

# ハンバーガーパティ、チルドハンバーグステーキ及び チルドミートボールの粗脂肪共同試験 測定手順書

## 1. 適用範囲

この手順書は、日本農林規格に定めるハンバーガーパティ、チルドハンバーグステーキ及びチルドミートボールに適用する。

## 2. 測定方法の概要

試料をソックスレー抽出器を用いて、ジエチルエーテルで4時間抽出し、ジエチルエーテルを留去し、残留物の重量から粗脂肪分を計算する。

## 3. 注意事項

- (a) ジエチルエーテルは揮発しやすく、また引火性が非常に強く有毒なので、火気に注意し、取り扱う際には保護手袋、保護メガネ、有機ガス用マスク等を着用すること。
- (b) ジエチルエーテルは流しに捨てず、別の容器に回収し適切に処理すること。ジエチルエーテルは指定数量が小さいため、廃液を含め保管数量に注意すること。
- (c) 試験中は同じ抽出用フラスコに対して恒温乾燥器、デシケーター及び電子天びんを変更せず同じものを用いること。
- (d) 円筒ろ紙、ガラス棒、脱脂綿及び抽出用フラスコを取り扱う時は手袋を着用し、素手で触れないようにすること。
- (e) 恒温乾燥器を取り扱う際は火傷に注意し、必要に応じて耐熱手袋を着用すること。
- (f) 恒温乾燥器は、センサーが付いている場所付近を使用する。庫内が2段組みになっていて、センサーが上部に付いている場合は、上段を使用する。また、壁面に接触させると温度が変動する可能性があるため、壁面には接触させないこと。
- (g) 放冷は秤量場所付近で行い、放冷時間及びデシケーター内の抽出用フラスコの個数は常に一定にし、積み重ねたりしないこと。
- (h) 粗脂肪分抽出はドラフト等排気設備のある場所で操作すること。
- (i) 抽出後、恒温乾燥器にかける前に抽出用フラスコ内のジエチルエーテルを完全に除去すること。ジエチルエーテルが抽出用フラスコ内に残留していると乾燥器内で引火、爆発するおそれがある。

## 4. 試薬等

試薬は次のとおりとする。

- (a) 硫酸ナトリウム：JIS K 8987に規定するもので粒径が大きいもの<sup>(1)</sup>。
- (b) ジエチルエーテル：JIS K 8103に規定するもの。

(1) 粉状のものは円筒濾紙を通過してしまうため、使用できない。

## 5. 器具及び装置

器具及び装置は、次のとおりとする。

- (a) 電子天びん：0.1 mg の桁まで秤量が可能で、抽出用フラスコを秤量可能なもの。
- (b) 円筒ろ紙：セルロース製のもの<sup>(2)</sup>。
- (c) ガラス棒：適切な大きさのもの<sup>(3)</sup>。
- (d) 脱脂綿：薬事法に規定する医療脱脂綿、又はこれと同等のもの。
- (e) 恒温乾燥器：100 °Cに設定した場合の温度調節精度が± 2 °Cであるもの。庫内が清浄であること。
- (f) デシケーター：JIS K 8001 に規定するもの。すなわち、乾燥剤として JIS Z 0701 に規定するシリカゲル(A 形 1 種)を入れたもの。シリカゲルは塩化コバルト(II)で着色したものとし、その色に変色したときには約 130 °Cで加熱して再生する。
- (g) ソックスレー抽出器：JIS R 3503 に規定するもの。すなわち、冷却管、抽出器及び抽出用フラスコで構成され、150 mL 容の抽出用フラスコに対応するもの。
- (h) メスシリンダー：呼び容量 200 mL または 250 mL のもの。
- (i) 電気恒温水槽：抽出時、ジエチルエーテルが毎秒 5 ～ 6 滴で滴下するように温度調節<sup>(4)</sup>可能なもの。恒温水槽内が清浄であること。
- (j) ガーゼ等：抽出後の抽出用フラスコに付いた水浴の水を拭き取るのに用いる。清浄なもの。

(2) JIS R 3503に規定するソックスレー抽出器を用いる場合、外径28×長さ100 mm程度の円筒ろ紙が適切である。

(3) JIS R 3503に規定するソックスレー抽出器を用いる場合、外径4×長さ130 mm程度のガラス棒が適切である。

(4) 約55 °C～60 °Cの温度を目安とする。4 連や6 連のソックスレー抽出器を使用する場合、場所により滴下速度に差異が生じる。その場合、滴下速度が一番遅い場所で毎秒5～6滴で滴下するよう温度を設定する。

## 6. 測定手順

### 6.1 試料採取及び混合

- (a) 円筒ろ紙に硫酸ナトリウム 15g を加える。
- (b) 試料 4 g を (a) の円筒ろ紙に 0.1 mg の桁まで正確に秤量する。ガラス棒で硫酸ナトリウムと試料を混合して均一とする。
- (c) ガラス棒を入れたまま円筒ろ紙に試料を覆うように脱脂綿を入れる<sup>(5)</sup>。

(5) 試料の散出を防ぐため、強く詰めすぎないこと。

### 6.2 試料の予備乾燥

- (a) あらかじめ 100 °Cに設定した恒温乾燥器中に6.1(c)の円筒ろ紙を試験管立てに立てて入れる。
- (b) 乾燥器の表示温度で庫内温度が 100 °Cであることを確認後、1 時間乾燥する。

(c) (b)の円筒ろ紙をデシケーター内で室温になるまで放冷する<sup>(6)</sup>。

(6) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合は乾燥した試料はデシケーター内で保存すること。試料採取～混合～乾燥～放冷の一連の手順は途中で中断せず連続で行うこと。

### 6.3 抽出用フラスコの秤量

- (a) 100℃に設定した恒温乾燥器に抽出用フラスコを入れる。
- (b) 乾燥器の表示温度で庫内温度が100℃であることを確認後、1時間乾燥する。
- (c) (b)の抽出用フラスコをデシケーター内で室温になるまで放冷した後すぐ0.1 mgの桁まで正確に秤量する<sup>(7)</sup>。
- (d) (a)～(c)の操作を繰り返し、抽出用フラスコの恒量を求める<sup>(8)</sup>。このとき、前後の測定値の差が±1.0 mg以内のときの最後の測定値を恒量とする。

(7) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合は乾燥した抽出用フラスコはデシケーター内で保存すること。乾燥～放冷～秤量の一連の手順は途中で中断せず連続で行うこと。

(8) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合は乾燥した抽出用フラスコはデシケーター内で保存すること。

### 6.4 粗脂肪分の抽出

- (a) あらかじめ電気恒温水槽の温度をジエチルエーテルが毎秒5～6滴で冷却管から抽出器に滴下される温度に調整する<sup>(9)</sup>。
- (b) 6.2(c)の円筒ろ紙をソックスレー抽出器の抽出器に入れる。あらかじめ冷却管に冷媒を流しておき、抽出用フラスコにジエチルエーテル約150 mLを入れ、抽出用フラスコ、抽出器及び冷却管を連結して<sup>(10)</sup>、抽出用フラスコを電気恒温水槽中にいれる。
- (c) ジエチルエーテルが毎秒5～6滴で冷却管から抽出器に滴下されていることを確認し、4時間抽出する<sup>(11)</sup>。
- (d) 抽出後、抽出器を取り外し、円筒ろ紙をピンセットで抜き出し、抽出器中のジエチルエーテルを回収容器に捨てる<sup>(12)</sup>。
- (e) 抽出用フラスコ、抽出器及び冷却管を連結し、加熱を続ける。抽出用フラスコ中のジエチルエーテルが抽出器に移ったら、再び抽出器を取り外しジエチルエーテルを回収容器に捨てる操作を繰り返す。抽出用フラスコからのジエチルエーテルの蒸発がほぼなくなったら、抽出用フラスコを取り外し、外側をガーゼ等で拭き取る<sup>(13)</sup>。
- (f) (e)の抽出用フラスコを水浴上に静置する<sup>(14)</sup>、あるいは二連球ゴム等による清浄空気をふきつける操作等を行い、抽出用フラスコ内に残存するジエチルエーテルを完全に除く<sup>(15)</sup>。

(9) 約55℃～60℃の温度を目安とする。4連や6連のソックスレー抽出器を使用する場合、場所により滴下速度に差異が生じる。その場合、滴下速度が一番遅い場所で毎秒5～6滴で滴下していることを確認してから抽出を開始する。

(10) 必要に応じてクランプ等で冷却管、抽出器または抽出用フラスコを固定する。

- (11) 蒸発によりジエチルエーテルが減り、サイフォンによる循環が生じなくなった場合は、冷却器を取り外し、抽出器上端からジエチルエーテルを追加する。この場合はジエチルエーテル追加前の滴下時間と追加後の滴下時間の合計が4時間となるように抽出を行う。
- (12) この際、サイフォンにより抽出管の下部からジエチルエーテルを捨ててもよい。
- (13) 抽出用フラスコに付いた外部由来のゴミ等を取り除くために行う。
- (14) このとき、電気恒温水槽の設定温度は抽出時の温度以上とする。
- (15) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合は抽出用フラスコはデシケーター内で保存すること。

## 6.5 抽出用フラスコの乾燥及び秤量

- (a) あらかじめ 100 °C に設定した恒温乾燥器中に 6.4 (e) の抽出用フラスコを入れる。乾燥器の表示温度で庫内温度が 100 °C であることを確認後、1 時間乾燥する。
- (b) デシケーター内で室温になるまで放冷した後すぐ 0.1 mg の桁まで正確に秤量する<sup>(16)</sup>。

- (16) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合は抽出用フラスコはデシケーター内で保存すること。

## 7. 計算<sup>(17)</sup>

$$\text{粗脂肪 (\%)} = \frac{W - W_0}{S} \times 100$$

W : 抽出後の抽出用フラスコの重量 (g)

W<sub>0</sub> : 抽出前の抽出用フラスコの重量 (g)

S : 試料の重量 (g)

- (17) 計算はパソコンや電卓を用いて行う。計算途中では数値を丸めないこと。

## 試験用試料の調製

- (1) ソースを加えたチルドハンバーグステーキ及びチルドミートボールにあっては布等でソースを除去する。
- (2) ミキサーで 5000 回転/分の速さで、30 ~ 60 秒間粉碎してできるかぎりよく混ぜたものを調製試料とする。

## 共同試験結果

ハンバーガーパティ、チルドハンバーグステーキ及びチルドミートボールの粗脂肪

- (1) 参加試験室数 : 10
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 粗脂肪分 : 12.3 % ~ 35.4 %
- (4) 併行標準偏差 ( $S_p$ ) : 0.16 % ~ 0.38 %
- (5) 室間再現標準偏差 ( $S_R$ ) : 0.16 % ~ 0.64 %
- (6) 併行相対標準偏差 ( $RSD_p$ ) : 1.13 % ~ 1.69 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 ( $RSD_R$ ) : 1.26 % ~ 2.40 %