon rasvapallosten rikkoontumisen, joka maidon härskiintymisen. Kemiallinen laadunvarmistus tarkoittaa pakkausmerkinnöissä näkyvien ravintosisältöjen tarkistamista (Hämeen ammatti-instituutti, i.a.). Mattilan ym. (2001, s. 11) mukaan kemiallisten analyysien tutkimuskohteena voi olla elintarvikkeen rasva, kosteus, proteiini, kivennäisaineet, aromiaineet tai vierasaineet.

3 INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF) 490

3.1 Taustatietoa ja historiaa

International Dairy Federation eli kansainvälinen meijeriliitto toimii kymmenellä eri osa-alueella, joita ovat esimerkiksi elintarvikestandardit, meijeritiede ja teknologia, analyysi- ja näytteenottomenetelmät, hygienia ja turvallisuus, maatalaeläinten terveys ja hyvinvointi (International Dairy Federation, i.a.-c). IDF toimii yhteistyössä useiden standardiorganisaatioiden kanssa, kuten ISO ja Codex (IDF, i.a.-b). Yhteistyössä ISO:n kanssa maidon ja maitotuotteiden turvallisuus, laatu ja koostumus taataan standardeilla, mitkä ovat välttämättömiä kansainvälisellä meijerisektorilla (IDF, i.a.-a). Standardoidut analyysimenetelmät lisäävät tuoteturvallisuutta ja yhtenäisyyttä kansainvälisesti. Analyysimenetelmiä voidaan käyttää kalibroinnissa valvontatarkastuksen omaisesti referenssimenetelmien rinnalla.

Laboratorioissa eri analyysimenetelmien kalibrointi on tärkeä osa analyysitulosten laadun määrittämisessä (IDF, 2017, s. 5). Vaihteleva maidon koostumus asettaa haasteita analysoinnissa ja tekee analyysimenetelmistä hieman monimutkaisemman verrattuna kemiallisesti puhtaiden molekyylien analyysiin. Regressiokaaviossa (kuviot 2) näkyy standardissa (IDF, 2017) jokaisen maitotyypin regressioviiva, joka kulkee teoreettisen pisteen läpi. Teoreettinen piste saadaan näytepitoisuuksien aritmeettisista keskiarvoista, joka sijaitsee tietoryppään keskellä.



Kuvio 2. Maitojakeiden edustavuus (IDF, 2017, s. 10).

Maitomatriisien vaihtelevuus vaikuttaa lineaarisesti jäännöskeskipoikkeamaan, joka kuvaa analyysimenetelmän tarkkuutta tietyntyyppiselle maidolle. Suurella maitomatriisivaihtelulla saadaan vähennettyä tuloksien epävarmuutta, mikä parantaa analyttisiä parametreja, joka tekee siitä sopivan laadunvalvontaan. Lukuiset näytteet eri maitomatriisi alueilta takaa kalibrointinäytteiden edustavuuden. Kalibrointinäytteiden edustavuus, tehokas näytteenottosuunnitelma ovat tärkeässä osassa standardin (IDF, 2017) menetelmässä. Maidon koostumus voi vaihdella eläinten rotujen ja ruokinnan takia. Jotta maidon koostumuksessa ei olisi suuria vaihteluita, maito tulee kerätä useilta tiloilta. Ensimmäiset keski-infrapuna-analysaattorit ovat olleet herkkiä kyseisille maidon koostumuksen vaihteluille, lisäksi keräilyalueet ja vuodenaajat ovat osana vaikuttaneet muutoksiin. Nykyisin käytetyt Fourier -tekniikan omaavat analysaattorit vaativat edelleen säännöllisiä tarkistuksia ja säätöjä, vaikka maitonäytteet olisivat edustavia, kalibrointitarve on riippumaton alkuperäisestä lähteestä. Kalibroinnin arviointiin ja säätämiseen on asetettu suositukset kansainvälisessä standardeissa IDF 128 ja IDF141. Kyseistä standardeista löytyy kuitenkin teknisiä ja taloudellisia haasteita. Edellä mainittujen standardien perusteella epävarmuuden vähentämiseksi kalibroinnissa tarvitaan useita näytteitä, pitoisuusalueet eivät ole tarpeeksi suuria ja näytteenotto, valmistelu, toteutus ja vertailumenetelmät ovat paljon aikaa vieviä ja taloudellisesti kalliita. Standardin (IDF, 2017) vaihtoehdolla menetelmällä valmistetut kalibrointinäytesarjat ovat luotettavia, hyvin validoitu ja taloudellisesti kannattavampia.

Uusi kalibrointinäytteiden menetelmä on kehitetty jo vuonna 1985 kansallisen ohjelman puitteissa (IDF, 2017, s. 6). Tämän menetelmän tarkoituksena oli valmistaa näyte käyttäen yhtä edustavaa maitoa ja luoda siitä yhdistetyt maitonäytteet. Yhdistetyt maitonäytteet tarkoittavat, että maitokomponentit rasva, proteiini ja laktoosi ovat erotettu ennen näytteen kokoamista. Komponentit yhdistetään eri pitoisuuksina riippuen kalibrointialueesta. Kyseistä menetelmää on tutkittu ja eri näkökulmia on optimoitu vuodesta 1985 lähtien. Vuonna 1987 on saatu kasaan selkeä menetelmä, jota varten on tarkistettu huolellisesti maidon laatu, fraktiointi ja yhdistelmät, ultrasuodatuskalvon laatu ja molekyylipainon raja, säilyttäminen ja erilaiset käytettävät instrumentit. Menetelmä toteutettiin vuosina 1988 ja 1989, jonka jälkeen se on esitetty standardissa ISO 9622:1999 / IDF 141C: 2000. Vuoden 1991 jälkeen on osoitettu toistuvasti, että tämä menetelmä sopii moniin käyttötarkoituksiin ja kohteisiin, kuten sisäisten tai keskitehty kalibroinnin seurantaan, laboratorioden välisiin tutkimuksiin ja analyttisten menetelmien arviointiin.

3.2 Käyttötarkoitus ja ominaisuudet

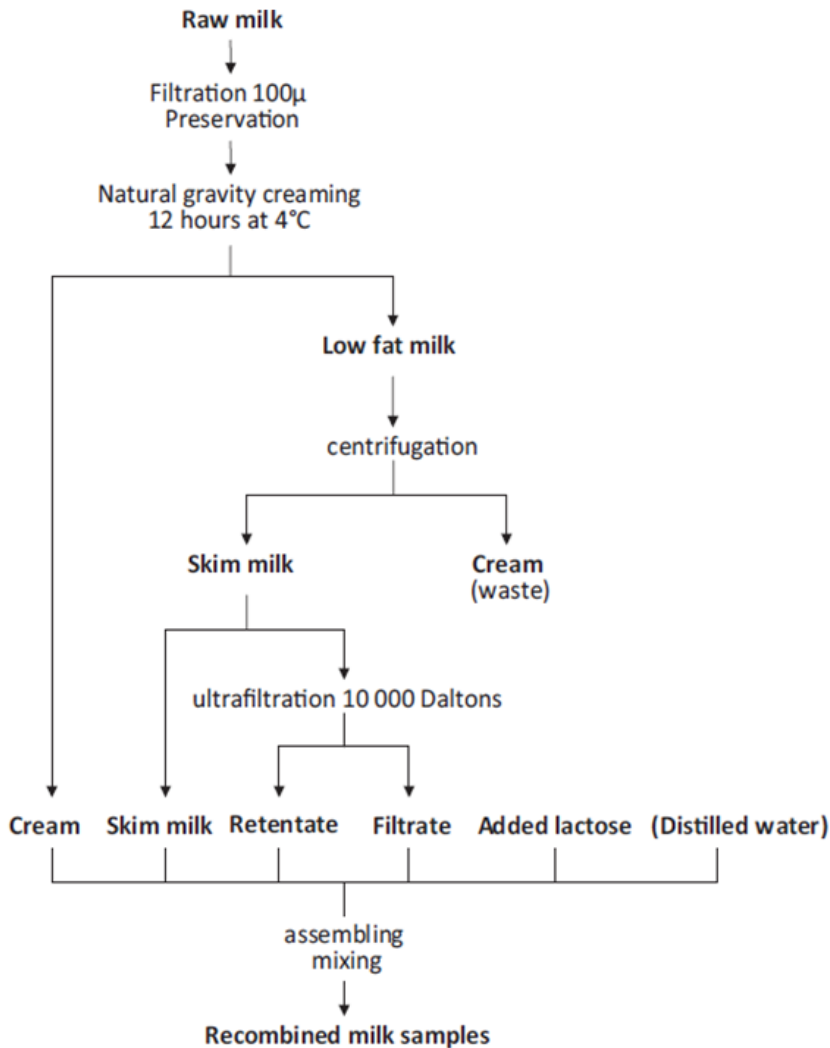
Standardin mukaisesti tehtyjen yhdistettyjen maitojakeiden kalibroitisarjan käyttötarkoituksena on parantaa kalibrointien laatua kuten tarkkuutta ja näytteiden stabiiliutta, vähentää laboratorioden työmäärää ja kalibrointikäyttökustannuksia (IDF, 2017, s. 7). Menetelmään käytetään sopivia erotus- ja konsentroitiprosesseja saaden aikaiseksi maitojakeet, jotka myöhemmin kootaan takaisin yhteen. Jakeina käytetään maidon pääkomponentteja rasvaa, proteiinia ja laktoosia. Kerma ja rasvaton maito tuotetaan erotusmenetelmällä, permeaatti ja proteiinijae on saatu ultrasuodatuksella ja laktoosia käytetään puhtaana kiteytetyssä muodossa. Kalibrointinäytesarjat lisäävät turvallisuutta, mahdollistaen tuottaa suuren määrän kalibrointinäytesarjoja ja taata hyvän fysikaalis-kemiallisen laadun yhdistetyissä näytteissä. Näytteiden laadun ansioista näytteitä voidaan lähettää muihin toimipisteisiin kuten laboratorioihin, joissa käytetään FTIR-laitteita. Menetelmä soveltuu kaikäntyyppisiin maitoanalyysiin.

3.3 Yhdistettyjen maitojakeiden valmistusmenetelmä

Standardin IDF 490 (2017) mukaisesti tehty maitokalibrointisarja tehdään yhdistämällä raakamaidon eri jakeita (kuvio 3). Tuotantoprosessia voidaan soveltaa laboratoriossa niin suuressa kuin pienessäkin mittakaavassa.

Yhdistettyjen maitojakeiden valmistusmenetelmän prosessivaiheet:

- Raakamaidon kerääminen
- Säilyttäminen
- Fraktiointi
- Pitoisuuksien määrittäminen maidossa ja maitojakeissa
- Maitofraktioiden määrien laskeminen
- Maitojakeiden uudelleen yhdistäminen
- Osa näytteet
- Varastointi
- Laadunvarmistus
- Viitearvojen määrittäminen



Kuvio 3. Yhdistettyjen maitojakeiden valmistusprosessi (IDF, 2017, s. 12).

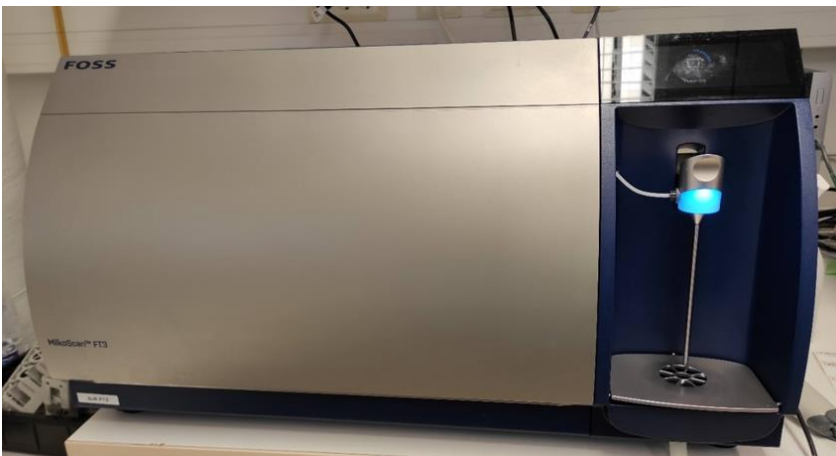
Tuotantoprosessia voidaan soveltaa pienissä meijerilaboratorioissa sekä suuremmissa mittakaavassa meijeritehtaassa (IDF, 2017, s. 14). Aluksi määritetään näytestarjat ja niiden ominaisuudet kuten pitoisuusjakaumat ja sarjojen määrä. Yhdistettyjen maitojakeiden sarjat voidaan valmistaa 24 tunnin kuluessa maidon keräämisestä näyteastiaan. Ennen valmistusta täytyy selvittää raakamaidon fysikaalis-kemiallinen laatu eli bakteerien määrä, somaattiset solut ja vapaat rasvahapot. Nämä määrittävät kalibrointinäytteiden vakauden ja säilyvyysajan. Pitoisuudet eivät saisi ylittää seuraavia rajoja somaattiset solut <math><200\,000</math> solua/ml, bakteerien määrä <math><25\,000</math> pmy/ml ja vapaiden rasvahappojen pitoisuus <math><0,8</math> mmol/100 g rasvaa. Alhainen somaattisten solujen, mikro-organismien ja entsyymien aktiivisuus vaaditaan, jotta vältetään fysikaalis-kemialliset muutokset kuten hapettuminen, lipolyysi ja proteolyysi.

Valmistus aloitetaan keräämällä maito päivää ennen kalibrintinäytteiden valmistusta. Raakamaito pitää suodattaa ennen valmistusprosessia 100 µm suodattimen läpi (IDF, 2017, s. 16–17). Suodatuksen jälkeen maitoon lisätään kemiallista bronopol säilöntäainetta, jonka avulla minimoidaan mikrobien kasvu prosessin aikana. Säilöntäaineen lisäksi raakamaito pastöroidaan 72 °C:ssa 16 sekunnin ajan. Nämä säilöntäkäsittelyt eivät muuta maidon fysikaalis-kemiallisia ominaisuuksia. Esikäsittelyjen jälkeen raakamaito siirretään heti + 4 ± 2 °C: seen varastoon. Raakamaidon annetaan olla säilytyksessä 12–24 tuntia, jonka aikana raakamaidon faasit erottuvat, kerma nousee pintaan ja sen alle jää vähärasvaista maitoa.

Painovoimaisen kermauksen jälkeen vähärasvaisesta maidosta puhdistetaan kerma esimerkiksi sentrifugoimalla (IDF, 2017, s. 17–22). Maidon ultrasuodatuksella saadaan runsaasti proteiinia sisältävä rasvattoman maidon retentaatti ja permeaatti suodos. Kun kaikki ainesosat ovat erotettu uudelleenyhdistämistä varten, määritetään valmistettaville näytteille rasva- proteiini- ja laktoosipitoisuudet. Uudelleen yhdistäminen tapahtuu sekoittamalla tarvittavat maidon jakeet yhteen ja tarvittaessa seos jaetaan vielä osanäytteiksi. Näytettä ei saa sekoittaa voimakkaasti tai kaataa astiasta toiseen niin, että tapahtuu vaahtoutumista. Rasvan, proteiinin, ja laktoosin vaihtelut näytteissä saadaan aikaiseksi käyttämällä kermaa, rasvatonta maitoa, proteiiniivistettä, ultrasuodosta ja puhdasta kiteytettyä laktoosia. Näytteiden valmistuksen jälkeen ne tulee heti viedä kylmävarastointiin. Näytteiden varastointitila tulee olla pimeä ja + 4 ± 2 °C. Ennen näytteen analysointia seoksen tulee olla homogeeninen, jotta saadaan luotettava tulos näytteelle.

4 MILKOSCAN™ FT3 ANALYSAATTORI

MilkoScan™ FT3 (kuva 3) on patentoitu helppokäyttöinen automaattinen laite, joka varmistaa stabiilit tulokset hetkessä maito- ja kasvipohjaisista juomista (FOSS, i.a.). FT3 -analysaattorin avulla voidaan vähentää referenssianalysien tekoa, mikä on aikaa ja resursseja vievää. Tällä laitteella tarvittavat analyysit meijerituotteista saadaan muutamassa sekunnissa. FT3 -laitteessa on kehittynyt itsediagnostiikkajärjestelmä, sen avulla saadaan tietää, tarvitseeko jokin laitteen komponentti huoltoa. Järjestelmässä on myös vianmääritys.



Kuva 2. MilkoScan FT3.

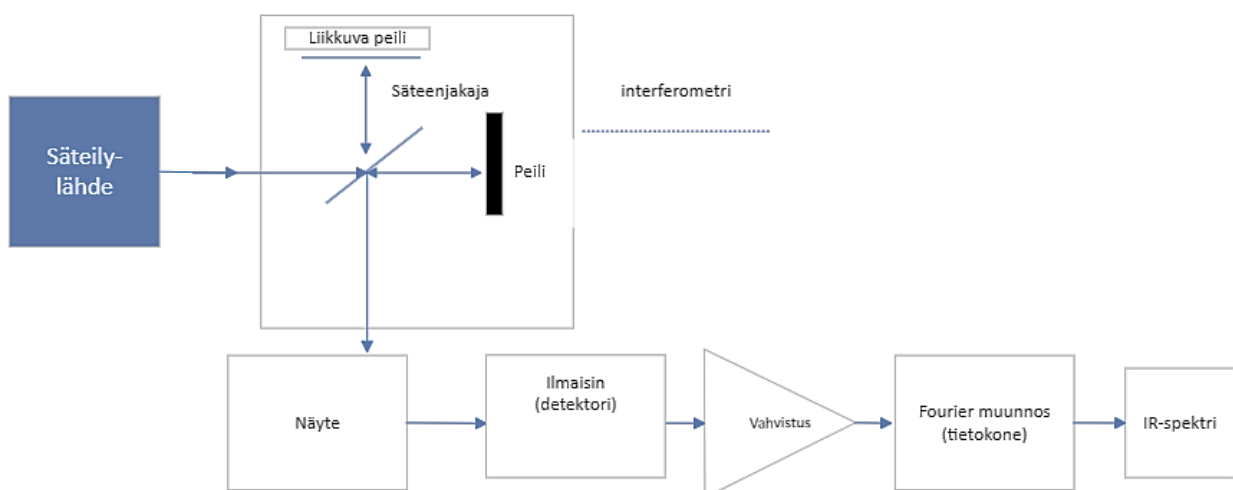
FT3 -analysaattorilla voidaan analysoida nestemäisten ja puolikiinteiden meijerituotteiden kuten maidon, kerman, heran, proteiinitivisteiden, WPC: n, suklaamaidon ja kasvipohjaisten juomien koostumusta (FOSS, i.a.).

4.1 Toimintaperiaate

Foss MilkoScan™ FT3 on FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) tekniikkaan perustuva laite. Analysoitava näyte altistetaan infrapunaspektrille, jolloin infrapunavalon absorptiossa saa aikaiseksi värähtelyä molekyyliä. IR-valon määrä havaitaan detektorin avulla eli ilmaisimen avulla (Measurlabs, i.a.). Jaarinen ja Niiranen (2008, s. 95) toteavat, että FTIR-spektrofotometri mittaa valon interferenssikuvion, kuvio muuttuu matemaattisesti Fourier-muunnoksen avulla spektriin. Interferenssikuvion mittaus on kehitetty yli sata vuotta sitten. Fourier-muunnos on pystytty ottamaan käyttöön analytiikassa kehittyneen tietotekniikan myötä. Interferometri muodostuu liikkuvasta ja kiinteästä peilistä, ilmaisimesta ja

säteenjakaajasta (kuva 5). Interferometriin kulkeutuu säteilylähde, jolloin säteenjakaaja jakaa säteilyn kahteen osaan. Säteen heijastuvat liikkuvasta ja kiinteästä peilistä takaisin säteenjakaajaan. Uudelleen yhtyneet säteet muodostavat yhdistyessään interferenssikuvion eli interferogrammin.

Lehtosen ja Sihvosen (2009, s. 221) mukaan FTIR-laitteisto voi detektoida leveitä säteilykaistoja eli suuria aallonpituusalueita. Interferogrammiin voi kerätä useita mittauspisteitä. Mittaus kestää vain muutaman sekunnin. Menetelmällä pystyy keräämään useita spektrejä ja signaali-kohina-suhde paranee huomattavasti verrattuna dispersiiviseen IR-laitteistoon. IR-laitteistolla suoritettu mittaus kestää kauemmin ja saatujen spektrien määrä on pienempi. Suurien aallonpituusalueiden lisäksi FTIR-laitteiston etuja ovat hyvä aallonpituustarkkuus ja mahdollisuus mitata myös huonosti läpäiseviä näytteitä suuremman säteilyenergian vuoksi.



Kuva 3. FTIR-laitteiston toimintaperiaate (soveltaen Lehtonen & Sihvonen, 2009 s. 221).

4.2 Analysointi

Ennen näytteen analysointia, näyte esivalmistellaan (Valio, sisäinen tietolähde, 3.1.2022). Epähomogeeniset näytteet pitää lämmittää ennen mittausta, jotta rasva sekoittuu näytteen tasaisesti ja saadaan luotettava tulos näytteelle. Epähomogeenisia näytteitä ovat

raakamaito ja kerma, niissä rasva nousee näytteen pintaan muodostaen kaksi faasia. Jos näytteet analysoidaan ilman lämmitystä ja sekoitusta, tulos on epäluotettava.

Ennen mittaussarjan aloittamista analysaattorilla mitataan nollaliuos (Valio, sisäinen tietolähde, 3.1.2022). Nollaliuoksen mittausta verrataan aina edelliseen nollaliuoksen tasoon. Mittauksella tarkastetaan analysaattorin osien kunto. Jos nollaliuoksen tulos on mittausrajojen ulkopuolella, clean -ohjelman pesu käynnistyy automaattisesti. Clean -liuoksella voidaan myös pestä laite näytemittausten välissä esimerkiksi, kun näytteiden raaka-aine vaihtuu. Clean-liuos on alkaalinen puhdistin, se sisältää erilaisia pinta-aktiivisia aineita, jotka poistavat tehokkaasti näytejäämiä.

Esivalmisteluiden jälkeen näytteet voidaan analysoida (Valio, sisäinen tietolähde, 3.1.2022). Tietokoneelta valitaan oikea mittaushjelma näytteelle. Tämän jälkeen näyte asetetaan pipetin alle ja analysaattori aloittaa mittauksen start- painikkeesta. Tulokset siirtyvät automaattisesti tietokoneelle, josta ne voidaan tallentaa esimerkiksi laboratorion omaan tietojärjestelmään tai tulostaa paperille.

5 NYKYTILANNE

5.1 Maitokalibrointisarjan käyttö

Maitokalibrointisarjan näytteitä käytetään meijerien tuotannossa ja laboratorioissa. Näytteet toimivat kontrollinäytteinä. Tuloksia vertaillaan referenssimenetelmien mittanormaaleihin. Kalibrointisarjan näytteitä analysoidaan FTIR-tekniikkaan perustuvilla analysaattoreilla ja referenssimenetelmillä, joiden tuloksia verrataan keskenään. Referenssimenetelmillä saadut tulokset ovat aina varmempia kuin FTIR-laitteella saadut tulokset. Tällä hetkellä tehdyt sarjat eivät ole riittävän stabiileja ja säilyvyys niissä on kohtalainen. Tämän vuoksi tulisi selvittää, onko IDF 490 -standardin mukaisesti tehdyt sarjat luotettavampia ja säilyvätkö ne pidempään analysointikelpoisina. Nykyisten kalibrointisarjojen valmistuksessa käytetään kauppamaitoja ja raakamaitoa. Raakamaidosta valmistetut sarjat tuottavat ongelmia niiden stabiiliuden osalta. Analysointituloksista on huomattu, että näytteiden tulokset alkavat heittelemään eivätkä ne pysy täysin tasalaatuisina kahden viikon käyttöiän aikana.

5.2 Nykyisen maitokalibrointisarjan valmistus

Tällä hetkellä maitokalibrointisarjat tehdään kahden viikon välein. Eritasoisia sarjoja tehdään seitsemän kappaletta. Sarjat 1–4 valmistetaan kauppamaidoista eli rasvattomasta-, ykkös-, kevyt- ja täysmaidosta. Sarjat 5–7 valmistetaan vastaanotosta haettavasta raakamaidosta. Sarjat valmistetaan rasva- ja proteiinipitoisuuden perusteella. Esimerkiksi sarjan yksi rasvapitoisuus on n. 0,05 %, proteiinipitoisuus n. 3,7 %, laktoosipitoisuus n. 4,5 % ja kuiva-ainepitoisuus n. 9,5 %. Annettujen arvojen mukaan pyritään valmistamaan vastaavanlaiset sarjat. Koska sarjoja on useampi ja työmäärä suuri, ne valmistetaan kahtena eri päivänä.

Jokaisen sarjan näytepikarit ovat omalla alustalla. Pikareihin on merkitty sarjan numero ja viikko, milloin sarja on valmistettu. Näytteitä valmistetaan tilauksen mukaisesti. Näytesarjoista lähetetään muille toimipisteille haluttu pikarimäärä, joita käytetään tuotannossa ja laboratorioissa.

5.2.1 Sarjojen 1–4 valmistus

Sarjat 1–4 valmistetaan kauppamaidoista.

Maitosarjat 1–4:

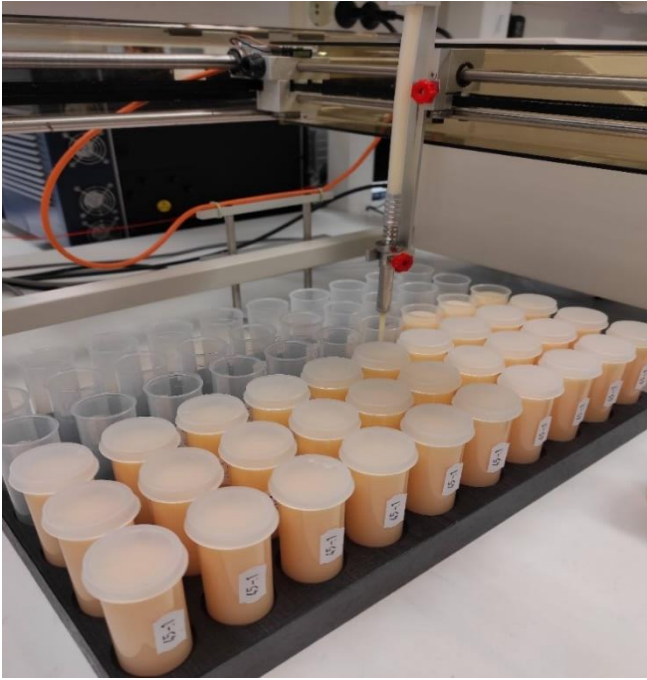
1. rasvaton maito
2. ykkösmaito
3. kevytmaito
4. täysmaito

Näytteet valmistetaan 10 litran muovikämpäreihin. Tarvittavat valmistusmäärät lasketaan viikolistan mukaan. Jokaiseen näytesarjaan lisätään bronopol säilöntäaineliuosta 1 ml/ 1 litraan maitoa. Kun maitoon on lisätty säilöntäaine, sitä sekoitetaan 5 minuuttia laboratoriosekoittajalla.

Sekoituksen jälkeen maito pumpataan annostelupumpulla (kuva 7) 50 ml pikareihin. Jokaiseen on merkitty valmiiksi kalenteri viikko ja sarjan numero. Kuvassa 8 näkyy annostelu ja pikareissa viikkonumero sekä sarjan numero. Kun annostelu on valmis, pikarit korkitetaan ja viedään kylmäsäilytykseen odottamaan analysointeja. Sarjoihin 1–4 ei tule mitään muuta kuin kaupaneste ja bronopol säilöntäaine.



Kuva 4. Watson-Marlow annostelupumppu.



Kuva 5. Pikareihin annostelu automaattirobotilla.

5.2.2 Sarjojen 5–7 valmistus

Sarjat 5–7 valmistetaan raakamaidosta, mikä haetaan maidon vastaanotosta. Raakamaito on tullut suoraan tilalta maitoautolla, eikä sille ole tehty vielä mitään käsittelyitä. Raakamaito haetaan kahteen 20 litran ämpäriin tarvittava määrä. Niihin lisätään bronopol säilöntäaineliuosta 2 ml/ litraan raakamaitoa. Ämpärit viedään kylmäsäilytykseen vuorokauden ajaksi, minkä aikana raakamaito muuttuu kahdeksi faasiksi, kerma ja rasvaton maito. Kun raakamaito on ollut kylmäsäilytyksessä noin 24 tuntia, aloitetaan valmistamaan sarjoja 5–7.

Maitosarjat 5–7:

5. raakamaito n. 3,8 % rasvaa + permeaatti
6. siilo raakamaito n. 4,5 % rasvaa
7. raakamaito n. 5,8 % rasvaa

Raakamaitoämpäreitä on kaksi, 1.ämpäristä kuoritaan pinnalta kaikki kerma erilliseen mittastiaan. 1. ämpäriin jää jäljelle rasvatonta maitoa. 2. ämpärissä on raakamaito. Sarja viisi valmistetaan sekoittamalla rasvatonta kuorittua maitoa ja rasvaista maitoa niin, että saadaan rasvaprocentti lähelle neljää prosenttia. Rasvaprocentti voidaan tarkistaa mittaamalla pieni määrä näytettä FTIR3 laitteella. Kun rasvaprocentti on saatu kohdilleen, lisätään sarjaan viisi

1,2 litraa permeaattia. Sen avulla vakioidaan valkuainen tasolle 2,8 %-3,0 %. Näyteseosta sekoitetaan viisi minuuttia laboratorioseikoittajalla, jonka jälkeen se pumpataan annostelupumpulla 50 ml näytekareihin. Kun annostelu on valmis, pikarit korkitetaan ja viedään kylmäsäilytykseen odottamaan analysointeja.

Sarjaan 6 valmistetaan pelkästään vastaanotosta haetusta raakamaidosta, siitä ei oteta mitään pois eikä lisätä. Sarjan 6 rasvaprocentti on n. 4,5 %. Sarja 7 valmistetaan rasvaisesta raakamaidosta ja siihen lisätään kermaa, mikä on kuorittu toisesta näyteämpäristä. Siten saadaan korkeampi rasvaprocentti sarjalle 7. Kun rasva on saatu lähelle 5,8 %, seosta sekoitetaan viisi minuuttia, jonka jälkeen näyte pumpataan 50 ml näytekareihin ja viedään kylmäsäilytykseen.

6 RAAKAMAIDON SÄILYVYYSSEURANTA 1

6.1 Lähtötiedot

Vastaanotosta saatavalle raakamaidolle haluttiin tehdä säilyvyysseuranta, jotta saatiin lähtötilanne selville ja tulokset dokumentointia varten. Tarkoituksena oli selvittää, miten raakamaidon rasva-, proteiini- ja kuiva-ainearvot muuttuvat kylmäsäilytyksen aikana. Säilyvyysseurannan aikana seurattiin etenkin rasvan arvoja, sillä on huomattu, että rasva-arvo on kriittisin ja muuttuu eniten säilytyksen aikana. Muutoksiin voivat vaikuttaa säilytysastian materiaalit, säilytyslämpötilan muutokset, rasvan hapettuminen ja veden haihtuminen kuten luvussa 2 on kerrottu. Kuvassa 9 näkyy esimerkki huonolaatuisesta pikarista, jossa on iso reikä ja pikarin reuna on epätasainen. Tällä hetkellä maitokalibrointisarja on käytössä kaksi viikkoa. Jo kahden viikon aikana näytteissä on havaittu muutoksia varsinkin rasvapitoisuudessa. Tämä säilyvyysseurantaa toteutettiin kolmen viikon ajan. Säilyvyyden analysointeja suoritettiin kaksi kertaa viikossa, jonka avulla saatiin mahdollisimman tarkasti selville, missä vaiheessa arvot lähtevät muuttumaan.



Kuva 6. Huonolaatuinen näytepikari.

6.2 Toteutus

Säilyvyysseurantaa suoritettiin raakamaidolle kolme viikkoa. Näytteitä analysoitiin kaksi kertaa viikossa. Seurantaan otettiin juuri siiloon tullut raakamaito ja toisena separointiin matkalla ollut raakamaito. Haluttiin vertailla kahden eri raakamaitonäytteen eroja, onko eri maitoerillä mahdollisesti suurta vaikutusta säilyvyyteen. Ennen näytesarjojen valmistusta ja analysointia, tutkittiin standardin IDF 490: n mukaisesti maitolaboratorion analysaattorilla

raakamaitonäytteiden somaattiset solut, pesäkemäärä ja FFA-arvo. Raakamaitoon lisättiin säilöntäainetta ja sen jälkeen näytteet annosteltiin annostelupumpun avulla merkittyihin 50 ml pikareihin. Pikarit vietiin kylmäsäilytykseen $+ 4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ seurannan ajaksi. Oikealla kylmäsäilytyslämpötilalla estetään raakamaidossa esiintyvien bakteerien kasvu kuten luvun 1 kuvassa 1 on esitetty.

Säilyvyysseurannan analysoinnit tehtiin FT3 -analysaattorilla sekä vertailuna referenssimenetelmillä. Kaikki analysoitavat näytteet lämmitettiin ennen analysoinnin aloitusta, koska kylmäsäilytyksen aikana rasva nousee pintaan, jolloin näyte ei ole homogeeninen seos. FT3 -analysaattorilla tulokset saadaan muutamassa, referenssimenetelmissä menee useampi tunti. FT3 -laitteella käytettiin rinnakkaisnäytteitä, mutta referenssimenetelmillä analysoitiin vain yksi näyte.

Valion (sisäinen tietolähde 16.11.2021) työohjeen mukaan rasvapitoisuus määritetään Röse-Gottlieb -menetelmällä. R-G: n menetelmällä määritetään raakamaidon sisältämä kokonaislipidimäärä eli kaikki rasvaliukoiset aineet kuten tri-, di- ja monoglyseridit, sterolit, sterolierit, vapaat rasvahapot, fosfolipidit, karotenoidit ja rasvaliukoiset vitamiinit. Näytteeseen lisätään ammoniakkiliuosta, sen avulla estetään kaseiinin saostuminen etanolilisäyksen jälkeen. Rasvapallosten membraani hajotetaan etanolilla ja rasva uutetaan näytteestä dietyylieetterillä ja petrolieetterillä. Lopuksi liuottimet haihdutetaan ja rasvajäännös punnitaan.

Proteiinipitoisuus määritetään Kjeldahl -menetelmällä (Valio, sisäinen tietolähde 16.11.2021). Noin 16 % proteiinista on typpeä. Menetelmässä määritetään raakamaitonäytteen typen määrä, josta proteiinin määrä saadaan laskemalla käyttäen proteiinerrointa. Typen määrä määritetään Kjeldahl-menetelmällä, jonka vaiheita ovat märkäpoltto, tislauk ja titraus. Märkäpoltossa tyyppiyhdisteiden ja väkevän rikkihapon reagoissa syntyy ammoniumsulfaattia. Käsiteltäessä kyseistä liuosta natriumhydroksilla vapautuu ammoniakkia, joka tislataan. Ammoniikki reagoi boorihapon kanssa, sen seurauksena syntyy ammoniumboraattia. Se titrataan suolahapolla määritettyyn pH-arvoon. Lopuksi proteiinin määrä lasketaan typen määrästä.

Kuiva-aine raakamaidosta määritetään kuivaamalla näyte lämpökaapissa (Valio, sisäinen tietolähde 16.11.2021). Näytteen kuiva-ainepitoisuus on kuivatun näytteen paino painoprosentteina tuorepainosta.

6.3 Tulokset

Ennen näytteiden valmistusta raakamaidoista tutkittiin somaattiset solut, pesäkemäärät ja FFA-arvot, joiden tulokset olivat:

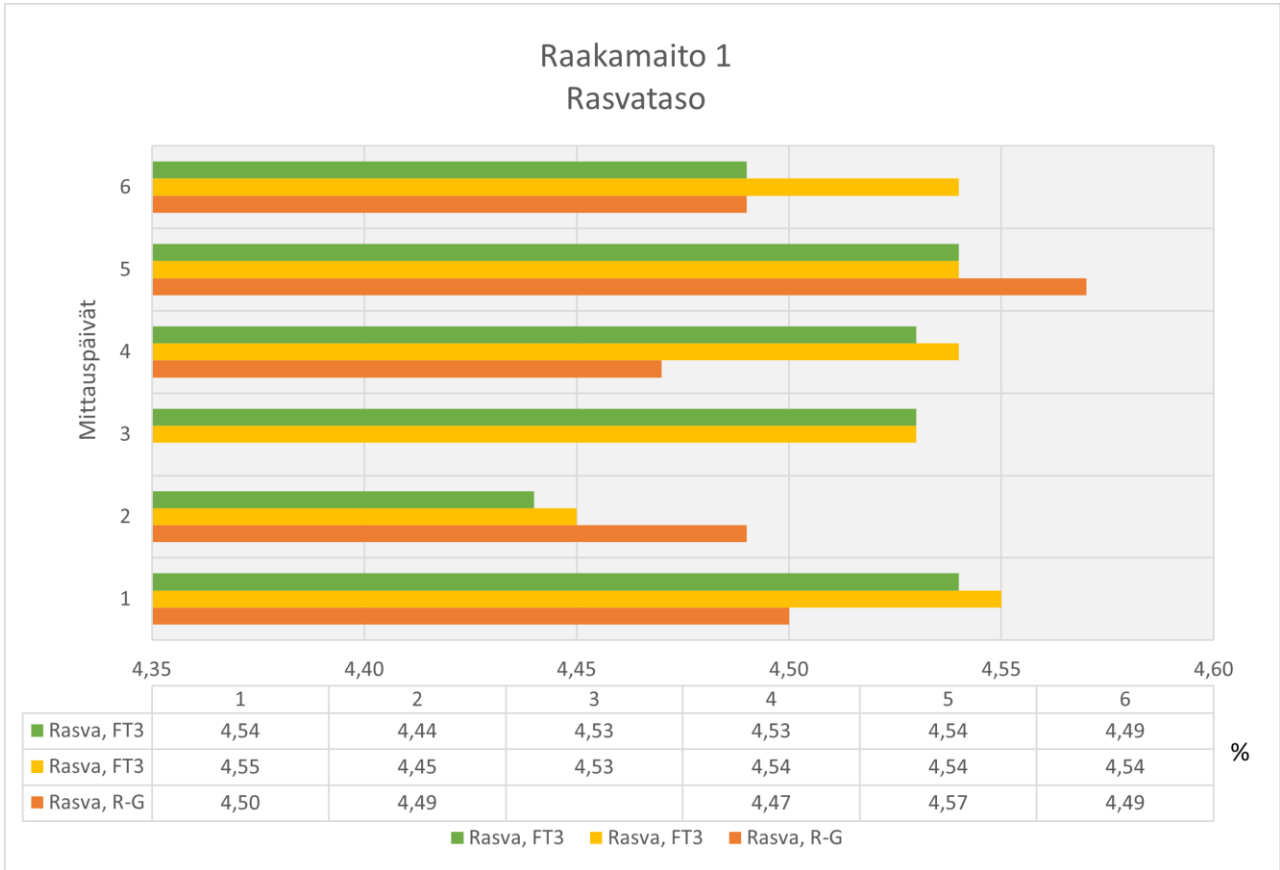
Raakamaito 1

- somaattiset solut: 175 000 solua/ml
- pesäkemäärä: 10 000 pmy/ml
- FFA: 0,81 mmol/100 g

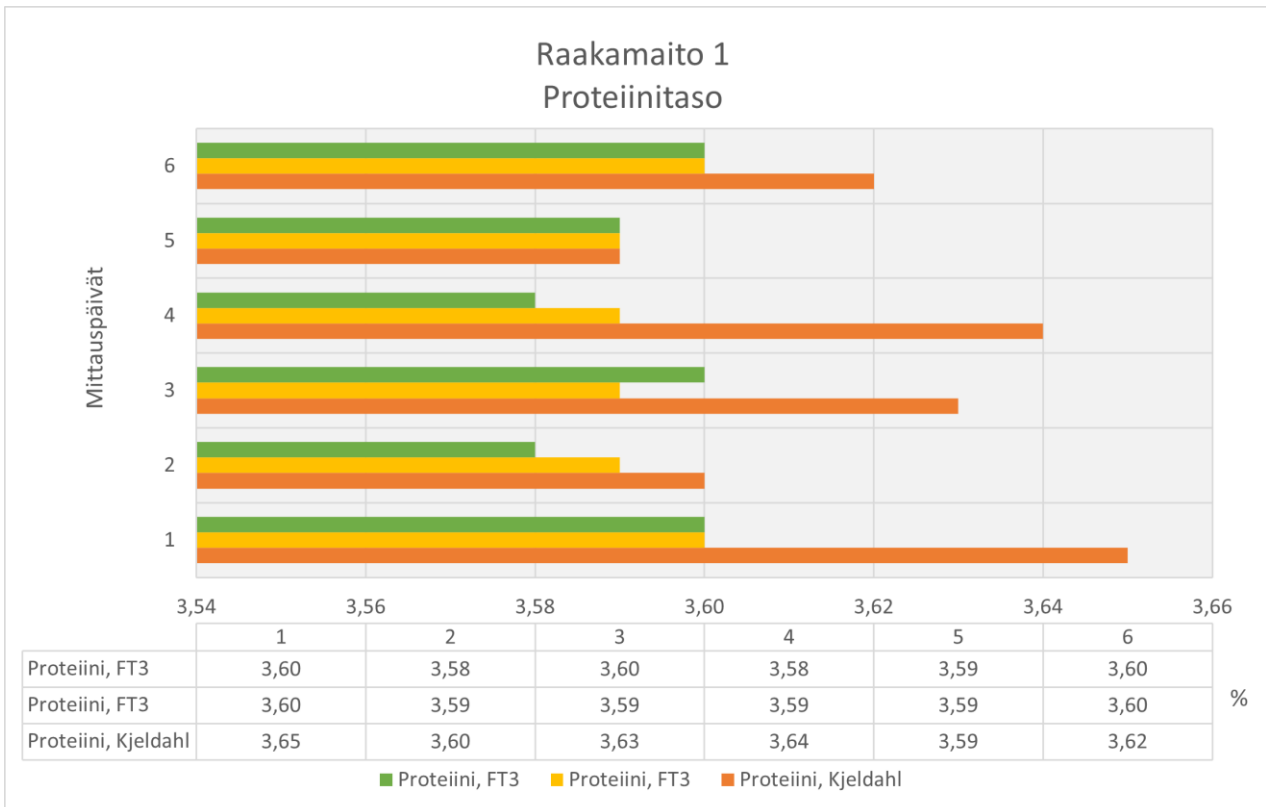
Raakamaito 2

- somaattiset solut: 148 000 solua/ml
- pesäkemäärä: 7 000 pmy/ml
- FFA: 0,93 mmol/100 g

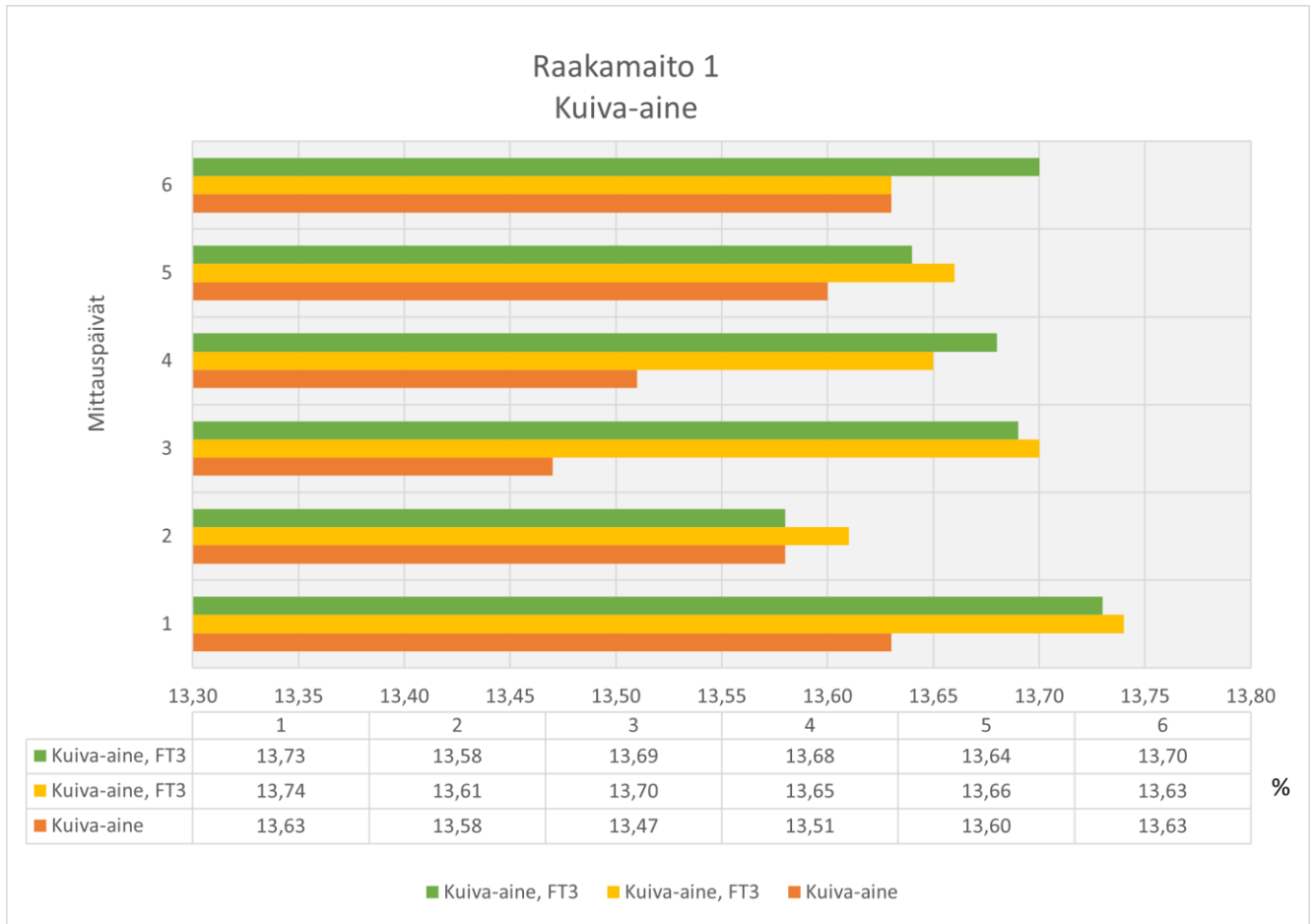
Edellä esitettyjen tutkimusten tulokset ovat hyväksyttävissä rajoissa standardin IDF 490 mukaan. Alhainen somaattisten solujen, mikro-organismien ja entsyymaattinen aktiivisuus vaaditaan, jotta vältetään fysikaalis-kemialliset muutokset kuten hapettuminen, lipolyysi ja proteolyysi kuten luvussa 3 mainittiin. Raja-arvot on kerrottu aikaisemmin luvussa 3. Raakamaidon ikäerolla ei tässä tapauksessa ollut merkitystä, sillä tuoreemmassa raakamaidossa pitoisuudet olivat korkeammat kuin raakamaito 2: sen näytteessä. Molemmat näytteet pysyvät kuitenkin raja-arvoissa. Säilyvyysseurannan analysointien tulokset on esitetty kuvioina. Kuvioissa 4, 5 ja 6 on esitetty raakamaito 1 näytteen rasvatason, proteiinitason ja kuiva-ainepitoisuuden tulokset kolmen viikon ajalta. Kolmannelta mittauspäivältä puuttuu R-G: n tulos. Kuviossa x-akselilla on esitetty mittaus tulokset prosentteina ja y-akselilla mittauspäivät. Yhtenä mittauspäivänä on analysoitu yksi näyte referenssianalyysin työpisteellä ja kaksi näytettä FT3 -laitteella. Kuvioissa 4–6 on oranssilla palkilla merkitty referenssianalyysin tulos, johon FT3 -analysointituloksia verrataan.



Kuvio 4. Raakamaito 1 rasvatason seuranta kolmen viikon ajalta.



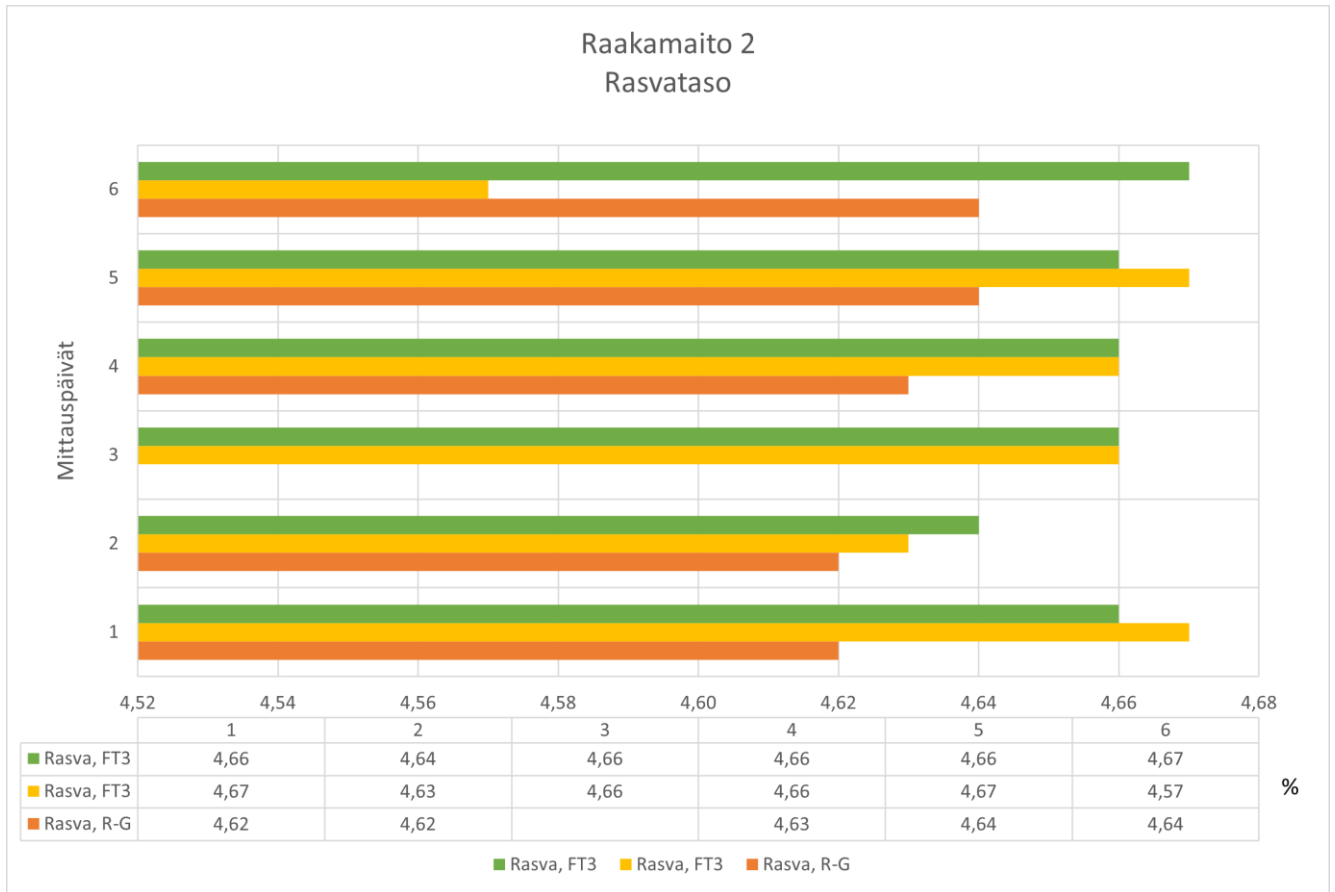
Kuvio 5. Raakamaito 1 proteiinitason seuranta kolmen viikon ajalta.



Kuvio 6. Raakamaito 1 kuiva-ainepitoisuuden seuranta kolmen viikon ajalta.

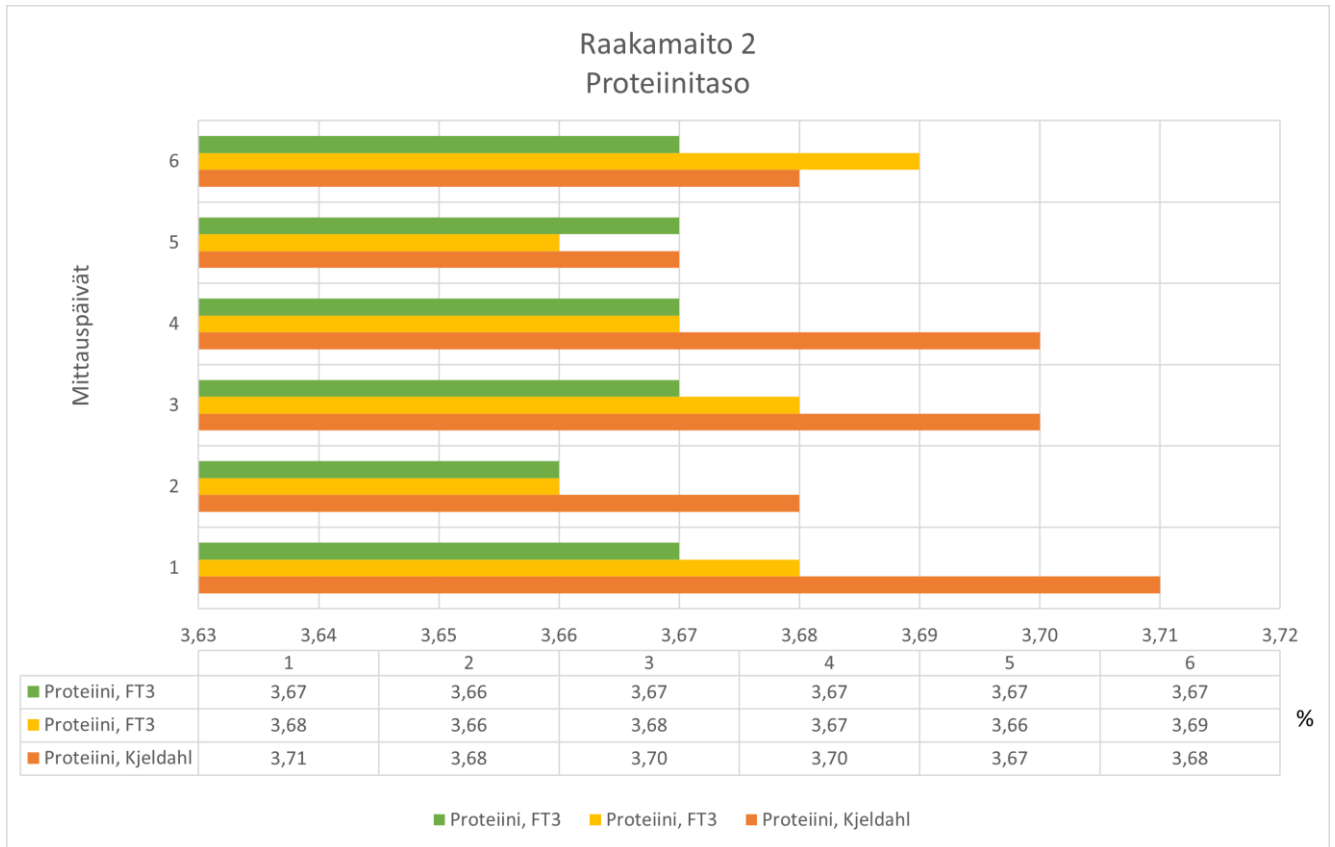
Raakamaito 1 näytteiden tuloksissa ainoastaan kuiva-aineen pitoisuudessa oli mittaepävarmuuksien ylittäviä tuloksia keskihajonnan perusteella. Seurannan otoskoko ei ollut merkittävästi suuri ja tämän vuoksi suuria eroja ei välttämättä tullut esiin.

Kuvioissa 7, 8 ja 9 on esitetty raakamaito 2 näytteen rasvatason, proteiinitason ja kuiva-ainepitoisuuden tulokset kolmen viikon ajalta. Kolmannelta mittauspäivältä puuttuu R-G: n tulos. Kuviossa x-akselilla on esitetty mittaustulokset prosentteina ja y-akselilla mittauspäivät. Yhtenä mittauspäivänä on analysoitu yksi näyte referenssianalyysin työpisteellä ja kaksi näytettä FT3 -laitteella. Kuvioissa 7–9 on oranssilla palkilla merkitty referenssianalyysin tulos, johon FT3 -analyysointituloksia verrataan.



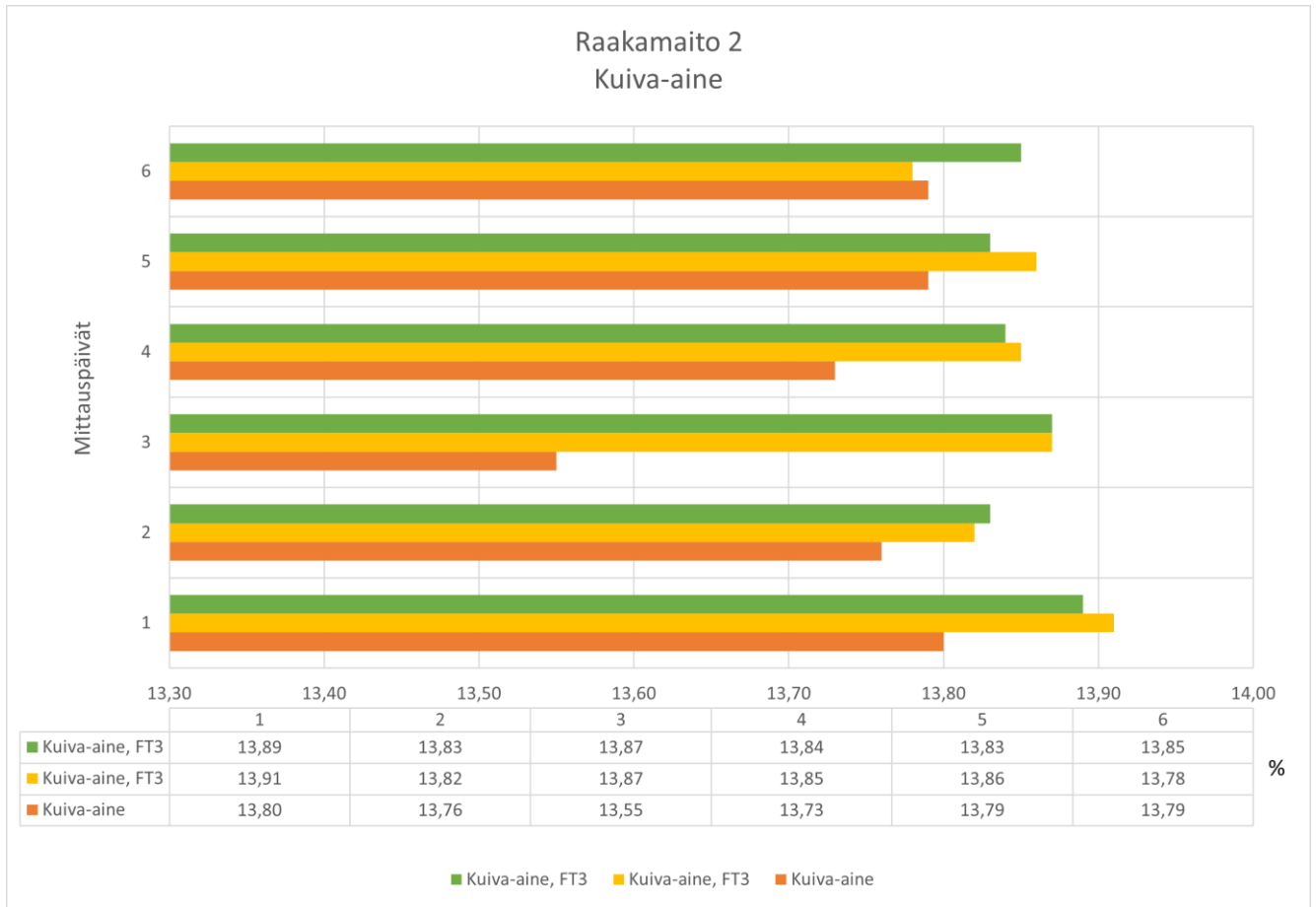
Kuvio 7. Raakamaito 2 rasvatason seuranta kolmen viikon ajalta.

Kuviosta 7 huomataan, että tulokset ovat suurimmalta osin hyvin tasalaatuisia. Ainoastaan viimeisenä mittauspäivänä FT3 mitatuilla rinnakkaisnäytteiden ero on 0,1 %-yksikköä.



Kuvio 8. Raakamaito 2 proteiinitason seuranta kolmen viikon ajalta.

Kuviossa 8 on esitetty proteiinitason arvot mitattuna FT3 -analysointorilla ja referenssimenetelmänä Kjeldahl. Tulokset ovat hyvin tasalaatuisia ja verrattavissa toisiinsa, tulokset ovat mittausepävarmuus arvojen rajoissa.



Kuvio 9. Raakamaito 2 kuiva-ainepitoisuuden seuranta kolmen viikon ajalta.

Kuviossa 9 on esitetty kuiva-ainepitoisuuden tulokset mitattuna FT3 -analysointorilla ja referenssimenetelmänä kaappi kuiva-ainepitoisuus. Tuloksista käy ilmi, että kolmantena mittauspäivänä kaappi kuiva-aineen tulos on 0,32 %-yksikkö alhaisempi kuin FT3 -analysointorilla mitatut näytteet saman päivänä. Toisen ja kolmannen mittauspäivän tulokset kaappi kuiva-aineella myös 0,21 %-yksikköä, ero on yli mittaepävarmuusarvojen. Kaappi kuiva-aineen muut kolmen viikon tulokset ovat tasalaatuisia ja verrattavissa FT3 -tuloksiin. Voidaan olettaa, että tämän yhden näytteen analysoinnissa on tapahtunut jokin virhe.

Taulukko 1. Säilyvyysseuranta 1 tuloksien keskihajonnat

	Proteiini, Kjeldahl	Proteiini, FT3	Rasva, R-G	Rasva, FT3	Kuiva-aine	Kuiva-aine, FT3
Mittaepävarmuus	0,26 %-yks		0,1 %-yks		0,06 %-yks	
Raakamaito 1	0,02	0,02	0,04	0,04	0,07	0,05
Raakamaito 2	0,02	0,01	0,01	0,03	0,10	0,03

Taulukossa 1 on esitetty säilyvyysseuranta 1 tuloksien keskihajonnat. Näiden tuloksien perusteella ainoastaan kaappi kuiva-aineen tulokset ylittävät raja-arvot.

Säilyvyysseuranta 1 tuloksien perusteella kahden eri raakamaitoerän ikäero ei vaikuttanut merkittävästi tuloksiin. Analyysien tulokset ovat suurimmalta osin sallituissa rajoissa. Seurannan otoskoko ja seuranta-aika on voinut vaikuttaa tuloksiin, sillä otoskoko oli pienempi kuin normaalisti valmistetun sarjan koko ja analysointimäärä vähäisempi. Tämän seurannan avulla saatiin selvitettyä, standardin vaatimat raakamaitonäytteiden somaattiset solut, pesäkemäärä ja FFA-arvo. Raakamaidon ikäeroissa ei ollut tässä tapauksessa suurta vaikutusta näytteiden säilyvyyteen.

7 RAAKAMAIDON SÄILYVYYSSEURANTA 2

7.1 Lähtötiedot

Ensimmäisen raakamaidon säilyvyysseurannan pohjalta lähdetään toteuttamaan toista seuranta. Toisessa säilyvyysseurannassa oli tarkoitus toteuttaa tutkimus käyttäen permeaattia, UF-suodatettua proteiinijäätettä ja pastöroitua kuorittua maitoa sekä pastöroitua kermaa standardin IDF 490 mukaisesti. Permeaatista ja proteiinijakeesta selvitettiin mikrobiologinen laatu ennen toisen säilyvyysseurannan aloitusta. Säilyvyysseuranta 2 seurattiin ensisijaisesti rasvan ja proteiinin tuloksia. Proteiinin osalta tarkoituksena oli selvittää proteiinijakeiden pitoisuudet ja miten ne käyttäytyvät yhdessä maidon kanssa. Proteiinitason säilyvyyden seuranta varten valmistettiin kolme eritasoista sarjaa. Rasvan osalta verrattiin, miten pastörinti vaikutti sarjan säilyvyyteen ja tuloksiin verrattuna raakamaitoon. Rasvan seuranta varten tehtiin kahdella eri reseptillä näytteet, molemmista kolme eritasoista sarjaa. Yhteensä sarjoja valmistettiin 9 kappaletta. Raakamaidon säilyvyysseurannan näytteitä analysoitiin kerran viikossa kolmen viikon ajan.

7.2 Toteutus

Valmistusta varten permeaattia ja proteiinijäätettä oli tilattu Valion toiselta tehtaalta. Raakamaito, pastöroitu kuorittu maito ja pastöroitu kerma haettiin näyteastioihin vastaanotosta. Maito- ja kermanäytteisiin lisättiin bronopol säilöntäaine. Raakamaidon pitää kermoittua kylmässä vähintään 24 tuntia, jotta siitä saadaan kuorittua pinnalla kermaa pois. Vuorokauden kuluttua raakamaidosta kuorittiin pinnalle kertynyt rasva pois. Tämän jälkeen sarjojen valmistus aloitettiin mittaamalla FT3 -analysointorilla käytettävien jakeiden pitoisuudet (taulukko 2).

Taulukko 2. Ainesosien lähtötiedot

ainesosa	proteiini %	ainesosa	rasva %
permeaatti	0,13	kuorittu raakamaito	3
proteiinijae	11,4	pastöroitu kuorittu maito	0,05
maidon proteiini	3,7	pastöroitu kerma	39

Jakeiden pitoisuuksien avulla laskettiin vakiointiyhtälön avulla paljonko mitäkin ainesosaa tarvitsee mihinkin sarjaan. Yhtälöpari koostuu kahdesta yhtälöstä. Yhtälöparissa on kaksi tuntematonta x ja y , joista molemmat halutaan ratkaista. Esimerkiksi x = tarvittava permeaatin määrä ja y = tarvittava maidon määrä, jonka proteiinipitoisuus on 3,7 %. Yhtälöratkaisun jälkeen aloitettiin sarjojen valmistus. Tarvittavat sarjan ainesosat mitattiin ja lisättiin näyteastiin. Seosta sekoitettiin vähintään 5 minuuttia laboratoriosekoittajalla. Sekoituksen jälkeen tarkistettiin pitoisuudet mittaamalla pieni määrä näytettä FT3 -laitteella. Tarkistuksen avulla saatiin myös kirjattua, mikä oli lähtötilanne (taulukko 3). Kun pitoisuudet olivat lähellä haluttua pitoisuutta, näyte annosteltiin annostelupumpun avulla merkittyihin pikareihin. Pikarit vietiin heti korkituksen jälkeen kylmäsäilytykseen $+4 \pm 2$ °C odottamaan analysointeja.

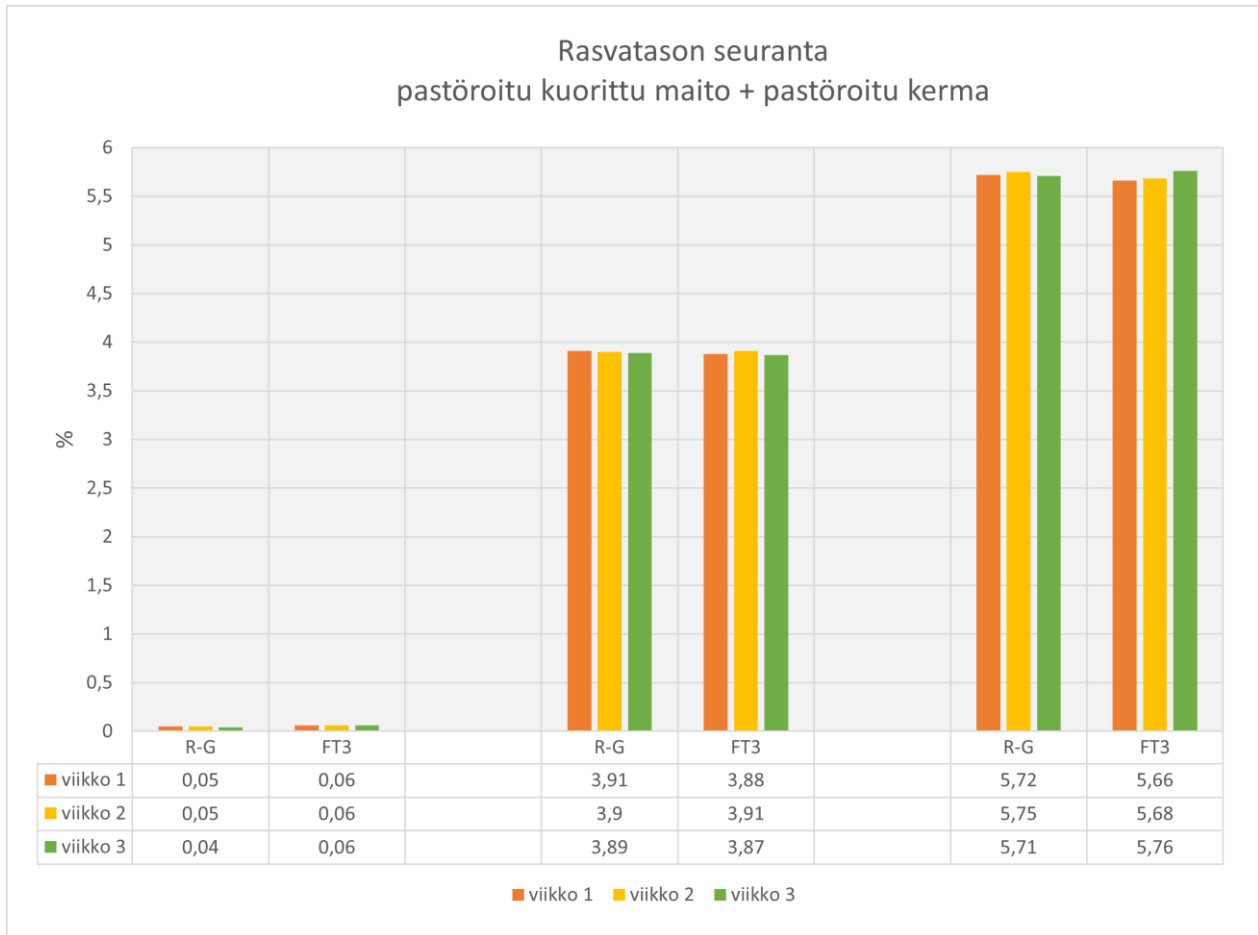
Taulukko 3. Säilyvyysseuranta 2, sarjat ja pitoisuudet.

	Sarja 1	Sarja 2	Sarja 3
Proteiini (%)	2,6	3,6	5
Rasva 1. (%)	3	4,3	5,7
Rasva 2. (%)	0,05	3,9	5,7

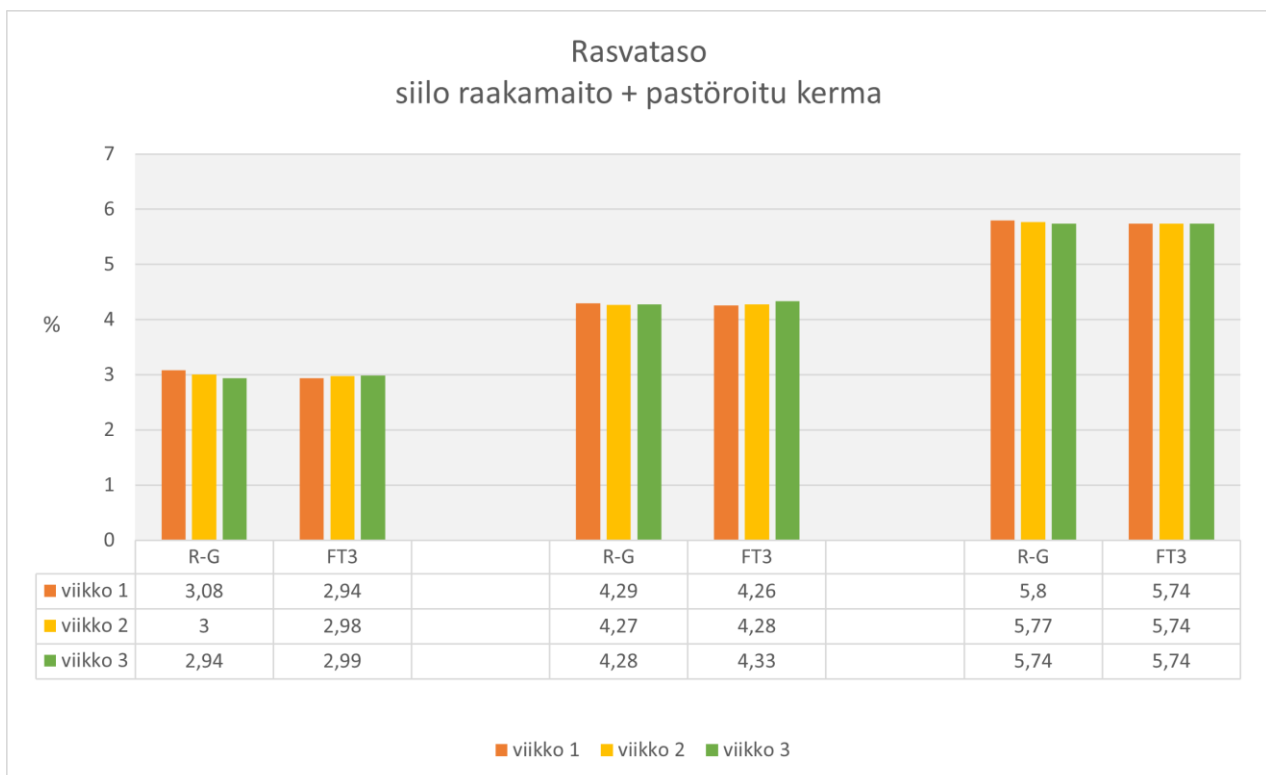
Rasvasarjoja analysoidaan FT3 -analysointilaitteella ja R-G: n referenssimenetelmällä. Proteiinisarjoja analysoidaan FT3 -analysointilaitteella ja Kjeldahl referenssimenetelmällä. Näytteitä analysoitiin kerran viikossa kolmen viikon ajan.

7.3 Tulokset

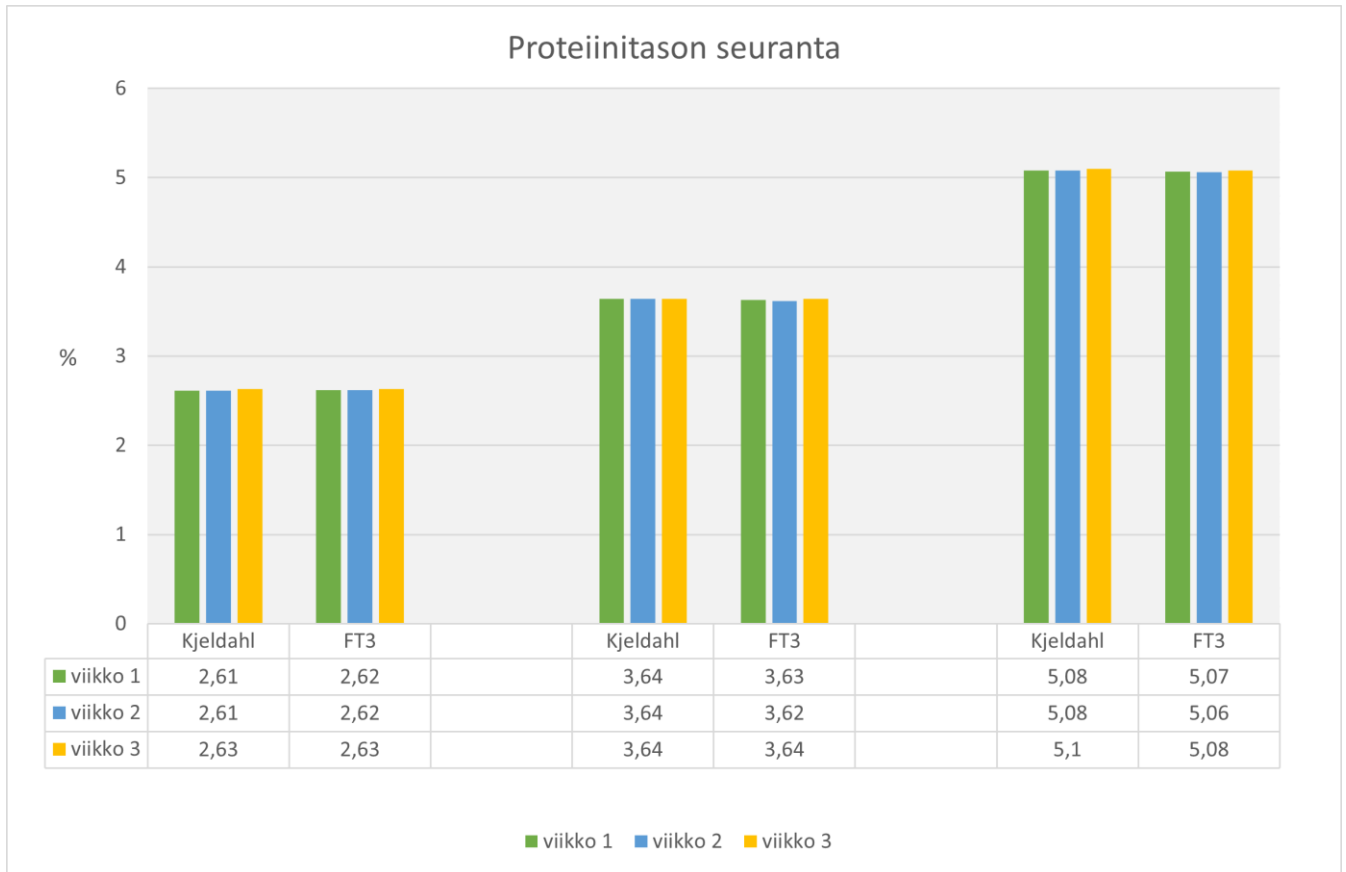
Säilyvyysseuranta 2 tulokset ovat esitetty kuvioissa 10–13. Yhdessä kuvassa on kolmen viikon tulokset prosentteina. Kuvioiden alareunassa on esitetty arvotaulukko, josta voidaan tarkastella tarkempia arvoja. Viikot ovat eritelty kuvioissa eri väreillä. Tulokset ovat mitattu FT3 -analysointilaitteella sekä referenssimenetelmällä, jonka tuloksiin FT3 -tuloksia verrataan.



Kuvio 10. Rasvatason seuranta pastöroidusta kuoritusta maidosta ja kermasta.



Kuvio 11. Rasvatasot siilo raakamaidosta ja pastöroidusta kermasta.



Kuvio 12. Proteiinitason seuranta kolmen viikon ajalta.

Rasvatasojen ja proteiinitasojen mittauksien tulokset eivät ylitä mittaepävarmuus arvoja. Toteutettua tutkimusta ja tuloksia voidaan pitää onnistuneena. Proteiinitasojen keskihajontatulokset (taulukko 4) ovat hyvin tasalaatuisia. Rasvatasojen keskihajontatuloksissa (taulukko 5) on nähtävissä, että siilon raakamaito yhdistettynä pastöroituu kermaan nostaa keskihajontatuloksia enemmän kuin täysin pastöroituu rasvaton maito ja kerma. Seurannan 2 avulla saatiin varmistusta siihen, että permeaatti ja proteiinijae toimivat hyvin sarjoissa. Ennen tämän säilyvyysseurannan aloitusta tutkittiin permeaatin ja proteiinijakeen mikrobiologinen laatu, jotka todettiin hyväksi eivätkä ne vaikuta negatiivisesti säilyvyyteen.

Standardin mukaan maito tulisi pastöroida, mikä olisi haastava toteuttaa laboratorio-olosuhteissa tällä hetkellä, koska näytteisiin käytettävä maidon määrä litroina on suuri ja pastöroinnin toteutus laboratoriossa vaatisi mahdollisesti tavarahankintoja. Pastörointiin valmisteluun ja toimenpiteeseen kuluisi työaikaa, jolloin sarjojen valmistukseen kuluisi enemmän aikaa. Vastaanotosta saa haettua näyteastioihin valmiiksi pastöroitua kuorittua maitoa ja pastöroitua kermaa, mikä helpottaa jo useampaa työvaihetta. Maitoa on turvallista käsitellä ja FT3 mittauksien avulla saadaan nopeasti maitojakeiden pitoisuudet selvillä, jonka jälkeen voidaan

aloittaa sarjojen valmistus odottamatta näytteen kermoittumista 24 h niin kuin aiemmin luvussa 5 on kerrottu.

Taulukko 4. Proteiinipitoisuuksien keskihajonta tulokset.

	Proteiini, Kjeldahl	Proteiini, FT3
Mittaepävarmuus ->	0,26 %-yks	
Proteiini 3 %	0,01	0,01
Proteiini 3,6 %	0,00	0,01
Proteiini 5 %	0,01	0,01

Taulukko 5. Rasvapitoisuuksien keskihajonta tulokset.

	Rasva, R-G	Rasva, FT3
Mittaepävarmuus ->	0,1 %-yks	
Siilo 3 %	0,07	0,03
Siilo 4,3 %	0,01	0,04
Siilo 5,7 %	0,03	0,00
Pastöroitu 0,05 %	0,01	0,00
Pastöroitu 3,6 %	0,01	0,02
Pastöroitu 5,7 %	0,02	0,05

8 LOPULLINEN MAITOSARJA JA SÄILYVYYSSEURANTA

8.1 Lähtötiedot

Aikaisemmin esitettyjen säilyvyysseuranta 1 ja 2 perusteella päädyttiin toimeksiantajan kanssa toteuttamaan lopullinen maitosarja käyttäen maitojakeita. Tässä seurannassa tehtiin kuusi sarjaa, joiden koostamiseen käytettiin pastöroitua kuorittua maitoa, pastöroitua kermaa, UF-suodatettua proteiiniainetta ja permeaattia. Pastöroitu kuorittu maito ja pastöroitu kerma haettiin vastaanotosta. UF-suodatettu proteiiniainetta ja permeaatti tilattiin toiselta Valion tehtaalta. Sarjojen rasva- ja proteiinipitoisuuksien laskut tehtiin Excelissä laaditun laskukaavan avulla. Exceliin syötettiin käytettävien jakeiden pitoisuudet, haluttu määrä litroina ja haluttu sarjan pitoisuus. Laskukaavan avulla saatiin suoraan määrät eri ainesosille, mitä sarjan valmistukseen tarvitaan. Lopullisen maitosarjan säilyvyysseuranta toteutettiin viiden viikon ajan. Näytteet analysoitiin kerran viikossa. Analyysinä olivat aiemmissakin seurannoissa käytetyt R-G, Kjeldahl, FT3. Näiden lisäksi näytteet analysoitiin myös Combi -analysaattorilla maitolaboratoriossa ja Nicolet -analysaattorilla Helsingissä. Analyysien tulokset kirjataan laboratorion tietojärjestelmä LIMS:iin.

8.2 Toteutus

Ensimmäisenä suoritettiin standardin vaatima maidon suodatus (kuva 10 ja 11) maksimi sihtikoolla, joka standardin (IDF, 2017) mukaan on 100 μm . Työssä käytetty siivilän sihtikoko on 74 μm .



Kuva 7. Maidon suodatus a.



Kuva 8. Maidon suodatus b.

Suodattimeen ei jäänyt mitään hiukkasia, joten todettiin maidon olevan täysin puhdasta sarjojen valmistusta varten. Ennen sarjojen valmistusta mitattiin jakeiden pitoisuudet FT3 -analyysaattorilla. Jakeiden pitoisuustuloksien avulla (taulukko 6) saatiin laskettua Excel laskukavaa käyttäen oikeat ainesosamäärät jokaiselle sarjalle.

Taulukko 6. Jakeiden pitoisuudet

Maitojakeiden pitoisuudet				
	Rasva %	Proteiini %	Laktoosi %	Kuiva-aine %
Permeaatti	0	0,53	0,45	0,68
Proteiinijae	0	11,18	3,58	17,38
Kerma	39,96	2,24	2,77	45,75
Rasvaton maito	0,04	3,87	4,62	9,69

Sarjassa 2 käytettiin permeaattia proteiinipitoisuuden alentamiseen ja sarjassa 4 käytettiin UF-suodatettua proteiinijaeita proteiinipitoisuuden nostamiseen (taulukko 7). Excel laskukavaa (liite 1–3) käyttäessä tuli huomioida, että permeaatti ja proteiinijae alentavat rasvapitoisuutta, joten kermaa tuli lisätä hieman enemmän sarjoissa 2 ja 4.

Taulukko 7. Halutut sarjojen rasva- ja proteiinipitoisuudet

	Rasva %	Proteiini %
Sarja 1	1	
Sarja 2	2	3
Sarja 3	3	
Sarja 4	4	5
Sarja 5	5	
Sarja 6	6	

Kun pitoisuuslaskut oli laskettu ja tiedettiin jokaiseen sarjaan vaadittavat ainesosamäärät, aloitettiin valmistamaan sarjoja. Sarjat valmistettiin järjestyksessä ja sarjojen vaihdon välissä annosteluletku puhdistettiin, jotta seuraavaan sarjaan ei tulisi edellisen sarjan näytettä. Sarjat valmistettiin yksi kerrallaan lisäämällä pastöroitua kuorittua maitoa, pastöroitua kermaa ja sarjasta riippuen lisäksi permeaattia tai UF-suodatettua proteiinijaetta näyteastiaan. Kun ainesosat olivat näyteastiassa, sekoitettiin näytettä vähintään 5 minuuttia laboratoriosekoittajalla, jotta kaikki jakeet olivat sekoittuneet hyvin keskenään. Sekoitus ei saanut olla liian voimakasta, ettei maidon rasvapalloset rikkoonnu ja aiheuta siitä syntyvää maidon laadun heikkenemistä kuten luvussa 1 on kerrottu. Sekoituksen jälkeen tarkistettiin sarjan pitoisuus mitaamalla näytettä FT3 laitteella. Jos tulos oli tarpeeksi lähellä haluttua pitoisuutta, näyte annosteltiin pikareihin. Jos näytteen rasvapitoisuus oli esimerkiksi liian alhainen, voitiin tässä vaiheessa vielä lisätä kerma, jatkaa sekoitusta ja sen jälkeen annostella pikareihin. Jokaiselle sarjalle oli valmiiksi merkitty 50 ml näytepikarit omilla pikarialustoilla. Annostelu tapahtui annostelupumpun avulla. Annostelun jälkeen näytteet korkitettiin, lisättiin LIMS-näytetarrat ja vietiin kylmäsäilytykseen odottamaan analysointia. Kylmäsäilytyksen lämpötila pitää olla $+4 \pm 2$ °C. Kun kaikki sarjat olivat valmiita, mitattiin 0-näytteet (taulukko 8), jotta tiedettiin, mistä arvoista oli lähdetty liikkeelle. Kokonaisuudessaan lopullisen maitosarjan työohje on esitetty liitteessä 10.

Taulukko 8. FT3 0-näytteet.

FT3 0-näytteet				
Sarja	Rasva %	Proteiini %	Laktoosi %	Kuiva-aine %
1	1,04	3,79	4,59	10,58
2	2,08	2,95	3,56	9,64
3	3,03	3,71	4,53	12,4
4	4,08	5,02	4,34	14,72
5	5,01	3,63	4,46	14,2
6	6,02	3,59	4,43	15,11

8.3 Tulokset

Lopullisen maitosarjan seurannan tulokset kuvioina ovat esitetty liitteissä 4–9. Kuvioissa tulokset ovat esitetty prosentteina analyysikohtaisesti. Liitteissä 4–9 jokaisen viiden viikon tulokset ovat esitetty eri väreillä. Taulukoissa 9–11 on taulukoituna viiden viikon tulokset prosentteina kaikista analyyseistä ja keskihajonta sarjojen jokaisesta analyysistä. Valio (sisäinen tiedonanto, 9.2.2022) on määritellyt analyyseille mittaepävarmuus arvot %-yksikkönä, joka ilmoittaa saatujen mittaustulosten todennäköisen vaihteluvälin. Mittaepävarmuuden ylittävät tulokset ovat merkitty taulukoihin punaisella. Ylittäviä keskihajontatuloksia pitää tarkastella kriittisesti, sillä jo yhden tuloksen suurempi tuloserot muihin verrattuna voi nostaa keskihajonnan yli hyväksyttävän rajan. Yhden tuloksen tuloserot voi johtua inhimillisestä virheestä analysoinnin aikana. Käytännössä, jos kyseinen ero huomataan, näytteestä analysoitaisiin rinnakkaisnäyte. Tässä seurannassa ei ole analysoitu näytteistä rinnakkaisia. Taulukossa 8, sarjan kuusi R-G: n keskihajonnan tulos on ylittänyt hyväksyttävän rajan. Jos tarkastellaan sarjan kuusi viiden viikon tuloksia, huomataan, että viikoilla kolme ja neljä tulokset ovat muita alhaisempia. Viikon kolme ja neljä tulokset rasvan osalta ovat Combilla ja FT3 -analysaattoreilla mitattuina samaa tasoa keskenään ja R-G: n tulos alhaisempi. Viimeisen viikon R-G: n tulos palaa takaisin samaan tulokseen kuin alkuviiikoilla. Tämän perusteella voidaan olettaa, että analysoinnin aikana on voinut tapahtua inhimillinen erehdys näytteenotossa, näytteenmäärän merkitsemisessä tai näytteen käsittelyssä analysoinnin aikana.

Tutkimuksen avulla saadut tulokset osoittavat, että standardin (IDF, 2017) mukaisella menetelmällä näytteet pysyvät jopa viiden viikon ajan analysointikelpoisina, lukuun ottamatta yksittäisiä tuloseroja. Vaihtoehtoisella menetelmällä saadaan toteutettua rasva- ja proteiinipitoisuuksien eri tasoja vaivattomasti ja hyvillä tuloksilla. Suoritettua säilyvyysseuranta voidaan hyödyntää myös jatkossa laboratorion tarpeissa, mikäli kalibrintisarjoihin halutaan lisätä eri laktoosipitoisuuden tasoja kiteytettyä laktoosia hyödyntäen.

Taulukko 9. Proteiinisarjan tulokset ja keskihajonnat taulukoituna.

	Proteiini, Kjeldahl	Proteiini, FT3	Proteiini, Combi
mittaepävarmuus %-yks	±0,26		±0,02
Näyte + viikko			
Sarja 1-vko 1	3,83	3,82	3,83
Sarja 1-vko 2	3,85	3,81	3,78
Sarja 1-vko 3	3,84	3,82	3,79
Sarja 1-vko 4	3,82	3,80	3,78
Sarja 1-vko 5	3,81	3,82	3,83
keskihajonta	0,02	0,01	0,03
Sarja 2-vko 1	3,03	2,97	3
Sarja 2-vko 2	3,04	2,96	2,97
Sarja 2-vko 3	3,03	2,97	3
Sarja 2-vko 4	3,03	2,97	2,98
Sarja 2-vko 5	3,03	2,96	3,01
keskihajonta	0,00	0,01	0,02
Sarja 3-vko 1	3,74	3,72	3,76
Sarja 3-vko 2	3,73	3,71	3,71
Sarja 3-vko 3	3,74	3,72	3,73
Sarja 3-vko 4	3,76	3,70	3,73
Sarja 3-vko 5	3,72	3,72	3,76
keskihajonta	0,01	0,01	0,02
Sarja 4-vko 1	5,05	5,03	5,19
Sarja 4-vko 2	5,05	5,01	5,11
Sarja 4-vko 3	5,06	5,03	5,11
Sarja 4-vko 4	5,07	5,02	5,15
Sarja 4-vko 5	5,04	5,03	5,07
keskihajonta	0,01	0,01	0,05
Sarja 5-vko 1	3,68	3,63	3,7
Sarja 5-vko 2	3,66	3,62	3,64
Sarja 5-vko 3	3,67	3,64	3,67
Sarja 5-vko 4	3,65	3,63	3,64
Sarja 5-vko 5	3,65	3,62	3,69
keskihajonta	0,01	0,01	0,03
Sarja 6-vko 1	3,61	3,58	3,65
Sarja 6-vko 2	3,61	3,57	3,61
Sarja 6-vko 3	3,62	3,58	3,61
Sarja 6-vko 4	3,62	3,58	3,6
Sarja 6- vko 5	3,60	3,59	3,65
keskihajonta	0,01	0,01	0,02

Taulukko 10. Rasvasarjan tulokset ja keskihajonnat taulukoituna.

	Rasva R-G	Rasva, FT3	Rasva, Combi
mittaepävarmuus %-yks	±0,1		±0,05
Näyte + viikko			
Sarja 1-vko 1	1,04	1,05	1,09
Sarja 1-vko 2	1,03	1,03	1,05
Sarja 1-vko 3	0,96	1,03	1,06
Sarja 1-vko 4	1,00	1,03	1,04
Sarja 1-vko 5	1,02	1,01	1,07
keskihajonta	0,03	0,01	0,02
Sarja 2-vko 1	2,01	2,06	2,08
Sarja 2-vko 2	2,02	2,08	2,04
Sarja 2-vko 3	1,98	2,07	2,04
Sarja 2-vko 4	2,00	2,07	2,04
Sarja 2-vko 5	1,98	2,08	2,07
keskihajonta	0,02	0,01	0,02
Sarja 3-vko 1	2,99	3,01	3,01
Sarja 3-vko 2	2,91	3,02	2,99
Sarja 3-vko 3	2,96	3,00	2,99
Sarja 3-vko 4	2,94	3,01	2,98
Sarja 3-vko 5	2,93	3,00	3,01
keskihajonta	0,03	0,01	0,01
Sarja 4-vko 1	4,07	4,06	4,14
Sarja 4-vko 2	4,01	4,05	4,08
Sarja 4-vko 3	4,04	4,05	4,01
Sarja 4-vko 4	3,96	4,10	4,1
Sarja 4-vko 5	3,95	4,05	4,06
keskihajonta	0,05	0,02	0,05
Sarja 5-vko 1	4,98	4,98	4,99
Sarja 5-vko 2	4,91	5,01	4,98
Sarja 5-vko 3	4,90	4,99	4,98
Sarja 5-vko 4	4,88	5,02	4,99
Sarja 5-vko 5	4,89	5,00	5,02
keskihajonta	0,04	0,02	0,02
Sarja 6-vko 1	6,00	5,98	6,08
Sarja 6-vko 2	5,90	5,99	5,98
Sarja 6-vko 3	5,72	5,98	5,97
Sarja 6-vko 4	5,71	6,02	5,98
Sarja 6- vko 5	5,97	6,01	6,01
keskihajonta	0,14	0,02	0,05

Taulukko 11. Kuiva-ainepitoisuuden tulokset ja keskihajonnat taulukoituna.

	Kuiva-aine, FT3	Kuiva-aine, Combi	Kuiva-aine
mittaepävarmuus %-yks		±0,05	±0,06
Näyte + viikko			
Sarja 1-vko 1	10,60	10,49	
Sarja 1-vko 2	10,58	10,36	
Sarja 1-vko 3	10,64	10,42	10,49
Sarja 1-vko 4	10,55	10,4	10,5
Sarja 1-vko 5	10,56	10,48	10,52
keskihajonta	0,04	0,05	0,02
Sarja 2-vko 1	9,64	9,64	
Sarja 2-vko 2	9,63	9,56	
Sarja 2-vko 3	9,63	9,61	9,52
Sarja 2-vko 4	9,62	9,61	9,52
Sarja 2-vko 5	9,61	9,65	9,50
keskihajonta	0,01	0,04	0,01
Sarja 3-vko 1	12,37	12,33	
Sarja 3-vko 2	12,37	12,2	
Sarja 3-vko 3	12,37	12,26	12,26
Sarja 3-vko 4	12,34	12,26	12,26
Sarja 3-vko 5	12,36	12,32	12,18
keskihajonta	0,01	0,05	0,05
Sarja 4-vko 1	14,68	14,85	
Sarja 4-vko 2	14,67	14,67	
Sarja 4-vko 3	14,69	14,64	14,54
Sarja 4-vko 4	14,71	14,77	14,42
Sarja 4-vko 5	14,66	14,6	14,58
keskihajonta	0,02	0,10	0,08
Sarja 5-vko 1	14,16	14,28	
Sarja 5-vko 2	14,16	14,14	
Sarja 5-vko 3	14,18	14,18	14,01
Sarja 5-vko 4	14,18	14,2	14,02
Sarja 5-vko 5	14,14	14,26	14,05
keskihajonta	0,02	0,06	0,02
Sarja 6-vko 1	15,06	15,35	
Sarja 6-vko 2	15,02	15,12	
Sarja 6-vko 3	15,07	15,14	14,86
Sarja 6-vko 4	15,07	15,17	15,00
Sarja 6- vko 5	15,07	15,22	14,99
keskihajonta	0,02	0,09	0,08

9 YHTEENVETO JA JOHTOPÄÄTÖKSET

Tämän opinnäytetyön tavoitteet savutettiin onnistuneesti kolmen eri tutkimuksen ja niiden tuloksien avulla. Ensimmäisenä suoritettua raakamaidon säilyvyysseurannan avulla saatiin selvitettyä lähtötilanne ja sen pohjalta pystyttiin suunnittelemaan ja toteuttamaan tutkimukset, joiden pohjana käytettiin IDF 490 -standardia. Vanhan kalibrointisarjan menetelmä voidaan hyvin korvata uudella standardin mukaisella menetelmällä. Uutta kalibrointisarjan menetelmää voidaan käyttää osittain vanhan korvaavana tai täysin kaikkien sarjojen korvaamiseen. Esimerkiksi kaupanesteitä voidaan käyttää sarjoihin 1–4 niin kuin tähänkin asti ja loput sarjat 5–7 tehdään maitojakeista, joiden tekoon on aikaisemmin käytetty raakamaitoa.

Tutkimuksien avulla saatiin paljon tietoa, mitä ei aikaisemmin ollut vielä tiedossa. Raakamaidon koostumusmittauksen avulla saatiin selville, että somaattiset solut, pesäkemäärä ja FFA-arvo voivat vaihdella maidon iästä riippumatta, mutta ovat kuitenkin viitearvojen sisällä. Vuodenaikavaihtelut ja maidon kuljetusmatka voivat vaikuttaa näihin tekijöihin, mitkä vaikuttavat suoraan raakamaidon säilyvyyteen säilöntäaineen lisäyksestä huolimatta. Raakamaitoa on käytetty käsittelemättömänä aiemmin maitokalibrointisarjan valmistukseen. Raakamaidon koostumusmittausta ei ole tehty maitokalibrointisarjan valmistusta varten, joten maidon laatu voi vaihdella ja aiheuttaa epätasalaatuisuutta näytteissä. Raakamaidolle tehtiin myös standardin mukainen suodatus 100 µm sihtikoon siivilän läpi. Tulos oli hyvä, sillä siivilän kankaaseen ei jäänyt hiukkasia. Jos tulos olisi huono, se vaikuttaisi negatiivisesti säilyvyyteen.

Standardin IDF 490 mukaisesti tehdyn kalibrointinäytesarjan avulla saadaan pidennettyä näytteiden säilyvyysaikaa ja analysointikelposuutta. Maitojakeiden pastörointi ja säilöntäaineen lisäys näytteisiin on välttämätöntä pidemmän säilyvyyden kannalta. Edellä mainitut säilöntäkäsittelyt eivät muuta maidon fysikaaliskemiallisia ominaisuuksia. Pastöroidun raaka-aineen käsittely vähentää myös kontaminoitumisriskiä. Pidempi säilyvyysaika vähentää laboratoriossa valmistuspäivien määrää, mutta valmistettavien näytteiden määrä pysyy ennallaan. Aluksi uuden menetelmän kalibrointinäytesarjojen valmistukseen voi mennä enemmän aikaa ennen kuin siihen muodostuu rutiini. Menetelmän avulla saadaan toteutettua vaivattomasti eri rasva- ja proteiinitasoja. Sarjoihin voidaan lisätä vielä eri laktoositasoja, mutta se vaatisi uuden tutkimuksen laktoosin osalta. Kiteytetyn laktoosin avulla voidaan kohottaa laktoosipitoisuutta, tällä hetkellä permeaatin käyttö proteiinipitoisuuden alentamiseen alentaa myös hieinan laktoosipitoisuutta.

Näytteet sopivat käytettäväksi FT3 -analysointilaitteilla, referenssimenetelmillä ja maitolaboratorion Combi -analysointilaitteilla. Tutkimuksen näytteitä analysoitiin myös Nicolet -analysointilaitteilla Helsingin laboratoriossa, mutta laitteella saadut tulokset eivät olleet vertailukelpoisia muihin tuloksiin. Nicolet -analysointilaitteen tuloksia ei ole esitetty kuvioissa tai taulukoissa, niiden huonon vertailukelpoisuuden vuoksi.

Aikaisemmin esitettyjen tutkimuksien pohjalta tämä menetelmä toi toimeksiantajalle tarvittavat tiedot uuden menetelmän käyttöönottoon. Uudella menetelmällä voidaan korvata kalibrointinäytesarjojen teko osittain tai kokonaan. Uudet maitokalibrointinäytesarjat lisäävät turvallisuutta, mahdollistaen tuottaa suuren määrän kalibrointinäytesarjoja sekä takaavat hyvän fysikaaliskemiallisen laadun yhdistetyissä maitonäytteissä. Näytteiden laadun ansioista näytteitä voidaan lähettää muihin toimipisteisiin kuten laboratorioihin, joissa käytetään FTIR-laitteita. IDF 490 -standardin menetelmä soveltuu kaikentyyppisiin maitoanalyysiin. Tärkeintä säilyvyyden ja analysointikelpoisuuden pidentämiseen on pastörointi ja säilöntäaineen yhdistelmä. Niiden lisäksi säilyvyyttä parantavat huolellinen näytteenkäsittely, valmistustapa ja kylmäsäilytys. Tässä työssä käytettyjä tutkimuksia voidaan hyödyntää jatkossa esimerkiksi kietytetyn laktoosin käyttöönotossa kalibrointisarjan valmistuksessa.

LÄHTEET

- Aho, J., Koponen, M., Pasto, M-P. & Stalder, S. (2020). *Monipuolinen elintarvikeala: Elintarvikkeiden valmistus ja tuotanto*. Opetushallitus.
- Alarinta, J. (2020). *Dairy technology*. [PowerPoint-esitys]. SeAMK Moodle.
- Bylund, G. (2003). *Dairy processing handbook*. (2nd rev. ed.). Tetra Pak Processing Systems.
- Carlex. (i.a.). *Smart flow system handles many products* [valokuva]. <https://carlex-ag.com/web/MD/product/milkoscan-ft3>
- Euroopan parlamentin ja neuvoston asetus eläinperäisiä elintarvikkeita koskevista erityisistä hygieniasäännöistä 853/2004. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/FI/TXT/PDF/?uri=CELEX:02004R0853-20171121&from=FI>
- FOSS. (i.a.-a). *MilkoScan™ FT3*. <https://www.fossanalytics.com/en/products/milkoscan-ft3>
- FOSS. (i.a.-b). *CombiFoss™7*. <https://www.fossanalytics.com/en/products/combifoss-7>
- Hämeen ammatti-instituutti. (i.a.). *Milkworks-hanke: Maito meijerissä*. <https://milkworks.fi/maito-meijerissa/>
- International Dairy Federation (IDF). (2017). *Quality Assurance Tools for Mid Infrared Spectrometry in Dairy Laboratories – Part 1*. (IDF No. 490:2017). <https://shop.fil-idf.org/products/bulletin-idf-n-490-2017-quality-assurance-tools-mid-infrared-spectrometry-dairy-laboratories-part1>
- International Dairy Federation (IDF). (i.a-a). *Methods of Analysis & Sampling*. <https://fil-idf.org/our-work/methods-of-analysis-and-sampling/>
- International Dairy Federation (IDF). (i.a-b) *Food Standards*. <https://fil-idf.org/our-work/food-standards/>
- International Dairy Federation (IDF). (i.a-c) *Our work*. <https://fil-idf.org/our-work/>
- Jaarinen, S. & Niiranen, J. (2008). *Laboratorion analyysitekniikka* (5. uud. p.). Edita.
- Kautiainen, H. (29.3.2019a). *Maidon käsittely ja säilyvyys*. Valio. <https://www.valio.fi/hyvinvointi/maidon-kasittely-ja-sailyvyys/>
- Kautiainen, H. (29.3.2019b). *Tilamaito*. Valio. <https://www.valio.fi/hyvinvointi/tilamaito/>
- Korkeala, H. (toim.). (2007). *Elintarvikehygienia: ympäristöhygienia, elintarvike- ja ympäristötoksikologia*. WSOY Oppimateriaalit.

- Lehtonen, P.O. & Sihvonen, M. (2009). *Laboratorioalan analyttinen kemia*. Opetushallitus.
- Maitohygienialiitto. (i.a-a). *Somaattisten solujen määrä maidossa*. <http://www.maitohygienialiitto.fi/tilastot/somaattisten-solujen-maeaerae-maidossa>
- Maitohygienialiitto. (i.a-b). *Tuottajamaidon bakteeriluvut*. <http://www.maitohygienialiitto.fi/tilastot/bakteerimaeaerae-maidossa>
- Mattila, P., Ollilainen, V., & Piironen, V. (2001). *Elintarvikekemian ja -analytiikka*. Yliopistopaino.
- Measurlabs. (i.a.) *FTIR-spektroskopia*. <https://measurlabs.com/fi/metodit/ftir-spektroskopia/>
- Ruokavirasto. (2018). *Raakamaito ja ruokamyrkytykset*. <https://www.ruokavirasto.fi/yritykset/elintarvikeala/elintarvikkeiden-alkutuotanto/elaimista-saatavat-elintarvikkeet/maito/raakamaito-ja-ruokamyrkytykset/>
- Spreer, E. (1998). *Milk and Dairy Product Technology* (A. Mixa, känt.). Marcel Dekker, Inc. (Alkuperäinen teos julkaistu 1995).
- Valio. (i.a.) *Vitamiinit ja kivennäisaineet*. <https://www.valio.fi/hyvinvointi/vitamiinit-ja-kivennaisaineet/>
- VWR. (i.a.). *Sekoitusmoottori* [valokuva]. <https://fi.vwr.com/store/product/7596870/sekoitusmoottori>

LIITTEET

Liite 1. Rasvan seospitoisuuksien laskut

Liite 2. Permeaatin seospitoisuuksien laskut

Liite 3. Proteiinijakeen seospitoisuuksien laskut

Liite 4. Sarjan 1 tulokset

Liite 5. Sarjan 2 tulokset

Liite 6. Sarjan 3 tulokset

Liite 7. Sarjan 4 tulokset

Liite 8. Sarjan 5 tulokset

Liite 9. Sarja 6 tulokset

Liite 10. Kalibrointisarjan valmistusohje

Liite 1. Rasvan seospitoisuuksien laskut

Rasvatasen seoslaskut			
<u>Taulukko 1</u>			
haluttu määrä (litra)	3,00		
haluttu pitoisuus (%)	1,00	0,01	
maidon rasva (%)	0,05	0,0005	
kerma (%)	39	0,39	
Laskukaavat (älä muuta)			
	0,3895	0,03	
<u>Taulukko 2</u>			
Tarvitaan valmistukseen:			
Kermaa	0,077	litraa	
Maitoa	2,923	litraa	
Yhteensä seosta	3,00	litraa	
<u>SEOSPITOISUUDEN LASKUT:</u>			
<u>Taulukko 1:</u> Kirjoita taulukko 1 sarakkeisiin oikeat arvot			
<u>Taulukko 2:</u> Tähän taulukkoon tulee näkyviin tarvittavat määrät sarjan valmistukseen			
Nämä ovat teoreettiset määrät. Ne voivat vaihdella riippuen sekoituksesta, laitteiden virhemarginaalista.			

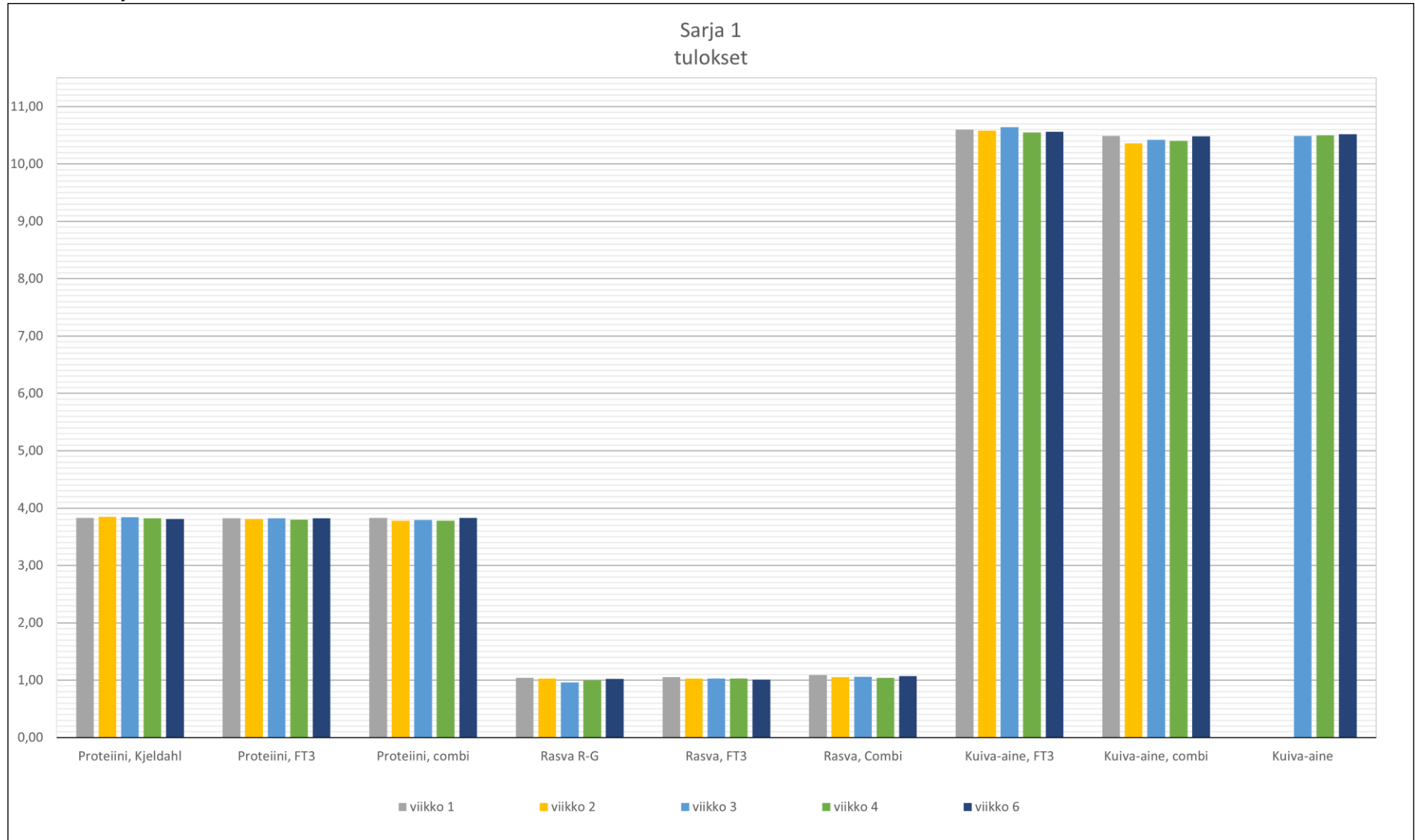
Liite 2. Permeaatin seospitoisuuksien laskut

Proteiinitason seoslasku alle 3,6 %						
SEOSPITOISUUDEN LASKUT:						
Taulukko 1: Kirjoita taulukko 1 sarakkeisiin oikeat arvot .						
Taulukko 2: Taulukkoon 2 tulee näkyviin tarvittavat määrät sarjan valmistukseen.						
Nämä ovat teoreettiset määrät. Ne voivat vaihdella riippuen sekoituksesta, laitteiden virhemarginaalista.						
Taulukko 1			Taulukko 2			
haluttu määrä (litra)	2,50		Tarvitaan valmistukseen:			
haluttu pitoisuus (%)	2,25	0,0225	Permeaattia	1,015	litraa	
maidon proteiini (%)	3,7	0,037	Maitoa	1,485	litraa	
permeaatti (%)	0,13	0,0013	Yhteensä seosta	2,50	litraa	
			Laskukaavat (älä muuta)			
			-0,036 -0,03625			

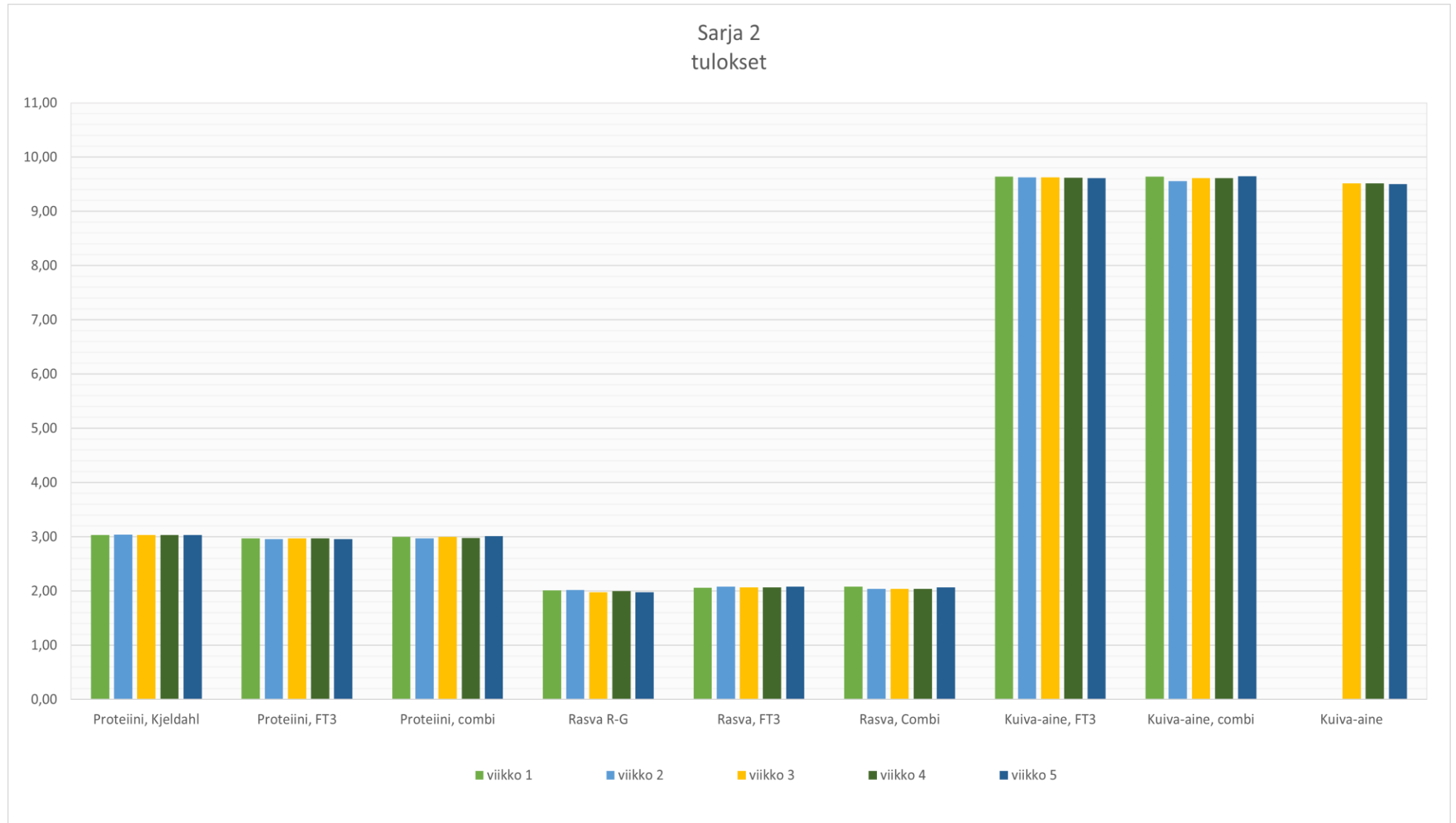
Liite 3. Proteiinijakeen seospitoisuuksien laskut

Proteiinitason seoslasku yli 3,6 %			
<u>Taulukko 1</u>			
haluttu määrä (litra)	3,00		
haluttu pitoisuus (%)	5,00	0,05	
maidon proteiini (%)	3,7	0,037	
proteiinijae (%)	11,4	0,114	
Laskukaavat (älä muuta)			
	0,077	0,039	
<u>Taulukko 2</u>			
Tarvitaan valmistukseen:			
Proteiinijaetta	0,506	litraa	
Maitoa	2,494	litraa	
Yhteensä seosta	3,00	litraa	
<u>SEOSPITOISUUDEN LASKUT:</u>			
<u>Taulukko 1:</u> Kirjoita taulukko 1 sarakkeisiin oikeat arvot			
<u>Taulukko 2:</u> Tähän taulukkoon tulee näkyviin tarvittavat määrät sarjan valmistukseen			
Nämä ovat teoreettiset määrät. Ne voivat vaihdella riippuen sekoituksesta, laitteiden virhemarginaalista.			

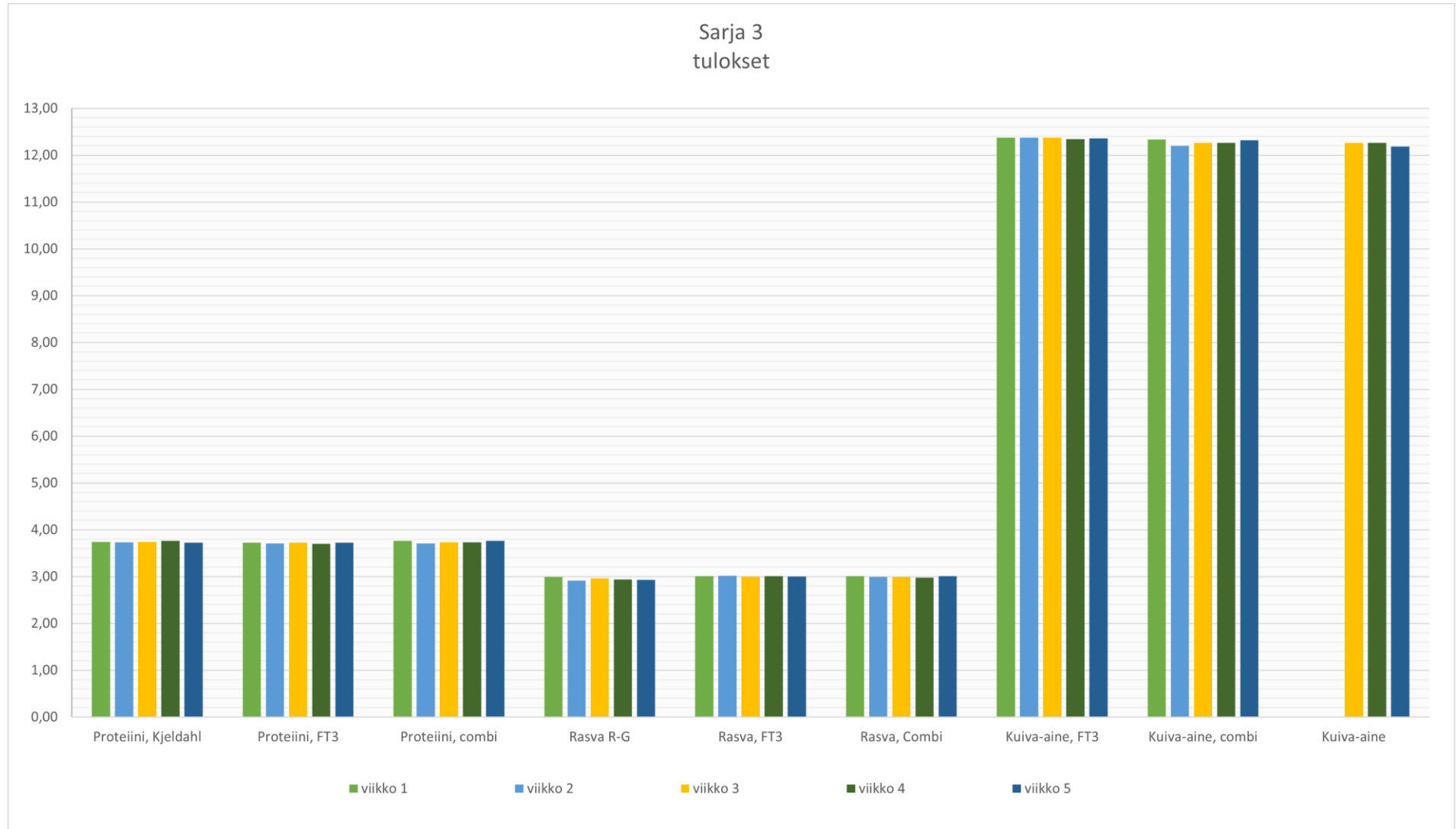
Liite 4. Sarjan 1 tulokset



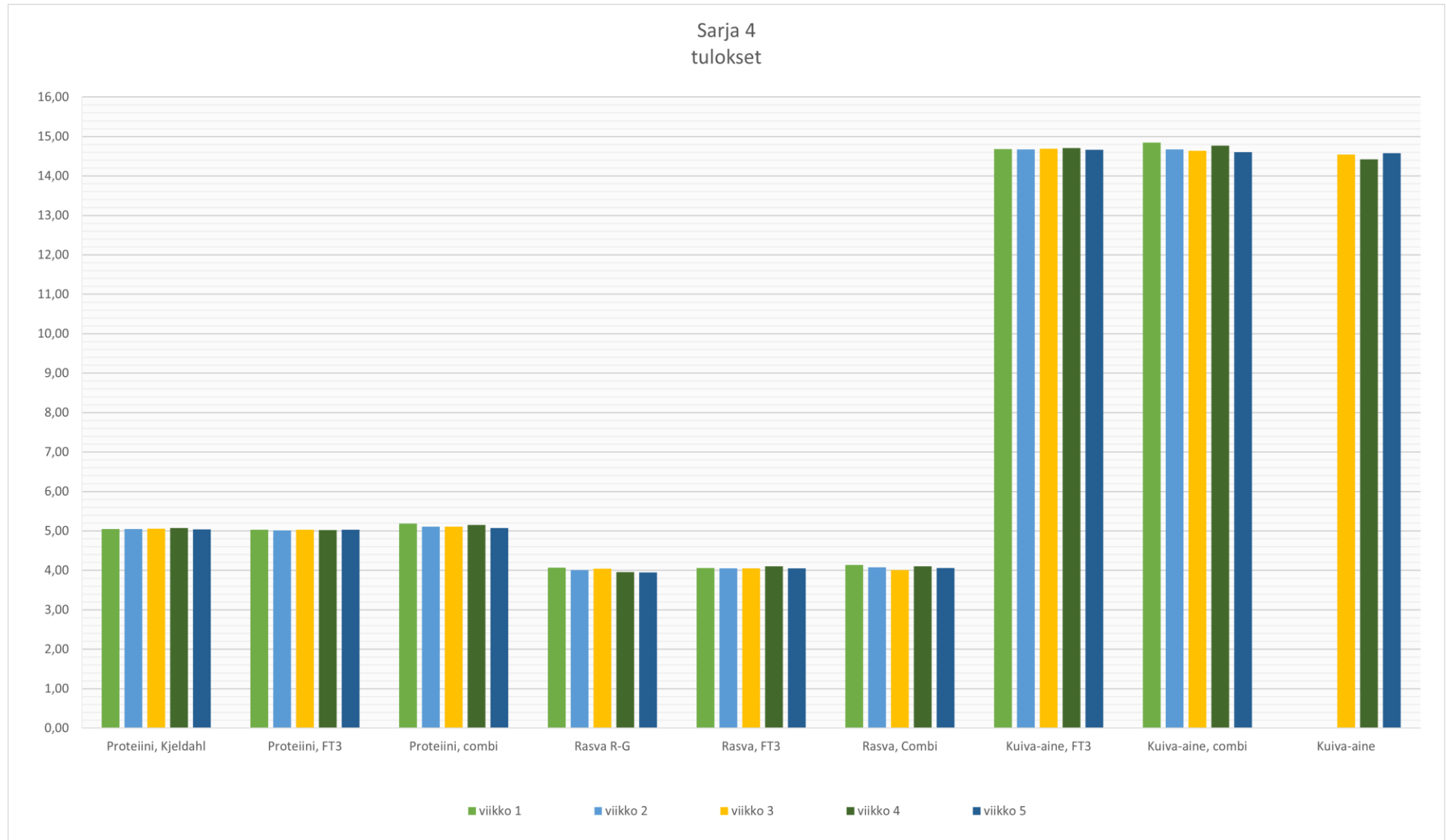
Liite 5. Sarja 2 tulokset



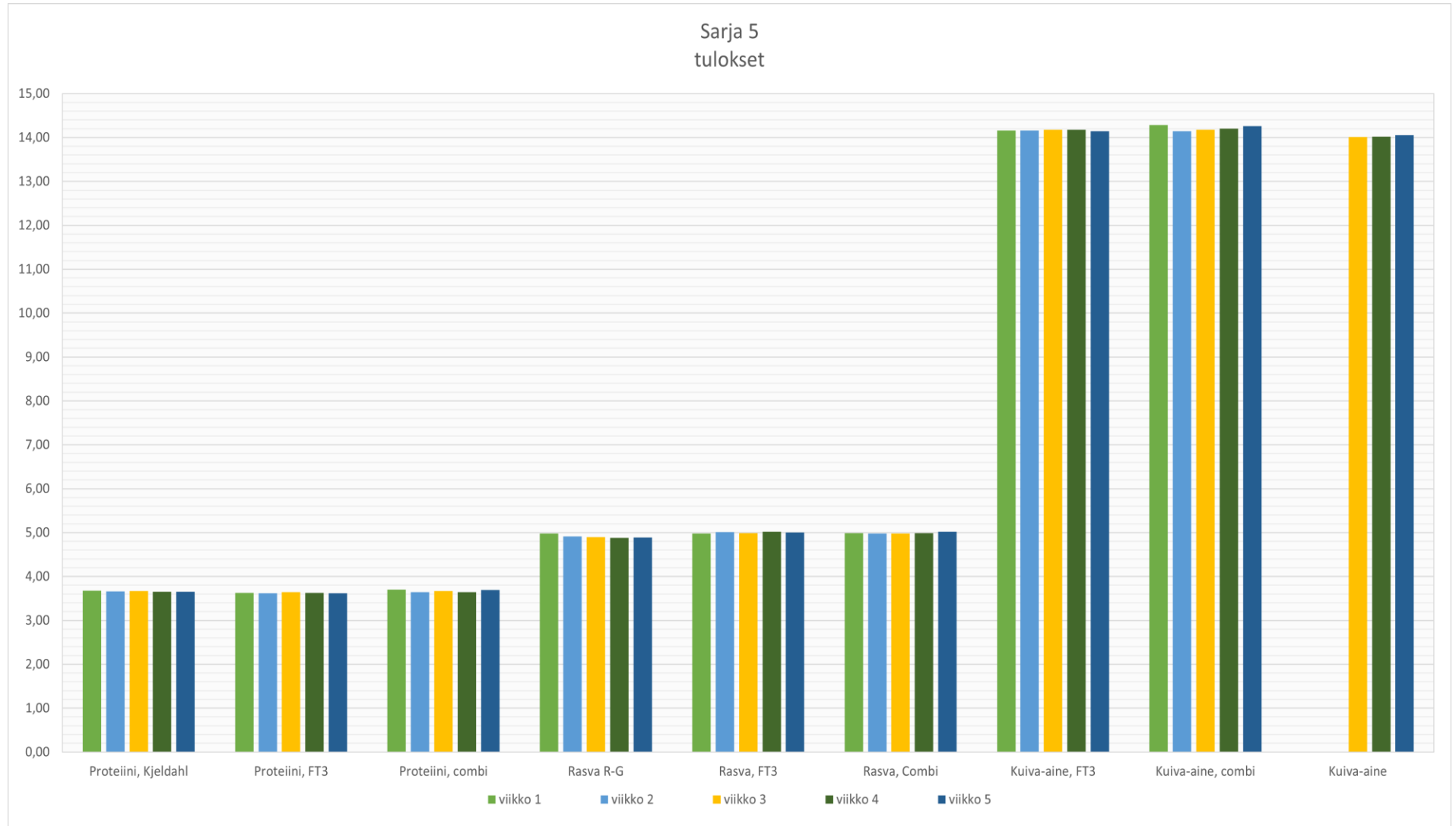
Liite 6. Sarja 3 tulokset.



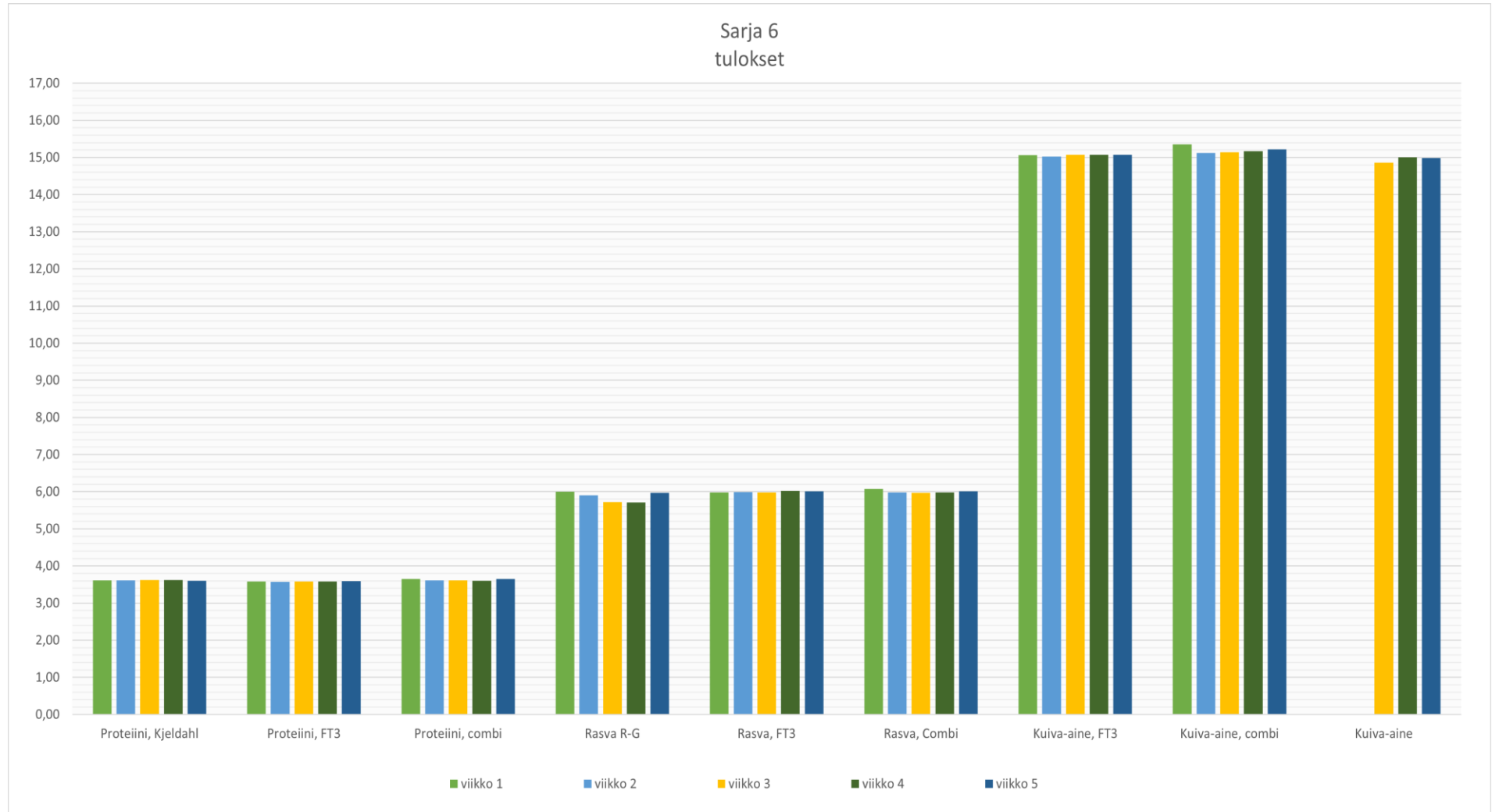
Liite 7. Sarja 4 tulokset.



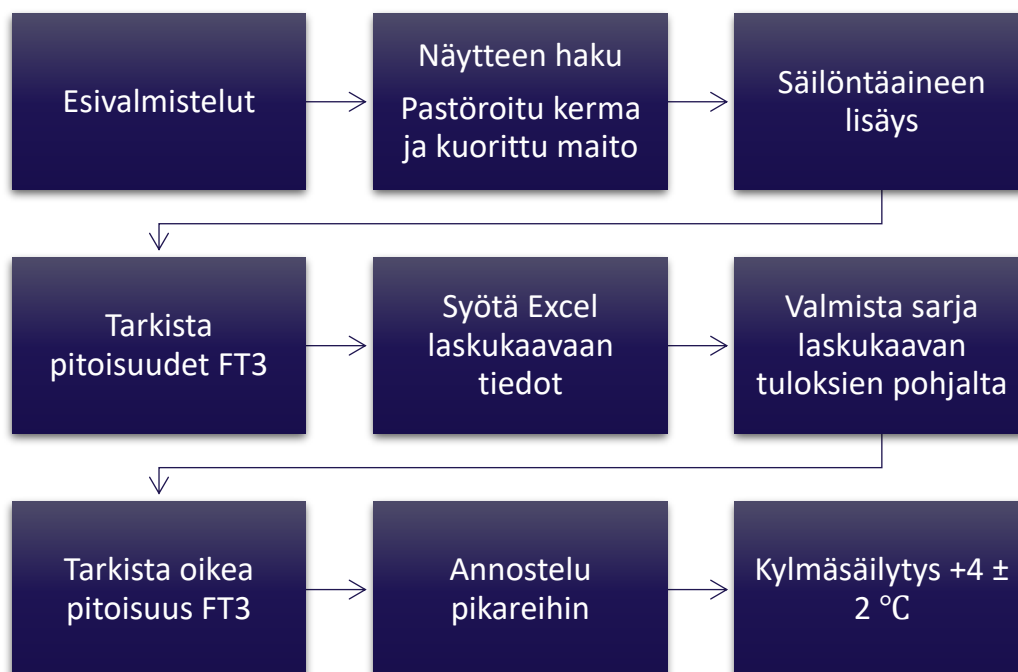
Liite 8. Sarja 5 tulokset.



Liite 9. Sarja 6 tulokset.



Liite 10. Kalibrointisarjan valmistusohje.

Kalibrointisarjan valmistus**1. Esivalmistelut**

- Pikarit.

2. Näytteen haku

- Vastaanotosta pastöroitu kerma ja pastöroitu kuorittu maito.

3. Säilöntäaineen lisäys

- Lisää kermaan ja maitoon bronopol säilöntäaine 1 ml/litra.

4. Tarkista pitoisuudet

- Mittaa permeaatti, proteiini- ja kerma ja maito FT3 -analysointorilla.

5. Syötä Exceliin tiedot.

- Excelissä 3 taulukkoa: proteiinipitoisuus korkea, proteiinipitoisuus matala ja rasvapitoisuus. Lisää mitattujen permeaatin, proteiinijakeen ja rasvapitoisuuksien arvot taulukko 1. Lisää sarjan valmistusmäärä litroina, haluttu sarjan pitoisuus (proteiini tai rasva).
- Kun arvot on kirjattu soluihin, laskukaava antaa tulokset taulukkoon 2.
- **HUOM!** Proteiinipitoisuutta muuttaessa, laske ensin permeaatin tai proteiinijakeen tarve. Taulukko 2 antaa tuloksen maidon määrälle. Lisää tämä tulos rasvapitoisuutta laskiessa kohtaan haluttu litramäärä.

6. Sarjojen valmistus

- Aloita sarjojen valmistus laskujen pohjalta. Lisää tarvittavat ainesosat näyteastiaan ja sekoita sekoittajalla vähintään 5 minuuttia, jotta ainesosat sekoittuvat taiseasti. Ei liian isolla kierrosmäärällä, ettei rasvapallot vaurioidu!
- Ota huomioon, että permeaattia tai proteiinijaeetta lisättäessä rasvapitoisuus laskee, jolloin kermaa pitää lisätä hieman enemmän.

7. Tarkista pitoisuus

- Näytesarjan pitoisuuden voi varmistaa vielä FT3 -analysointorilla. Laskukaavan antamat ainesosamäärät ovat teoreettiset.

8. Annostelu pikareihin

- Suorita annostelu mahdollisimman nopeasti sekoituksen jälkeen.

9. Kylmäsäilytys

- Vie näytteet **heti** kylmäsäilytykseen $+ 4 \pm 2$ °C. Näytteen lämpeneminen vaikuttaa kemialliseen säilyvyyteen.