

Testing Shelled Corn for Aflatoxin, part 1: Estimation of Variance Components (トウモロコシ穀粒中アフラトキシンの検査、第 1 部:分散の各成分の評価)

(仮訳)

Journal of AOAC International, Vol. 83, No. 5, 1264 - 1269 (2000)

Anders S. Johansson and Thomas B. Whitaker U.S. Department of Agriculture;
Agricultural Research Service

Winston M. Hagler Jr. North Carolina State University, Department of Poultry
Science, Mycotoxin Laboratory

Francis G. Giesbrecht North Carolina State University, Department of Statistics

James H. Young North Carolina State University, Department of Biological and
Agricultural Engineering

Daryl T. Bowman North Carolina State University, Department of Crop Science

<脚注>客員編集者は、Thomas B. Whitaker 著「アフラトキシン検査用の農産物のサンプリング (参考資料 2 - 4)」を特別報告書として編集した。なお、本出版物における商品名の引用は、米国農務省あるいはノースカロライナ州農業研究局による推奨を意味するものではなく、引用されていない類似品名の批判を意味するものでもない。

トウモロコシ穀粒のロット中アフラトキシン検査におけるバラツキを検討するため、トウモロコシ穀粒 18 ロットのアフラトキシン汚染濃度を調査した。トウモロコシ穀粒の検査に関連する全分散を推定し、サンプリング、検体の調製および分析の分散に区分した。アフラトキシン濃度が増加するにしたがい各分散は全て増加した。回帰分析によって、アフラトキシン濃度と全分散、サンプリング、検体調製および分析の分散との関係をモデル化する数式を開発した。これらの関係を表す数式を用いて、特定のアフラトキシン濃度での全ての検体量、二次検体量および分析回数 of 分散を評価した。20 ppb のアフラトキシンを含有するロットの 1.13 kg の検体量、ローマー社製粉砕機による 50 g の二次検体量および液体クロマトグラフィー (HPLC) による分析で、全分散、ならびにサンプリング、検体の調製および分析の分散はそれぞれ 274.9 (CV 82.9%)、214.0 (CV 73.1%) 56.3 (CV 37.5%) および 4.6 (CV 10.7%) であった。サンプリング、検体調製および分析の全分散に対する割合は 77.8%、20.5% および 1.7% であった。

緒 言

アフラトキシンは天然のカビ毒（マイコトキシン）で、毒性および催腫瘍性が証明されている^[1]。この毒素は、1960年代に数千羽の七面鳥の死因がアフラトキシンに汚染された飼料によるものとされたときに発見された^[1]。

アフラトキシンは主として2種類のカビ、*Aspergillus flavus* および *Aspergillus parasiticus* により産生され^[2]、これらは高温高湿の環境条件下で容易に農産物を汚染する。トウモロコシおよびその製品におけるアフラトキシンの発生は、動物およびヒトの健康に対して潜在的な脅威となっている。米国食品医薬品局（FDA）は最終的にヒトが消費する全ての農産物に対して20 ppbの規制値を設けている^[3]。

アフラトキシンの検査手順はサンプリング、検体の調製および分析の3段階からなる。農産物業界がFDAの規制値に対応できるように、アフラトキシンの検査および検体採取の作業手順が開発された。加工工場は国内向けトウモロコシ穀粒の自主検査を行い、州によっては自主検査法の手順を提供している。さらに、米国農務省穀物検査局（GIPSA）の連邦穀物検査サービス（FGIS）は、輸出用トウモロコシ穀粒の全ロットのアフラトキシン検査を行っている。現在のところFGISは、トラックからは908 g（2ポンド）、貨車からは1,362 g（3ポンド）、荷船からは4,540 g（10ポンド）の代表検体を採取している。検体をローマー社製の粉碎機で粉碎し、分析用に50 gの二次検体をリップルで採取する。50 gの二次検体からメタノール/水混液等の溶媒を用いてアフラトキシンを抽出する。溶媒中のアフラトキシンを液体クロマトグラフィー（LC）およびエライザ法等によって定量する^[4]。

アフラトキシンの閾値あるいは許容値と検査手順の組み合わせによってサンプリング検査法が決定される。ある検体採取法では、最終製品がFDAの要求に合致するようにFDAの規制値である20 ppbより低い検体中許容値を採用している。

トウモロコシ穀粒のロット中におけるアフラトキシン濃度の真の値の推定は、ロット中の汚染穀粒の分布の点から困難である。Cuculluら^[5]は、ロット中の少量の落花生が汚染され、一部の汚染落花生が極めて高濃度のアフラトキシンを含有していたことを報告した。トウモロコシ穀粒中のアフラトキシンについても同様であると推測される。各サンプリング検査法の有効性を統計学的に評価するため、トウモロコシ穀粒中のアフラトキシン検査におけるバラツキを検討した。全分散の各成分（サンプリング、検体の調製および分析）の研究によって検査手順の各段階の検査全体のバラツキに対する影響の度合いが報告された^[6, 7]。

本試験の目的は市販トウモロコシ穀粒中のアフラトキシンの検査に関連する全分散の決定、全分散のサンプリング、検体の調製および分析の各分散成分の区分、および各分散成分とアフラトキシン濃度間の関数関係を決定することである。

試 験

アフラトキシン汚染の疑いのあるトウモロコシ穀粒 18 ロットをノースカロライナ州の 8 郡から収集した。

理論的考慮

我々は、各ロットが N 個のトウモロコシ穀粒からなり、各穀粒の重量および物理学的性質は同一で、穀粒間にアフラトキシン濃度のバラツキがあるものと想定した。トウモロコシ穀粒では、個々の穀粒中の濃度 \hat{C}_i を測定する代わりに、 n 個の穀粒検体中のアフラトキシン濃度 \hat{C} を推定するのが一般的な手法である。Cucullu ら^[5] は、ほとんどの落花生中のアフラトキシン濃度はゼロであり、稀に一個の落花生が極めて高濃度のアフラトキシンに汚染されていることを報告した。トウモロコシ穀粒中のアフラトキシン汚染も同様であると推測される。

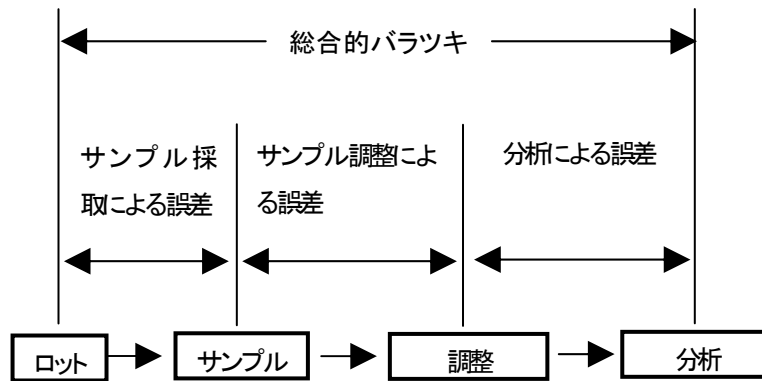


図 1 全分散は検体採取、検体調整および分析の各成分に区分される

図 1 にトウモロコシ穀粒中アフラトキシンの検査に関連する全分散の 3 つの主要成分、サンプリング、検体調整および分析の関係を示す。

トウモロコシのロットのアフラトキシン濃度 C は、トウモロコシ穀粒の検体のアフラトキシン濃度 \hat{C} を用いて推定する。同一ロットのアフラトキシン検査結果 \hat{C} 間の変動の統計モデル式は以下のとおりである。

$$\hat{C} = \mu + S + SS + A \quad \dots \quad (1)$$

ここで、 μ は被検ロットの真のアフラトキシン濃度、 S は検体中濃度の、期待値ゼロ、分散 $\delta^2_{c(s)}$ としたときの真のロット中濃度に対する不規則変数、 SS は二次検体中濃度の、期待値ゼロ、分散 $\delta^2_{c(ss)}$ としたときの破碎検体中濃度に対する不規則変数、 A は分析結果の、期待値ゼロ、分散 $\delta^2_{c(a)}$ としたときの二次検体中濃度に対する不規則変数である。等式 1 における不規則変数間に独立性が認められれば分散のモデルは下式となる。

$$\delta^2_{\hat{C}(t)} = \delta^2_{\hat{C}(s)} + \delta^2_{\hat{C}(ss)} + \delta^2_{\hat{C}(a)} \quad \cdots \quad (2)$$

ここで、 $\delta^2_{\hat{C}(t)}$ はアフラトキシン濃度の測定値 \hat{C} に関連する全分散である。

全分散 $\delta^2_{\hat{C}(t)}$ はサンプリング、検体調製および分析の分散の合計であり、抜き取り検体量、粉砕機の型式、二次検体量、反復数および分析手順に左右される。

分析手順は抜き取り検体あるいは二次検体中のアフラトキシンの測定に必要とされるので、枝分かれ配置により分散成分 $\delta^2_{\hat{C}(s)}$ および $\delta^2_{\hat{C}(ss)}$ を直接測定することは不可能である。しかしながら、 $\delta^2_{\hat{C}(t)}$ 、 $\delta^2_{\hat{C}(ssa)}$ および $\delta^2_{\hat{C}(a)}$ は直接測定が可能で、 $\delta^2_{\hat{C}(ssa)}$ は等式 3 で示すとおり検体調製と分析の分散の合計である。

$$\delta^2_{\hat{C}(ssa)} = \delta^2_{\hat{C}(ss)} + \delta^2_{\hat{C}(a)} \quad \cdots \quad (3)$$

次いで、サンプリングおよび検体調製の分散は減算によって計算できる。

$$\delta^2_{\hat{C}(s)} = \delta^2_{\hat{C}(t)} - \delta^2_{\hat{C}(ssa)} \quad \cdots \quad (4)$$

$$\delta^2_{\hat{C}(ss)} = \delta^2_{\hat{C}(ssa)} - \delta^2_{\hat{C}(a)} \quad \cdots \quad (5)$$

サンプリングの分散 $\delta^2_{\hat{C}(s)}$ は、同一ロットのトウモロコシ穀粒から採取した複数の検体間のバラツキを表す。検体調製の分散 $\delta^2_{\hat{C}(ss)}$ は、適切な粉砕機で粉砕した単一の検体から採取した二次検体間のバラツキを表す。分析の分散 $\delta^2_{\hat{C}(a)}$ は、同一の二次検体の抽出液の反復検体間のバラツキを示す。

試験設計

等式 2 の分散成分を評価するために 2 種類の試験を設計した。

最初の試験は $\delta^2_{\hat{C}(t)}$ 、 $\delta^2_{\hat{C}(ssa)}$ および $\delta^2_{\hat{C}(s)}$ の推定値を得るための不平衡枝分かれ法を用いた。 $S^2_{\hat{C}}$ は $\delta^2_{\hat{C}}$ の推定値を意味する。各ロットから約 45.4 kg (100 ポンド) のバルク検体を取りだして 1.13 kg (2.5 ポンド) の試験検体 32 個に分割した。それぞれの検体をローマー社製の粉砕機で粉砕した。32 検体中の 16 検体から 2 個の、残りの 16 検体から 1 個の 50 g の二次検体を取りだした。50 g の検体それぞれから 2 : 1 の比率のメタノール/水 (75/25, v/v) を用いてアフラトキシンを抽出した。全ての二次検体につき 1 回分析した。Mycosep No. 224 カラム^[8] を用いて抽出液 (0.5 mL) を精製した。臭素ポストカラム誘導体化法によってアフラトキシンを誘導体化して HPLC で定量した^[9]。不平衡設計を採用して低コスト化を図ったが、適切な分散の推定に十分な自由度が得られた。

2 番目の試験は $\delta^2_{\hat{C}(a)}$ の推定値を得るための手順である。最初の試験手順の検体から 10 個の二次検体を選択して広範囲のアフラトキシン濃度となるようにした。分析の分散 $\delta^2_{\hat{C}(a)}$ は単一の二次検体から抽出過程を経て攪拌器から取りだした 15 反復検体間の分散の推定値である。全ての反復試験は検査室内分散を反映した分析の分散が得られるように同一の検査室で行った。結果はアフラトキシン B₁、B₂、G₁ および G₂ を含む総 ppb として記録した。

不平衡枝分かれ手順では、SAS の NESTED 法 (10) を用いて 18 ロットそれぞれの $S^2_{\hat{C}(i)}$ 、 $S^2_{\hat{C}(s)}$ 、 $S^2_{\hat{C}(ssa)}$ およびロット中アフラトキシシン濃度 \hat{C} を決定した。2 番目の試験手順では、SAS の NESTED 法^[10] を用いて 10 個の二次検体のそれぞれ 15 反復の $S^2_{\hat{C}(a)}$ およびロット中アフラトキシシン濃度 \hat{C} を決定した。

結果および考察

表 1 にトウモロコシ穀粒 18 ロットそれぞれのアフラトキシシン濃度、全分散 $S^2_{\hat{C}(i)}$ 、サンプリングの分散 $S^2_{\hat{C}(s)}$ 、並びに検体調製および分析の分散の合計 $S^2_{\hat{C}(ssa)}$ の値を示した。表 1 にアフラトキシシンの濃度の順に並べた 18 ロットは 6~677 ppb の範囲にあった。概して、アフラトキシシンの濃度が増加すると各分散の推定値も増加した。同様の関連性が他の農産物でも報告されている^[6, 11~15]。

表 1 18 ロットのトウモロコシ穀粒の平均アフラトキシシン濃度と分散^a

ロット番号	アフラトキシシン濃度、ppb	全分散	サンプリングの分散	検体調製+分析の分散
1	5.8	77.4	28.2	49.2
2	6.4	121.0	114.7	6.3
3	6.7	150.9	131.8	19.1
4	8.6	149.7	109.4	40.3
5	11.8	203.0	193.0	10.0
6	15.9	353.0	108.4	244.6
7	18.2	194.1	103.9	90.2
8	25.6	413.8	371.9	42.0
9	27.3	590.4	508.2	82.2
10	32.9	557.0	469.5	87.5
11	56.7	370.7	258.9	111.8
12	57.1	887.9	474.8	413.1
13	94.7	1277.4	1106.8	170.5
14	95.6	515.9	444.5	71.5
15	113.8	1452.8	1173.6	279.2
16	276.9	5393.1	2933.3	2459.8
17	298.9	7160.9	4012.7	3148.1
18	676.6	31308.1	9096.1	22212.0

^a 試験計画: 検体量 1.13 kg、ローマー社製粉砕機、二次検体量 50 g および LC による 1 回の定量

サンプリングの分散

表 1 に示したサンプリングの分散の推定値と平均アフラトキシシン濃度は、両対数表示で直線関係となる (図 2)。したがって、サンプリングの分散は以下の等式でモデル化される。

$$S^2_{\hat{C}(s)} = a\hat{C}^b \dots \quad (6)$$

ここで、 a および b は回帰分析で求められる定数、 \hat{C} はアフラトキシシン濃度 (ppb) の推定値である。回帰分析を用いたサンプリングの分散とアフラトキシシン濃度の関係は、 $[S^2_{\hat{C}(s)} = 11.361 \hat{C}^{0.98} \dots \quad (7)]$ で、両対数表示の決定係数は 0.89 である (図 2)。

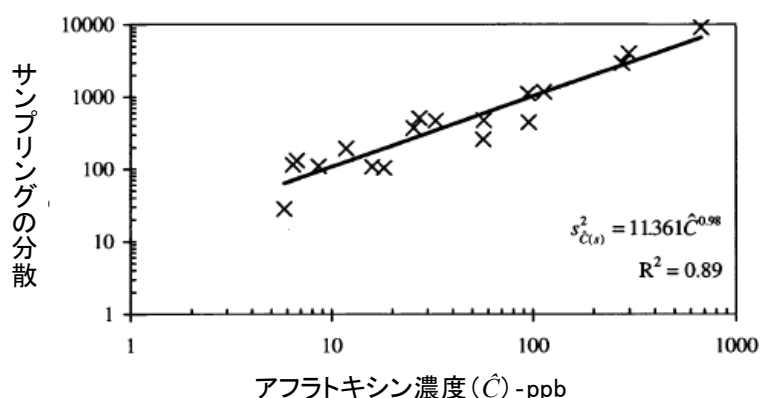


図 2 トウモロコシ穀粒 1.13 kg の試験検体のサンプリングの分散とアフラトキシン濃度

検体調製および分析の分散の合計

検体調製および分析の分散の推定値の合計 $S^2_{\hat{C}(ssa)}$ を図 1 に示す。図 3 は、検体調製および分析の分散の推定値の合計とアフラトキシン濃度が両対数表示で直線関係となることを示している。概して、アフラトキシンの濃度が増加すると検体調製および分析の合計分散推定値も増加した。回帰分析を用いると、検体調製および分析の合計分散推定値とアフラトキシン濃度の関係は以下の等式で示され、両対数表示での決定係数は 0.78 であった (図 3)。

$$S^2_{\hat{C}(ssa)} = 1.383 \hat{C}^{1.27} \quad \dots \quad (8)$$

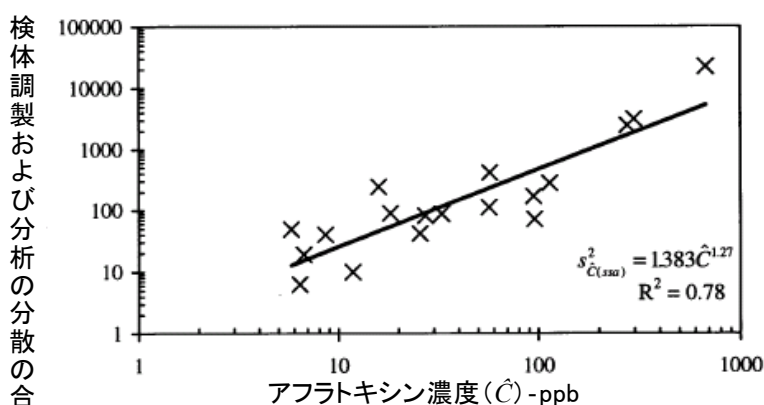


図 3 ローマー社製粉碎機で粉碎した 50 g のトウモロコシ穀粒二次検体を LC によって 1 回定量した場合の検体調製および分析の分散の合計とアフラトキシン濃度

分析の分散

表 2 に分析した 10 個の二次検体それぞれの 15 反復試験結果の分析の分散の推定値 $S^2_{\hat{C}(a)}$ を示した。

概して、アフラトキシンの濃度が増加すると分析の分散も増加した。図 4 に示したとおり、分析の分散とアフラトキシンの濃度は両対数表示で直線関係となる。回帰分析を用いると、分析の分散とアフラトキシンの濃度の関係は以下の等式で適切に示され、両対数表示での決定係数は 0.92 であった。

$$S^2_{\hat{c}(a)} = 0.143 \hat{C}^{116} = \dots \quad (9)$$

表 2 平均アフラトキシンの濃度、分析の分散および LC による 15 反復定量のアフラトキシンの検査結果間の変動係数^a

二次検体番号	アフラトキシンの濃度	分析の分散	変動係数、%
1	28.3	9.1	10.6
2	58.1	20.1	7.8
3	58.7	24.5	8.4
4	68.4	14.5	5.6
5	103.7	22.7	4.6
6	117.3	15.8	3.4
7	189.0	63.0	4.2
8	433.2	230.9	3.5
9	876.7	266.6	1.9
10	937.8	608.4	2.6

a 分析手順:LC による抽出、定量後、攪拌器から取りだした 15 反復検体

検体調製の分散

$S^2_{\hat{c}(ssa)}$ と $S^2_{\hat{c}(a)}$ の関係が判明すれば、等式 5 を検体調製の分散 $S^2_{\hat{c}(ss)}$ の計算に使用できる。等式 8 から等式 9 を減算することによって検体調製の分散を推定する等式が導かれる。

$$S^2_{\hat{c}(ss)} = 1.383 \hat{C}^{127} + 0.143 \hat{C}^{116} = \dots \quad (10)$$

等式 10 は、アフラトキシンの濃度 \hat{C} の差異 $S^2_{\hat{c}(ss)}$ を回帰することによって単純化することができる。適切な表現を等式 11 に示す。

$$S^2_{\hat{c}(ss)} = 1.254 \hat{C}^{127} = \dots \quad (11)$$

結果の応用

等式 7~11 は、検体量 1.13 kg、ローマー社製の粉砕機、50 g の二次検体量および LC によるトウモロコシ穀粒ロットのアフラトキシンの検査に関連する分散を推定するものである。

検体の抜き取り、検体調製および分析の 3 つの分散成分の 1 つ以上を減少できれば、検査手順に関連する全体の分散が減少する。統計学の理論は、検体量を増加するとその検査手順の各段階に関連する分散が減少することを示している。このことは、トウ

モロコシのロット中のアフラトキシンの真の濃度をより正確に推定するための助けとなる。例えば、検体量あるいは検体数の増加によって検体の抜き取りの分散は減少し、二次検体量あるいは二次検体数の増加によって検体調製の分散は減少し、抽出過程の後に攪拌器から取り出して LC によって定量する 1 回定量分あるいは反復数の増加によって分析の分散は減少する。

任意の検体量でのサンプリングの分散を予測するために等式 7 を修正することができる。

$$s_{\hat{C}(s)}^2 = \left(\frac{1.13}{ns} \right) \cdot 11.361 \hat{C}^{0.98} \quad \dots \quad (12)$$

ここで、 ns は kg で表示した検体量である。

ローマー粉砕機で粉砕した任意の量の検体の影響を予測するために検体調製の分散の等式 11 を修正することができる。

$$s_{\hat{C}(ss)}^2 = \left(\frac{50}{nss} \right) \cdot 1.254 \hat{C}^{1.27} \quad \dots \quad (13)$$

ここで、 nss は g で表示した二次検体量である。

同様の式が分析の分散を表した等式 9 から得られる。等式 9 を修正することにより、LC の反復定量数の影響を示すことができる。ここで、 na は反復数である。

$$s_{\hat{C}(a)}^2 = \left(\frac{1}{na} \right) \cdot 0.143 \hat{C}^{1.16} \quad \dots \quad (14)$$

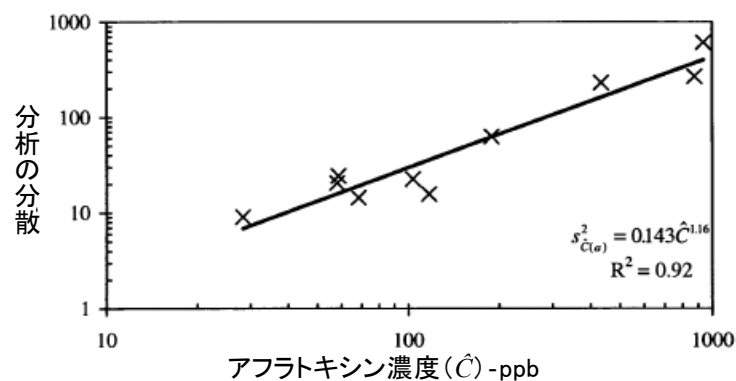


図 4 トウモロコシ穀粒二次検体を LC によりそれぞれ 15 回反復定量した場合の検体調製および分析の分散の合計とアフラトキシンの濃度

等式 12 から等式 14 までを加算することによって、任意の検体量、ローマー社製粉砕機で破砕した任意の二次検体量および LC による任意の反復数に対する全分散を推

定できる。

$$s_{\hat{C}(t)}^2 = \left[\left(\frac{12.95}{ns} \right) \hat{C}^{0.98} \right] + \left[\left(\frac{62.70}{nss} \right) \hat{C}^{1.27} \right] + \left[\left(\frac{0.143}{na} \right) \hat{C}^{1.16} \right] \quad \dots \quad (15)$$

1.13 kg の検体量、ローマー社製の粉砕機、50 g の二次検体量を用いて LC により 1 回定量した場合の 20 ppb のアフラトキシンで汚染されたトウモロコシ穀粒の検査に関連した全分散は、等式 15 によって 274.9 (CV=82.9%) となる。

検体のサンプリング、検体調製および分析の分散はそれぞれ、214.0 (CV=73.1%)、56.3 (CV=37.5%) および 4.6 (CV=10.7%) で、全分散の 77.8%、20.5% および 1.7% に相当する。サンプリングの分散が全分散の大部分を占め、検体調製の分散がこれに次ぎ、分析の分散が最小である。同様のパターンが他の農産物でも報告されている^[6, 11~15]。

検体量増加による検査のバラツキの低減に対する効果は、等式 15 で示すことができる。5 kg の検体量、ローマー社製粉砕機、100 g の二次検体量を用いて LC により 1 回定量した場合の 20 ppb のアフラトキシンで汚染されたトウモロコシ穀粒の検査に関連した全分散は 81.6 (CV=45.2%) となる。検体の抜き取り、検体調製および分析の分散はそれぞれ、48.8 (CV=34.9%)、28.2 (CV=26.5%) および 4.6 (CV=10.7%) で、全分散の 59.8%、34.5% および 5.7% に相当する。

トウモロコシ穀粒のアフラトキシン検査結果が正規分布の変数の法則に従うものと想定すると、20 ppb のアフラトキシンで汚染された全分散が 81.6 のロットは、95% 信頼限界で 20±18 ppb あるいは 2~38 ppb となる。落花生および綿実での研究では、アフラトキシン検査結果の分布は非常に歪んでいる。トウモロコシ穀粒でのアフラトキシン検査結果の分布にどのような理論分布が当てはまるかは検討の必要がある。

要 約

トウモロコシ穀粒 18 ロットのアフラトキシン検査に関連する全体のバラツキの推定値は、アフラトキシン濃度の増加に伴い増加した。これは検査手順の各段階、即ち検体の抜き取り、検体調製分析のバラツキでも同様であった。回帰分析を用いて 3 つの分散の成分全てをモデル化する数式を開発した。

これらの数式を用いて、特定のアフラトキシン濃度における任意の検体量、二次検体量および分析回数の分散を推定した。例えば、1.13 kg の検体量、ローマー社製粉砕機、50 g の二次検体量を用いて LC により 1 回定量した場合の 20 ppb のアフラトキシンで汚染されたトウモロコシ穀粒の検査に関連した全分散、サンプリング、検体調製および分析の分散はそれぞれ、274.9 (CV=82.9%)、214.0 (CV=73.1%)、56.3 (CV=37.5%) および 4.6 (CV=10.7%) であった。サンプリング、検体調製および分析の分散の全

分散に対する割合はそれぞれ、77.8%、20.5%および1.7%であった。他の農産物のアフラトキシン検査の場合と同様に、検体の抜き取りが最も大ききバラツキに寄与していた。

参考文献

- [1] Rodricks, J. V., & Roberts, H.R. (1977) in *Mycotoxins: In Human and Animal Health*, J.V. Rodricks, C. W. Hesseltine, & M.A. Mehlman (Eds), Pathotox, Park Forest South, IL, pp 753-757
- [2] Diener, U. L., Pettot, R. E., & Cole, R. J. (1982) in *Peanut Science and Technology*, H. E. Pattee, & C. T. Young (Eds), American Peanut Research and Education Society, Inc., Yoakum, TX, pp 486-487
- [3] Food and Agricultural Organization (1995) *FAO Food and Nutrition Paper 64*, FAO, Viale della Terme di Caracalla 00100, Rome, Italy
- [4] Marshall, J. W. (1992) *U.S. Department of Agriculture Federal Grain Inspection Service Aflatoxin Handbook*, Sec. 4.2 -4.8, Federal Grain Inspection Service, Washington, DC
- [5] Cucukku, A. F., Lee, L. S., Matne, R. Y., & Goldblat, L. A. (1996) *J. Am. Oil Chem. Soc.* 43, 89-92
- [6] Whitaker, T. B., Dowell, F. E., Haglwe, W. M. Jr, Giesbrecht, F. G., & Wu, J. (1994) *J. AOAC Int.* 77, 107-116
- [7] Whitaker, T. B., Dickens, J. W., & Monroe, R. J. (1979) *J. Am. Oil Chem. Soc.* 56, 789-794
- [8] Trucksess, M. W., Stack, M. E., Nesheim, S., Albert, R.H., & Romer, T. R. (1994) *J. AOAC Int.* 77, 1512-1521
- [9] Traag, W. A., Van Trijp, J. M. P., Tiinstra, L. G. M. T., & Kok, W. T. (1987) *J. Chromatogr.* 396, 389-394
- [10] Statistical Analysis System Institute, Inc. (1996) *SAS Program 6.12*, SAS Institute, Inc., Cary, NC
- [11] Whitaker, T. B., Horwitz, W., Albert, R., & Nesheim, S. (1996) *J. AOAC Int.* 79, 476-485
- [12] Cambell, A. D., Whitaker, T. B., Pohland, A. E., Dickens, J. W., & Park, D. L. (1986) *Pure Appl. Chem.* 58, 305-314
- [13] Whitaker, T. B., Whitten, M. E., & Monroe, R. J. (1976) *J. Am. Oil Chem. Soc.* 53, 502-505
- [14] Whitaker, T. B., Dorner, J. W., Dowell, F. E., & Giesbrecht, F. G. (1992) *Peanut Sci.* 19, 88-91
- [15] Whitaker, T. B., Dickens, J. W., & Monroe, R. J. (1974) *J. Am. Oil Chem. Soc.* 51, 214-218