

改良메주의 熟成過程 중 脂質조성의 變化에 關한 研究

梁洙東 · 裴晚鍾 · 尹相弘 · 崔 清

嶺南大學校 食品加工學科

(1983년 4월 19일 수리)

Studies on Change of Lipids Improvement-Meju during the Fermentation

Soo Dong Yang, Man Jong Bae, Sang Hong Yoon and Cheong Choi

Dept. of Food Sience and Technology, Yeungnam University,

(Received April 19, 1983)

Abstract

Changes of lipid composition in the Improvement-Meju inoculated with *Aspergillus oryzae* were examined. To investigate those changes systematically, silicic acid column chromatography was used for analysis of glycolipid, neutral lipid, phospholipid, and gas chromatography to examine the change of those fatty acid content. Following results were obtained.

The lipid fraction obtained from soaked soybean and cooked soybean were mainly composed of about 93~94% neutral lipid, whereas phospholipid and glycolipid was 4.0~5.0%, 2.0~2.1% level, respectively. During meju incubation period, neutral lipid decreased gradually, but glycolipid and phospholipid increased.

Among the nonpolar lipids prepared from cooked soybean and soaked soybean, triglyceride content was mainly composed of 88~89%, and the content of sterol ester, free fatty acid, diglyceride and sterol was higher in soaked soybean than in cooked soybean. During meju incubation period, triglyceride content decreased remarkably, whereas content of sterol ester, free fatty acid and diglyceride increased gradually.

From the soaked soybean and the cooked soybean, the fatty acids content of crude lipid, neutral lipid, glycolipid and phospholipid were composed of linoleic acid 54~70%, oleic acid 20.0~22.6%, palmitic acid 11.0~12.4%, linolenic acid 6.0~7.8% and stearic acid 3.4~4.3% in turn and myristic acid showed the trace, palmitic acid was a little higher in glycolipid and phospholipid than in crude lipid and neutral lipid.

During meju incubation period, the change of fatty acid content showed linoleic acid and linolenic acid reduction gradually in the neutral lipid, glycolipid and phospholipid. On the other hand palmitic acid, stearic acid and oleic acid increased gradually, the maximum value was at the 4-day.

The change of glycolipid fatty acid and phospholipid fatty acid was examined. 9-kinds including traced 3-kinds was detected. It was supposed that traced 2-kinds was occurred for incubation, and those are the matter investigating in the future.

서 론

간장 및 된장의 원료가 되는 메주는 우리나라를
비롯하여 동양각국에서 일상조미료에 원료로써 중

요할 뿐 아니라 영양소의 공급원으로 그 의의가 대
단히 크다. 우리나라에서는 메주를 전통적인 재래
방법으로 제조하여 왔으며 해방 후 일본식을 병행
한 개량방법이 보급되어 유용한 *Aspergillus oryzae*

를 순수분리하여 배양시켜 밀과 콩에 접종한 후 메주를 만들어 간장 및 된장의 원료로 이용하고 있다. 이에 관한 연구는 여러분야에 걸쳐 매우 활발하게 진행되어 현재까지 이에 관한 한국의 전통적인 재래식 메주에 관한 연구는 장¹⁾의 재래식 한국간장에 있어서 화학성분 유리지방산, 유리당류 및 유기산에 관한 연구와 정²⁾의 재래식 간장에 있어서 세균 분리 및 동정, 조등³⁾의 한국 재래식 간장의 발효균에 관한 연구와 이⁴⁾의 재래식 간장 및 된장제조가 대두단백질의 영양가에 미치는 영향 등 많은 보고가 있으며 개량메주에 관한 연구에 있어서는 김⁵⁻⁸⁾ 등의 메주제조 개선에 관한 연구, 이⁹⁾의 메주와 개량국자에 의한 간장 제조 시 성분변화 및 박¹⁰⁾의 청국장 메주발효 과정 중 질소화합물의 소장에 관한 연구 등 여러분야에서 연구자들에 의하여 많은 보고가 있었다. 그 중에서 개량메주 성숙과정에 있어서 *Aspergillus oryzae*에 의한 지방산의 변화에 관하여 복잡한 생화학적 기작을 규명하는 데 좋은 수단이 되므로 이¹¹⁾는 된장 숙성에 있어서 총지질의 중성지질 함량은 계속 증가한 반면 당지질 및 인지질의 함량은 상대적으로 감소하였고 비극성지질 분획에 있어서 유리지방산과 에스테르화된 sterol은 증가하였으나 극성지질의 분획에서는 현저한 변화가 없었다는 개량식 콩 발효 중 지질성분에 관한 보고를 하였다. Kiuchi^{12, 13)}는 일본의 *Miso-dama koji*의 지방함량 변화, *Miso*의 불포화 지방산의 감소와 monoglyceride와 diglyceride의 축적에 관한 보고와 Yosida¹⁴⁾는 콩 *Miso*와 발효 중 *Miso*의 산가가 증가하고 유리지방산의 조성이 원료 대두의 유리지방산과 비슷하다는 것을 보고했다. 따라서,

본 연구에서는 콩만을 주원료로 하여 개량메주 숙성과정에 있어서 *Aspergillus oryzae*에 의한 총지질 중의 극성 및 비극성 지질의 변화와 중성지질, 당지질 및 인지질의 지방산조성 변화를 분석한 그 실험결과를 보고하는 바이다.

재료 및 방법

1. 재료

본 실험에 사용된 대두는 1981년도산 장려품종인 장단백목 (*Glycine max. L.*)을 대구시중에서 구입하였으며 그의 일반성분은 수분 9.26, 조단백 39.13, 조지방 19.80, 조섬유 3.66, 조회분 5.22이었고 종국 (*Aspergillus oryzae*)은 충무발효화학연구소 제품의 것을 구입하여 공시재료로 하였다.

2. 방법

1) 시약

표준 지방산 methyl ester kit인 lauric acid, myristic acid, palmitic acid, stearic acid, arachidonic acid, oleic acid, linoleic acid, linolenic acid, erucic acid(日本大阪, Gas chromatograph業製), silicic acid 및 silicagel G (Merk社製)를 구입하였으며 기타 일반시약은 특급품을 사용하였다.

2) 기기

Gas liquid chromatograph (Hitachi model 063), spectrophotometer (Beckmen DB-G)

3) 실험방법

(1) 메주제조

메주는 실험실에서 Fig. 1과 같이 대두 250g 을

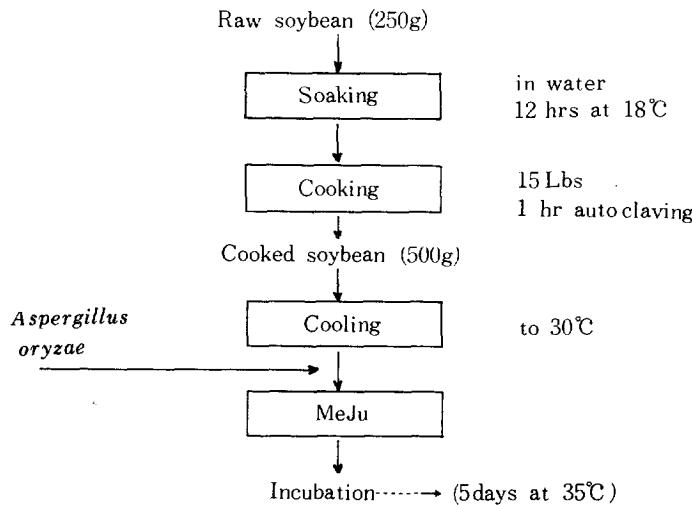


Fig. 1. Product process of improvement MeJu

평량하여 약 12시간 정도 침지하고 물을 뺀 다음 autoclave를 사용하여 15 Lbs에서 1시간 정도 가압 증자한 후 35°C로 냉각시켰다. 냉각된 콩에 *Aspergillus oryzae* 종국을 0.1% 비율로 섞은 메주는 직경 4 cm 정도의 둥근형으로 만들어 30±1°C 배양기에 서 24시간의 간격을 두고 5일 동안 배양했다.

(2) 총지질의 추출

대두 및 메주의 숙성 과정에 있어서의 조지질의

추출은 Folch법^[15]에 따라 Fig. 2와 같이 하였다. 즉 시료에 20배의 chloroform-methanol (2 : 1 v/v) 용매를 가하여 균질화한 것을 흡인여과하여 용매와 잔사를 분리하고, 잔사를 제차 분리한 후 여액을 합하여 분액 여두에 옮겨 중류수로 씻어서 분리되는 chloroform층을 취하여 40°C 이하에서 rotary evaporator로서 농축한 것을 조지질로 하였다.

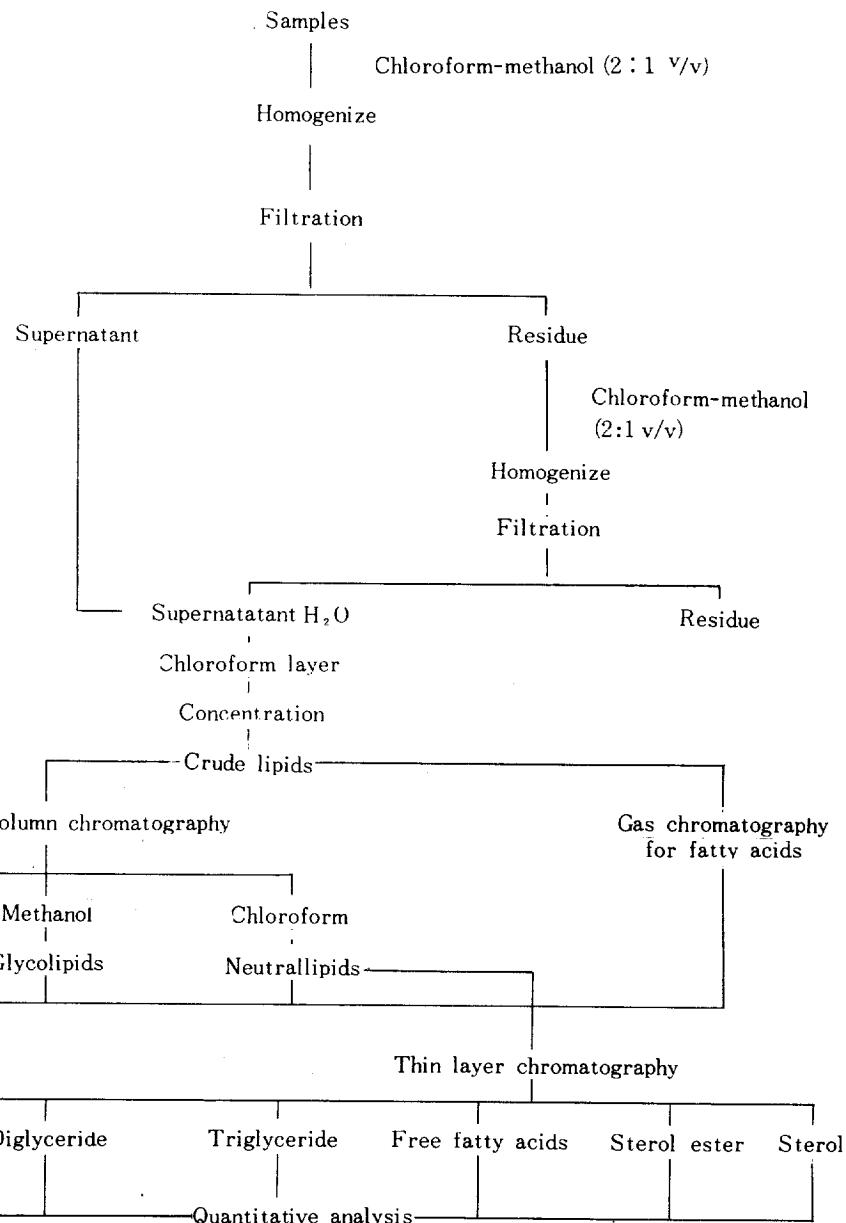


Fig. 2. Extraction separation and fractionation of lipids in fermented Soybean MeJu.

(3) 비극성 및 극성지질의 함량

시료에서 추출한 지질은 Rouser¹⁶⁾ 등의 방법에 따라 Fig. 2와 같이 silicic acid column chromatography에 의하여 중성지질, 당지질 및 인지질을 분리 정량 하였다. 즉, silicic acid 약 10g을 chloroform으로 slurry를 만든 다음 glass column (1.5×40cm)에 총진사키고 이 column에 시료를 용해하여 주입한 후 1분에 2ml씩 200ml를 순차적으로 받아 중성지질, 당지질 및 인지질을 분리하였다. 여기서 얻은 각 용리물을 40°C 이하에서 rotary evaporator를 이용하여 용매를 제거한 후 무게를 평량하여 그 지질의 양으로 하였다.

(4) 중성지질의 분리 및 정량

thin layer chromatography(TLC)를 이용하여 중성지질 성분을 분리하였다. 즉, 20×20cm의 glass plate에 silica gel G로 0.5mm의 두께로 plate를 만들어 건조시킨 다음 110°C에서 1시간 활성화 시켰다. 시료지질은 chloroform에 용해하여 micro pipet로 spotting하고 pet. ether: diethyl ether: acetic acid(80: 30: 1, v/v)를 전개용매로 하여 전개시켰다. 이것을 1% iodine:pet. ether 용액으로 분무하여 표준시료의 Rf치와 비교하여 동정하고 각 중성지질 성분은 Amenta법¹⁷⁾으로 정량하였다.

즉 발색제인 iodine을 완전히 휘발시킨 다음 각 spot를 긁어 모아 시험판에 넣고 여기에 K₂Cr₂O₇, 0.25g을 H₂SO₄, 100ml에 용해시킨 K₂Cr₂O₇-H₂SO₄ 용액 3ml를 가하고 45분간 water bath 상에서 가열한 후 냉각시켜 증류수 10ml를 넣어 잘 교반한 다음 17~24시간 방치 하였다. 여기서 생진상동액 2ml를 취하여 증류수 8ml로 희석하고 350nm에서 표준곡선에 맞추어 비색정량하였다. 또한 박층상 동일 Rf치 위치의 시료의 부분에서 동면적을 긁어모아 같은 방법으로 blank test를 하였다.

(5) 지방산조성

조지질, 중성지질, 당지질, 인지질 및 중성지질에서 분리한 triglyceride의 지방산 조성은 일본 유지 및 유지제품 시험법¹⁸⁾에 따라 gas liquid chromatography(GLC)에 의하여 분리하였다. 즉, 시료 일정량을 ester화 시험판에 취하여 H₂SO₄: benzene:methanol (1:30:90, v/v) 용액을 가하여 용해시켰다. 시험판을 밀봉하여 2.5시간 methylation 시킨 다음 냉각하여 증류수를 가하였다. 전액이 산성을 나타내지 않을 때까지 반복한 다음 pet. ether 층을 분리하고 Na₂SO₄로 탈수시켰다. 이것에서 용매를 제거한 다음 chloroform에 녹여 GLC용 분석시료로 하였다. GLC 결과에서 얻은 각 peak는 같은 조건에 표준지방산 methyl ester의 retention time과 비교하여 동정하였고 동정된 각 peak는 반

치폭법으로 면적을 구하고 아울러 합계치에 대한 각각의 면적비를 백분률로 나타내었다. 이때 사용한 GLC의 분석조건은 Table 1과 같다.

Table 1. Instrument and operating conditions for gasliquid chromatography

Instrument	Hitachi model 063
Detector	Flame ionization detector
Column	3m×2mm, Glass column with DEGS (10%)on chromosorb W (60~70mesh)
Column temp.	175°C
Injection temp.	250°C
Detection temp.	250°C
Carrier gas and flow -rate	N ₂ (40ml/min)
Chart speed	10mm/min

결과 및 고찰

1. 비극성 및 극성지질의 함량

침지한(이하 대두), 삶은 콩 및 메주의 숙성과정에 있어서 중지질을 silicic acid column chromatography 방법에 의하여 중성지질, 당지질 및 인지질의 분획으로 분별정량한 결과는 Table 2와 같다.

Table 2. Contents of neutral lipid, glycolipid and phospholipid in soaked soybean and MeJu during fermentation

Lipids	Soaked soybean	Days(%)				
		0	1	2	3	4
Neutrallipid	93.5	93.5	93.1	92.4	92.0	91.4
Glycolipid	2.0	2.1	2.3	2.7	2.9	3.4
Phospholipid	4.5	4.4	4.7	4.9	5.1	5.2
						5.3

즉 삶은 콩의 중성지질, 당지질 및 인지질의 조성은 93.5, 2.1 및 4.4%로써 대두의 조성과 거의 비슷하였으나 Privett 등²¹⁾이 보고한 대두의 인지질보다 그 함량이 낮았다. 이들의 숙성과정에 있어서 중성지질의 함량은 약간(2.5%) 감소한 반면 당지질(1.6%) 및 인지질(0.9%)은 증가하였다. 이것은 이¹¹⁾가 보고한 결과와 비슷한 경향을 나타내었다.

2. 비극성지질 성분

대두, 삶은 콩 및 메주의 숙성과정에 있어서 조지질을 silicic acid chromatography로 분획한 비극성 지질을 TLC로 분획정량한 그 결과는 Table 3과 같다. 즉 삶은 콩의 비극성지질 분획에서 triglyceride가 88.5%로 그 대부분을 차지 하였으며

Table 3. Composition of neutral lipid fractions in soaked soybean and MeJu during fermentation

Rf	Class	Soaked soybean	Days (%)					
			0	1	2	3	4	5
1.0	Sterol ester	3.1	3.4	4.0	4.8	4.8	5.5	5.6
0.85	Triglyceride	89.5	88.5	80.0	72.0	7.5	64.4	60.3
0.65	Free fatty acid	1.5	3.9	10.0	15.5	7.2	18.0	21.1
0.48	Unknown	-	-	1.1	2.5	4.6	5.2	6.1
0.42	Diglyceride	1.9	2.4	2.5	2.8	3.2	3.9	4.0
0.07	Monoglyceride	3.2	1.6	1.6	1.6	1.8	1.8	1.8
0.03	Sterol	0.7	0.9	0.8	0.8	0.9	1.1	1.1

다음으로 유리 지방산, sterol ester, diglyceride, monoglyceride 및 sterol 순이었다.

한편 메주의 숙성 과정에 있어서 비극성 지질의 조성과 삶은 콩의 것을 비교하여 보면 triglyceride 와 유리지방산의 함량차이가 현저하였다. 삶은 콩에서 triglyceride가 88.5%에서 60.3%로 급격히 감소되는 반면 유리 지방산은 3.9%에서 21.1%로 증가하였다. 이것은 이¹¹⁾가 콩된장 발효 중 triglyceride 와 유리지방산의 관계와 서로 비슷한 결과를 얻었으며 이것은 lipase의 작용으로 메주제조 중 triglyceride가 가수분해되어 유리 지방산으로 전환된 것으로 생각된다. 또한 특이한 현상은 미확인 물질이 발효시간이 경과함에 따라 그 함량이 6.1%로 증가하였다. 이와 같은 현상은 Kiuchi 등¹²⁾의 실험에서 거의 비슷한 결과를 얻었으며 이에 관한 미확인 물질을 앞으로 계속 검토되어야 할 흥미있는 과제라 하겠다.

3. 지방산조성

메주 숙성과정에 있어서 지방산 조성을 규명하기 위해서 GLC를 사용하여 분리한 조지질, 중성지질, 당지질 및 인지질의 지방산 함량의 변화는 Table 4

Table 4. Composition of fatty acid in crude lipid and MeJu during fermentation

Fatty acid	Soaked soybean	Days (%)					
		0	1	2	3	4	5
14:0	t	t	t	t	t	t	t
16:0	11.2	11.3	11.5	11.5	11.8	11.8	11.8
18:0	3.4	3.5	3.5	3.6	3.9	3.9	4.0
18:1	20.9	19.6	20.3	20.8	21.0	21.5	21.5
18:2	57.2	57.8	57.1	56.1	54.6	53.8	53.7
18:3	7.3	7.8	7.6	8.0	8.7	9.0	9.0
Unknown	t	t	t	t	t	t	t

t : trace

5, 6, 및 7과 같다. 조지질의 지방산조성(Table 4)에 있어서 대두의 조지질이 지방산조성은 linoleic acid가 57.2%로 가장 많이 함유하였으며 다음은 oleic acid 20.9%, palmitic acid 11.2%, linolenic acid 7.3%, stearic acid 3.8%순이었다. 이와같은 지방산의 조성은 伊藤 등²⁰⁾과 Kiuchi¹²⁾ 등이 보고한 대

Table 5. Composition of fatty acid in neutral lipid fractions in soaked soybean and MeJu during fermentation

Fatty acid	Soaked soybean	Days (%)					
		0	1	2	3	4	5
14:0	-	t	t	t	t	t	t
16:0	9.9	10.0	10.0	10.1	10.2	10.2	10.2
18:0	4.0	4.0	4.1	4.1	4.2	4.2	4.3
18:1	22.3	22.3	22.3	22.5	22.3	22.2	22.2
18:2	56.4	56.5	56.3	56.0	56.0	55.9	55.9
18:3	7.4	7.2	7.3	7.3	7.4	7.4	7.4
Unknown	t	t	t	t	t	t	t

t : trace

두지질의 지방산 조성과 거의 비슷한 값이었고 대두 보다 삶은 콩이 oleic acid와 linoleic acid가 그 함량이 감소하였고, 따라서 다른 지방산 들은 약간 그 함량이 증가한 것은 Kiuchi 등¹²⁾이 보고한 결과와 거의 일치하였다. 개량메주의 숙성과정에 있어서 총지질의 지방산 조성은 대체로 4일째 oleic acid, palmitic acid, linoleic acid 및 stearic acid의 함량이 증가하였으며 4일째 최고에 달했다. 그러나 반대로 linolenic acid는 감소하였으며, 이와같은 결과는 Kiuchi¹²⁾의 결과와 상반되는 것으로 그 전환에 대한 기작의 규명은 앞으로 계속 연구 검토되어야 할 흥미있는 과제라 하겠다. 조지질의 지방산 조성(Table 5)에 있어서 대두 및 삶은 대두의 지방산들은 거의 비슷한 함량을 함유하고 있었으며 개량메주의 숙성과정에 있어서는 oleic acid와 lino-

leic acid의 함량은 감소하였으나 상대적으로 다른 지방산들은 증가하였다. 이와같은 현상은 삶은 콩에 균체를 접종시킨 후 3일째 발효시킨 메주에 고내치를 나타내었다. 이와같은 결과는 이¹¹) 및 Kiuchi 등¹²⁾이 보고한 지방산 조성과는 약간의 차이가 있으나 일반적인 경향은 서로 비슷하였다. myristic acid가 숙성과정에 있어서 trace로 나타났다. 당지질의 지방산조성(Table 6)은 미확인 3 성분을 포함하여 9종의 지방산이 검출되었다. 대두 인지질의

Table 6. Composition of fatty acid in glycolipid and Meju during fermentation

Fatty acid	Soaked soybean	Days (%)				
		0	1	2	3	4
Unknown	-	-	t	t	t	t
14:0	t	t	t	t	t	t
16:0	12.4	12.4	12.5	12.5	12.7	12.9
Unknown	-	-	t	t	t	t
18:0	4.8	4.9	4.9	5.0	5.3	5.3
18:1	22.6	22.6	22.8	23.0	23.0	23.2
18:2	54.2	54.0	53.7	53.9	53.5	53.1
18:3	6.0	6.1	6.1	5.6	5.5	5.5
Unknown	t	t	t	t	t	t

t : trace

지방산 조성은 linoleic acid가 54.2%로 그 함량이 제일 많았으며 palmitic acid가 다른 종지질 및 중성지질에 비하여 상당히 많은 함량을 나타내었다. 개량메주의 숙성과정에서 발효기간이 증가함에 따라 linolenic acid 및 linoleic acid가 감소하는 반면 상대적으로 stearic acid, palmitic acid 및 oleic acid의 함량이 증가하였고 미확인 지방산 2종류가 생성되었으며 그 전환에 대한 기작은 앞으로 계속 검토되어야 할 흥미있는 과제라 하겠다. 인지질의

Table 7. Composition of fatty acid in phospholipid and MeJu during fermentation

Fatty acid	Soaked soybean	Days				
		0	1	2	3	4
Unknown	-	-	t	t	t	t
14:0	t	t	t	t	t	t
16:0	11.6	11.4	11.7	11.8	12.0	12.2
Unknown	-	-	t	t	t	t
18:0	3.8	4.0	4.1	4.3	4.5	4.5
18:1	20.5	20.4	20.6	20.9	21.4	21.5
18:2	56.6	56.7	56.3	55.7	55.1	54.9
18:3	7.5	7.5	7.3	7.5	7.0	6.9
Unknown	t	t	t	t	t	t

t : trace

지방산조성 (Table 7)에서 보는 바 같이 미확인지방산 3종류를 포함하여 9종류의 지방산이 검출되었으며 대두 인지질의 지방산조성은 linoleic acid 56.7%로 그 함량이 제일 많았고 oleic acid 20.5%, palmitic acid 11.6%, linolenic acid 7.5%, stearic acid 3.8% 순이었다. 이와같은 결과는 伊藤等²⁰⁾의 실험결과와 비슷한 값을 나타내었다. 또한 개량메주의 숙성과정에 있어서 인지질의 지방산 조성은 당지질과 같이 linolenic acid 및 linoleic acid의 함량이 감소되었는 반면 stearic acid, palmitic acid 및 oleic acid가 상대적으로 증가하는 경향을 나타내었고 4일째가 최대치였다.

요약

*Aspergillus oryzae*에 의한 개량메주의 숙성과정에 있어서 지질의 조성변화를 체계적으로 규명하고 저 silicic acid column chromatography에 의한 당지질, 중성지질, 인지질의 분획정량 및 gas liquid chromatography에 의해서 중성지질의 성분 변화를 실험한 결과는 다음과 같다.

1. 대두 및 삶은 콩의 총 지질을 분획한 결과 중성지질 93~94%로 대부분이었고 인지질 4~5%, 당지질 2.0~2.1%였다. 개량메주 발효과정 중에 있어서 중성지질의 함량은 차차 감소하였으며 상대적으로 당지질 및 인지질은 증가하였다.

2. 대두 및 삶은 콩의 비극성 지질은 triglyceride가 88~89%로 주요 구성 성분이었고 sterol ester, 유리지방산, diglyceride 및 sterol은 삶은 콩보다 대두에서 함량이 높았다. 또한 메주의 숙성과정에 있어서는 triglyceride의 함량은 현저히 감소하는 경향을 나타내었으며 sterol ester, 유리지방산 및 diglyceride는 차차 증가하였다.

3. 조지질, 중성지질, 당지질 및 인지질의 지방산조성에 있어서 삶은 콩 및 대두에 있어서 linoleic acid 54~70%, oleic acid 20.0~22.6%, palmitic acid 11.0~12.4% 순이었으며 myristic acid는 trace로 검출되었다. palmitic acid는 당지질과 인지질에서 조지질 및 중성지질 보다 그 함량이 조금 높았다.

4. 메주의 발효과정에 있어서 조지질, 중성지질, 당지질 및 인지질의 지방산의 변화는 대체로 linoleic acid 및 linolenic acid가 차차 감소하였고 palmitic acid, stearic acid 및 oleic acid는 차차 증가하여 대체로 4일째에 최대였다.

5. 당지질과 인지질의 지방산의 변화에 있어서 다같이 미확인 지방산 3종류를 포함하여 9종류가 검출되었으며 2종류의 미확인 지방산은 발효

과정에서 생긴 것으로 앞으로 계속 검토할 흥미있는 과제라 하겠다.

문 헌

1. 장지현 : 한국농화학회지, 7, 25 (1966)
2. 정윤수 : 한국미생물학회지, 1(1), 30 (1963)
3. 조덕현, 이우진 : 한국미생물학회지, 13(1), 35 (1970)
4. 이철호 : 한국식품과학회지, 8(1), 12 (1976)
5. 김재욱, 조무제, 김상준 : 한국농화학회지 11, 35 (1969)
6. 김재욱, 조성항 : 한국농화학회지, 18(1), 1 (1975)
7. 장지현 : 서울대학교 창립 60주년 기념논문집, 81 (1966)
8. 김상준 : 한국식품과학회지, 10(1), 63 (1978)
9. 이종진, 고한수 : 한국식품과학회지, 8, 247 (1976)
10. 박계인 : 한국농화학회지, 15, 9 (1972)

11. 이숙희 : 동국대학교 박사학위청구논문, (1979)
12. Kiuchi, K., Ohta, T. and Ebine, H. : *J. Japansoc. Food Sci. Technol.*, 53, 869 (1975)
13. Kiuchi, K., Ohta, T. and Ebine, H. : *J. Japn soc. Good Sci. Technol.*, 23, 45 (1976)
14. Yoshida, F. and Yoshii, H. : *Miso no Lagakuto Gijutsu*, 179, 1 (1969)
15. Folch, J. and Lees, M. : *J. Biol. Chem.* 226, 497 (1957)
16. Rouser, G. and Kritchevsky, G. : *Lipids*, 2, 37 (1967)
17. Amenta, J. S. : *J. Lipid. Res.*, 5, 270 (1964)
18. 油脂すよび油脂製品試験法部令 : 油化學, 19, 337 (1970)
19. Privett, O. S., Dongherty, K. A., Erdohl, W. L. and Stolyhwo, A. : *J. Am. Oil Chemists. Soc.* 50, 516 (1973)
20. 伊藤精亮, 吉野康, 藤野安彦 : *Res. Bull. Ohihiro Univ.*, 9, 335 (1975)