

## II-8. 油 臭 魚 官 能 検 査 法

特有の臭気を有する各種液状炭化水素を主成分とする石油類（重油等を含む）が何らかの原因で海水中に流出すると、その周辺海域に生息する魚介類は主としてえらを経由して石油成分を体内に取り込み、濃縮・代謝の過程で筋肉部分も含め石油特有の臭気をもつようになる（緒方・三宅, 1965, 弟子丸, 1971, Motohiro and Inoue, 1973）。石油臭が感じられると判定された魚介類はその程度により食品としての価値が著しく損なわれ、廃棄されるに至る場合も多い。

石油成分に由来する異臭の強さは、魚体中に見出される石油関連成分の量を知ることでほぼ推定できるが、そのためにはそれぞれの成分の臭い閾値を把握しておく必要がある。しかしその閾値は臭い成分の種類や存在状態（水中、油中、魚肉中を含めた食品中等）で大きく異なるので、特定成分の含量を測定するのみでは、人が臭気として感じる強さを常に正しく反映するものとは考えられない。そのため、簡便かつ有用な手段としては官能検査による臭気度の評価が実用的であり、油臭魚の判定に関連した研究例もある。

緒方・藤沢（1989）はコイ等を用いて、石油系物質を溶かし込んだ水中での暴露試験によって、それらの成分の肉中への移行量と官能検査による臭気強度の関係について報告している。また、府川（1989）も同様な主旨での実験を行い官能検査の有用性について述べている。ここではそれらの報告の概要を紹介するとともに、これらの研究の中で用いられている ISO 4120 による官能検査法の概要についても若干触れてみたい。

### 8.1 有臭物質と官能検査による結果との関係

緒方・藤沢（1989）はトルエン等を加えた水中でコイを飼育（ガラス水槽, 25±1°C）し、一定時間後に取り上げ、有臭物質の濃度を測定するとともに官能検査により臭気の強さを測定し、両者の関係を見ている。コイ肉はミンチ状とし、密栓したガラスびん中にとり沸騰水中で加熱した後室温まで冷却し、官能検査と化学分析に供している。

官能検査は ISO 4120 に基づき作成されたガイドラインによっている。すなわち、試験魚と対照魚につき、3点

表 II.8.1 コイを用いた官能試験結果（緒方・藤沢, 1989）

トルエン					
飼育水濃度	肉中濃度	臭い試験	試食試験	バッグ気中濃度	バッグ臭気試験
mg/l	ug/g			ml/m <sup>3</sup>	
2.8	16.9	—	5/10	3.9	4/10
3.1	22.6	—	6/10	5.1	6/10
4.9	36.3	—	7/10*	8.0	8/10**
8.4	47.7	—	9/10***	14.1	10/10***
* 5% (P<0.05) ** 1% (P<0.01) *** 0.01% (P<0.001)					
1,2,4,トリメチルベンゼン					
飼育水濃度	肉中濃度	臭い試験	試食試験	バッグ気中濃度	バッグ臭気試験
mg/l	ug/g			ml/m <sup>3</sup>	
1.3	36.28	6/11	6/11	7.5	6/11
1.0	73.30	8/10**	8/10**	9.4	7/10*
3.3	93.91	10/12***	10/12***	13.1	9/12**
* 5% (P<0.05) ** 1% (P<0.01) *** 0.01% (P<0.001)					
重油					
飼育水濃度	肉中濃度	臭い試験	試食試験	バッグ気中濃度	バッグ臭気試験
mg/l	ug/g			ml/m <sup>3</sup>	
0.2	—	5/12	6/12	—	3/12
0.4	—	7/12	9/12**	—	7/12
0.8	—	5/10	10/10***	—	9/10***
* 5% (P<0.05) ** 1% (P<0.01) *** 0.01% (P<0.001)					

識別試験法により、試食試験と臭いかぎテストを行っている。試食試験法では、皿の上にランダムに置かれた肉片を口に含んで香味を調べるか、あるいは直接臭いを嗅ぐ方法で行っている。また別にテトラパックに同じミンチ肉を入れ、無臭空気を吹き込むことで臭いの有無（強度）を判定している。一方で、飼育水及びコイ肉ホモジネート中の有臭物質の量を GC-MS 法、GC 法で測定し、表 II.8.1 に示すような結果を得ている。

表 II.8.1 でトルエンについての結果を見ると、その試食試験による検出限界値は肉中濃度で 36.3  $\mu\text{g/g}$  = 36 ppm であり、純トルエンの閾値 (0.31 ppm) (重田, 1985) に比べるとかなり高い。1,2,3,トリメチルベンゼンでも同様なことが見られるが、これは魚肉自身のもつ特有の臭気成分のマスクング作用によると見てよいであろう。しかしいづれにしろ、ここで得られた結果は 3 点

識別法が油臭魚の判定に有効であることを示している。

一方、府川 (1989) は ECETOC (欧州化学工業生態毒性センター) による、化学物質の魚介類に対する着臭試験のガイドライン設定に参画しているが、そこでも緒方と同様に ISO 4120 に規定された方法で試験を行い、着臭魚判定法としての有効性を検討している。着臭試験に用いた化学物質はピリジン、トルエン、キシレン等 11 種で、濃度は 24 時間  $\text{LC}_{50}$  の 1/10 以下とし、供試魚にはコイとマダイを用いている。

官能試験試料の調製は、上記により暴露した試験魚の筋肉部分のみを取り、スチーム、電子レンジ等で加熱して官能試験に供している。

官能検査は評価者 15~20 人により、ISO 4120 (1983) に従い 3 点識別法で行っている。即ち、試験魚と対照魚からそれぞれ同種試料 2 点と異種試料 1 点の計 3 点を

表 II.8.2 検定表 (3 点識別法で、それぞれの危険率において有異差を立証するために必要な正解者の最低数) (ISO, 1983)

回答者の人数	下記の危険率で有異差を立証するための最小正解者数			回答者の人数	下記の危険率で有異差を立証するための最小正解者数			回答者の人数	下記の危険率で有異差を立証するための最小正解者数		
	5%	1%	0.1%		5%	1%	0.1%		5%	1%	0.1%
5	4	5	—	36	18	20	22	69	31	33	36
6	5	6	—	38	19	21	23	70	31	34	37
7	5	6	7	39	19	21	23	71	31	34	37
8	6	7	8	40	19	21	24	72	32	34	38
9	6	7	8	41	20	22	24	73	32	35	38
10	7	8	9	42	20	22	25	74	32	35	39
11	7	8	10	43	20	23	25	75	33	36	39
12	8	9	10	44	21	23	26	76	33	36	39
13	8	9	11	45	21	24	26	77	34	36	40
14	9	10	11	46	22	24	27	78	34	37	40
15	9	10	12	47	22	24	27	79	34	37	41
16	9	11	12	48	22	25	27	80	35	38	41
17	10	11	13	49	23	25	28	81	35	38	41
18	10	12	13	50	23	26	28	82	35	38	42
19	11	12	14	51	24	26	29	83	35	39	42
20	11	13	14	52	24	26	29	84	36	39	43
21	12	13	15	53	24	27	30	85	36	40	43
22	12	14	15	54	25	27	0	86	37	40	44
23	12	14	16	55	25	28	0	87	37	40	44
24	13	15	16	56	26	28	1	88	37	41	44
25	13	15	17	57	26	28	1	89	38	41	45
26	14	15	17	58	26	29	2	90	38	42	45
27	14	16	18	59	27	29	2	91	39	42	46
28	15	16	18	60	27	30	3	92	39	42	46
29	15	17	19	61	27	30	3	93	40	43	46
30	15	17	19	62	28	30	3	94	40	43	47
31	16	18	20	63	28	31	4	95	40	44	47
32	16	18	20	64	29	31	4	96	41	44	48
33	17	18	21	65	29	32	5	97	41	44	48
34	17	19	21	66	29	32	5	98	41	45	48
35	17	19	22	67	30	33	6	99	42	45	49
36	18	20	22	68	30	33	6	100	42	46	49

セットとし、同時に評価者に供する。評価者はそれらを口に含む、或いは臭いを嗅ぐ等の方法で3点の中で異なる1点を選ぶ。評価者の人数と有意差を立証する最低の正解者数の関係を示す検定表をISO 4120から引用し表II.8.2に示した。ここで、たとえば18人で評価した場合、そのうち10人、12人、13人が正答したとすると、それぞれ危険率5%、1%、そして0.1%以下で有意差のあることが同表から判定できる。

ここで問題として、提起されているのは、試料の調製法が官能検査の結果（着臭閾値）に大きく影響することである。即ち、試料をオープンの状態（A）と密封した状態（B）で加熱し、それらの着臭閾値を比較すると、スチレンでは（B）で得られた値に比べ（A）での値がきわめて低いのに対し、ピリジンではあまり差がないということである。このことは官能検査に際しての試料の調製法を、より明確に定める必要があることを示している。また、供試魚の種類が違えば化学物質の着臭閾値が異なってくることも明らかにされており、魚種による化学物質の取り込み、吸収、代謝、排泄等の違いにも配慮する必要が求められる。結論として、ISO 4120に基づくECETOCによる試験は化学物質の着臭評価法として十分適応できるが、試験条件によっては、結果が異なることがあるので、試験条件を十分に吟味し、さらに改善していく必要がある。

以上、引用した2つの試験における着臭有無の判定は、基本としてISO 4120に準じて行っている。そこで、以下にISO 4120に記載されている主要な点について若干触れておきたい。

## 8.2 ISO 4120に基づく官能検査試験方法

すでに述べたように、これは3点識別法で2種の試料間の差異を見出すために設定された官能検査法である。この方法によれば製品間の僅かな差異でも見出すことが可能であり、また、評価者の選択や訓練等にも適用できる。

### 1) 原 理

3点の試料（うち2点は同じで他の1点が異なる）を同時に評価者に提供し、どの試料が他2点と異なる1点であるかを指摘させる。そのとき注意すべき一般的要件として、例えば使用する容器は結果に影響を与えないものを選ぶこと、評価者は試験の目的に応じて選ばれた同等の資質を持つこと等が挙げられている。また、評価者の最低必要人数はテストの目的によっても異なるが、先に示した検定表（表II.8.2）を厳密に適用するためには、採用する危険率に応じ、例えば5%あるいは1%の危険率では最低5人、0.1%レベルでは最低7人の評価者が必要とされる。

試験に際しての予備的準備試験の責任者はサンプルの

性状について予備的な説明をすることは望ましいが、この説明が結果の判定に先入観を与えるようなものであってはならない。

### 2) 試験試料の調製

まず、3点の試験試料のセットを必要数用意するのに十分なAとBの試料を準備する。そして下記のように6種類のあり得る組み合わせのセットを用意する。

ABB BAA

AAB BBA

ABA BAB

試験試料のそれぞれのセットは外見的に同一でなければならない。また、温度もすべて同じにすべきである。試験試料を入れた容器にはランダムに選んだ3つのコード番号を付する。もちろん各セット毎には異なったコードを付けなければならない。

### 3) テストの手法

先のように用意したセットをランダムに評価者に配布する。従ってある評価者らはAサンプル2つとBサンプル1つを入れた容器を受け取り、他の評価者らはBサンプル2つとAサンプル1つの容器を受け取る事になる。評価者は予め明記されている順で1セット毎に試験試料の評価を行う。その際の方法は一連のテストで常に同じでなければならない（例えば常に左側か右側のサンプルから始める等）。

以上によって行った試験で得られた正解者数を数え、前記II.8.2に従ってサンプル間の有異差の有無を判定する。

(例)

3点識別法適用の実施例として以下のようなまとめが示されている。

製造者が今まで作っていた製品のレシピを変えたとき、その新製品が以前のものと同じかどうかを官能的な見地から判断しようとする。

ここで使える評価者は12名とする。

2つのグループ、1つは従来製品の（A）（着臭の試験であればコントロール）そしてもう一つは新製品の（B）（着臭のテストをする試料）をそれぞれ準備する。

各評価者がただ1回の評価をすると仮定すれば、6通り2回のテストを行うためには下記のようにAの試験試料18と、Bの試験試料18を準備する必要がある。

ABBのセット2つ

AABのセット2つ

ABAのセット2つ

BAAのセット2つ

BBAのセット2つ

BABのセット2つ

これらのセットを評価者らにランダムに配分し、試験を実施する。

12の答えのうち正しい答えの数が8である場合、表H.8.2から2種の製品間には5%の危険率で有意があると判定される。

このように、ISO 4120による官能検査は、本来例えばある食品加工場で一定の製品を連続的に生産している場合、製品の香味やテクスチャー等の品質に少しでも変動が起きているか否かを判定するため、あるいは上に示したように、従来の製品と新製品との間に有異差があるか否か等を判定するための手段として重用されている。

このような目的を持った方法は、対照魚と油臭魚間の差異判定にも有用な事は当然であるが、部分的にはまだ改善しなければならない点も多い。例えば試料の前処理や官能検査に供する際の試料の状態、温度条件等について更に検討し、より厳密な基準設定につとめる必要がある。

また、各種石油系有臭成分の筋肉中の含量と臭気閾値との関係について詳細なデータを蓄積すること、同時に官能検査との関係を明らかにしていくことも必要である。

### 8.3 油臭魚の官能検査実施手順

#### 1) 実施の方法

ISO 4120に基づく3点識別法に準拠する。

##### (1) パネル

人数：最小6名 6の倍数が望ましい。

パネラーの選択：予備的な訓練とテストにより、一定の識別能力もつものを選ぶ。

訓練経験の程度：漁業関係者もしくは食品取り扱い業従事者が望ましい。

年齢及び性別：ある程度の識別能力を有する者であれば性別・年齢は問わない。

##### (2) 試料

###### ① 試料の保存法

官能検査は、試料保存中の臭気変化の影響を防止するためにも、試料を採集後速やかに実施することが理想的である。しかし、パネラーの人選など試験の準備のために時間を必要とする場合もあるので、試料を一時的に保存する必要がある。試料の保存法としては、一般的に冷凍保存が考えられるが、試料間での着臭やビニール袋臭の試料への移行等保存中の着臭の変化には特に注意する必要がある。臭気の変化を防止するためには、試料(例えば魚類)を1個体毎アルミホイルで包装した後にビニール袋に密封して凍結保存するなどの配慮が必要である。

###### ② 用意する試料

試験用試料(油臭の可能性のある魚介類：油臭魚)および対照用試料(油臭のない魚介類：対照魚)。

###### ③ 試料の調製法

試料を取り扱う各工程で、機械油等による汚染の無いよう十分注意する。

三枚におろすなどして可食部分を採取し、ミンチ状にして均一にする。必要量は1検体あたり可食部として、パネル6人につき最低300gを準備する。

###### ④ 試料容器

試食試験用：通常の皿(生食の場合)

臭気専用試験用：100~200ml/容供栓付三角フラスコ

試食及び臭気試験用：100~200ml/供栓付広口びん

#### (3) 環境(最適条件にコントロールする)

室温：20~22°C

関係湿度：60~62%

換気：無臭空間が確保されること。

照明：十分な明るさがあること。

個室法(クローズド・パネル)または円卓法(オープン・パネル)。

## 2) 官能試験の実施

### (1) 概要

3点識別法は、A、B2種類の試料をA1個とB2個、又はA2個とB1個のように3個1組にする。2個の試料を偶数試料、1個の試料を奇数試料と呼ぶ。

A、B2種類の試料の場合、1個だけの試料がAの場合とBの場合の2通り、それぞれについてどの位置に置くか3通りあるため、試料の配置は合計6通りある。

油臭魚を仮にAとし、対照魚を仮にBとした時、(3)③に準じて調製した生試料A、Bを30gずつ供栓付ガラスびんに入れ、ABB、AAB、ABA、BAA、BBA、BABの6種類の組み合わせに振り分け、番号をランダム(2桁または、3桁の乱数を使用)に付し、パネル人数分のセットをつくる。

この6通りの評価回数が等しくなるようにパネルを配置する。例えば、パネル12人が1回ずつ試験する場合は、各配置(各組み合わせ)について2人が試験することになる。この場合、6種類の組み合わせのセットを2つずつ作るので、A、B試料共に18個ずつ必要である。

### (2) 準備

#### ① 試食試験用皿(生食の場合)

試料を刺身の状態で試食する場合は(6)、①の要領で皿をセットする。

#### ② 臭気専用試験用供栓付三角フラスコ

試料を生食の状態(6)、①の要領により供栓付三角フラスコにセットした後、蒸留水又はミネラル水を試料と同等量加え、密栓して沸騰水浴中で5~10分間加熱する。加熱後、密栓したまま室温に戻す。

#### ③ 試食及び臭気試験用供栓付広口びん

試料を生食の状態(2)、(1)の要領によりガラス容器に

セットした後、蒸留水又はミネラル水を試料と同等量加え、密栓して沸騰水浴中で10分間加熱する。加熱後、密栓したまま室温に戻す。

### (3) 官能試験の実施 (内藤, 1998)

1 セット 3 個の試料を 3 角形に配置してパネルに示し、奇数試料を回答させる (図 II. 8.1)。例えば、「3 個の試料を 169 番, 803 番, 645 番の順に香りを嗅いで、香りが他の 2 個と異なる試料の番号を回答して下さい」とパネルに指示する (図 II. 8.2)。パネラーは与えられた 1 セット 3 点の試料をあらかじめ決められた順番で口に含み、或いは臭いを嗅ぎ、香味臭いを評価するし、質問票に記入する。

口すぎ液は水道水かミネラル水を用いる。

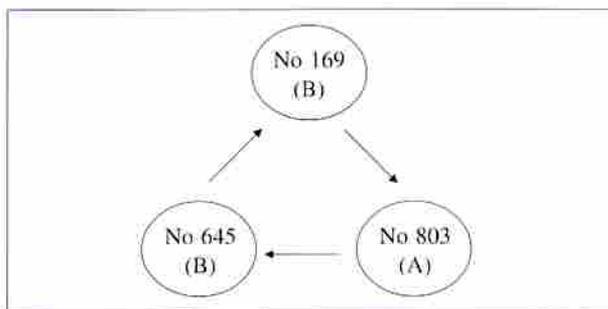


図 II. 8.1 3 点識別法の試料の提示例 (内藤, 1998)

3 点識別法の質問票

グループ \_\_\_\_\_ 年齢 \_\_\_\_\_ 氏名 \_\_\_\_\_

3 つの試料の中に同じものが 2 個、異なるものが 1 個あります。異なる試料の番号を回答して下さい。No. \_\_\_\_\_

次に、異なる試料の香りは、有臭か無臭かを回答して下さい。  
異なる試料の香りは、 1. 有臭 2. 無臭

図 II. 8.2 3 点識別法の質問票の例 (内藤, 1998)

(参考) 3 角形に配置する理由は、横一線に置くと差がわからない場合、人は自分の選びやすい特定の位置から選ぶ心理効果が働くので望ましくないからである。パネラーは与えられた 1 セット 3 点の試料をあらかじめ決められた順番で口に含み、或いは臭いを嗅ぎ、香味、臭いを評価する。

### 7) 解 析

パネラーから質問票を回収し、集計する。表 II. 8.2 に従って試料間の有意差の有無を判断する。

(例) 12 名のパネラーが 1 回の試験を行い、正しい回答者が 8 人であった場合は、A と B の間には危険率 5 % で有意差があると判断される。

### 引 用 文 献

- 緒方正名・三宅与志雄, 1965. 異種魚に含まれる異臭物質について (第一報), 異臭魚の同定, 日本公衆衛生誌, 17, 1125-1130.
- 弟子丸修, 1971. 油臭魚に関する研究-1. 原油による油臭魚について, 日本水誌, 37, 297-301.
- T. Motohiro and N. Inoue, 1973. n-Parafines in polluted fish by crude oil from "Juliana" wreck. *Bull. Fac. Fish. Hokkaido Univ.*, 23, 204-208.
- 緒方正名・藤沢邦康, 1989. II. 化学物質による着臭, 3. 石油系化合物, 魚介類の生息環境と着臭 (水産学シリーズ77), 元廣 輝重編, 29-40, 恒星社厚生閣, 東京.
- 府川幸資, 1989. 6. 官能検査による評価, 魚介類の生息環境と着臭 (水産学シリーズ77), 元廣 輝重編, 60-69, 恒星社厚生閣, 東京.
- 重田芳廣, 1985. においの化学, 水質汚濁研究, 8, 690-696.
- ISO 4120, 1983. Sensory analysis -Methodology-Triangular Test.
- 内藤成弘, 1998. 正しい食品官能評価法解説書, 5-6. 缶詰技術研究会, 東京

<手塚義博・徳永俊夫>