



Mikko Maaranen

Uuden NIT-analysaattorin käytettävyys tehdasympäristössä

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Bio- ja kemiantekniikka

Insinöörityö

7.5.2021

Tiivistelmä

Tekijä:	Mikko Maaranen
Otsikko:	Uuden NIT-analysaattorin käytettävyys tehdasympäristössä
Sivumäärä:	25 sivua + 1 liite
Aika:	7.5.2023
Tutkinto:	Insinööri (AMK)
Tutkinto-ohjelma:	Bio- ja kemiantekniikka
Ammatillinen pääaine:	Bio- ja elintarviketekniikka
Ohjaajat:	Lehtori Pia-Tuulia Laine Elintarviketurvallisuusvastaava Jenni Malkki

Toimeksiantajayrityksen tehtaalla valmistetaan sulatejuustoja, ja osana prosessin valvontaa tehtaalla laboratoriossa tehdään koostumusanalyyskejä (rasva ja kuiva-aine) NIT-analysaattorilla. Työn tavoitteena oli selvittää uuden NIT-analysaattorin käytettävyys tehdasympäristössä sekä kalibrointimallin soveltuvuus.

Sulatejuustonäytteitä analysoitiin kolmen viikon aikana yhteensä 439 kpl, 34:stä eri tuotteesta. Jokainen näyte analysoitiin vanhalla ja uudella analysaattorilla, ja tuloksista tarkkailtiin, eroavatko analysaattorien antamat tulokset mahdollisesti toisistaan. Analysaattorien tuloksia vertailtiin myös yrityksen aluelaboratoriossa standardimenetelmällä analysoitujen vertailunäytteiden tuloksiin.

Ennen kalibroinnin ennustemallien muokkausta analysaattorien välisissä kuiva-ainepitoisuustuloksissa esiintyi huomattava määrä ylityksiä hyväksytystä erosta. Ennustemallien muokkauksen jälkeen ylitysten määrä laski huomattavasti. Rasvapitoisuustuloksissa esiintyi vain yksittäisiä ylityksiä. Analysaattorien tulokset eivät eronneet tilastollisesti merkitsevästi standardimenetelmällä saaduista tuloksista.

Työssä saadun kokemuksen perusteella uusi analysaattori soveltuu tehdaskäyttöön. Analysaattorin suuremmalle kalibroinnille ei ole tarvetta, joten laitteen käyttöönotto on helpompaa ja nopeampaa. Kaikkia tuotteita ei kuitenkaan voida analysoida samalla ennustemallilla, vaan jotkin tuoteryhmät tulee eriyttää kuiva-aineen tai rasvan osalta

Avainsanat: NIT-analysaattori, NIR-spektroskopia, IR-spektroskopia

Abstract

Author: Mikko Maaranen
Title: Usability of the New Nit Analyzer in a Factory Environment
Number of Pages: 25 pages + 1 appendix
Date: 7 May 2023

Degree: Bachelor of Engineering
Degree Programme: Biotechnology and Chemical Engineering
Professional Major: Biotechnology and Food Engineering
Supervisors: Pia-Tuulia Laine, Senior Lecturer
Jenni Malkki, Food Safety Manager

In the client company's factory, processed cheese is manufactured, and as part of the process control, composition analyses (fat and dry matter) are performed at the factory laboratory using an NIT analyzer. The aim of the thesis was to investigate the usability of a new NIT analyzer in a factory environment, as well as the suitability of the calibration model.

A total of 439 samples of processed cheese from 34 different products were analyzed over a period of three weeks. Each sample was analyzed using both the old and the new analyzer, and the results were monitored to determine if there were any differences between the results provided by the two analyzers. Analytical results were also compared to reference sample results analyzed with the standard method in the company's regional laboratory.

Before the modification of calibration models, the dry matter content results between the analyzers exhibited a considerable number of cases where the dry matter content exceeded the accepted limit. After the modification of the prediction models, the number of deviations decreased significantly. The fat content showed only occasional exceedances in the results. The results of the analyzers did not differ statistically significantly from the results obtained by the standard method.

On the basis of the experience gained in the thesis, the new analyzer is suitable for factory use. There is no need for a larger calibration of the analyzer, which makes it easier and faster to put the device into use. Not all products can be analyzed with same predictive model, and some product categories need to be differentiated for dry matter or fat.

Keywords: NIT-analyzer, NIT-spectroscopy, IR-spectroscopy

Sisällys

Lyhenteet

1	Johdanto	1
2	Infrapuna-spektroskopia	1
2.1	Lähi-infrapuna-spektroskopia	2
2.2	NIR-analysaattorin kalibrointi	3
2.3	ANN-kalibrointimalli	4
2.4	Kalibrointinäytteiden valinta	4
2.5	Vertailuanalyysit	5
3	Laadunvarmistus laboratoriossa	5
3.1	Laboratorion akkreditointi	5
3.2	Standardi ISO 17025:2017	6
3.3	Analyttisten menetelmien validointi	6
3.4	Epävarmuuden kvantifointi ja kalibrointi	7
3.5	Näytteenotto	7
4	Materiaalit ja menetelmät	8
4.1	Sulatejuusto	8
4.2	Sulatejuustonäytteen analysointi	10
4.3	NIT-menetelmän tulostason varmistaminen	11
4.4	NIT-analysaattori	11
4.5	Sulatejuustonäytteet	12
4.6	Tulosten käsittely	13
5	Tulokset ja niiden tarkastelu	13
5.1	Sulatejuustojen kuiva-ainepitoisuudet	14
5.2	Sulatejuustojen rasvapitoisuudet	15
5.3	Vertailunäytteet	16
5.4	T-testi	20
6	Yhteenveto	22
	Lähteet	24

Liitteet

Liite 1: Analysaattorien välisten kuiva-ainepitoisuusylitysten määrä tuotteittain

Liite 1 (2): Analysaattorien välisten rasvapitoisuusylitysten määrä tuotteittain

Lyhenteet

ANN	an Artificial Neural Network. Keinotekoisiiin neuroverkkoihin perustuva kalibrointimalli.
IR	InfraRed. Infrapuna
MLR	Moninkertainen lineaarinen regressio
NIR	Near InfraRed. Lähi-infrapuna
NIT	Near Infrared Transmission. Lähi-infrapunatransmissio
PLS	Pienimmän neliösumman regressio

1 Johdanto

Elintarvikkeiden koostumusanalyysija, kuten rasva, kuiva-aine ja proteiini, tehdään raaka-aineiden valvonnassa, prosessin valvonnassa tai lopputuotteen laadunvalvonnassa. Prosessissa olevien tuotteiden tarkastaminen mahdollistaa välittömän tuotteen säätämisen minimaalisilla tuotantopysähdyksillä.

Toimeksiantajayrityksen tehtaalla valmistetaan sulatejuustoja. Osana prosessin valvontaa tehtaan laboratoriossa tehdään koostumusanalyysija prosessinohjausnäytteille lähi-infrapunatransmissio-analysaattorilla (NIT). Prosessinohjausnäytteellä tarkoitetaan sulatejuuston keittovaiheessa otettua sulatejuustonäytettä, josta mitataan kuiva-aine- ja rasvapitoisuus. Tämän insinööriyön tavoitteena oli selvittää uuden NIT-analysaattorin käytettävyyttä tehdasympäristössä sulatejuustonäytteiden analysoinnissa.

Lähi-infrapunatransmissiospektroskopian eli NIT-spektroskopian (Near Infrared Transmittance) perusperiaate on, että valo kulkee analysoitavan aineen läpi 1 200–1 800 nm:n alueella ja kemiallisten komponenttien komponentit absorboivat energiaa. Valo ei taivu, kun se kulkee näytteen läpi. [1.] NIT-spektroskopiaa käytetään nestemäisten näytteiden analysoimiseen. Sillä voidaan myös analysoida kiinteitä näytteitä, mutta yleensä vain 700–1 100 nm:n alueella. Tällä aallonpituusalueella absorptiokaistat ovat korkeampia ja erittäin heikkoja, jolloin säteily pääsee kulkemaan kiinteän näytteen läpi. [2, s. 415–416.]

2 Infrapuna-spektroskopia

Infrapunaspektroskopiaa eli IR-spektroskopiaa (InfraRed) käytetään aineiden tunnistamiseen ja molekyylien rakenteiden selvittämiseen. Kaikilla näytteillä on ominainen IR-spektri, joka saadaan tunnistettua vertailemalla näytteen spektriä referenssispektreihin. IR-spektrin luonteenomaiset piirteet määräytyvät molekyylin rakenteen mukaan ja spektristä nähdään, mitä atomeja ja atomiryhmiä

näyte sisältää sekä minkälaiset sidokset niitä yhdistävät. IR-spektrissä esiintyvien absorptioiden taajuuksiin ja intensiteetteihin vaikuttavat tutkittavan aineen isomeria, olomuoto, lämpötila ja muut ulkoiset tekijät. Näiden muuttuvien tekijöiden vuoksi aineen tunnistaminen saattaa hankaloitua, koska aineen spektrit voivat olla hieman erilaisia. [3, s. 90.]

2.1 Lähi-infrapuna-spektroskopia

Lähi-infrapunaspektroskopian eli NIR-spektroskopian (Near InfraRed) toiminta perustuu elektromagneettiseen säteilyyn. Se mittaa valon absorptiota valon aallonpituuden funktiona näkyvän valon ja infrapunavalon välisellä alueella, joka on noin 800–2 500 nm. Sähkömagneettisen säteilyn suuntautuessa näytteeseen sen kantama energia aiheuttaa erilaisia vuorovaikutuksia näytteen kemiallisissa sidoksissa, kuten yläsäveliä molekyylien värähtelyssä. Sidosten ylisävyt absorboivat energiaa niillä aallonpituuksilla, jotka ovat ominaisia niiden rakenteelle. Tietyille kemiallisille komponenteille voi olla vaikeaa määrittellä ominaisuuksia, koska yläsäveliä voi mennä päällekkäin yhden spektrin sisällä. Näitä päällekkäisiä yläsäveliä voidaan tarkastella NIR-kalibroinnin avulla. NIR-laitteiston kalibroimiseen voidaan käyttää kalibrointinäytteitä sekä erilaisia vertailuanalyysimenetelmiä. NIR-analyysissa eri aallonpituuksille eroteltu valo suunnataan näytteeseen, josta se heijastuu tai kulkee läpi. [4.]

Lähi-infrapunaheijastusmittaukset (Near Infrared Reflectance) on pääasiassa tarkoitettu kiinteille ja puolikiinteille näytteille. Heijastusmittauksissa valo suunnataan näytteeseen, josta sitä heijastuu eri määriä riippuen näytteen ominaisuuksista. Kiinteät ja puolikiinteät näytteet heijastavat hajaheijastuksessa eli kaikissa kulmissa tasaisesti. Hajaheijastuneen valon keräämiseen ja havaitsemiseen käytetään yleensä instrumentteja, joissa on kaksi periaatetta näytteen valaisemiseksi ja heijastuneen valon keräämiseksi. [5, s. 2.]

NIR-spektroskopiaa ja sen kehittymistä maitotuotteiden analysoimisessa on tutkittu vuosien saatossa monen eri tutkijan toimesta. Ensimmäisen kerran NIR-spektroskopiaa käytettiin juustojen analysoimisessa vuonna 1982 Frankin ja

Birthin tutkimuksessa, jossa määritettiin rasva, proteiini ja kosteuspitoisuus 30:stä eri juustolajikkeen näytteestä. Koostumusta mitattiin raastetuista ja pakastekuivatusta näytteistä ja kalibrointiin käytettiin moninkertaista lineaarista regressiota (MLR) kolmella aallonpituudella. Pakastekuivatusta näytteistä saatiin parempia tuloksia. [6, s.10.]

Frankhuizen ja Van der Veen (1985) käyttivät NIR-analyysia eri hollantilaisten juustojen (Edam, Gouda ja sulatejuusto) rasva-, proteiini- ja kosteuspitoisuuksien määrittämiseen. Juustonäytteet raastettiin ja analysoitiin 19 eri aallonpituudella käyttäen MLR-kalibrointia. Tuloksista pääteltiin, että parempia tuloksia saadaan, kun analysaattori kalibroidaan tietyllä tavalla jokaiselle juustolajikkeelle. [6, s. 10–11.]

Rodriguez-Otero ja Hermida (1996) käyttivät onnistuneesti lähi-infrapunaheijastusspektroskopiaa fermentoidun maidon rasva-, proteiini- ja kokonaiskiintoainepitoisuuden määrittämiseen. Vuonna 1997 Rodriguez-Otero ja Hermida analysoivat näytteitä lähi-infrapunatransfleksanssi-spektroskopiolla ja tällä menetelmällä saatiin parempia tuloksia. NIR-analyysin tarkkuutta ja toistettavuutta on tutkittu laajasti. Angelino (1996), Osborne ja Fearn (1983) sekä Valdes ja Summers (1986) raportoivat, että NIR-analyysilla on saatu vertailukelpoisia tai parempia tuloksia kuin vertailumenetelmillä. [6, s.11–12.]

2.2 NIR-analysaattorin kalibrointi

NIR-analysaattori kalibroidaan ennen käyttöä tai otetaan käyttöön esikalibroituina. NIR-analysaattoreissa käytetään erilaisia kalibrointijärjestelmiä, joten kalibroinnille ei ole määritetty erityistä menettelyä. Kalibroinnin suorittamiseen voidaan käyttää erilaisia tekniikoita, kuten moninkertainen lineaarinen regressio (MLR), pienimmän neliösumman regressio (PLS) tai keinotekoiset neuroverkot (ANN). MLR:llä ja PLS:llä tarvitaan vähintään 120 kalibrointinäytettä karkeiden kalibrointien saamiseksi. ANN-kalibrointiin tarvitaan huomattavasti suurempi määrä näytteitä, koska se sisältää monia määritettäviä parametreja. [5, s. 3.]

2.3 ANN-kalibrointimalli

An Artificial Neural Network eli ANN on kalibrointimalli, joka perustuu ihmisen aivojen hermorakenteeseen. ANN:n suurin etu muihin kalibrointimenetelmiin verrattuna on, että sillä voidaan kattaa suuri valikoima parametreja. Esimerkiksi juustoja analysoitaessa voidaan käyttää samaa kalibrointia eri tuoteryhmille, sen sijaan että vaihdettaisiin toiseen kalibrointiin. ANN:n avulla säästetään aikaa, vähennetään käyttäjävirheiden riskiä sekä minimoidaan validointiaika, mikä näkyy kustannussäästöinä. [7.]

Uuden NIR-analysaattorin ANN-kalibroinnin ennustemallien luomisessa on käytetty näytteitä ympäri maailmaa. Valtaosa näytteistä on kerätty Euroopan unionin ja Pohjois-Amerikan alueilta, mutta kalibrointiin on sisälletty myös näytteitä mm. Etelä-Amerikasta ja Itä-Euroopasta. Rasvan ja kuiva-aineen kalibrointimallien luomiseen on käytetty yli 50 000 näytettä.

2.4 Kalibrointinäytteiden valinta

NIR-analysaattorin kalibrointiin käytettäviä näytteitä tulisi olla vähintään 120 kpl. Kalibroinnissa käytettävät näytteet ja kalibrointitapa vaikuttavat kalibrointimallien tarkkuuteen ja kestävyYTEEN. Ensimmäinen kalibroinnin vaihe on sovelluksen määrittely, kuten näytetyypit ja pitoisuusalueet. Kalibrointinäytteitä valittaessa täytyy ottaa huomioon tärkeimmät kalibroinnin tarkkuuteen vaikuttavat tekijät, joita ovat

- suurten ja pienempien näytekomponenttien yhdistelmät ja koostumusalueet
- näytteiden käsittelytekniikat- ja olosuhteet
- kausiluontaiset, maantieteelliset ja geneettiset vaikutukset maidon koostumukseen ja muihin raaka-aineisiin
- juustojen kypsytysvaiheet
- varastointi ja varastointiolosuhteet
- näytteiden ja analysaattorin lämpötilat. [5, s. 3–4.]

2.5 Vertailuanalyysit

Vertailuanalyysien määrittämiseen käytetään kansainvälisesti hyväksytyjä vertailumenetelmiä. Poikkeamien arvioinnin tueksi suoritetaan toistettuja analyysieja itsenäisissä sarjoissa (eri analyttikot, eri laitteet jne.). Kaikki suuret vaihtelut mittausolosuhteissa, kuten lämpötila, otetaan huomion kalibroitimalliin. NIR-analyysit ja vertailuanalyysit tehdään samalle näytteelle, jotta vältetään näytteenoton epävarmuuteen liittyvät vaikutukset. Näyte jaetaan NIR-analyysieja ja vertailuanalyysieja varten, jotka suoritetaan mahdollisimman pienellä viiveellä. [5, s. 4–5.]

3 Laadunvarmistus laboratoriossa

Elintarvikkeita valmistavien yritysten on varmistettava, että kuluttajille tarjotaan terveellisiä, turvallisia ja oikein merkittyjä tuotteita. Elintarvikkeiden terveellisyys, ulkonäkö ja hinta ovat kuluttajien hyväksyntää edistäviä tekijöitä. Elintarviketurvallisuus varmistetaan riskien huolellisella seurannalla ja hallinnalla tuotantoketjun kaikissa vaiheissa sekä lopputuoteanalyysieilla. Asianmukaisesti varustetut ja akkreditoidut laboratoriot, riittävästi koulutettu henkilökunta sekä nopeat ja luotettavat analyysimenetelmät ovat keskeisiä tekijöitä tuotteiden laadun ja turvallisuuden saavuttamiseksi. [8, s. 184.]

Laadunvarmistusjärjestelmä on elintärkeä luotettavien tulosten saamiseksi fyysisistä, kemiallisista ja mikrobiologisista analyysieista. Asianmukaisen laadunvarmistuksen avulla laboratorio dokumentoi niin, että sillä on riittävät tilat ja laitteet vaadittujen analyysien suorittamiseen ja että työ suoritetaan hallitusti validoituja menetelmiä noudattaen. [8, s. 184.]

3.1 Laboratorion akkreditointi

Laboratorioiden akkreditointi kansainvälisesti hyväksytyjen standardien (ISO 17025:2017) mukaisesti on edellytys analyysien varmistukseksi. Standardi ISO 17025:2017 koskee teknistä pätevyyttä, jota laboratoriot vaativat tiettyjen testien

ja kalibrointien suorittamiseen. Laboratorioille myönnetään akkreditointi tiettyjä toimintoja ja tiettyjä tuoteluokkia varten ulkoisen auditoinnin jälkeen. Auditointi sisältää tyypillisesti käytössä olevien analyttisten menettelyjen tarkastelun, laadunhallintajärjestelmän ja asiaankuuluvat dokumentit. Tutkimalla analyttiset menettelyt ne todetaan teknisesti tarkoituksenmukaisiksi ja validoituksi. [8, s. 185–186.]

3.2 Standardi ISO 17025:2017

Standardi ISO 17025:2017 on tarkoitettu laboratorioiden laadun, hallinnon ja teknisen toiminnan johtamisjärjestelmien kehittämiseen. Laboratorioiden asiakkaat, valvontaviranomaiset ja akkreditointielimet voivat käyttää sitä laboratorioiden pätevyyden vahvistamisessa ja tunnustamisessa. Standardia ei käytetä laboratorioiden sertifiointin perustana, eikä se myöskään kata laboratoriotöiden toimintaa koskevien säännösten ja turvallisuusvaatimusten noudattamista. [9.]

Standardilla määritellään yleiset vaatimukset pätevyydelle suorittaa testejä ja/tai kalibrointeja. Se kattaa testauksen ja kalibroinnin, joka suoritetaan standardimenetelmillä, ei-standardimenetelmillä ja laboratoriossa kehitetyillä menetelmillä. Standardi koskee kaikkia laboratorioita riippumatta henkilöstön määrästä tai testaus- ja kalibrointitoimien laajuudesta. [9.]

3.3 Analyttisten menetelmien validointi

Validoitujen menetelmien käyttö on olennainen osa hyvää laadunvarmistusjärjestelmää. Käytetyt menetelmät dokumentoidaan, laboratorion henkilökunta koulutetaan niiden käyttöön ja valvonta suunnitellaan siten, että menettelyt ovat tilastollisen valvonnan alaisia. [8, s.187.]

Analyttisten menetelmien ja mittausten validointi takaa analyysituloksien luotettavuuden. Itse kehitetyt menetelmät validoidaan ja kelpuutetaan ennen niiden käyttöä ja sertifioituja vertailumateriaaleja käytetään mahdollisuuksien mukaan

systemaattisen harhan määrittämiseen. Jos vertailumateriaaleja ei ole mahdollista käyttää, tuloksia verrataan muihin menetelmiin. Epävarmuuden määrittäminen on osa validointiprosessia, ja se on välttämätöntä jatkuvan laadunvarmistuksen kannalta. [8, s.187.]

3.4 Epävarmuuden kvantifointi ja kalibrointi

Ilman tietoa epävarmuudesta on mahdotonta arvioida, palveleeko mittaus aiotua tarkoitusta. ISO 17025:2017-standardi edellyttää, että mittausten epävarmuus arvioidaan ja sisällytetään testiraporttiin. Analyttisen menetelmän epävarmuutta arvioidaan vertaamalla sitä viitearvoon, joka määritetään sellaisen menetelmän avulla, jota sovelletaan oikein, ja sen tiedetään olevan vapaa merkittävästä harhasta. Menetelmän tuloksia voidaan myös verrata arvoihin, jotka on saatu käyttämällä sertifioituja vertailumateriaaleja. [8, s. 187.]

Kalibrointi on prosessi, jossa määritetään suhde mittausjärjestelmän tai -laitteiston osoittamien arvojen ja mittausstandardien avulla saatujen arvojen välillä. Yleisin tapa kalibroida on käyttää sertifioituja vertailumateriaaleja ja seurata mittausvastetta. Mikäli sertifioituja vertailumateriaaleja ei ole käytettävissä, valitaan tai valmistetaan ominaisuuksiltaan ja stabiiliisuudeltaan sopiva materiaali. [8, s. 188.]

3.5 Näytteenotto

Elintarvikeanalyysien merkittävimmät virheet syntyvät näytteenotossa. Näytteenoton virheitä ehkäistään parhaiten laatimalla näytteenottosuunnitelma, jossa kuvataan tarkasti näytteenottomenetelmät. Näytteenottomenetelmän kuvaus kertoo, miten näytteitä käsitellään ja varastoidaan, jotta näytteet säilyvät edustavina analyysihetkeen asti. Näytteenottomenetelmän valintaan vaikuttavat mm. seuraavat asiat:

- tutkimuksen tarkoitus
- tutkittavien yhdisteiden ominaisuudet

- näytteenottokohteen ominaisuudet
- mitä tietoja analysoitavasta ominaisuudesta tarvitaan
- käytetty analyysimenetelmä. [10, s. 19.]

Näyte merkitään siten, että se on tunnistettavissa. Merkinnöistä selviää mm. näytteenottoaikkapaikka ja ajankohta, näytteen tyyppi ja nimike sekä näytteenoton syy. Näyte pakataan siten, ettei se saastu eikä siinä tapahdu muutoksia kuljetuksen tai varastoinnin aikana. [10, s. 26–27.]

4 Materiaalit ja menetelmät

Uusi NIT-analysaattori oli tehtaan laboratoriossa kolmen viikon ajan koekäytössä. NIT-analyysit suoritettiin vanhalla ja uudella analysaattorilla, ja niiden tuloksia vertailtiin keskenään. Tulosten luotettavuuden lisäämiseksi yrityksen aluelaboratorioon lähetettiin vertailunäytteet, jotka analysoitiin standardimenetelmällä.

Ensimmäisellä viikolla kerättiin referenssituloksia uuden analysaattorin kalibroinnissa käytettävien ennustemallien muokkausta varten. Kalibroinnin ennustemallien muokkaus suoritettiin toisen testiviikon alussa. Toisen ja kolmannen viikon analyysituloksien ja käyttäjäkokemusten perusteella tehtiin johtopäätökset laitteen käytettävyydestä tehdaskäytössä sekä kalibroinnin soveltuvuudesta.

4.1 Sulatejuusto

Sulatejuusto on valmiste, joka valmistetaan sulattamalla ja emulgoimalla yhtä tai useampaa juustolajia. Emulgointiaineiden lisäksi valmistusaineina voidaan käyttää muita maitopohjaisia tuotteita, vettä sekä maustamiseen käytettäviä muita elintarvikkeita. Maustamiseen käytettävien elintarvikkeiden määrä kuiva-aineksi laskettuna saa olla enintään yksi kuudesosa lopputuotteen kuiva-ainepitoisuudesta. [11, § 6.]

Sulatejuustoa valmistetaan lisäämällä raaka-ainejuuston sekaan sulatesuoloja ja vettä. Energian avulla juuston pääkomponentit (kaseiiniproteiini, rasva ja

vesi) liukenevat toisiinsa muodostaen tasaisen sulatejuustoseoksen. [12, s. 2.] Sulatejuuston pääraaka-aineena käytetään kypsytettyjä juustoja. Raaka-ainejuuston koostumukseen ja rakenteeseen vaikuttavat sen valmistuksessa käytettävän maidon ominaisuudet. Maidon ominaisuuksiin vaikuttavat mm. maidon ikä, säilytys ja lämpökäsittely. Juuston rakenne ja maku muuttuvat juuston kypsyessä, kun mikro-organismit pilkkovat yksinkertaisia hiilenlähteitä pienemmiksi. Yksinkertaisia hiilenlähteitä ovat mm. laktoosi ja maitohappo. [12, s. 5.]

Sulatejuuston valmistuksessa käytettävän raaka-ainejuuston laatu ja ominaisuudet vaikuttavat suurelta osin valmiin tuotteen ulkonäköön, makuun, rakenteeseen, koostumukseen sekä säilyvyyteen. Raaka-ainetta valitessa täytyy ottaa huomioon raaka-aineen ikä ja tyyppi sekä sen mikrobiologiset ja fysikaaliset ominaisuudet. Kovat ja puolikovat juustot sopivat parhaiten sulatejuuston valmistukseen, koska niillä on suhteellisen korkea kuiva-ainepitoisuus ja suuri hajomaton kaseiinipitoisuus. Makua sulatejuustoihin saadaan pehmeistä juustoista sekä homejuustoista. [12, s. 7.]

Juustojen valmistuksessa käytetty vesi on sitoutunut kaseiiniin, joten sulatejuustojen valmistuksessa on käytettävä vettä. Vedellä saadaan aikaan dispersion ja emulsion muodostuminen, jonka lisäksi vettä tarvitaan sulatesuolojen liuotukseen. Valmistukseen käytettävä vesimäärä lasketaan raaka-aineiden ja lopputuotteen kuiva-ainepitoisuuksien avulla. Käytettävän raaka-ainejuuston ominaisuudet sekä valmistettava sulatejuustolaji vaikuttavat veden lisäystapaan. Vesilisäys voidaan tehdä kerralla tai pienissä erissä. [12, s.11.]

Korkean rasvapitoisuuden sulatejuustojen valmistuksessa lisätään valmistuksen aikana rasvaa (yleensä voita). Rasvan lisäyksellä kompensoidaan tuotteen kuiva-aineen rasvapitoisuuden alhaisuutta, joka johtuu sulatesuolojen tai vähärasvaisten ainesosien lisäämisestä. Lisäämällä rasvaa sulatejuustosta tulee myös rakenteeltaan pehmeämpi ja voimaisempi. Sulatejuustojen kuiva-aineen rasvapitoisuus vaihtelee 45–50 %. [12, s. 11–12.]

4.2 Sulatejuustonäytteen analysointi

Sulatejuuston valmistus tapahtuu panosprosessina siten, että tuotantopäivän aikana ladataan uusia panoksia katkeamattomana virtana. Prosessinohjauksessa käytetään apuna NIT-analysaattoria, jolla mitataan sulatejuustonäytteiden kuiva-aine- ja rasvapitoisuuksia. Tavoitteena on, että aistinvarainen laatu ja kemiallinen koostumus täyttävät laatusuunnitelmien tavoitearvot koko tuotantopäivän ajan.

Massanvalmistajat toimittavat sulatejuustonäytteen laboratorioon, jossa näyte laitetaan vesihautteeseen jäähtymään, kunnes se on huoneenlämpöinen. Jäähdytynyt näyte levitetään veitsen avulla petrimaljalle tasaiseksi kerrokseksi. Näytteen analysointi aloitetaan valitsemalla oikea tuotekanava NIT-analysaattorin ohjelmistosta ja lukemalla näytepussin viivakoodi. Tulokset ohjautuvat tehdasjärjestelmäsovellukselle automaattisesti oikealle näyte-erälle.

Sulatejuustonäytteet käsitellään aina samalla tavalla, ja niiden tulee olla homogeenisia. Homogeenisellä näytteellä tarkoitetaan näytettä, jonka koostumus ja ominaisuudet säilyvät koko prosessin ajan samana. Näytteen liian korkea lämpötila aiheuttaa höyrystymistä analysaattorin linssiin, minkä vuoksi analyysin tulokset voivat olla vääriä. Mikäli mittauksia suoritetaan ilman petrimaljan kantta, erityistä huomiota täytyy kiinnittää lämpötilaan.

Suuret poikkeamat tavoitearvoista voivat johtua esimerkiksi

- epähomogeenisestä näytteestä
- koostumukseltaan poikkeavasta raaka-aineesta
- väärästä tai puuttuvasta raaka-aineesta
- punnituslaitteiden virheestä
- juuston makuvirheestä.

4.3 NIT-menetelmän tulostason varmistaminen

Yrityksen aluelaboratoriossa analysoidaan prosessista tuotuja vertailunäytteitä standardimenetelmällä. Standardimenetelmällä analysoituja kuiva-aine- ja rasvapitoisuustuloksia verrataan tehtaan laboratoriossa NIT-menetelmällä saatuihin tuloksiin. Tulokset tallentuvat automaattisesti tehdasjärjestelmäsovellukselle, ja laskentakaavan avulla saadaan menetelmien välinen ero. Hyväksytty ero menetelmien välillä kuiva-ainepitoisuudessa on 1,0 % ja rasvapitoisuudessa 0,8 %.

Standardimenetelmänä rasvan määrittämisessä käytetään SBR-menetelmää. SBR-menetelmällä määritetään näytteen sisältämä kokonaislipidimäärä, eli kaikki rasvaliukoiset aineet. Menetelmässä näytteeseen lisätään suolahappoliuosta, jolla saadaan liotettua juuston proteiini. Rasvapallojen membraani hajotetaan etanolilla, minkä jälkeen rasva uutetaan näytteestä dietyylieetterin ja petroolieetterin avulla. Lopuksi liuottimet haihdutetaan ja rasvajäännös punnitaan. Rasvapitoisuus ilmoitetaan painoprosentteina sulatejuuston tuorepainosta. [13.]

Kuiva-aineen standardimenetelmä perustuu ISO 6734, IDF 15:2010-standardiin. Menetelmässä näyte sekoitetaan kvartsihiekkään ja näytteen sisältämä vesi haihdutetaan lämpölevyllä ja lämpökaapissa. Kuiva-ainepitoisuus on menetelmällä saatu kuivatun näytteen paino painoprosentteina tuorepainosta. [14.]

4.4 NIT-analysaattori

NIT-analysaattori sijoitetaan laboratorioon tai tuotantolinjaston läheisyyteen ja sillä tehdään koostumusanalyseja. Sekä uudella että vanhalla analysaattorilla voidaan mitata rasva -, kosteus-, proteiini-, kuiva-aine- ja suolapitoisuutta. Uudessa analysaattorissa on käytössä myös lähi-infrapunaheijastustekniikka, jonka avulla voidaan tehdä värianalyseja. Analyysin suorittaminen kestää alle 2 minuuttia (sisältäen näytteen valmistelun). Vanhassa analysaattorissa on käy-

tössä useampi kalibroinnin ennustemalli, joille jokainen tuote on eriytetty. Vanhassa analysaattorissa toimintoja ohjataan erilliseltä tietokoneelta, kun taas uudessa analysaattorissa on sisäänrakennettu tietokone ja kosketusnäyttö.

Näytteitä analysoidaan 5–30 asteen lämpötilassa. Optimaalisen suorituskyvyn saavuttamiseksi näytteen lämpötilan täytyy olla mahdollisimman lähellä ympäristön lämpötilaa. Ympäristön lämpötilaa korkeammassa tai alhaisemmassa lämpötilassa analysointi lisää riskiä kosteuden tiivistymisestä tai kosteuden haihtumisesta näytteestä. Näyteastia peitetään kannella, jotta vältetään kosteuden häviäminen ja höyryn kondensoituminen analysaattorin linssiin. Sulatejuustot ovat helppoiten analysoitavissa 90 x 15 mm:n polystyreenipetrimaljassa. Tiheiden ja hyvin heijastavien näytteiden analysoinnissa voidaan käyttää näyteastian petrimaljan kantta, jolloin säteilyn matkan pituus lyhenee.

4.5 Sulatejuustonäytteet

Sulatejuustonäytteitä kerättiin kaikilta tuotantolinjoilta, kaikista tuotantopäivän aikana ajetuista tuotteista. Näytteiden määrää ei vakioitu, vaan määrään vaikutti tuotannossa olevien tuotteiden määrä sekä tuotantolinjojen suorituskyky. Jos päivän aikana esiintyi paljon tuotantoa häiritseviä tekijöitä, kuten laiterikkoja, oli päivittäinen näytemäärä pienempi. Kaiken kaikkiaan kolmen viikon aikana analysoitiin 439 näytettä, 34:stä eri tuotteesta.

Massanvalmistajat keräsivät sulatejuustonäytteitä keittokattilasta vakuumipusseihin sen verran, että niiden jäähtyminen tapahtui mahdollisimman nopeasti. Kuuma näyte asetettiin laboratoriossa vesihautteeseen jäähtymään, kunnes se oli huoneenlämpöinen. Jäähtynyttä näytettä aseteltiin petrimaljalle n. 1 cm:n kerros, minkä jälkeen se analysoitiin uudella ja vanhalla analysaattorilla. Valmistettavat sulatejuustomassat ovat rakenteeltaan erilaisia, joten näytteitä kerättiin kaikista sulatejuustoista, joita kolmen viikon aikana valmistettiin. Näin selvitettiin, vaikuttiko massan rakenne uuden analysaattorin mittaamiin rasva- ja kuiva-ainepitoisuuksiin.

Ensimmäisen testiviikon tarkoituksena oli kerätä mahdollisimman paljon referenssituloksia uuden analysaattorin kalibroinnin ennustemallien muokkausta varten. Ensimmäisen viikon aikana sulatejuustonäytteitä analysoitiin kuudelta eri tuotantolinjalta, 25:stä eri tuotteesta yhteensä 160 kpl. Kalibroinnin ennustemallien muokkauksen jälkeen sulatejuustonäytteitä analysoitiin seuraavan kahden viikon aikana yhteensä 279 kpl, 27:stä eri tuotteesta. Näiden kahden viikon aikana lähetettiin yhteensä 24 vertailunäytettä (1 näyte/tuote) yrityksen aluelaboratorioon. Vertailunäytteitä säilytettiin jääkaapissa tuotantopäivän ajan, ja päivän päätteeksi näytteet pakattiin kylmälaukkuun ja luovutettiin kuljetusliikkeelle. Näytteet oli jo seuraavana päivänä vastaanotettu aluelaboratoriossa, jossa vertailunäytteet analysoitiin.

4.6 Tulosten käsittely

Tuloksista tarkkailtiin miten NIT-analysaattorien antamat tulokset eroavat toisistaan. Hyväksyttävänä erona käytettiin samoja arvoja kuin standardimenetelmän ja NIT-menetelmän hyväksytyä eroa eli 1,0 % kuiva-ainepitoisuudessa ja 0,8 % rasvapitoisuudessa. Standardimenetelmillä analysoitujen vertailunäytteiden tuloksia verrattiin molempien analysaattoreiden antamiin tuloksiin. Tuloksista laskettiin erotukset ja saaduille arvoille suoritettiin t-testi Excel-ohjelmistolla. T-testi on tilastollinen testi kahden ryhmän keskiarvojen erolle, ja sillä selvitetään eroavatko keskiarvot tilastollisesti merkitsevästi toisistaan.

5 Tulokset ja niiden tarkastelu

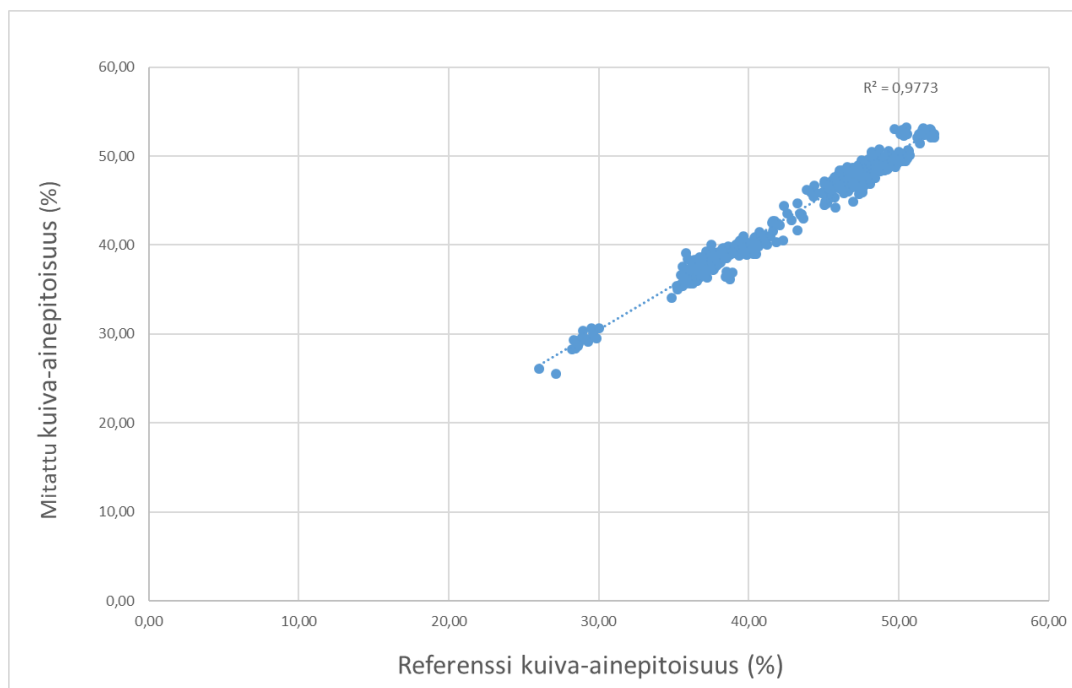
Sulatejuustonäytteistä mitattiin kuiva-aine- ja rasvapitoisuuksia kolmen viikon ajan molemmilla analysaattoreilla. Tuloksista seurattiin, oliko analysaattorien antamissa tuloksissa eroja.

5.1 Sulatejuustojen kuiva-ainepitoisuudet

Kuiva-ainepitoisuuksissa esiintyi kolmen viikon aikana yhteensä 146 ylitystä hyväksytystä analysaattorien välisestä erosta (1,0 %). Ensimmäisen viikon aikana ylityksiä esiintyi 23:ssa eri tuotteessa yhteensä 109 kpl.

Ennustemallien muokkauksen jälkeen ylityksiä esiintyi kahden viikon aikana yhteensä 37 kpl, 16:ssa eri tuotteessa. Analysaattorien välisten hyväksytyt eron ylitysten määrän väheneminen ennustemallien muokkaamisen jälkeen ei ole yllättävää. NIR-analyysit ovat materiaalikohtaisia, joten normaalisti eri materiaaleille tarvitaan erilainen kalibrointi. NIR-analyyseja kuitenkin käytetään meijeriteollisuudessa, koska suurin osa näytteistä on saman tyyppisiä. [7, s. 13]. Analysaattorien välisten kuiva-ainepitoisuus ylitysten määrä tuotteittain on esitetty liitteessä 1.

Kuvassa 1 on esitetty pistekaaviona sulatejuustonäytteistä mitatut kuiva-ainepitoisuudet koko kolmen viikon ajalta. Pistekaaviota käytetään vaihtelun ja kehityssuunnan kuvailuun sekä havaintoarvojen kuvailuun samanaikaisesti kahden ominaisuuden suhteen. Se kertoo kahden muuttujan riippuvuuden suunnan, voimakkuuden ja muodon. Jokainen havaintopari näkyy kuvassa omana pisteenään ja tuo näin esiin poikkeavat havainnot. Taulukon x-akselilla on referenssiarvoina käytetyt vanhan analysaattorin mittaamat arvot ja y-akselilla uuden analysaattorin mittaamat arvot.



Kuva 1. Prosessiohjausnäytteistä mitatut kuiva-ainepitoisuudet kolmen viikon jaksolta. Näytteitä analysoitiin 439 kpl.

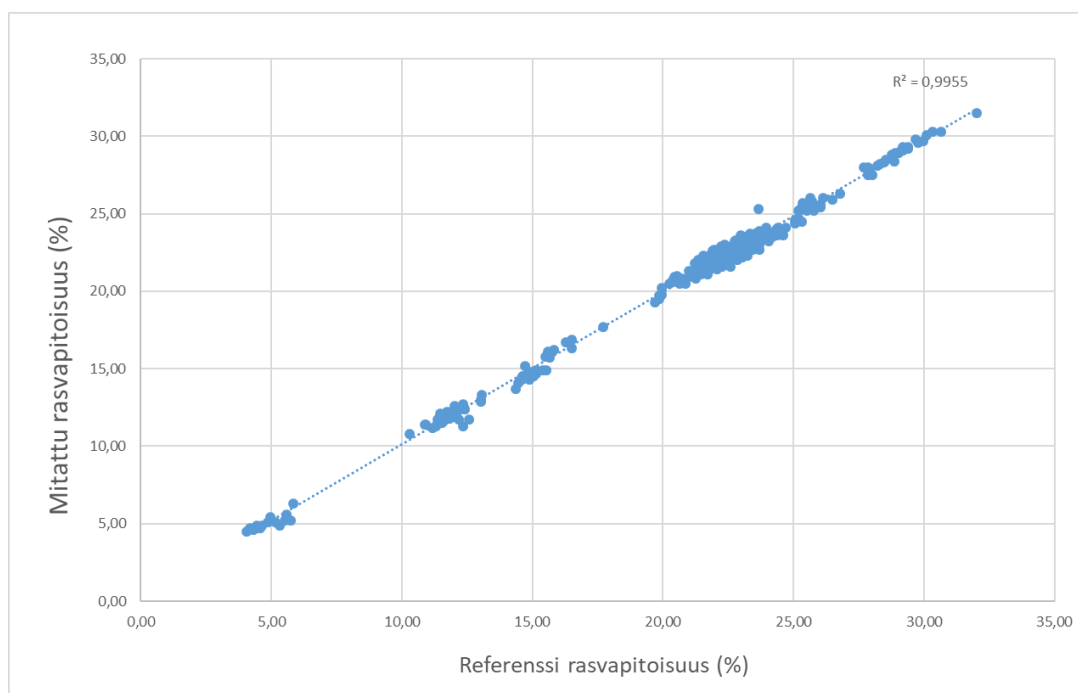
Tuloksista tarkasteltiin myös korrelaatiokerrointa, joka laskettiin Excel-ohjelmistolla. Korrelaatiokerroin on $-1 \leq 1$. Jos kerroin on 1, x:n ja y:n välillä on voimakas positiivinen korrelaatio ja havainnot osuvat lähelle nousevaa suoraa. Jos kerroin on -1, on x:n ja y:n välillä voimakas negatiivinen korrelaatio ja havainnot osuvat lähelle laskevaa suoraa. Mitä enemmän korrelaatiokerroin poikkeaa arvosta 1, sitä enemmän mittauksiin liittyy hajontaa tai kyseessä on joku muu kuin lineaarinen riippuvuus. [15]. Kuiva-ainepitoisuuksien korrelaatiokertoimeksi muodostui 0,9773, eli voimakas positiivinen korrelaatio. Mittauksissa ei siis esiintynyt hajontaa tuloksien välillä.

5.2 Sulatejuustojen rasvapitoisuudet

Rasvapitoisuuksissa esiintyi testijakson aikana yhteensä 10 näytettä, viidestä eri tuotteesta, joissa uuden ja vanhan analysaattorin välinen rasvapitoisuuden ero ylitti hyväksytyt eron (0,8 %). Näistä näytteistä 7 kpl analysoitiin ensimmäisen viikon aikana eli ennen ennustemallien muokkausta. Huomioitavaa on, että

näistä viidestä tuotteesta neljä oli kasvirasvavalmisteita. Ennustemallien luomiseen on käytetty tuhansia näytteitä eri juustoista. Kasvirasvavalmisteista ei kuitenkaan ole vielä riittävästi dataa, jotta niitä pystyttäisiin analysoimaan samalla ennustemallilla, kuin muitakin tuotteita. Analysaattorien välisten rasvapitoisuus ylitysten määrä tuotteittain on esitetty liitteessä 2.

Kuvassa 2 on esitetty pistekaaviona sulatejuustonäytteistä mitatut rasvapitoisuudet koko kolmen viikon ajalta. Taulukon x-akselilla on referenssiarvoina käytetyt vanhan analysaattorin mittaamat arvot, ja y-akselilla uuden analysaattorin mittaamat arvot. Rasvapitoisuuksien korrelaatiokertoimeksi muodostui 0,995, eli voimakas positiivinen korrelaatio. Mittauksissa ei siis esiintynyt hajontaa tuloksien välillä.

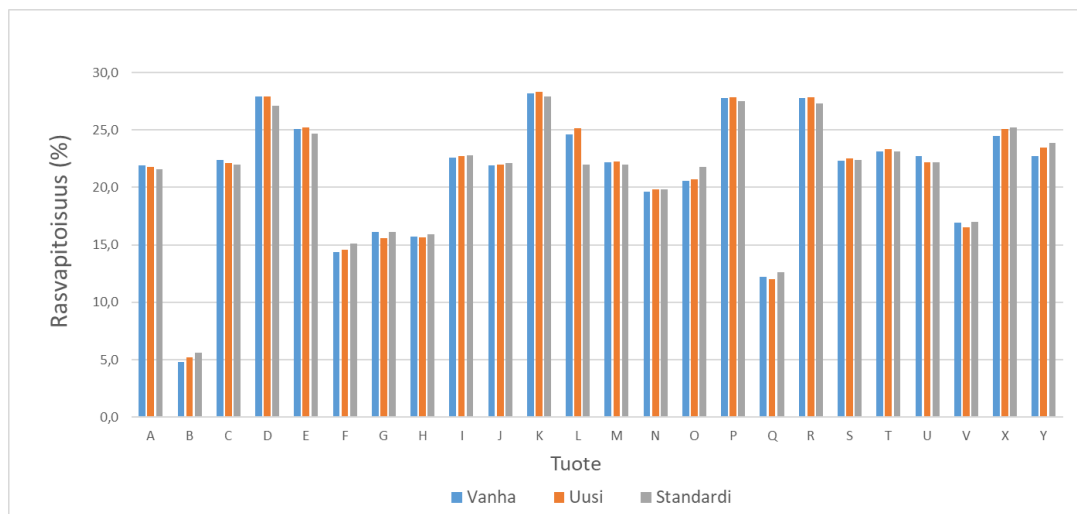


Kuva 2. Prosessinohjausnäytteistä mitatut rasvapitoisuudet kolmen viikon jaksolta. Näytteitä analysoitiin 439 kpl.

5.3 Vertailunäytteet

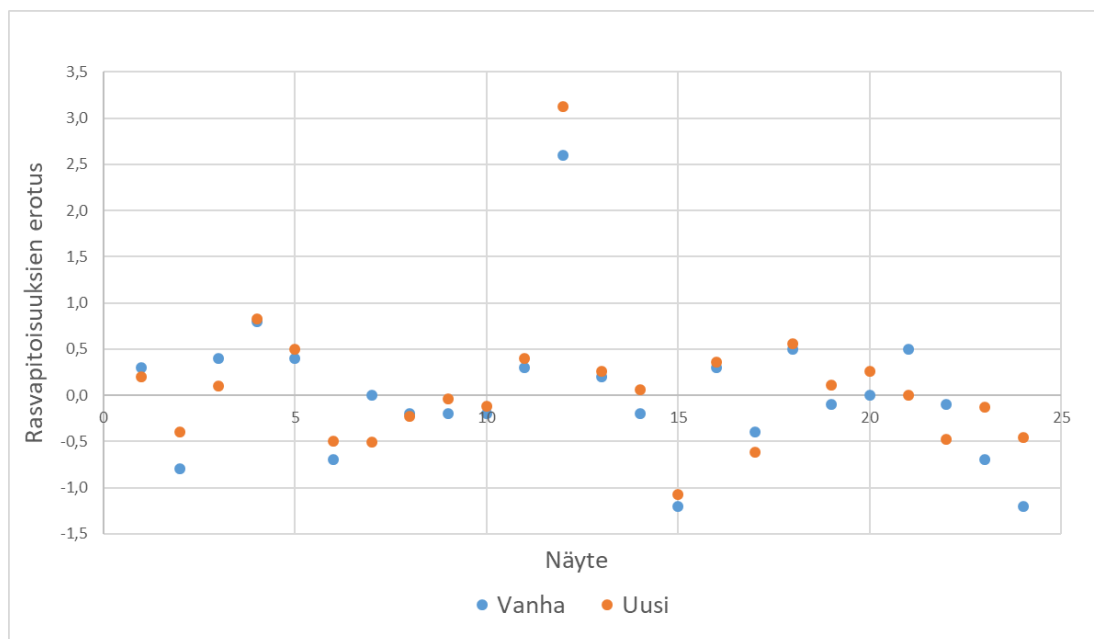
Kuvassa 3 on esitetty vanhalla ja uudella analysaattorilla sekä standardimenetelmällä analysoitujen vertailunäytteiden rasvapitoisuudet. Tuotteissa L, O ja Y

ero standardimenetelmän ja analysaattorien välillä oli yli hyväksytyn 0,8 %. Tuotteissa L ja O ylitys tapahtui molempien analysaattoreiden kohdalla, kun taas tuotteessa Y ylitys tapahtui vain vanhan analysaattorin kohdalla.



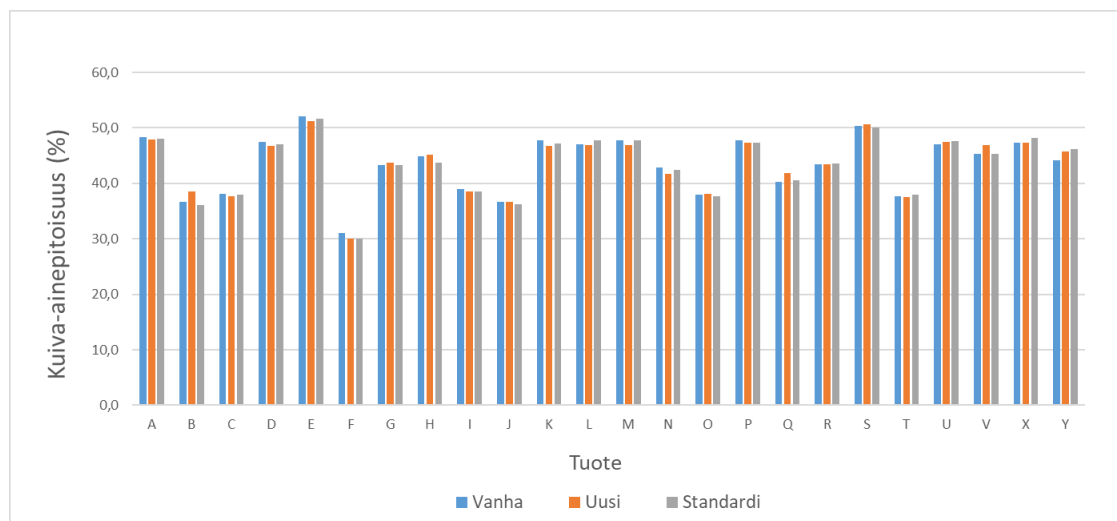
Kuva 3. Vertailunäytteistä mitatut rasvapitoisuudet.

Kuvassa 4 on esitetty analysaattoreiden ja standardimenetelmän välisten rasvapitoisuuksien erotukset. Kuvaajassa oleva nollassa kuvaa standardimenetelmän tulosta. Tuloksista huomataan, että analysaattorien tulokset jakautuvat melko tasaisesti alimittauksien ja ylimittauksien välillä standardimenetelmään verrattuna.



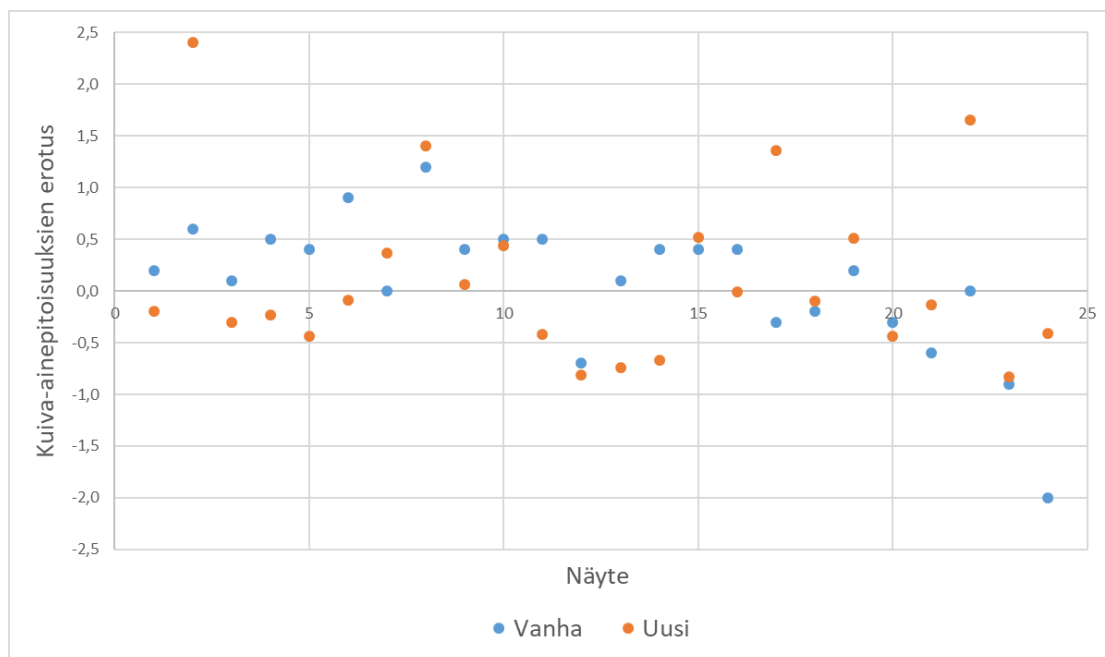
Kuva 4. Analysaattoreiden ja standardimenetelmän rasvapitoisuuksien erotukset. Nollataso kuvastaa standardimenetelmän tulosta.

Kuvassa 5 on esitetty vanhalla ja uudella analysaattorilla sekä standardimenetelmällä analysoitujen vertailunäytteiden kuiva-ainepitoisuudet. Tuotteissa B, H, Q, V ja Y ero standardimenetelmän ja analysaattorien välillä oli yli hyväksytyn 1,0 %. Tuotteessa H ylitys tapahtui molempien analysaattoreiden tuloksissa. Tuotteissa B, Q ja V ylitys tapahtui uudella analysaattorilla, kun taas tuotteessa Y ylitys tapahtui vanhalla analysaattorilla. Tuotteet B, H, Q, V ovat kaikki sulatejuustoviipaleita.



Kuva 5. Vertailunäytteistä mitatut kuiva-ainepitoisuudet.

Kuvassa 6 on esitetty analysaattoreiden ja standardimenetelmän välisten kuiva-ainepitoisuuksien erotukset. Kuvaajassa oleva nollataso kuvaa standardimenetelmän tulosta. Tuloksista huomataan, että analysaattoreiden väliset tulokset eivät ole yhtenäiset alimittauksen/ylimittauksen osalta. Vanha analysaattori mitasi suurimman osan näytteistä yli nollatason, kun taas uudella analysaattorilla tulokset jäivät suurimmassa osassa näytteistä alle nollatason.



Kuva 6. Analysoittoreiden ja standardimenetelmän kuiva-ainepitoisuuksien erotukset. Nollataso kuvastaa standardimenetelmän tulosta.

5.4 T-testi

Molempien analysoittorien ja standardimenetelmän erotusten tuloksille tehtiin parittainen kahden otoksen t-testi. T-testin tarkoituksena oli selvittää eroavatko analysoittorien tulokset tilastollisesti merkitsevästi toisistaan. Taulukossa 1 on esitetty t-testin tulokset analysoittorien ja standardimenetelmän rasvapitoisuuksien erotuksien keskiarvoille. Tarkasteltavana arvona käytetään kaksisuuntaista p-arvoa, jota verrataan alfana käytettyyn arvoon 0,05. Jos p-arvo on suurempi kuin alfa, menetelmien tulokset eivät eroa tilastollisesti merkitsevästi luottamustasolla 95 %. Rasvan t-testin p-arvoksi saatiin 0,227, joten analysoittorien tulokset eivät eroa tilastollisesti merkitsevästi.

Taulukko 1. Parittainen kahden otoksen t-testi analysaattorien rasvapitoisuus tuloksien keskiarvoille.

Arvo	Vanha analy- saattori	Uusi analy- saattori
Keskiarvo	0,012	0,092
Varianssi	0,581	0,611
Havainnot	24	24
Pearsonin korrelaatio	0,917	-
Arvioitu keskiarvojen ero	0	-
va	23	-
Tunnusluvut (t)	-1,242	-
P (T<=T) yksisuuntainen	0,113	-
t-kriittinen yksisuuntainen	1,713	-
P(T<=t) kaksisuuntainen	0,226	-
t-kriittinen kaksisuuntainen	2,068	-

Taulukossa 2 on esitetty t-testin tulokset analysaattorien ja standardimenetelmän kuiva-ainepitoisuuksien erotuksien keskiarvoille. Testin p-arvoksi saatiin 0,799, joten analysaattorien tulokset eivät eroa tilastollisesti merkitsevästi.

Taulukko 2. Parittainen kahden otoksen t-testi analysaattorien kuiva-ainepitoisuus tuloksien keskiarvoille.

Arvo	Vanha analy- saattori	Uusi analy- saattori
Keskiarvo	0,075	0,120
Varianssi	0,435	0,699
Havainnot	24	24
Pearsonin korrelaatio	0,347	-
Arvioitu keskiarvojen ero	0	-
va	23	-
Tunnusluvut (t)	-0,256	-
P (T<=T) yksisuuntainen	0,399	-
t-kriittinen yksisuuntainen	1,713	-
P(T<=t) kaksisuuntainen	0,799	-
t-kriittinen kaksisuuntainen	2,068	-

6 Yhteenveto

Insinööriyön tavoitteena oli selvittää uuden NIT-analysaattorin käytettävyys tehdasympäristössä sulatejuustonäytteiden analysoinnissa. Sulatejuustonäytteitä analysoitiin kolmen viikon ajan uudella ja vanhalla analysaattorilla, ja niiden tuloksia vertailtiin keskenään. Lisäksi toimeksiantajayrityksen aluelaboratoriossa analysoitiin prosessista kerättyjä vertailunäytteitä standardimenetelmällä, jonka tuloksia verrattiin NIT-analysaattoreilla saatuihin tuloksiin.

Kolmen viikon koekäytön ja saatujen analyysitulosten perusteella voidaan todeta, että tavoitteet saavutettiin. Työssä saadun kokemuksen perusteella uusi NIT-analysaattori soveltuu tehdaskäyttöön. Analysaattorin asennus onnistui ongelmitta, ja se saatiin aseteltua laboratorioon siten, että sitä oli helppo käyttää. Analysaattorin sisäänrakennettu tietokone ja kosketusnäyttö nopeuttavat ja helpottavat analysointi prosessia sekä mahdollisten säätöjen, kuten ennustemallien muokkausta. Koekäytössä oleva analysaattori oli englanninkielinen, mutta tehtaalle mahdollisesti käyttöön tuleva analysaattori on suomenkielinen.

Rasva- ja kuiva-ainepitoisuusanalyysien tulosten perusteella uuden analysaattorin suuremmalle kalibroinnille ei ole tarvetta. Toisen viikon alussa tehty ennustemallien muokkaus laski analysaattorien välisten tuloksien erotusta kaikilla tuotteilla. Koekäytön aikana tuotteiden BC, CD, EF, HI, IJ, Z, Ä ja CD näytteitä analysoitiin vain ensimmäisellä viikolla ennen ennustemallien muokkausta. Näiden tuotteiden näytteissä analysaattorien väliset erotukset olivat yli hyväksytyt eron joko kuiva-aine- tai rasvapitoisuudessa. Voidaan kuitenkin olettaa, että kyseisten tuotteiden analysaattorien väliset erot olisivat laskeneet alle hyväksytyt eron ennustemallien muokkauksen jälkeen, koska näin tapahtui kaikkien muiden tuotteiden kohdalla. NIT-analysaattoreilla ja standardimenetelmällä analysoitujen vertailunäytteiden tulosten perusteella kaikkia tuotteita ei voida kuitenkaan analysoida samalla ennustemallilla, vaan jotkin tuoterihmät, kuten esim. kasvirasvavalmisteet, täytyy eriyttää.

Tuloksista on hyötyä yritykselle, kun tehdään päätöstä uuden analysaattorin hankinnasta. Mikäli analysaattori vaatisi suuremman kalibroinnin, se pitäisi lähettää kalibroitavaksi ulkopuoliselle toimijalle, mikä veisi paljon aikaa ja myös resursseja. Näiden tulosten perusteella analysaattorin asennus ja käyttöönotto kävisi nopeasti.

Lähteet

- 1 Near Infrared Transmission Spectroscopy in the Food Industry. Verkkoaineisto. Next Instruments. <https://www.nextinstruments.net/application/files/9214/8167/8182/Near_Infrared_Transmission_Spectroscopy_in_the_Food_Industry_Booklet.pdf>. Luettu 27.1.2023.
- 2 Nielsen, Suzanne. 2010. Food Analysis. 4. painos. Springer.
- 3 Jaarinen, Soili & Niiranen, Jukka. 2008. Laboratorion analyysitekniikka. 6. painos. Helsinki: Edita Publishing Oy.
- 4 NIR-spektroskopia. Verkkoaineisto. Measurlabs. <<https://measurlabs.com/fi/menetelmat/lahi-infrapunaspektroskopia-nir/>>. Luettu 15.1.2023.
- 5 ISO 21543:2020. Verkkoaineisto. ISO. <<https://www.iso.org/standard/77606.html>>. Luettu 14.2.2023.
- 6 Naka, Kristjana. 2020. Classification and prediction of fresh cheese using NIR Spectroscopy. Pro gradu -tutkielma. Padovan yliopisto.
- 7 Artificial neural network calibrations. Verkkoaineisto. Foss Analytics. <<https://www.fossanalytics.com/en/news-articles/software/artificial-neural-network-calibrations>>. Luettu 25.2.2023.
- 8 Britz, Trevor & Robinson, Richard. 2008. Advanced Dairy science and Technology. Blackwell Publishing Ltd.
- 9 ISO/IEC 17025:2017. Verkkoaineisto. ISO. <<https://www.iso.org/standard/66912.html>>. Luettu 14.2.2023.
- 10 Mattila, Pirjo; Piironen, Vieno & Ollilainen, Velimatti. 2001. Elintarvikekemian ja -analytiikka. Helsinki University Press.
- 11 Maa- ja metsätalousministeriön asetus eräitä elintarvikkeita koskevista vaatimuksista. 24.5.2012/264.
- 12 Rikkonen, Taru. 2014. Leikattavan sulatejuuston valmistusprosessin optimointi. Opinnäytetyö. Metropolia Ammattikorkeakoulu. Theseus-tietokanta.
- 13 ISO 23319:2022. Verkkoaineisto. ISO. <<https://www.iso.org/standard/75227.html>>. Luettu 14.3.2023.

- 14 ISO 6734, IDF 15:2010. Verkkoaineisto. ISO. <<https://www.iso.org/standard/56816.html>>. Luettu 14.3.2023.
- 15 Koriseva, Eija. Tilastolliset menetelmät: regressio ja kalibroitisuora. Opetusmateriaali. Metropolia AMK.

Analysaattorien välisten kuiva-ainepitoisuus ylitysten määrä tuotteittain

Tuote	Vko 1 (ylitysten lkm/näytteiden lkm)	Vko 2-3 (ylitysten lkm/näytteiden lkm)
A	8/11	1/18
B	1/4	2/16
C	5/5	1/11
D	8/8	5/13
E	7/7	4/16
F	2/4	0/13
G	0/0	0/6
H	1/2	0/3
I	16/17	0/23
J	2/4	0/13
K	0/0	1/4
L	0/0	2/12
M	0/0	2/33
N	0/0	2/4
O	3/3	5/15
Q	3/13	5/23
R	0/0	0/3
S	6/6	0/6
T	13/13	0/6
U	5/12	1/9
V	0/0	1/1
X	0/0	1/4
Y	0/0	1/3
Z	1/4	0/0
Ä	0/1	0/0
Ö	1/4	0/5
AB	0/1	0/1
BC	3/5	0/0
CD	1/2	0/0
EF	4/6	0/0
FG	2/2	0/5
GH	2/6	3/13
HI	8/12	0/0
IJ	7/8	0/0
YHTEENSÄ	109/160	37/279

Liite 1(2)

Analysaattorien välisten rasvapitoisuus ylitysten määrä tuotteittain

Tuote	Vko 1 (ylitysten lkm/näytteiden lkm)	Vko 2-3 (ylitysten lkm/näytteiden lkm)
A	0/11	0/18
B	0/4	0/16
C	0/5	0/11
D	0/8	0/13
E	0/7	0/16
F	0/4	0/13
G	0/0	0/6
H	0/2	0/3
I	0/17	0/23
J	0/4	0/13
K	0/0	0/4
L	0/0	2/12
M	0/0	0/33
N	0/0	0/4
O	0/3	0/15
Q	0/13	0/23
R	0/0	0/3
S	0/6	0/6
T	0/13	0/6
U	0/12	0/9
V	0/0	0/1
X	0/0	1/4
Y	0/0	0/3
Z	4/4	0/0
Ä	1/1	0/0
Ö	0/4	0/5
AB	0/1	0/1
BC	0/5	0/0
CD	2/2	0/0
EF	0/6	0/0
FG	0/2	0/5
GH	0/6	0/13
HI	0/12	0/0
IJ	0/8	0/0
YHTEENSÄ	7/160	3/279