

Opinnäytetyö (AMK)

Bio- ja kemiantekniikka

2023

Taru Salmi

Alkoholijuomien suodatus

– Pernod Ricard Finland Oy



Opinnäytetyö (AMK) | Tiivistelmä

Turun ammattikorkeakoulu

Bio- ja kemiantekniikka

14.4.2023 | 43 sivua

Taru Salmi

Alkoholijuomien suodatus

- Pernod Ricard Finland Oy

Tässä opinnäytetyössä selvitettiin mahdollisuuksia yksinkertaistaa, vähentää materiaalihävikkiä sekä parantaa tehokkuutta ja laatua Pernod Ricard Finland Oy:n valmistamien alkoholijuomien suodatusprosesseissa.

Suodattamalla alkoholijuomista poistetaan sameutta aiheuttava partikkelit ja mahdolliset mikro-organismit sekä ennaltaehkäistään pullotuksessa käytettävän kalvosuodattimen tukkeutuminen.

Työn kokeellisessa osiossa suoritettiin testiajoja eri suodatusmenetelmillä erilaisille alkoholijuomille. Suodatusmenetelminä käytettiin syväsuodatusta, crossflow -suodatusta sekä levysuodatusta. Suodatusmenetelmien erojen tutkimiseen käytettiin sameuden määrittystä turbidimetrisesti, aistinvaraista arviointia ja suodatettavuusindeksin määrittystä.

Tutkimuksessa saatiin selville suodatusmenetelmien soveltuvuus erilaisille alkoholijuomille. Tutkimuksen perusteella Pernod Ricard Finland Oy päätyi harkitsemaan uuteen syväsuodattimeen investoimisen sijaan uuteen crossflow -suodattimeen investointia.

Asiasanat:

Suodatus, alkoholijuomat, aistinvarainen arviointi

Bachelor's Thesis | Abstract

Turku University of Applied Sciences

Biotechnology and Chemical Engineering

2023 | 43 pages

Taru Salmi

Filtering of alcoholic beverages

- Pernod Ricard Finland Ltd.

In this thesis, the possibilities of simplifying, reducing material waste and improving efficiency and quality in the filtering processes of alcoholic beverages produced by Pernod Ricard Finland Ltd. were investigated.

By filtering alcoholic beverages, particles that cause turbidity and possible microorganisms are removed, as well as preventing clogging of the membrane filter used in bottling.

In the experimental part of the thesis, test runs were performed with different filtration methods for different alcoholic beverages. Deep filtration, crossflow filtration and plate filtration were used as filtration methods. Turbidity determination by turbidimetry, sensory evaluation and filterability index determination were used to investigate the differences in filtration methods.

The research found out the suitability of the filtering methods for various alcoholic beverages. Based on the research, Pernod Ricard Finland Ltd. ended up considering investing in a new crossflow filter instead of investing in a new deep filter.

Keywords:

Filtration, alcoholic beverages, sensory evaluation

Sisältö

| | |
|--|-----------|
| 1 Johdanto | 7 |
| 2 Pernod Ricard Finland Oy | 8 |
| 3 Alkoholijuomien suodatus | 9 |
| 3.1 Suodatuksen periaate | 9 |
| 3.2 Piimaasuodatus | 14 |
| 3.3 Levysuodatus | 15 |
| 3.4 Crossflow -suodatus | 17 |
| 3.5 Syväsuodatus | 19 |
| 4 Tutkimusmenetelmät | 22 |
| 4.1 Sameuden määrittäminen | 23 |
| 4.2 Aistinvarainen arviointi | 24 |
| 4.3 Suodatettavuusindeksi | 24 |
| 5 Tulokset | 27 |
| 6 Tulosten tarkastelu ja johtopäätökset | 38 |
| Lähteet | 41 |

Kaavat

| | |
|---|----|
| Kaava 1. Suodatusnopeus (Pihkala 2011, 56). | 13 |
| Kaava 2. Suodatettavuusindeksi (Australian Wine Research Institute 2023). | 25 |
| Kaava 3. Vaihtoehtoinen tapa määrittää suodatettavuusindeksi (Australian Wine Research Institute 2023). | 26 |

Kuvat

| | |
|---|----|
| Kuva 1. Suodoskakun muodostuminen. (Ruthven 1997, 830.) | 10 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| Kuva 2. Paksukerroksinen suodatinväliaine. (Ruthven 1997, 831.) | 13 |
| Kuva 3. Piimaalevysuodatin. | 14 |
| Kuva 4. Levysuodatin | 16 |
| Kuva 5. Levysuodattimen Pall -suodatinlevyjen suodatusasteet. (Pernod Ricard Finland Oy n.d) | 16 |
| Kuva 6. Crossflow -suodatusjärjestelmä Sartoflow 2000-24 / HA. | 18 |
| Kuva 7. Tangentiaalinen virtaus crossflow -suodatuksessa. (Lydersen ym. 1994, 122.) | 19 |
| Kuva 8. Syväsuodatin. | 20 |
| Kuva 9. Testausmittakaavan syväsuodatin. | 21 |
| Kuva 10. Turbidimetrisen mittaukseen käytettävä HACH 2100AN Turbidimeter. | 23 |

Taulukot

| | |
|--|----|
| Taulukko 1. Pall -suodattimien nominaaliset suodatusasteet. | 22 |
| Taulukko 2. Suodatettavuusindeksin tulkinta (Australian Wine Research Institute 2023). | 25 |
| Taulukko 3. Koeajon parametrit, perusviini 1. | 27 |
| Taulukko 4. Sameusmäärittelyn tulokset, perusviini 1. | 27 |
| Taulukko 5. Koeajon parametrit, perusviini 2. | 27 |
| Taulukko 6. Sameusmäärittelyn tulokset, perusviini 2. | 28 |
| Taulukko 7. Koeajon parametrit, perusviini 3. | 28 |
| Taulukko 8. sameusmäärittelyn tulokset, perusviini 3. | 28 |
| Taulukko 9. Koeajon parametrit, siideri 1. | 29 |
| Taulukko 10. Sameusmäärittelyn tulokset, siideri 1. | 29 |
| Taulukko 11. Suodatettavuusindeksin määrittely, siideri 1. | 30 |
| Taulukko 12. Koeajon parametrit, likööri 1. | 30 |
| Taulukko 13. Sameusmäärittelyn tulokset, likööri 1. | 31 |
| Taulukko 14. Koeajon parametrit, punssi. | 31 |
| Taulukko 15. Sameusmäärittelyn tulokset, punssi. | 31 |
| Taulukko 16. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, punssi. | 32 |

| | |
|--|----|
| Taulukko 17. Kolmitestin tulosten merkitsevyysrajat, oikeiden vastausten minimilukumäärä merkitsevyystasoilla 0,05, 0,01 ja 0,001. (Tuorila ym. 2016; Liite 1.). | 32 |
| Taulukko 18. Koeajon parametrit, katkero. | 33 |
| Taulukko 19. Sameusmäärityksen tulokset, katkero. | 33 |
| Taulukko 20. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, katkero. | 34 |
| Taulukko 21. Koeajon parametrit, siideri 2. | 34 |
| Taulukko 22. Sameusmäärityksen tulokset, siideri 2. | 35 |
| Taulukko 23. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, siideri 2. | 35 |
| Taulukko 24. Koeajon parametrit, likööri 2. | 36 |
| Taulukko 25. Sameusmäärityksen tulokset, likööri 2. | 36 |
| Taulukko 26. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, likööri 2. | 37 |

1 Johdanto

Tämän opinnäytetyön aiheena oli selvittää mahdollisuuksia yksinkertaistaa, vähentää materiaalihävikkiä sekä parantaa tehokkuutta ja laatua Pernod Ricard Finland Oy:n valmistamien alkoholijuomien suodatusprosesseissa.

Tarkoituksena oli testata, voiko piimaa- ja levysuodatuksen korvata syväsuodatuksella, eli moduulisuodatuksella. Testiajoissa kuitenkin huomattiin, ettei syväsuodatus ole yhtä tehokas menetelmä kuin jo käytössä olevat levysuodatus ja crossflow -suodatus.

Suodatus on niin teollisuudessa kuin laboratoriomittakaavassakin runsaasti käytetty yksikköprosessi, jolla erotellaan kiintoainehiukkaset nesteestä tai kaasusta. Alkoholijuomat suodatetaan Pernod Ricard Finland Oy:ssä valmistuksen aikana yhdestä kahteen kertaan. Miedoille tuotteille ensimmäinen suodatus tehdään tuotteen kirkastamiseksi ja estämään pullotuksessa käytettävän kalvosuodattimen tukkeutuminen. Lopuksi tuote suodatetaan pullotettaessa steriilisuodatuksella. Myös väkevät tuotteet suodatetaan tuotteen kirkastamiseksi ja sakkautumisen estämiseksi. Alkoholijuomien suodatuksen onnistumista seurataan tuotannossa sameuden määrityksellä turbidimetrisellä mittauksella (NTU, nephelometric turbidity units), aistinvaraisilla arvioinneilla sekä mikrobiologisilla määrityksillä.

Työn teoreettisessa osiossa käydään läpi suodatuksen periaate sekä Pernod Ricard Finland Oy:llä käytössä olevat suodatusmenetelmät. Työn kokeellisessa osiossa suodatettiin perusviinejä, likööreitä, siidereitä, punssia ja katkeroa niin syväsuodatuksella kuin crossflow-suodatuksellakin. Suodatuksen tehokkuutta mitattiin sameusmittauksen, suodatettavuusindeksin ja aistinvaraisen arvioinnin avulla.

2 Pernod Ricard Finland Oy

Ranskalainen Pernod Ricard Oyj on maailman toiseksi suurin alkoholijuomien tuottaja, jonka tytäryhtiö Pernod Ricard Finland Oy on. Pernod Ricard Finland Oy on Suomen alkoholimarkkinoiden toiseksi suurin toimija, markkinaosuus on viineissä 10 % ja väkevissä juomissa noin 21 %. Yrityksen liikevaihto on 47 miljoonaa euroa. (Juomavinkki n.d.; Pernod Ricard Finland Oy n.d.)

Yrityksen pääkonttori sijaitsee Helsingissä, tuotantolaitos Turussa. Turussa valmistetaan ja pullotetaan noin 100 eri alkoholituotetta, mm. Lapponia-liköörejä, Minttu-brändin tuotteita, marja- ja hedelmäviinejä sekä erilaisia glögejä. (Juomavinkki n.d.; Pernod Ricard Finland Oy 2021; Pernod Ricard Finland n.d.)

3 Alkoholijuomien suodatus

Miedot alkoholijuomat suodatetaan yleensä yhdestä kahteen kertaan valmistuksen aikana tuotteen ominaisuuksien mukaan. Suodatuksessa ennen pullotusta pyritään poistamaan tuotteesta sameus sekä pilaantumisriskiltään herkemmistä tuotteista myös mikro-organismit. Mietojen alkoholijuomien viimeinen suodatus suoritetaan kalvomenetelmällä pullotuksen yhteydessä. Väkevät alkoholijuomat suodatetaan tasalaatuisuuden varmistamiseksi, sameuden poistamiseksi ja sakkaantumisriskin minimoimiseksi. (Saarela ym. 2010, 224.)

Käymisen ja varastoinnin aikana saostuu luonnollisesti kiintoaineita, jotka laskeutuvat ajan myötä. Suodatus tulee kuitenkin suorittaa, jotta voidaan varmistua, ettei tuotteessa ole mikro-organismeja ja tuotteesta saadaan poistettua kaikki sameus. Suodatuksella vältetään myös pullotusvaiheessa käytettävän kalvosuodattimen tukkeutuminen. Ihmissilmällä voidaan havaita suuria hiukkasia, $>100\text{ }\mu\text{m}$, mutta ei hiivoja ja bakteereita, jotka ovat halkaisijaltaan noin $0,5\text{--}5\text{ }\mu\text{m}$. (Australian Wine Research Institute 2023.)

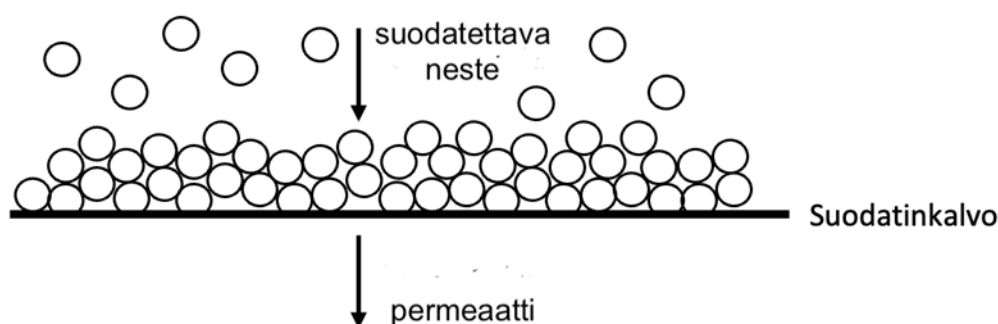
3.1 Suodatuksen periaate

Suodatus on niin laboratoriossa kuin teollisuudessakin yleisesti käytetty mekaaninen yksikköprosessi, jossa nesteestä tai kaasusta erotetaan siihen sekoittuneita kiinteitä partikkeleita johtamalla seos huokoisen väliaineen läpi. Vanhimmat merkinnät kirjallisuudessa suoduksesta ovat muinaisten Kreikkalaisten ja Roomalaisten suorittamat veden ja viinin suodatukset. Suodattamalla voidaan käyttötarkoituksen mukaan joko puhdistaa nesteitä ja kaasuja tai ottaa talteen kiinteitä aineita. Mikäli nesteessä on kiinteitä aineita vain vähän, voidaan puhua myös kirkastamisesta, selkeyttämisestä tai puhdistamisesta. (Aittomäki ym. 2002, 185; Lydersen ym. 1994, 92; Pihkala 2011, 56; Ruthven 1997, 829.)

Suodatettaessa nestettä tai kaasua sen sisältämät kiinteät partikkelit pidättyvät suodattimessa käytettyyn väliaineeseen. Suodatinväliaineen aukkoja suuremmat partikkelit jäävät suodatinväliaineeseen, vain suodatinväliaineen aukkoja pienemmät partikkelit läpäisevät sen. (Aittomäki ym. 2002, 185; Lydersen ym. 1994, 121; Pihkala 2011, 56.)

Käyttötarkoituksen mukaan suodatus voi olla joko jatkuvatoiminen tai jaksoittain toimiva prosessi. Suodatettua nestettä tai kaasua kutsutaan suodokseksi tai permeaatiksi, suodattimen pidättämää kiinteää materiaalia suoduskakuksi tai retentaatiksi. (Aittomäki ym. 2002, 185; Pihkala 2011, 56.)

Suodatinväliaineen pinnalle muodostuu suodatinväliainetta läpäisemättömistä partikkeleista suoduskakku (kuva 1.). Partikkelien kasautuessa suodatinväliaineen pinnalle suoduskakun paksuus kasvaa. Suoduskakun kasvaessa suodatusnopeus laskee. Suoduskakku muodostaa suodosväliaineen pinnalle kerroksen, joka pidättää myös suodosväliaineen aukkoja pienempiä partikkeleita. Näin myös suoduskakku toimii suodatinväliaineena. (Aittomäki ym. 2002, 185; Pihkala 2011, 56; Ruthven 1997, 830–831.)



Kuva 1. Suoduskakun muodostuminen. (Ruthven 1997, 830.)

Suodatukseen vaikuttavia tekijöitä ovat käytettävä yli- tai alipaine, suoduskakun paksuus ja muut ominaisuudet, nestettä suodatettaessa nesteen viskositeetti ja lämpötila, suodatettavan nesteen tai kaasun kiintoainepitoisuus sekä kiintoaineen partikkelikoko ja käytetty suodatinväliaine. Joissain tapauksissa

kiintoaine voidaan myös ensin laskeuttaa säiliön pohjalle, valuttaa pois ja suorittaa tämän jälkeen itse suodatus. (Pihkala 2011, 56.)

Suodatettavan materiaalin kulkemiseksi suodatinmateriaalin läpi, tulee vallita paine-ero. Paine-ero voidaan synnyttää joko painovoiman, syöttöpumpun, imupumpun tai niiden yhdistelmän avulla. Yleisesti teollisuudessa käytettävissä suodattimissa käytetään yli- tai alipainetta. Käytettäessä yli- tai alipainetta voidaan käyttää pienempää laitteistoa, jolloin suodatusaika lyhenee. Suodoksen kirkkauden kannalta painesuodatus on tehokkaampi menetelmä kuin imusuodatus. Painovoimaista suodatusta voidaan käyttää mm. suurissa hiekkasuodattimissa tai yksinkertaisissa pienen mittakaavan laboratoriosuodatuksissa. (Aittomäki ym. 2002, 185; Pihkala 2011, 56.)

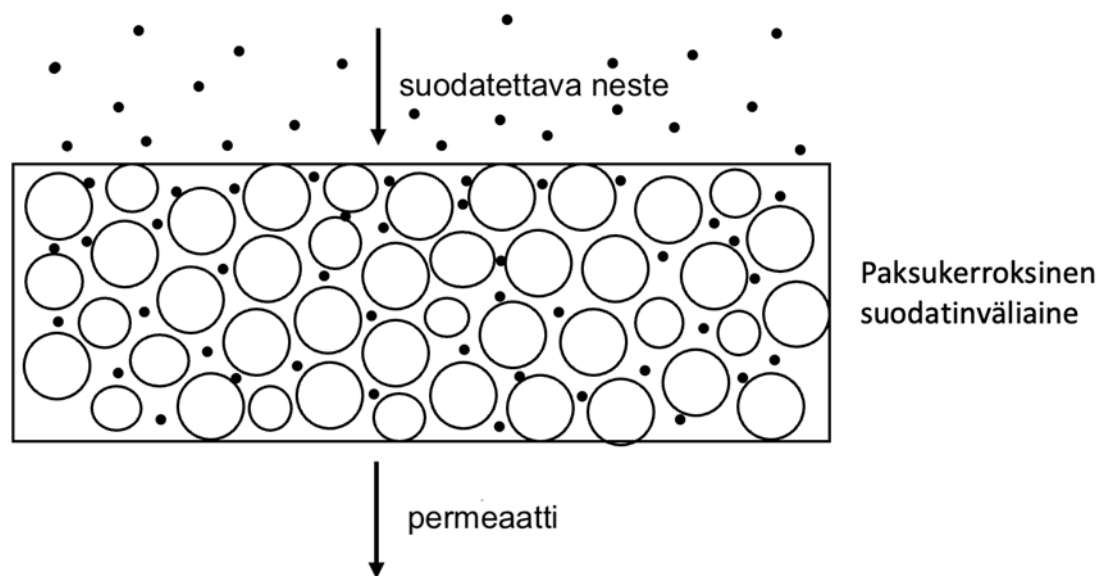
Suodatettavan materiaalin virtaus suodattimessa voi tapahtua suoraan kohti suodatinmateriaalia (eng. dead-end filtration), jolloin kyseessä on perinteinen suodatus. Tällöin suodatinväliaineeseen pidätyvät kiinteät partikkelit muodostavat sen päälle kiinteän kakun, suodoskakun. Virtaus voi kulkea myös väliainekerroksen suuntaisesti, jolloin kyseessä on tangentiaalivirtaussuodatus, eli crossflow -suodatus (eng. crossflow filtration tai tangential flow filtration eli TFF). (Aittomäki ym. 2002, 185; Lydersen ym. 1994, 93.)

Suodatinmateriaalina käytetään erilaisia puuvilla- tai keinokuitukankaita, selluloosaa, lasivillaa tai erilaisia lasivillakudoksia, lasisintteriä, hiekkaa, piimaata tai siitä valmistettuja suodatinlevyjä, synteettisiä kuituja, keraamisia tai metallisia suodattimia. Suodatinväliaine voi olla jauhe, valettu huokoinen levy, paperi tai kudot. Suodatinväliainetta valittaessa tulee ottaa huomioon materiaalin kestävyys erilaisia kemiallisia vaikuttimia vastaan, lämpötilankestävyys, lujuus ja partikkelikoon asettamat vaatimukset. (Aittomäki ym. 2002, 186; Pihkala 2011, 56.)

Suodatuksessa voidaan käyttää ohutkerroksisia tai paksukerroksisia suodatinväliaineita. Ohutkerroksinen suodatinväliaine suodattaa absoluuttisesti, koska suodatin pidättää kaikki huokoskokoa suuremmat partikkelit. Absoluuttisessa suodatuksessa suodatin on geometrisesti säännöllinen

huokoinen matriisi, esimerkiksi kalvosuodatin, joka pidättää suodatettavat partikkelit seulontamekanismilla. Ohutkerroksiin suodatinväliaineisiin lukeutuu suodatinkangas, suodatinpaperi ja viira. Ohutkerroksista suodatinväliainetta käytettäessä suodatinväliaineen aukkoja suuremmat partikkelit kasautuvat suodatinväliaineen pinnalle muodostaen suodoskakun. (Fuglesang ym. n.d.; Pihkala 2011, 56.)

Nominaalisessa suodatuksessa suodattimen huokoskoko on suhteellinen. Yleisin nominaalinen suodatin on syvyysuodatin. Syväsuodatuksessa kiinteiden partikkelien erotus nesteestä tapahtuu suodatusväliaineen sisällä. Hiukkasten kerrostuessa syvyysuodattimessa, sen pidätyskyky kasvaa, tosin samaan aikaan virtausvastus ja paine-ero kasvaa. Syväsuodatuksessa käytettävässä paksukerroksisessa suodatinväliaineessa suodatinväliaineen aukot ovat suodatettavia partikkeleita isommat, jolloin partikkelit kulkeutuvat syvemmälle suodatinväliaineeseen (kuva 2.). Lopulta partikkelit pysähtyvät suodatinväliaineen verkkomaiseen rakenteeseen. Paksukerroksisen suodatinväliaineen etuna on partikkelien tasainen jakautuminen suodatinväliaineeseen, jolloin suodatin ei tukkeudu, eikä suodattimen pinnalle muodostu suodoskakkua. Paksukerroksiset suodatinväliaineet voidaan useimmiten myös pestä vastavirtapesulla. (Fuglesang ym. n.d.; Pihkala 2011, 56; Ruthven 1997, 831.)



Kuva 2. Paksukerroksinen suodatinväliaine. (Ruthven 1997, 831.)

Suodatusnopeus on yhtä kuin suodatettavan nesteen määrä, joka aikayksikössä läpäisee yhden neliömetrin kokoisen suodinkerroksen (kaava 1.). (Pihkala 2011, 56.)

$$s = \frac{V}{At}$$

s = suodatusnopeus

A = suodatuspinta – ala

t = suodatusaika

Kaava 1. Suodatusnopeus (Pihkala 2011, 56).

Suodatusnopeuteen vaikuttavia tekijöitä ovat käytetty ali- tai ylipaine, virtausvastus, jonka väliaine aiheuttaa, suodatettavien partikkelien koko ja suodatettavan nesteen viskositeetti sekä lämpötila. Lämpötilan noustessa nesteen viskositeetti pienenee, jolloin suodatusnopeus kasvaa.

Suodatinväliaineen eri puolilla vallitseva paine-ero on suoraan verrannollinen suodatusnopeuteen. Mitä suurempi vallitseva paine-ero on, sitä suurempi on

myös suodatusnopeus. Paine-eroa enemmän suodatusnopeuteen vaikuttaa kuitenkin suodostakun ja suodatinväliaineen aiheuttama virtausvastus. Mitä suuremmaksi virtausvastus kasvaa suodostakun kasvaessa, sitä pienempi on suodatusnopeus. (Lydersen ym. 1994, 95; Pihkala 2011, 56.)

3.2 Piimaasuodatus

Piimaata on käytetty suodatuksessa apuaineena 1800-luvun lopulta lähtien (kuva 3.). Piimaa on piilevien kuoresta peräisin oleva maalaji, jota käytetään teollisuudessa mm. suodatuksessa, jätevesien puhdistuksessa ja lääkkeiden perusmassana. (Grainger 2016, 117; Yle 2010.)



Kuva 3. Piimaalevysuodatin.

Piimaa sisältää suurimmaksi osaksi amorfista piioksidia, jonka pitkäaikainen hengittäminen aiheuttaa muutoksia keuhkoihin. Haitallisempaa on kuitenkin piimaan pienemmissä pitoisuuksissa sisältämä kiteinen kvartsipöly. Kiteinen piioksidi eli kvartsipöly aiheuttaa silikoosia, eli kivipölykeuhkosairautta. Kehittyäkseen silikoosi vaatii yleensä yli 10 vuoden altistumisen kiteiselle piioksidille. (Työterveyslaitos n.d.; U.S. Department of Health & Human Services 2011.)

Mikäli suodatettava neste sisältää vain vähän kiintoainepartikkeleita tai se sisältää limamaisia aineita, jotka suodatinväliaineeseen tunkeutuessaan tukkisivat, voidaan suodatuksen apuna käyttää suotoapuaineita, johon limamaiset partikkelit tarttuvat. Suodatinväliaineen pinta voidaan päällystää suotoapuaineella tai se voidaan sekoittaa suodatettavaan nesteeseen. Suotoapuaineena käytetään yleensä jauhemaista perliittiä tai piimaata, riittävä määrä on 0,1–0,5 % suodatettavan nesteen kiintoainepitoisuudesta. (Pihkala 2011, 56; Ruthven 1997, 836–837.)

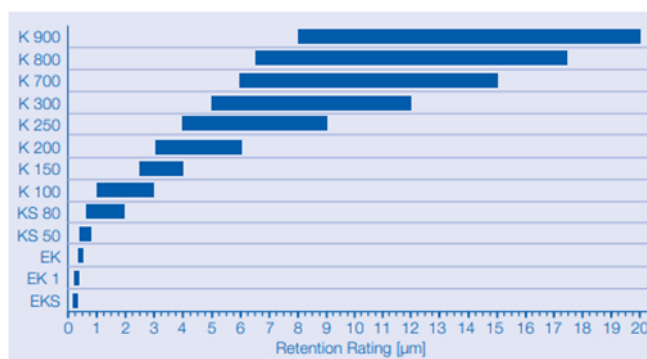
3.3 Levysuodatus

Levysuodatus on yleisesti käytössä oleva menetelmä sen teknisen helppouden, edullisten kustannuksien ja luotettavuuden takia (kuva 4.). Suodatinväliaineena käytettävät suodatinlevyt valmistetaan selluloosasta, johon on voitu lisätä piimaata, perliittiä, polyeteenikuituja tai kationihartseja. Levyjä valmistetaan useilla eri huokoisuuksilla, jolloin levyjä voidaan käyttää kiillotuksesta täydelliseen sterilointiin tarpeen mukaan (kuva 5.). Selluloosan vuoksi suodatinlevyjen läpi on pumpattava runsaasti vettä ennen varsinaisen tuotteen suodattamista, jotta itse tuotteeseen ei tartu levyistä paperista makua. Suodattimesta ulos tulevan veden hajua ja makua seurataan aistinvaraisesti, jolloin suodatus voidaan aloittaa, kun haitallisia makuja tai hajuja ei enää havaita. (Grainger 2016, 119–120; Saarela ym. 2010, 224–225.)



Kuva 4. Levysuodatin

Relative Retention Rating¹



¹ Effective removal performance of filter sheets is dependent on process conditions.

Kuva 5. Levysuodattimen Pall -suodatinlevyjen suodatusasteet. (Pernod Ricard Finland Oy n.d)

Suodatettaessa seurataan suodatuspainetta suodattimessa olevan painemittarin avulla. Suodatuspaine tulee pitää alle 2 bar:in. Mikäli paine nousee liian korkeaksi, on riskinä levyjen tukkeutuminen tai jopa hajoaminen. (Saarela ym. 2010, 224–225.)

Levysuodatuksessa on kuitenkin useita ongelmia. Levysuodattimen kokoaminen vie runsaasti aikaa, levyjen tukkeutuessa käytössä suodattimen vaihto- ja puhdistuskustannukset ovat korkeat ja suodattimen tiiviys on riippuvainen käyttäjästä ja laitteen huollosta, jolloin vuodon mahdollisuus on suurempi. Tämä johtaa suurempaan hävikkiin. Levysuodatin on avoin systeemi, mikä altistaa suodatettavan nesteen saastumiselle. (Grainger 2016, 120; Pall Corporation 2023.)

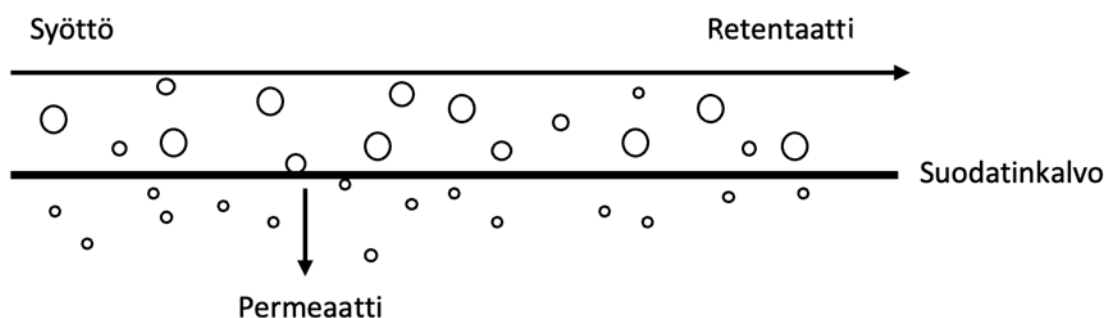
3.4 Crossflow -suodatus

Crossflow -suodatus on laajalti käytetty menetelmä nestemäisten elintarvikkeiden, kuten viinin, mineraaliveden, tuoremehujen ja oluen suodatuksen tehokkuutensa ja taloudellisuutensa ansiosta (kuva 6.). Suodatusmoduuleita on olemassa erilaisia aina mikrosuoduksesta käänteiseen osmoosiin. (Sartorius Separation Engineering GmbH 1996, 1.)



Kuva 6. Crossflow -suodatusjärjestelmä Sartoflow 2000-24 / HA.

Crossflow -suodatus perustuu suodatettavan nesteen virtaukseen korkealla virtausnopeudella suodatinväliaineen suuntaisesti, jolloin suodatinväliaineen pinnalle muuten muodostuva suodaskakku huuhtoutuu suodatettavan nesteen mukana pois suodattimesta ja suodattimen pinta pysyy puhtaana (kuva 7.). Osa retentaatin sisältämistä kiintoainepartikkeleista kuitenkin absorboituu suodatinmateriaaliin ja muodostaa ohuen kiintoainekerroksen suodatinväliaineen pintaan. Suodatinväliaineena crossflow -suodattimissa käytetään yleisimmin synteettisiä polymeerivalmisteita. (Aittomäki ym. 2002, 185–186; Lydersen ym. 1994, 93.)



Kuva 7. Tangentiaalinen virtaus crossflow -suodatuksessa. (Lydersen ym. 1994, 122.)

Suodatettava neste pumpataan kierrätys­säiliöstä rinnakkaisista suodatinkoteloista koostuvan suodatinyksikön läpi. Nestevirta jakautuu useaan pienempään virtaukseen, jotka kulkeutuvat kahdesta vastakkaisesta suodatinpinnasta muodostuvien moduulien retentaattikanavien läpi. Retentaattikanavien ja suodoskanavien välisen paine-eron vuoksi osa tuotevirtauksista kulkeutuu suodattimen kalvon läpi. Tämä suodos virtaa moduulista ulos tyhjennyskanavien kautta varastosäiliöön. Suodattamaton neste virtaa takaisin kierrätys­säiliöön tai paluuvirtauspumppuun ja sieltä edelleen kierto­on moduulijärjestelmän läpi. Suodattumattomat ainesosat konsentroituvat. Suodattimessa tarvittava paine saadaan aikaan syöttöpumpulla tai retentaattipuolen kuristusventtiilin avulla. (Aittomäki ym. 2002, 185; Sartorius Separation Engineering GmbH 1996, 3.)

3.5 Syväsuodatus

Syväsuodatuksessa yhdistyy kolme suodatusmekanismia, pintasuodatus, syvyys­suodatus ja adsorptio (kuva 8.) (kuva 9.). Syväsuodattimia käytetään suurten kiintoainepartikkeleiden poistoon. Syväsuodattimilla ei ole tarkasti määriteltyä huokoskokoa tai rakennetta, joten se suodattaa hiukkasia, jotka ovat suurempia kuin suodattimen aukot sekä pidättää kiintoainepartikkeleita adsorption tai sähkövarauksen avulla. Suodattuvien partikkelien kokoon

vaikuttaa virtausnopeus, lämpötila, paine ja suodatettavan tuotteen viskositeetti.
(Australian Wine Research Institute 2023; Pall 2013.)



Kuva 8. Syväsuodatin.



Kuva 9. Testausmittakaavan syväsuodatin.

Syväsuodatuksen etu levysuodattimeen verrattuna on nopeus ja helppous. Suodatinmoduulit ovat suljetussa järjestelmässä, jolloin vältetään perinteiseen levysuodatuksen liittyvät ongelmat, kuten vuodot, homeen muodostuminen ja arkkien vahingoittuminen. Syväsuodattimen käyttökustannukset ovat levysuodattimen käyttökustannuksia alhaisemmat. Syväsuodatin on valmistettu selluloosasta, piimaasta ja perliitistä, lisäksi on voitu käyttää muita kuituja. Selluloosa ja piimaa ovat molemmat polaarisia materiaaleja, joihin viinin polaariset väri- ja fenolimolekyylit sitoutuvat aiheuttaen jonkin verran värin menetystä. (Australian Wine Research Institute 2023; Pall 2013.)

4 Tutkimusmenetelmät

Työssä koesuodatettiin alkoholijuomia syväsuodattimella, pilottimittakaavan yhden moduulin syväsuodattimella sekä crossflow -suodattimella.

Koesuodatuksista määritettiin sameus ennen suodatusta sekä suodatuksen jälkeen. Osalle koesuodatuksista tehtiin myös aistinvarainen arvio sekä määritettiin suodatettavuusindeksi. Tuotannon aikataulutuksen takia kaikkia tuotteita ei päästy koesuodattamaan useammalla eri menetelmällä, joten suodatusmenetelmän sopivuutta kyseiselle tuotteelle analysoitiin sameuden ja aistinvaraisen arvioinnin perusteella.

Kaikissa suodatuksissa käytettiin Pall:in moduulisuodattimia ja suodatinlevyjä (taulukko 1.). Suodatusasteet perustuvat valmistajien toimittamiin tietoihin sekä kuvaan 5.

Taulukko 1. Pall -suodattimien nominaaliset suodatusasteet.

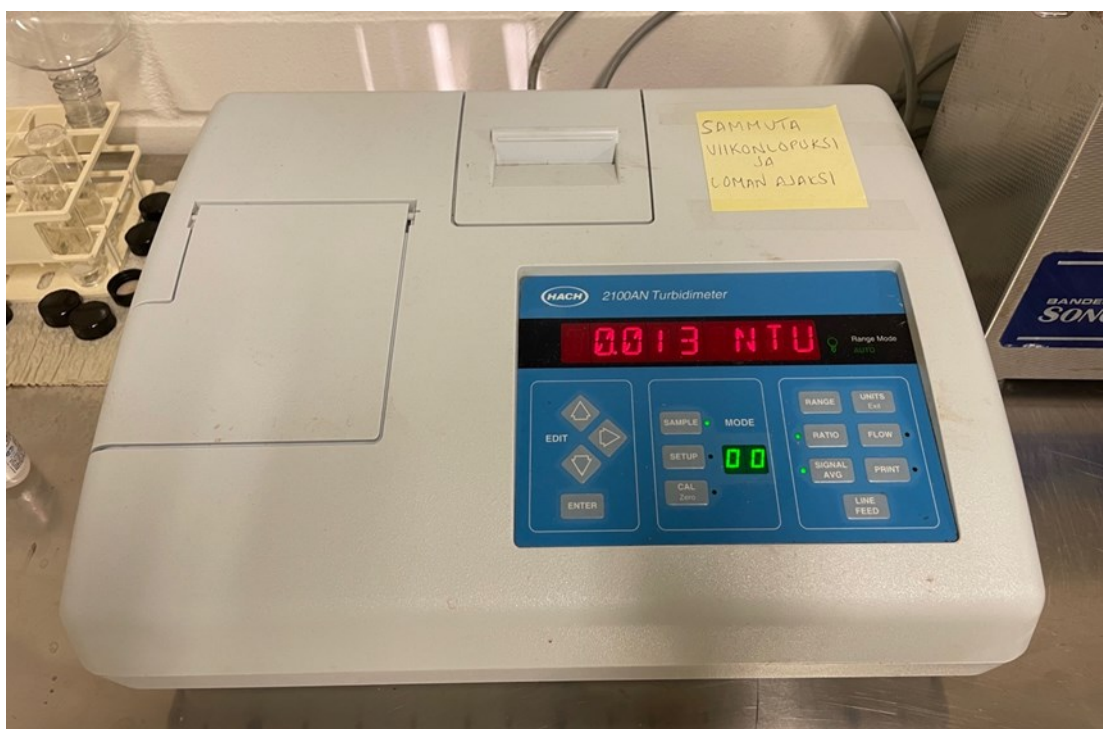
| | |
|---|------------|
| moduulisuodatin 1. | 0,5–0,8 µm |
| moduulisuodatin 2. | 0,5–0,8 µm |
| moduulisuodatin 3. | 0,3–0,5 µm |
| moduulisuodatin 4. | 2,5–4 µm |
| suodatinlevy 1. | 0,8–2 µm |
| suodatinlevy 2. | 4–9 µm |
| Crossflow -suodatin, absoluuttinen suodatusaste | 0,2 µm |

Valmistaja on ilmoittanut moduulisuodattimen 2. vastaavan suodatinlevyä 3., moduulisuodattimen 3. vastaavan suodatinlevyä 4. ja moduulisuodattimen 4.

vastaavan suodatinlevyä 5. Moduulisuodatin 1. vastaa suodatusteholtaan moduulisuodatinta 2 (Pernod Ricard Finland Oy n.d).

4.1 Sameuden määrittäminen

Turbidimetriset määrittäykset suoritettiin HACH 2100AN Turbidimeter -laitteella (kuva 10.).



Kuva 10. Turbidimetrisen mittaukseen käytettävä HACH 2100AN Turbidimeter.

Nesteen sameutta tutkitaan turbidimetrisellä määrittäyksellä. Mitä suurempi nesteeseen suspensoituneiden hiukkasten määrä on, sitä likaisemmalta eli sameammalta neste näyttää. Nesteeseen liukenemattomat partikkelit vaimentavat säteilyä ja levittävät sitä epätasaisesti kaikkiin suuntiin. Sameus voidaan määrittää mittaamalla näytteestä siroavan, heijastuvan tai absorptiosta johtuvaa nesteen läpäisseen valon voimakkuuden vähenemistä. Nesteen läpäisseen valon voimakkuuteen vaikuttaa mm. liukenemattomien partikkelien koko ja pitoisuus. (SFS ISO 7027-1:2016, 7; Penttilä 2004, 71–72.)

Turbidimetrisen määrittelyn yksikkö on NTU (nephelometric turbidity unit). Mitä suurempi hajavalon voimakkuus on, sitä sameampi näyte on. (United States Environmental Protection Agency 1993.)

4.2 Aistinvarainen arviointi

Aistinvaraisessa arvioinnissa näytteen aistittavia ominaisuuksia mitataan ihmisen aistein. Aistinvaraista arviointia käytetään teollisuudessa, kaupan alalla ja valvonnassa mm. laaduntarkkailuun, virheiden arviointiin, tuotekehitykseen ja vesijohtoveden laadun seurantaan. (Ritvanen 2021, 6–7.)

Yleisesti käytössä oleva aistinvaraisen arvioinnin menetelmä on kolmitesti. Kolmitestissä kullakin arvioijalla on kolme näytettä, joista kaksi on samanlaista ja yksi poikkeava. Arvioijan tulee löytää poikkeava näyte. (Tuorila ym. 2016; 74.)

Osalle suodatetuista tuotteista suoritettiin aistinvarainen arviointi, jotta saatiin selville mahdollinen maun, tuoksun tai värin muuttuminen suodatusmenetelmän vaihtuessa. Aistinvarainen arviointi suoritettiin vertaamalla suodattamatonta ja suodatettua tuotetta keskenään. Osalle suodatetuista tuotteista suoritettiin myös kolmitesti, jotta saatiin selville vaikuttaako suodatusmenetelmän vaihto tuotteen makuun, tuoksuun tai väriin.

4.3 Suodatettavuusindeksi

Suodatettavuusindeksi (eng. FI, filterability index) kertoo ajan, jonka kuluttua suodatinmateriaali tukkeutuu. Suodatettavuusindeksin määrittämiseksi yksi litra viiniä tai muuta nestettä johdetaan kalvosuodattimen läpi, jonka huokoskoko on 0,45 µm, vakiopaineella (yleensä 2 bar) mitta-astiaan. Suodattimena voidaan käyttää myös saman huokoskoon omaavaa suodatinta, kuin tuotannossakin on käytössä. Ajan mittaamiseen käytetään sekuntikelloa. Jokaisella 30 sekunnin jaksolla suodatetun viinin tilavuus otetaan ylös. Suodatettavuusindeksi lasketaan 30–90 sekunnin välillä sekä 120–180 sekunnin välillä saadun

tilavuuden suhteena (kaava 2.) (taulukko 2.). Jos suodatettava tuote tukkii suodattimen tänä aikana, merkitään suodatetun tuotteen tilavuus ylös. Jos tilavuus on alle 200 ml, on suodatettavuus huono. (Australian Wine Research Institute 2023; Bowyer ym. n.d.)

$$FI = \frac{\text{Suodatettu tilavuus aikaväliltä 30 – 90 sekuntia}}{\text{Suodatettu tilavuus aikaväliltä 120 – 180 sekuntia}}$$

FI = filterability index

Kaava 2. Suodatettavuusindeksi (Australian Wine Research Institute 2023).

Taulukko 2. Suodatettavuusindeksin tulkinta (Australian Wine Research Institute 2023).

| FI-suhde | Tulkinta |
|----------|-------------|
| 1,0–1,5 | Hyvä |
| 1,5–2,0 | Kohtalainen |
| >2,0 | Huono |

Vaihtoehtoinen menetelmä määrittää suodatettavuusindeksi, on mitata aika, joka kuluu kahden eri tilavuuden, esim. 200 ml ja 400 ml, suodatukseen (kaava 3.). Mikäli suodatettavuusindeksi on alle 20, soveltuu tuote suodatukseen. Jos suodatettavuusindeksi on 2:1, eli FI=0, on suodatettavuus erinomainen. Yleensä 400 ml suodattamiseen kuluu kuitenkin yli kaksinkertainen aika kuin 200 ml suodattamiseen. (Australian Wine Research Institute 2023; Bowyer ym. n.d.)

$$FI = x - 2 \cdot y$$

x = aika sekunteina, joka kului 400 ml suodatukseen

y = aika sekunteina, joka kului 200 ml suodatukseen

Kaava 3. Vaihtoehtoinen tapa määrittää suodatettavuusindeksi (Australian Wine Research Institute 2023).

Laskentamenetelmistä saadut tulokset eivät ole keskenään vertailukelpoisia erilaisen laskentatavan vuoksi. (Australian Wine Research Institute 2023.)

Suodatettavuusindeksi määritettiin suodatuksen jälkeen osalle tuotteista, jotta vältettäisiin pullotuksessa käytettävän kalvosuodattimen tukkeutuminen.

Suodatettavuusindeksin määrittämisessä käytettiin kaavan 3. laskentatapaa.

Kalvosuodattimena käytettiin huokoskooltaan 0,65 µm suodatinta.

5 Tulokset

8.11.2022 koesuodatettiin perusviiniä 1., 12 %, syväsuodattimella (taulukko 3.). Viini esikäsiteltiin separoimalla. Suodatus keskeytettiin korkean sameuden vuoksi (taulukko 4.). Tuote on suodatettu aiemmin crossflow -suodatuksella.

Taulukko 3. Koeajon parametrit, perusviini 1.

| | |
|--------------------------------|--------------------|
| Määrä | 20 000 l |
| Määrä separoinnin jälkeen | 19 600 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 1. |

Taulukko 4. Sameusmäärittelyn tulokset, perusviini 1.

| | |
|---------------|----------|
| Suodattamaton | 57,7 NTU |
| Suodatettu | 39,6 NTU |

16.11.2022 koesuodatettiin perusviiniä 2., 12 %, syväsuodattimella ja crossflow -suodattimella (taulukko 5.). Viini esikäsiteltiin separoimalla. Tuote jäi sameaksi syväsuodattimen jäljiltä, crossflow -suodattimella tuote saatiin kirkkaaksi (taulukko 6.). Tuote on suodatettu aiemmin crossflow -suodatuksella.

Taulukko 5. Koeajon parametrit, perusviini 2.

| | |
|--------------------------------|--------------------|
| Määrä | 8 900 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 1. |

Taulukko 6. Sameusmäärittelyn tulokset, perusviini 2.

| | |
|---|---------|
| Suodattamaton | 5,3 NTU |
| Suodatettu, syväsuodatus, näyte suodatuksen alusta | 3,7 NTU |
| Suodatettu, syväsuodatus, näyte suodatuksen lopusta | 4,1 NTU |
| Suodatettu, crossflow | 0,1 NTU |

Aistinvaraisessa arvioinnissa arvioitiin syväsuodatetun perusviinin 2. olevan hedelmäisemmän makuinen kuin crossflow -suodatettu.

23.11.2022 koesuodatettiin perusviiniä 3., 12 %, testimittakaavan syväsuodattimella (taulukko 7.) (taulukko 8.). Tuotetta on aiemmin suodatettu crossflow -suodatuksella.

Taulukko 7. Koeajon parametrit, perusviini 3.

| | |
|--------------------------------|--------------------|
| Määrä | 4 100 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 3. |

Taulukko 8. sameusmäärittelyn tulokset, perusviini 3.

| | |
|---------------|----------|
| Suodattamaton | 15,7 NTU |
| Suodatettu | 12,7 NTU |

25.1.2023 koesuodatettiin siideriä 1., 8 %, crossflow -suodattimella (taulukko 9.) (taulukko 10.). Tuote on suodatettu aiemmin syväsuodatuksella moduulisuodattimella 2.

Taulukko 9. Koeajon parametrit, siideri 1.

| | |
|---------------------------|----------|
| Määrä | 19 000 l |
| Määrä suodatuksen jälkeen | 18 400 l |

Taulukko 10. Sameusmäärittelyn tulokset, siideri 1.

| | |
|---------------------------------|---------|
| Suodattamaton | 0,6 NTU |
| Suodatettu, suodatuksen alussa | 0,3 NTU |
| Suodatettu, suodatuksen lopussa | 0,3 NTU |

Tuotteesta määritettiin myös suodatettavuusindeksi (taulukko 11.). Tuotteen runsaan kuohumisen vuoksi suodatettavuusindeksiä ei saatu määritettyä suodattamattomasta ja suodatuksen lopulla otetuista näytteistä. Tuotteen suodatettavuusindeksiksi saatiin 3.

Taulukko 11. Suodatettavuusindeksin määrittäminen, siideri 1.

| | 200 ml:n suodatukseen kulunut aika, s | 400 ml:n suodatukseen kulunut aika, s |
|-----------------------|--|--|
| Suodattamaton | - | - |
| Suodatettu, n. 5000 l | 17 | 37 |
| Suodatettu, koko erä | - | - |

2.2.2023 koesuodatettiin likööriä 1., 15 %, testimittakaavan syväsuodattimella (taulukko 12.) (taulukko 13.). Suodatuksessa käytettiin hidasta suodatusnopeutta 1500 l/h, jotta tuote viipyisi suodattimessa pidempään ja näin saataisiin parempi suodatustulos. Tuote on aiemmin suodatettu levysuodattimella suodatuslevyillä 1. ja 2. Myös syväsuodatinta on testattu moduulisuodattimella 2., mutta ajosta ei ollut saatavilla sameusmäärittämisen tuloksia.

Taulukko 12. Koeajon parametrit, likööri 1.

| | |
|--------------------------------|--------------------|
| Määrä | 5 300 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 4. |
| Suodatusnopeus | 1 500 l/h |

Taulukko 13. Sameusmäärityksen tulokset, likööri 1.

| | |
|---------------------------------|---------|
| Suodattamaton | 0,3 NTU |
| Suodatettu, suodatuksen alussa | 0,3 NTU |
| Suodatettu, suodatuksen lopussa | 0,4 NTU |

7.3.2023 koesuodatettiin punssia, 26 %, testimittakaavan syväsuodattimella (taulukko 14.) (taulukko 15.). Tuote on suodatettu aiemmin levysuodattimella suodatinlevyillä 1., kuten tässäkin tapauksessa loppuerä suodatettiin.

Syväsuodatuksen alussa ei saatu aikaan tasaista virtausta ja painetta. Lopulta virtaus saatiin n. 1400 l/ h ja paine-ero oli 0,1 bar.

Taulukko 14. Koeajon parametrit, punssi.

| | |
|--------------------------------|--------------------|
| Määrä | 4 000 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 4. |

Taulukko 15. Sameusmäärityksen tulokset, punssi.

| | |
|----------------------|---------|
| Suodattamaton | 0,4 NTU |
| Suodatettu n. 1200 l | 0,2 NTU |
| Suodatettu n. 2400 l | 0,3 NTU |
| Suodatettu 4000 l | 0,3 NTU |

14.3.2023 tuotteelle suoritettiin kolmitesti. Arvioinnissa yhdeksän henkilöä arvioi kukin kaksi näytesarjaa, eli testissä arvioitiin yhteensä kahdeksantoista

näytesarjaa (taulukko 16.). Kolmitestin tuloksen tilastollinen luotettavuus tarkistettiin taulukosta (taulukko 17.).

Taulukko 16. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, punssi.

| | |
|--------------------|----|
| Oikeita vastauksia | 4 |
| Vääriä vastauksia | 14 |

Taulukko 17. Kolmitestin tulosten merkitsevyysrajat, oikeiden vastausten minimilukumäärä merkitsevyystasoilla 0,05, 0,01 ja 0,001. (Tuorila ym. 2016; Liite 1.).

| Kolmitesti arviointien lukumäärä | Merkitsevyystaso 0,05 | Merkitsevyystaso 0,01 | Merkitsevyystaso 0,001 |
|---|----------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|
| 15 | 9 | 10 | 12 |
| 16 | 9 | 11 | 12 |
| 17 | 10 | 11 | 13 |
| 18 | 10 | 12 | 13 |
| 19 | 11 | 12 | 14 |
| 20 | 11 | 13 | 14 |
| 21 | 12 | 13 | 15 |

Jos oikeiden vastausten lukumäärä jää alhaisemmaksi kuin taulukossa ilmoitettu minimilukumäärä, ei tulos ole tilastollisesti merkitsevä. Jos merkitsevyystasoksi saadaan 0,05, on odotettavissa että 95 % kuluttajista huomaa tuotteen mausta, tuoksusta tai väristä tuotteelle tehdyt

prosessimuutokset, jos merkitsevyystasoksi saadaan 0,01 on määrä vastaavasti 99 % ja mikäli merkitsevyystasoksi saadaan 0,001 on määrä 99,9 %.

Koska oikeiden vastausten lukumäärä oli vähemmän kuin taulukon mukaiset vähimmäismäärät, ei tulos ole tilastollisesti merkitsevä. On siis epätodennäköistä, että kuluttaja huomaa tuotteessa suodatukseen liittyviä prosessimuutoksia.

9.3.2023 koesuodatettiin katkeroa, 21 %, testimittakaavan syväsuodattimella (taulukko 18.) (taulukko 19.). Tuote on suodatettu aiemmin levysuodattimella suodatinlevyillä 1., kuten tässäkin tapauksessa loppuerä suodatettiin.

Taulukko 18. Koeajon parametrit, katkero.

| | |
|--------------------------------|--------------------|
| Määrä | 4 000 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 4. |

Taulukko 19. Sameusmäärittelyn tulokset, katkero.

| | |
|----------------------|---------|
| Suodattamaton | 2,5 NTU |
| Suodatettu n. 1200 l | 1,1 NTU |
| Suodatettu n. 2200 l | 1,0 NTU |
| Suodatettu n. 3200 l | 1,9 NTU |

Sameuden määrittely tuotteesta oli haastavaa tuotteen alhaisen lämpötilan vuoksi. Viimeinen määrittely poikkeaa aiempien määrittelyjen tuloksista todennäköisesti näytteen alhaisemman lämpötilan vuoksi.

Tuotteelle suoritettiin 16.3.2023 kolmitesti. Arvioinnissa kymmenen henkilöä arvioi kukin kaksi näytesarjaa, eli testissä arvioitiin yhteensä kaksikymmentä näytesarjaa (taulukko 20.). Kolmitestin tuloksen tilastollinen luotettavuus tarkistettiin taulukosta (taulukko 17.).

Taulukko 20. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, katkero.

| | |
|--------------------|----|
| Oikeita vastauksia | 5 |
| Vääriä vastauksia | 15 |

Koska oikeiden vastausten lukumäärä oli vähemmän kuin taulukon mukaiset vähimmäismäärät, ei tulos ole tilastollisesti merkitsevä. On siis epätodennäköistä, että kuluttaja huomaa tuotteessa suodatukseen liittyviä prosessimuutoksia.

27.3.2023 koesuodatettiin siideriä 2., 8 %, syväsuodattimella ja crossflow -suodattimella (taulukko 21.) (taulukko 22.). Tuote on suodatettu aiemmin syväsuodattimella moduulisuodattimella 2.

Taulukko 21. Koeajon parametrit, siideri 2.

| | |
|--------------------------------|--------------------|
| Määrä, syväsuodatin | 5 000 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 2. |
| Määrä, crossflow | 6 000 l |

Taulukko 22. Sameusmäärittelyn tulokset, siideri 2.

| | |
|---|---------|
| Suodattamaton | 1,0 NTU |
| Suodatettu n. 2000 l, syväsuodatin | 0,2 NTU |
| Suodatettu n. 4700 l, syväsuodatin | 0,2 NTU |
| Suodatettu 5000 l, syväsuodatin, näyte säiliöstä | 0,2 NTU |
| Suodatettu n. 3000 l, crossflow | 0,6 NTU |
| Suodatettu 6000 l, crossflow | 0,2 NTU |

Crossflow -suodattimella suodatetusta n. 3000 litran kohdalla otettu näyte kupli runsaasti, minkä vuoksi sameuden määrittely epäonnistui.

Tuotteelle suoritettiin 30.3.2023 kolmitesti. Arvioinnissa yhdeksän henkilöä arvioi kukin kaksi näytestarjaa, eli testissä arvioitiin yhteensä kahdeksantoista näytestarjaa (taulukko 23.). Kolmitestin tuloksen tilastollinen luotettavuus tarkistettiin taulukosta (taulukko 17.).

Taulukko 23. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, siideri 2.

| | |
|--------------------|----|
| Oikeita vastauksia | 4 |
| Vääriä vastauksia | 14 |

Koska oikeiden vastausten lukumäärä oli vähemmän kuin taulukon mukaiset vähimmäismäärät, ei tulos ole tilastollisesti merkitsevä. On siis

epätodennäköistä, että kuluttaja huomaa tuotteessa suodatuksen liittyviä prosessimuutoksia.

29.3.2023 koesuodatettiin likööriä 2., 20 %, testimittakaavan syväsuodattimella ja levysuodattimella (taulukko 24.) (taulukko 25.). Tuote on suodatettu aiemmin levysuodattimella suodatinlevyillä 1.

Taulukko 24. Koeajon parametrit, likööri 2.

| | |
|--------------------------------------|--------------------|
| Määrä, testimittakaavan syväsuodatin | 2 100 l |
| Suodatuksessa käytetty moduuli | moduulisuodatin 4. |
| Määrä, levysuodatin | 9 700 l |
| Suodatuksessa käytetty suodatinlevy | suodatinlevy 1. |

Taulukko 25. Sameusmäärittelyn tulokset, likööri 2.

| | |
|--------------------------|---------|
| Suodattamaton | 0,7 NTU |
| Suodatettu, näyte alusta | 0,6 NTU |
| Suodatettu n. 1300 l | 0,6 NTU |
| Suodatettu n. 2100 l | 0,6 NTU |
| Suodatettu, levysuodatin | 0,6 NTU |

Tuotteelle suoritettiin 4.4.2023 kolmitesti. Arvioinnissa yhdeksän henkilöä arvioi kukin kaksi näytesarjaa, eli testissä arvioitiin yhteensä kahdeksantoista näytesarjaa (taulukko 26.). Kolmitestin tuloksen tilastollinen luotettavuus tarkistettiin taulukosta (taulukko 17.).

Taulukko 26. Kolmitestin tulokset ja merkitsevyystaso, likööri 2.

| | |
|--------------------|---|
| Oikeita vastauksia | 9 |
| Vääriä vastauksia | 9 |

Koska oikeiden vastausten lukumäärä oli vähemmän kuin taulukon mukaiset vähimmäismäärät, ei tulos ole tilastollisesti merkitsevä. On siis epätodennäköistä, että kuluttaja huomaa tuotteessa suodatukseen liittyviä prosessimuutoksia.

6 Tulosten tarkastelu ja johtopäätökset

Suodatuksella halutaan tuotteen mikrobiologisen turvallisuuden ja kirkkaan ulkonäön lisäksi välttää pullotuksessa käytetyn kalvosuodattimen tukkeutuminen alle 15 % alkoholia sisältävissä tuotteissa. Alun perin tarkoituksena oli korvata käytössä olevat piimaa- ja levysuodatusjärjestelmät vähemmän työllistävällä, taloudellisemmalla ja työturvallisuutta edistävällä syväsuodatusmenetelmällä.

Piimaa- ja levysuodattimien korvaamista syväsuodattimella oli testattu Pernod Ricard Finland Oy:ssä jo kahden vuoden ajan ennen tämän opinnäytetyön aloittamista. Opinnäytetyön alussa koesuodatuksia tehtiin syväsuodattimella. Syväsuodattimella ei kuitenkaan päästy yhtä hyviin tuloksiin kuin piimaa- ja levysuodattimilla, joten työn edetessä siirryttiin testaamaan tuotteiden sopivuutta crossflow -suodatukseseen, jotta mahdolliselle uudelle crossflow -suodattimelle saataisiin mahdollisimman korkea käyttöaste. Kaikkien tuotteiden syväsuodattimeen siirtymisen sijaan Pernod Ricard Finland Oy investoi mahdollisesti tulevaisuudessa uuteen crossflow -suodattimeen mietojen tuotteiden suodatuksen osalta ja väkevien tuotteiden osalta vastavirtaan pestäviin syväsuodattimiin.

Testiajojen myötä todettiin, ettei syväsuodatin sovellu sameammille tuotteille ainoaksi suodattimeksi ennen pullotussuodatinta. Syväsuodattimen suodatuskyky perustuu verkkomaiseen rakenteeseen, adsorptioon ja sähkövaraukseen. Suodattimen rakenteen ja toimintamekanismin vuoksi osa pienimmistä hiukkasista ei pidäty suodattimeen. Syväsuodattimella suodatettuna tuotteen mikrobiologinen laatu on hyvä, mutta sameammissa tuotteissa sameus jää liian korkeaksi, jotta tuote voitaisiin suodattaa pullotussuodattimella sen tukkeutumatta.

Testiajoissa todettiin, ettei perusviinit sovellu syväsuodattimella suodatettaviksi, koska syväsuodatin ei poista sameutta riittävästi ja tuotteet jäivät huomattavan sameiksi. Separointi sopi esikäsittelynä perusviineille nopeuttaen prosessia, mutta suodatustulos jäi silti syväsuodattimella huonoksi. Separointi aiheuttaa

myös vähemmän hävikkiä kuin laskeuttaminen. Myös syväsuodatus toimisi perusviineille esikäsittelynä ennen varsinaista suodatusta, mutta tällöin suodatusprosessi hidastuisi.

Testimittakaavan syväsuodattimella suodatettiin liköörejä 1. ja 2., punssia sekä katkeroa onnistuneesti. Tuotteiden sameus ei lähtötilanteessakaan ollut korkea, joten moduulisuodatin 4. toimi näiden tuotteiden kohdalla halutusti. Kaikkien yllä mainittujen tuotteiden kohdalla koesuodatuksissa päästiin hyvin lähelle levysuodattimella saatuja tuloksia. Punssille, katkerolle ja liköörille 2. suoritettiin myös kolmitestit. Testipanelistit eivät erottaneet syväsuodatettua tuotetta levysuodatetusta tuotteesta punssin ja katkeron kohdalla. Kolmitestien tulos ei ollut tilastollisesti merkitsevä (Tuorila ym. 2016; Liite 1.). Liköörin 2. kohdalla puolet testipanelisteista erotti syväsuodatetun ja levysuodatetun tuotteen toisistaan, mutta oikeita vastauksia ei tässäkään kolmitestissä ollut riittävästi, jotta tulos olisi tilastollisesti merkitsevä.

Crossflow -suodattimella suoritettiin testiajot siidereille 1 ja 2. Tuotteet on suodatettu aiemmin syväsuodattimella. Tuotteet eivät ole lähtötilanteessakaan sameita, joten syväsuodatin on toiminut tuotteiden suodatuksessa hyvin. Myös crossflow -suodatuksella päästiin hyviin tuloksiin. Poiketen ennako-
odotuksista, crossflow -suodatus ei vienyt siideristä 2. väriä. Siiderille 2. suoritettiin myös kolmitesti. Testipanelistit eivät erottaneet crossflow -suodatettua tuotetta syväsuodatetusta tuotteesta. Kolmitestin tulos ei ollut tilastollisesti merkitsevä (Tuorila ym. 2016; Liite 1.).

Testiajojen perusteella crossflow -suodatin toimii hyvin useimpien tuotteiden kohdalla. Crossflow -suodatus on erittäin tehokas menetelmä sameuden poistamiseen, mutta se saattaa kuitenkin osasta tuotteista viedä makua ja väriä. Myös hävikki on hieman suurempaa crossflow -suodattimella suodatettaessa kuin syväsuodattimella suodatettaessa. Lisäksi crossflow -suodatin on huomattavasti syväsuodatinta tai levysuodatinta kalliimpi investointi.

Haasteita testiajojen suorittamiseen aiheutti jatkuva tuotanto, joka esti järjestelmällisen testiaikataulun luomisen ja saman tuotteen testiajon

useampaan kertaan. Tästä syystä testauksessa ei ollut mahdollista tuottaa vertailunäytteitä ja testauksen luotettavuus on osittain epäselvää. Osa tuotteista voitiin suodattaa testiajon lisäksi aiemmin käytössä olleella menetelmällä, jolloin voitiin verrata tuotteiden sameutta sekä järjestää kolmitesti ja arvioida suodatusten eroa aistinvaraisesti. Tarkempi vertailu vaatisi kuitenkin järjestelmällisempiä testiajoja.

Lähteet

Aittomäki, E.; Eerikäinen, T.; Leisola, M.; Ojamo, H.; Suominen, I. & Weymarn, N. 2002. Bioprosessitekniikka. Helsinki: WSOY.

Australian Wine Research Institute. 2023. Filtration – physical removal of microorganisms. Viitattu 1.2.2023.
https://www.awri.com.au/industry_support/winemaking_resources/storage-and-packaging/pre-packaging-preparation/filtration-physical-removal-of-microorganisms/

Bowyer, P.; Edwards, G.; Eyre, A. n.d. NTU vs wine filterability index – what does it mean for you? Viitattu 1.2.2023. <https://bhftechnologies.com.au/ntu-vs-wine-filterability-index-what-does-it-mean-for-you/>

Fuglesang, K.; Zoecklein, B. n.d. Filtration. Viitattu 20.2.2023.
https://www.apps.fst.vt.edu/extension/enology/downloads/wm_issues/Winery%20Filtration.pdf

Grainger, K.; Tattersall, H. 2016. Wine Production and Quality. E-kirja palvelussa Pro Quest Ebook Central. John Wiley & Sons, Incorporated. Vaatii kirjautumisen palveluun. Viitattu 31.1.2023.
<https://ebookcentral.proquest.com/lib/turkuamk-ebooks/reader.action?docID=4306430>

Juomavinkki. n.d. Pernod Ricard Finland – Monipuolisen juomakulttuurin edistäjä. Viitattu 1.2.2023. <https://www.juomavinkki.fi/fi/pernod-ricard-finland-monipuolisen-juomakulttuurin-edistaja>

Lydersen, B.; D'elia, N.; Nelson, K. 1994. Bioprocess engineering: systems, equipment and facilities. Canada: John Wiley & Sons, Inc.

Pall Corporation. 2023. Why is polishing filtration needed? Viitattu 31.1.2023.
<https://www.pall.com/en/food-beverage/cider/polish-filtration.html>

Pall Corporation. 2013. SUPRApak™ Depth Filter Modules – Depth filtration goes edge flow. Viitattu 31.1.2023. <https://www.pall.com/content/dam/pall/food-beverage/literature-library/non-gated/FBSUPRAPAKEN.pdf>

Pihkala, P. 2011. Prosessitekniikka. Helsinki: Opetushallitus.

Penttilä, I. 2004. Kliiniset Laboratoriotutkimukset. Porvoo: WS Bookwell Oy.

Pernod Ricard Finland. n.d. Yritysesittely. Viitattu 20.2.2023.

<http://195.10.163.148/pernod-ricard/yritysesittely/>

Pernod Ricard. 2021. Pernod Ricard Finland. Viitattu 1.2.2023.

<https://www.pernod-ricard.com/fi/locations/finland>

Ritvanen, T. 2021. Aistinvaraisen arvioinnin perusteita. Ruokavirasto. Viitattu 30.1.2023.

https://www.ruokavirasto.fi/globalassets/laboratoriopalvelut/ruokaviraston-hyvaksymat-laboratoriot/laba-2021-materiaalit/ritvanen_workshop-3_aistiarvioinnin-perusteita.pdf

Ruthven, D. 1997. Encyclopedia of separation technology. Canada: John Wiley & Sons, Inc.

Saarela, A-M.; Hyvönen, P.; Määttä, S. & Wright, A. 2010.

Elintarvikeprosessit. 3., uudistettu painos. Kuopio: Savonia-ammattikorkeakoulu.

Sartorius Separation Engineering GmbH. 1996. Crossflow-suodatusjärjestelmän Sartoflow 2000-24 / HA käyttöohje 9.4.1997.

SFS ISO 7027-1:2016:en. Water quality. Determination of turbidity. Part 1: Quantative methods. Helsinki: Suomen standardisoimisliitto SFS ry.

Tuorila, H.; Appelbye, U. 2016. Elintarvikkeiden aistinvaraiset tutkimusmenetelmät. Turenki: Hansaprint Oy.

Työterveyslaitos n.d. Silikoosi eli kivipölykeuhkosairaus. Viitattu 31.1.2023.

<https://www.ttl.fi/teemat/tyoterveys/ammattitaudit/silikoosi-eli-kivipolykeuhkosairaus>

United States Enviromental Protection Agency 1993. Method 180.1:

Determination of Turbidity by Nephelometry. Viitattu 30.1.2023.

https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-08/documents/method_180-1_1993.pdf

U.S. Derpartment of Health & Human Services 2011. Amorphous silica. The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). Viitattu

31.1.2023. <https://www.cdc.gov/niosh/pel88/68855-54.html>

Yle 2010. Pielavedellä tutkitaan piimaaesiintymää. Yle Savo 30.9.2010. Viitattu 31.1.2023. <https://yle.fi/a/3-564108>