厚生労働行政推進調査事業費（医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業）
研 究 報 告 書

研究課題　医薬部外品原料規格の整備に関する試験法の開発研究

研究代表者 内山 奈穂子 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 部長

医薬部外品原料規格「セージ油」と「セージ水」の GC-FID 確認試験法の改良について

研究協力者　吉冨太一　神奈川県衛生研究所　理化学部　主任研究員

研究要旨　医薬部外品原料規格に収載されているセージ油(Sage Oil: SO)およびセージ水(Sage Water: SW)には，ガスクロマトグラフ水素炎イオン化検出器(GC‐FID)による確認試験が設定されている．現行法では，いずれもパックドカラム(PC)を用いて試験が行われ，分析時間が長く，分離能にも限界がある．さらに，SW の確認試験では，外原規セージエキス(Sage Extract: SE)が標準試料として設定され，その主要成分は十分に特定されていない．また，水系試料を直接 GC に導入するため，カラムの劣化や検出器汚染のリスクも懸念される．近年の GC 分析では，キャピラリーカラム(CC)が主流であり，SO および SW においても PC から CC への変更が望ましいと考えられる．本研究では，外原規 SO および SW を対象に，CC を用いた確認試験法の改良を試みた．

A．研究目的

医薬部外品や化粧品には，合成成分および天然由来成分を含む様々な原料が配合されている．このうち，日本薬局方，食品添加物公定書，日本産業規格に収載されていない成分については，医薬部外品原料規格(外原規)が医薬部外品の品質確保に重要な役割を担っている[1),2)]．

外原規は 1991 年に初めて制定され，複数の規格統合と改訂を経て外原規 2021 に至り，現在，2,600 品目以上が収載されている[1)]．しかし，品目間で設定項目や分析法に大きなばらつきがあり，一部では確認試験や純度試験が未設定のものも存在する．また，比色分析やパックドカラム(PC)を用いたガスクロマトグラフィーなど旧来の分析法が多く残されており，最新の分析技術に即した改訂が望ましいと考えられる．

特に，植物由来の精油を対象とする品目では，ガスクロマトグラフ水素炎イオン化検出器(GC–FID)による確認試験が多く，外原規「セージ油（Sage Oil: SO）」もその一例である．SO は *Salvia officinalis* L.の葉から水蒸気蒸留して得られる精油と定義され，α-ピネン，ツジョン，*dl*-カンファーを指標成分として PC で分離・検出する方法が採用されている[1)]．PC は 2-4 m のステンレス管やガラス管に充填剤を詰めて使用するが，分離能が低くピークがブロードになり

やすい．更に，近年，PC に多用される充填剤，高純度珪藻土の供給体制が不安定化しており，入手困難や販売停止の事例が相次いでいることから，早急な対応が必要である [3), 4)]．外原規には, PC を利用した試験法が多数存在しており [1)]，現在の分析の主流であるキャピラリーカラム(CC)への変更が望ましいと考えられる．

また，外原規には，植物を水蒸気蒸留した水層成分(芳香蒸留水)を対象とした品目も存在する．外原規「セージ水(Sage Water: SW）」は，*S. officinalis* L.の葉を水で抽出したエキスを水蒸気蒸留して得られる液と定義されており，一般的な芳香蒸留水とは製法が異なっている [5)]．これまでの報告では，*S. officinalis* L.の芳香蒸留水を GC-MS で分析した例はあるものの [6), 7)]，いずれも植物を直接，蒸留した水層を対象としており，外原規 SW のように「水抽出エキスを蒸留して得られる液」を分析した例は確認されていない．このため，外原規 SW の主要成分を明確にする詳細な分析が必要である．

さらに，SW についても PC による GC-FID 確認試験が設定されており，その標準試料として外原規「セージエキス（Sage Extract: SE）」を用いることが規定されている [1)]．しかし，SE はエタノール，1,3-ブチレングリコールなどの複数の溶媒系の中から選択し調製する規格となっており，エキスの成分は十分に特定されない．加えて，SW は水系試料であるため，現行法のように試料を直接 GC に注入すると，カラムの劣化や検出器汚染のリスクが高く，分析の再現性にも影響を及ぼす可能性がある．したがって，外原規 SW においては，指標成分を明らかにすると共に，水系試料から精油成分を適切に抽出するための前処理法を確立することが重要である．

本研究では，外原規 SO および SW の確認試験において，従来の PC を用いた GC-FID 確認試験を CC へと変更し，両品目における分析法の改良を試みたので報告する．

B．研究方法

1．一般試薬，一般器材，装置

1,8-シネオール(純度>98%，東京化成), カンファー(純度 98%，富士フィルム和光純薬)，α, β-ツジョン混合品(Sigma-Aldrich)，α-ピネン(純度 95%，富士フィルム和光純薬), ボルネオール(純度 95%，東京化成), リナロール(純度 96%，東京化成)，β–カリオフィレン(純度>90%, 東京化成)は各メーカーより購入した．各種溶媒は特級，残留農薬・PCB 試験用または LC-MS 用(富士フィルム和光純薬)を用いた．なお，使用したα, β-ツジョン混合品はα型が主成分であった(なお，ツジョンのα型およびβ型の割合は，メーカー成績書に基づき，それぞれ 91%および 8%であった).

2．分析試料

市場品 SO と SW はインターネットで購入した (Table 1a, 1b)．外原規適合品の SE と SW は原料メーカーより提供された試料を用いた (Table 1c).

3. GC-MS 及び GC-FID 条件

Table 2 と Table 3 に GC-MS と GC-FID 条件をまとめた.

4. SO の試料調製

市場品 SO はヘキサンまたはアセトンにて, 100 倍希釈したものを分析試料とした. 標準試料はα-ピネン, α, β-ツジョン混合品をヘキサンで 1000 倍希釈した. カンファーは 0.1 mg/mL にヘキサンで調製した.

5. SW と SE の試料調製

外原規適合品 SW と SE の試料調製は以下の 2 種類の方法で行った. 1) 各試料をエタノールで 10 倍希釈した. 2) 既報に基づくヘキサンによる簡易抽出(Hexane-liquid-liquid extraction (以下, Hex-LLE)を行った [8]. 本品 10 mL に対し, 1 mL のヘキサンと NaCl, 1 g を加え, 5 分間振とう抽出した. 静置後, 1740 x *g* で 5 分間遠心処理し, その上清を分析試料とした.

また, 市場品 SW は Hex-LLE で同様に調製した. 標準試料 ; α, β-ツジョン混合品, 1,8-シネオールをヘキサンで 1000 倍希釈した. カンファーは 0.1 mg/mL にヘキサンで調製した.

6. 統計解析

統計解析は GC-FID クロマトグラムから得られた相対ピーク面積(%)の平均値を用いて行った. SO 群は, 現行の指標成分である α-ツジョンが検出されなかった 2 検体を除外した 8 検体, SW 群は *S. apiana* 由来と判断された 1 検体を除外した 6 検体を対象とした. 両群に共通して検出された成分のみを比較対象とし, Welch の t 検定(対応なし・等分散なし)を用い, $p < 0.05$ を統計学的に有意と判断した.

C. 結果と考察

1. GC-MS 及び GC-FID を用いた CC による SO 指標成分の分離検討

最初に, GC-MS を用いて CC における SO の分離挙動を確認した. GC 条件は外原規の香料試験法を参考に昇温条件等を改変し [1], キャリアガスを He として実施した(Table 2). その結果, 指標成分であるα-ピネン (**1**), α-ツジョン (**2**), カンファー (**3**)の 3 成分は良好に分離され (Fig. 1, Fig. 2a), 各標準品と MS パターンが一致したことから, 分離したピークに他の成分の混入は無いと判断された. なお, ツジョンにはα型とβ型の異性体が存在し, MS パターンの一致から両ピークは完全に分離し, α型が主成分であることを確認した.

次に, GC-FID を用いて同条件で分析を行ったところ(Table 2), 分離および検出感度ともに良好であった(Fig. 2b). 外原規に記載されている「主ピークの保持時間による確認」という現行の各条に照らしても [1], PC から CC への移行は妥当であると判断された.

2. CC による迅速化の検討

現行の PC を用いる SO の確認試験では, 1 分析あたり, 約 28 分程度かかり [1], 新たに検討した CC の条件では, 56 分程度を要する. さらに, いずれの条件もオーブンの冷却サイクルを考慮すると, 実際の所要時間はさらに長くなる. そこで本項では, 確認試験の効率化を目的に,

迅速化条件の検討を行った (Table 3a, 3b).

まず，迅速化した GC-MS 条件では，分析時間が 56 分から 12 分に短縮されても十分な分離が維持され(Fig. 3a), 指標成分のピークに他の成分の混入がないことも確認した.

次に, この条件を GC-FID へ転用したところ，キャリアガス He および N_2のいずれでも分離は良好で，検出感度の著しい低下も認められなかった(Fig. 3b, 3c). したがって，検討した GC-FID の迅速化条件は，高価な He を使用せず安価な N_2でも対応可能なため, 分析時間の短縮と, キャリアガスのランニングコスト削減の両面から有用であると考えられた. 以上の検討結果を踏まえ，本研究では Table 4 に示す条件を，SO の GC-FID 確認試験における最終条件として採用した.

3. 構築した CC 条件による市場品 SO の分析

構築した GC-FID 確認試験法(Table 4)の妥当性を検証するため，製品のラベルに基原植物として， *S. officinalis* L.と記載された市場品の SO10 検体を分析した. その結果，10 検体中 8 検体でα-ピネン (**1**), α-ツジョン (**2**), カンファー (**3**)の 3 成分が確認された(Fig. 4a, Table 5). 一方，*S. apiana* (ホワイトセージ油)および *S. sclarea* (クラリセージ油)と表示された精油では，3 成分の内，主にα-ツジョン (**2**)が検出されず (Fig. 1, Fig. 4b, Table 5)，リナロール (**4**)や酢酸リナリル (**5**)といったモノテルペン類が確認された (Fig. 1, Fig. 4c, Table 5). したがって，SO の確認試験を PC から CC へ変更しても特異性は維持されると考えられた.

さらに，各精油成分の文献調査を行ったところ，本研究で得られた主成分の構成や各成分の割合は，既報の範囲と概ね一致していた (Table 6)[6), 9)]. したがって，構築した条件により，各精油の特徴成分を確認できると共に，外原規 SO の指標成分は *S. officinalis* L.の識別に有効であることを示唆するものであった.

以上の結果より，市場品 SO に対して十分な特異性を有したことから，GC-FID 確認試験法として妥当であると考えられた(Table 4).

4. 外原規適合品 SW と SE の分析

外原規 SW の確認試験では，外原規 SE を標準試料とすることが規定されている. そこで，SO で確立した CC 条件を SE に適用し，検出される精油成分の同定を行った.

その結果，α-ツジョン (**2**), カンファー (**3**), 1,8-シネオール (**6**)の 3 成分が SE の主成分として検出された (Fig. 1, Fig. 5a). しかし，抽出溶媒に 1,3-ブチレングリコールを含む SE では，指標成分のピークが埋没し，視認しにくいケースが確認された (Fig. 5b). すなわち，現行法のエタノールによる希釈では，製品によって指標成分の確認が困難となる可能性が示唆された.

また, 外原規の各条において, SW は直接 GC に注入する方法が採用されているが，本研究では，カラムや装置の保護の観点から，SE と同様にエタノールで 10 倍希釈して測定した(Fig. 5c). その結果, 主要ピークはα-ツジョン (**2**), カンファー (**3**)，1,8-シネオール (**6**)であったが，防腐剤メチルパラベンの大きなピークが観察され，指標成分の視認性を妨げるケースが確認され

た(Fig. 5c).

5. ヘキサンによる簡易抽出法(Hex-LLE)の検討

水系試料である外原規 SW を GC に直接注入することを避けるため，本研究では，我々が先に報告した Hex-LLE を適用し, その有効性を検討した[8]. また, 外原規 SE についても Hex-LLE を適用し，指標成分の妨害を除去できるかを検証した.

その結果，外原規 SE や SW で見られた 1,3-ブチレングリコールやメチルパラベンはほとんど抽出されず，主要なピークのα-ツジョン (**2**)，カンファー (**3**)，1,8-シネオール (**6**)が明瞭に確認された (Fig. 5d-f).

さらに，市場品 SW についても同様に Hex-LLE を適用した．その結果，外原規 SW と同様のクロマトグラムを示し，検出されたピークは SW-3 の検体を除いて，α-ツジョン (**2**)，カンファー (**3**)，1,8-シネオール (**6**)であった(Fig. 6a-g, Table 7). *S. apiana* 由来のホワイトセージの SW-3 では，ホワイトセージ油の結果と同様にα-ツジョン (**2**)が検出されなかった(Fig.4b (SO-11), Fig. 6c (SW-3), Table 7). これは，市場品 SO で得られた結果に一致するものであった(Table 5).

以上の結果を踏まえ, 本研究では Hex-LLE を前処理として組み合わせた Table 4 に示す条件を，SW の GC-FID 確認試験における最終条件として採用した.

6. SO および SW の成分分布と統計解析

本研究で得られた GC-FID の結果から, SO および SW の最終的な確認試験条件とした Table 4 に基づき，両者に含まれる精油成分の組成を比較した(Table 8).

統計解析に先立ち，各検体のクロマトグラムを精査したところ，SO の 2 検体では，指標成分のうち, α-ツジョン (**2**)が検出されず, 規定に適合しないことが判明した(Table 5, (SO-6), SO-10)).

一方，SW については，個別の指標成分は設定されていないため，標準試料 SE の主要成分α-ツジョン (**2**)，カンファー (**3**)，1,8-シネオール (**6**)と比較した．その結果，SW-3 の検体ではα-ツジョン (**2**)が検出されず，*S. apiana* (ホワイトセージ)に特徴的な組成を示した(Table 7). これらは *S. officinalis* L.由来の SO または SW に該当しないと判断し，統計解析から除外した.

統計解析の結果，SO では，α-ピネン (**1**)やカンフェン (**8**)，β–ピネン(**9**), β–カリオフィレン (**10**)などの炭化水素型モノテルペンまたはセスキテルペンに加え, α-ツジョン (**2**), カンファー (**3**)，1,8-シネオール (**6**)，ボルネオール (**7**)などの含酸素型モノテルペンが検出された(Fig. 1, Table 8). 一方，SW では，SO と異なり炭化水素型モノテルペンは検出されず， α-ツジョン (**2**)，カンファー (**3**)，1,8-シネオール (**6**)，ボルネオール (**7**)などの含酸素型モノテルペンが主要な成分であった(Fig. 1, Table 8).

さらに，SO および SW で共通して検出された成分について比較を行い，Welch の t 検定(対応なし・等分散なし)を実施した(Fig. 7, Table 8). その結果，α-ツジョン (**2**) ($p = 0.00472$)，カンファー (**3**) ($p = 0.00228$)，および 1,8-シネオール (**6**) ($p = 0.02113$)で両群に有意差が認められた

(Fig. 7, Table 8). 一方，ボルネオール (**7**)についても群間差は認められたものの($p = 0.041$), 他の成分と比較して有意性は相対的に弱かった．さらに，SW における各成分の面積割合の検体間の相対標準偏差(RSD%)を比較すると，カンファー (**3**) 23.1%，1,8-シネオール (**6**) 37.3%，α-ツジョン(2) 62.6%に対し，ボルネオール (**7**)は75.0%と最も検体間の変動が顕著であった(Table 8)．確認試験の指標成分には，群間差に加えて安定して検出されることが求められるため，本研究では SW の指標成分としてα-ツジョン (2), カンファー (**3**), 1,8-シネオール (**6**)を採用し，変動の大きいボルネオール (**7**)は指標成分から除外した．

以上より，SO については，現行の指標成分であるα-ピネン (**1**)，α-ツジョン (**2**)，カンファー (**3**)を用いることが，CC による改訂試験法でも妥当であると考えられた．一方，SW については，群間差や検体間の RSD%の結果を踏まえ，α-ツジョン (**2**)，カンファー (**3**)，1,8-シネオール (**6**)を指標成分とすることが妥当であると判断された．

これらの知見は，マーカー化合物に基づく定性情報に加え，本研究で分析したテルペン類については GC-FID において相対ピーク面積比を用いた半定量的評価が可能であることを示唆された．実際に，市場品のサンプルから得られた組成プロファイルは，文献で報告されている範囲と概ね一致していた．したがって，本法は主要成分の相対的な含有量に関する情報を提供し得ることから，確認試験としてのみならず，市販製品の比較分析や品質評価への応用も期待される．

D. 結論

本研究では，外原規SOおよびSWの確認試験について，PCを用いたGC-FID分析をCCへ変更し，試験法の効率化と信頼性向上を目指し検討を行った．

CCにより，SOの現行の指標成分(α-ピネン (**1**), α-ツジョン (**2**), カンファー (**3**)が良好に分離され，迅速化条件では分析時間も大幅に短縮された．また，キャリアガスにN_2を用いても十分な検出感度が得られた．

さらに，外原規SWおよび外原規SEの分析から，1,8-シネオール (**6**)，α-ツジョン (**2**)，カンファー (**3**)が共通の主要成分であることを明らかにし，Hex-LLEを併用することで水系試料における妨害成分を除去できることを確認した．

以上より，外原規SOおよびSWの確認試験には，CCを用いたGC-FID分析とHex-LLEを組み合わせた手法が有用であった．本研究で構築した手法は，今後，他の植物由来の精油や芳香蒸留水の品目にも応用可能と考えられた．

F. 研究発表

1. 論文発表

Yoshitomi T., Ando T., Uchida Y., Iwahashi T., Hada C., Uchiyama N., *Chem. Pharm. Bull.*, **73**, 843-851 (2025).

2. 学会発表

1) 医薬部外品原料規格「セージ油」における

GC 確認試験法の迅速化の検討，R6 年度地方衛生研究所全国協議会関東甲信静支部理化学研究部会(長野)

2) 医薬部外品原料規格収載の精油類におけるガスクロマトグラフ水素炎イオン化検出器(GC-FID)を用いた確認試験法の最適化に関する研究，第 50 回 日本香粧品学会(東京)

3) 医薬部外品原料規格「セージ水」における GC-FID 確認試験法の改良，日本薬学会第 146 回年会(大阪)

参考文献

1) Japanese Standards of Quasi-Drug Ingredients 2021. Ministry of Health, Labour and Welfare, <https://www.mhlw.go.jp/content/001455270.pdf>, cited 12 November, 2025.
2) Ohara T., *J. Jpn. Cosme. Sci. Soc*., 43(4), 322-327 (2019).
3) Packed GC Columns: Product Catalogue. Chromtech, Chromtech Pty Ltd., Victoria, Australia, 2016 < https://www.chromtech.net.au/pdf2/xPackedColumns-2016.pdf >, cited 12 November, 2025.
4) DiatoSorb-W Diatomaceous Earth: Great Chromatography Millions of Years in the Making (Technical Note GNAR2326-UNV). Restek, Bellefonte, PA, USA, 2016. < https://gcms.cz/labrulez-bucket-strapi-h3hsga3/paper/GNAR2326-UNV.pdf>, cited 12 November, 2025.
5) 5) Tomi K., Kitano M., Murakami H., Matsumura Y., Hayashi T., *Biosci. Biotechnol. Biochem*., 80(5), 840-847 (2016).
6) Baydar H., Sangun K. M., Erbas S., Kara S., *J. Essent. Oil-Bear. Plants*, **16**(1), 39-44, (2013).
7) Andela M., Maja D., Dorotea G., Sandra P., Zoran Z., Zvonimir M., Igor J., Ana B., *Plants*, **12**, 2394 (2023).
8) Yoshitomi T., Ando T., Uchida Y., Iwahashi T., Hada C., Uchiyama N., *Chem. Pharm. Bull*., **73**, 843-851 (2025).
9) Agata K., Adam K., Maria L., *Planta Med*., **88**, 604-627 (2022).

Table 1 分析した試料のまとめ a) 市場品 SO, b) 市場品 SW, c) 外原規適合品 SE, SW

a)

Sample No.	Production area	Parts #)	Displayed plant species
SO-1	Spain	leaves	*S. officinals* L.
SO-2	Albania	whole plant	*S. officinals* L.
SO-3	Spain	whole plant	*S. officinals* L.
SO-4	Spain	leaves	*S. officinals* L.
SO-5	Hungary	leaves	*S. officinals* L.
SO-6	Spain	leaves/flower	*S. officinals* L.
SO-7	Spain	leaves	*S. officinals* L.
SO-8	Hungary	unknown	*S. officinals* L.
SO-9	unknown	leaves	*S. officinals* L.
SO-10	Spain	leaves	*S. officinals* L.
SO-11	America	unknown	*S. apiana*
SO-12	America	leaves	*S. apiana*
SO-13	America	leaves	*S. apiana*
SO-14	Hungary	whole plant	*S. sclarea*
SO-15	Chaina	leaves/flower	*S. sclarea*
SO-16	France	flower	*S. sclarea*

b)

Sample No.	Production area	Parts #)	Displayed plant species
SW-1	France	leaves/flower	*S. officinals* L.
SW-2	France	whole plant	*S. officinals* L.
SW-3	Japan	unknown	*S. apiana*
SW-4	France	unknown	*S. officinals* L.
SW-5	France	leaves	*S. officinals* L.
SW-6	France	flower	*S. officinals* L.
SW-7	Japan	whole plant	*S. officinals* L.

c)

Sample No.	Extraction solvent	Parts #)	Displayed plant species
JSQDI_SE-1	ethanol, water	leaves	
JSQDI_SE-2	1,3-butylene glycol, water	leaves	*S. officinals* L.
JSQDI_SW-1	water	leaves	

#) Parts indicated on the market products

Table 2 外原規香料試験法を改変した GC-MS と GC-FID 分析条件

	GC-MS	GC-FID
Gas Chromatograph	Agilent Technologies 8890	Shimadzu GC-2030
Column	DB5-MS (30 m x 0.25 mm, i.d., 0.25 mm)	
Carrier gas	Helium, 1 mL/min	
Oven temperature	50°C(2 min hold)-3.5°C/min-200°C(2.5 min hold)-20°C/min-280°C(5 min hold)	
Auto sampler	PAL3 RTC 120	AOC-20i plus/20s plus
Injection mode	Split (200:1)	Split (100:1)
Injection volume	1 μL	
Inlet temperature	250°C	
Hydrogen flow	-	32 mL/min
Air flow	-	200 mL/min
Makeup gas	-	24 mL/min
FID detection temperature	-	310°C

Table 3 迅速化条件の詳細 a) GC-MS, b) GC-FID

a)

	GC-MS
Gas Chromatograph	Agilent Technologies 8890
Column	DB5-MS (20 m x 0.18 mm, i.d., 0.18 μm)
Carrier gas	Helium, 1.45 mL/min
Oven temperature	50°C(0.6 min hold)-15°C/min-175°C-100°C/min-280°C(2 min hold)
Auto sampler	PAL3 RTC 120
Injection mode	Split (200:1)
Injection volume	1 μL
Inlet temperature	250°C

b)

	GC-FID	
Gas Chromatograph	Shimadzu GC-2030	
Column	DB5-MS (20 m x 0.18 mm, i.d., 0.18 μm)	
Carrier gas	Helium, 1.45 mL/min	Nitrogen, 0.5 mL/min
Oven temperature	50°C(0.6 min hold)-15°C/min-175°C-100°C/min-280°C(2 min hold)	50°C(0.8 min hold)-14°C/min-175°C-100°C/min-280°C(2 min hold)
Auto sampler	AOC-20i plus/20s plus	
Injection mode	Split (100:1)	
Injection volume	1 μL	
Inlet temperature	250°C	
Hydrogen flow	32 mL/min	
Air flow	200 mL/min	
Makeup gas	24 mL/min	
FID detection temperature	310°C	

Table 4　外原規 SO および SW の GC-FID 確認試験法の最終条件

	SO	SW
Preparation of analysis samples	Dissolve 0.05 mL SO in 5 mL hexane or acetone	Add 1 mL of hexane and 1 g of NaCl to 10 mL of SW and shake. After centrifugation, analyze the supernatant by GC-FID.
Marker compounds	α-Pinene, α-Thujone, Camphor	1,8-Cineole, α-Thujone, Camphor
Reference solution	Dissolve 0.05 mL α-pinene in 50 mL hexane Dissolve 0.05 mL α-thujone in 50 mL hexane Dissolve 0.1 mg camphor in 1 mL hexane	Dissolve 0.05 mL 1,8-cineole in 50 mL hexane Dissolve 0.05 mL α-thujone in 50 mL hexane Dissolve 0.1 mg camphor in 1 mL hexane
	GC-FID	
Gas Chromatograph	Shimadzu GC-2030	
Column	DB5-MS (20 m x 0.18 mm, i.d., 0.18 μm)	
Carrier gas	Nitrogen, 0.5 mL/min	
Oven temperature	50°C(0.8 min hold)-14°C/min-175°C- 100°C/min-280°C(2 min hold)	
Auto sampler	AOC-20i plus/20s plus	
Injection mode	Split (100:1)	
Injection volume	1 μL	
Inlet temperature	250°C	
Hydrogen flow	32 mL/min	
Air flow	200 mL/min	
Makeup gas	24 mL/min	
FID detection temperature	310°C	

Table 5　市場品 SO および関連する精油(ホワイトセージ油，クラリセージ油)における各成分の検出状況 (〇：検出 s/n=3 以上，×：不検出)

Sample No.	Displayed plant species	α-Pinene (**1**)	α-Thujone (**2**)	Camphor (**3**)	Linalool (**4**)	Linalyl acetate (**5**)	1,8-Cineole (**6**)	Borneol (**7**)	Camphene (**8**)	β-Pinene (**9**)	β-Caryophyllene (**10**)
SO-1	*S. officinals* L.(SO)	〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-2		〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-3		〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-4		〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-5		〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-6		〇	×	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-7		〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-8		〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-9		〇	〇	〇	〇	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-10		〇	×	〇	×	×	〇	〇	〇	〇	〇
SO-11	*S. apiana* (White sage oil)	〇	×	〇	〇	×	〇	×	〇	〇	〇
SO-12		〇	×	〇	×	×	〇	×	〇	〇	〇
SO-13		〇	×	〇	〇	×	〇	×	〇	〇	〇
SO-14	*S. sclarea* (Clary sage oil)	〇	×	×	〇	〇	〇	×	×	〇	〇
SO-15		×	×	×	〇	〇	×	×	×	〇	〇
SO-16		〇	×	×	〇	〇	×	×	×	〇	〇

Table 6　市場品 SO，ホワイトセージ油(*S. apiana*)，およびクラリセージ油(*S. sclarea*)における主要精油成分の相対面積値(%)の範囲 (文献値および本研究結果)

	S. officinalis L.		*S. apiana*		*S. sclarea*	
	Literature[a), b)]	This study	Literature[a)]	This study	Literature[a)]	This study
α-Pinene (**1**)	Tr-6.4	5.1-6.9	5-10	5.76-5.85	0.1-0.5	ND-0.56
α-Thujone (**2**)	20.1	22.4-30.4	ND	ND	0.5	ND
Camphor (**3**)	0.15-37	17.5-22.7	2-22	29.4-29.5	ND	ND
Linalool (**4**)	ND	0.37-0.61	0.20	0.10-0.12	12.5-38	11.5-25.8
Linalyl acetate (**5**)	ND	ND	ND	ND	3.6-39	50.3-78.3
1,8-Cineole (**6**)	1.2-21	9.1-12.0	26-72	34.2-34.5	Tr-0.1	ND

a) Krol et al., *Planta Medica* , **88**, 604-627, (2022)
b) Baydar et al., *J. Essent. Oil-Bear. Plants* , **16**(1), 39-44, (2013)
Tr: Trace level, ND: Not detected

Table 7　市場品 SW および外原規 SW における各成分の検出状況 (○：検出 (s/n=3 以上)，×：不検出)

Sample No.	Displayed plant species	α-Pinene (**1**)	α-Thujone (**2**)	Camphor (**3**)	Linalool (**4**)	Linalyl acetate (**5**)	1,8-Cineole (**6**)	Borneol (**7**)	Camphene (**8**)	β-Pinene (**9**)	β-Caryophyllene (**10**)
SW-1	*S. officinals* L.	×	○	○	×	×	○	○	×	×	×
SW-2	*S. officinals* L.	×	○	○	○	×	○	○	×	×	×
SW-3	*S. apiana*	×	×	○	○	×	○	○	×	×	×
SW-4	*S. officinals* L.	×	○	○	○	×	○	○	×	×	×
SW-5	*S. officinals* L.	×	○	○	×	×	○	○	×	×	×
SW-6	*S. officinals* L.	×	○	○	○	×	○	○	×	×	×
SW-7	*S. officinals* L.	×	○	○	○	×	○	○	×	×	×
JSQDI_SW-1	*S. officinals* L.	×	○	○	○	×	○	○	×	×	×

Table 8 市場品 SO (n=8)および SW (n=6)に含まれる主要な精油成分の相対面積値(平均値±SD, %), 相対標準偏差 (%) および Welch の t 検定(対応なし・等分散なし)による群間比較

	SO (mean ± SD)	SO (RSD%)	SW (mean ± SD)	SW (RSD%)	*p* -value
α-Pinene (**1**)	6.32 ± 0.67	10.6	ND	ND	-
α-Thujone (**2**)	26.6 ± 2.22	8.36	12.2 ± 7.60	62.6	0.00472
Camphor (**3**)	20.7 ± 2.06	9.95	43.4 ± 10.0	23.1	0.00228
Linalool (**4**)	0.47 ±0.09	19.4	0.67 ± 0.61	91.0	0.45639
1,8-Cineole (**6**)	10.6 ± 0.85	8.08	21.2 ± 7.91	37.3	0.02113
Borneol (**7**)	2.09 ± 0.56	26.7	12.8 ± 9.64	75.0	0.04113
Camphene (**8**)	5.99 ± 1.14	18.9	ND	ND	-
β-Pinene (**9**)	1.97 ± 0.52	26.5	ND	ND	-
β-Caryophyllene (**10**)	3.84 ± 0.92	23.9	ND	ND	-

ND: Not detected

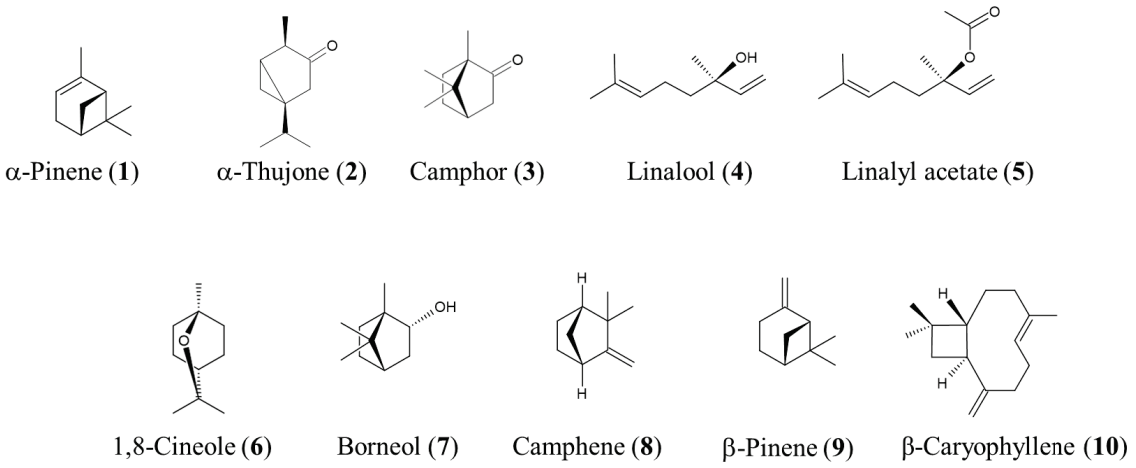


Fig. 1 本研究で分析された精油成分の一覧

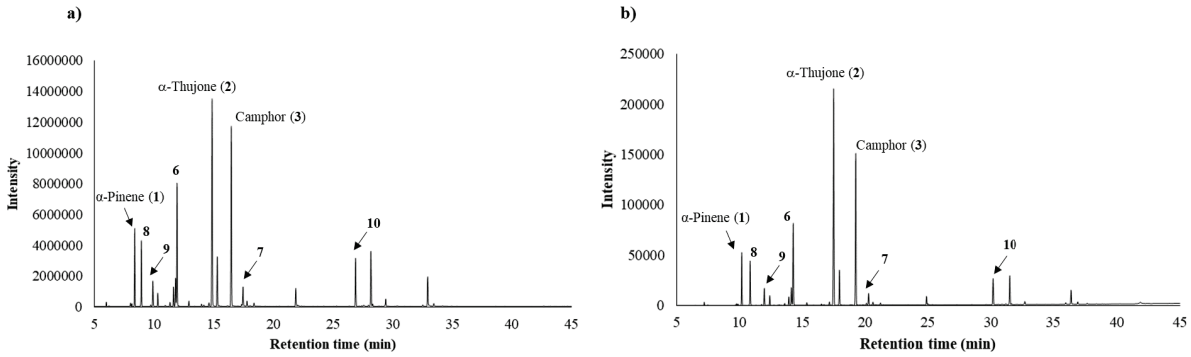


Fig. 2 CC を用いた外原規香料試験法改変条件における GC-MS および GC-FID における市場品 sage oil (SO, sample SO-1)の指標成分の分析

a) TIC クロマトグラム(キャリアガス：He), b) GC-FID クロマトグラム (キャリアガス：He)

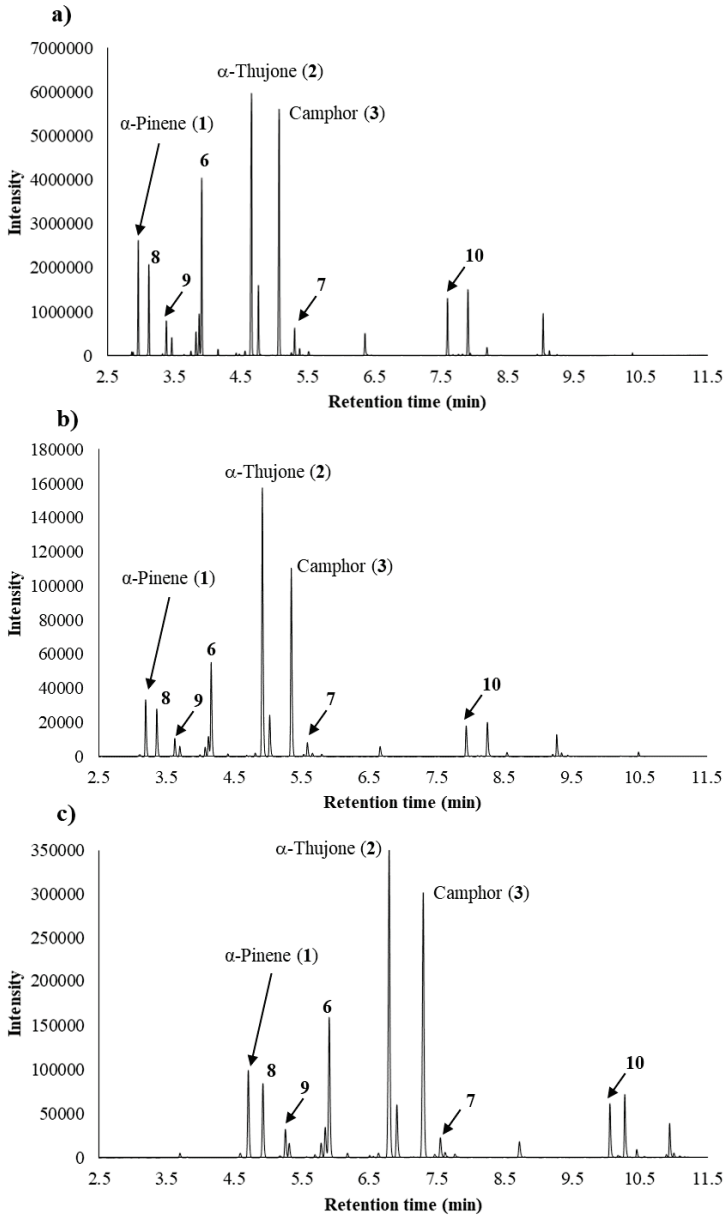


Fig. 3 CC を用いた sage oil (SO, sample SO-1)の迅速化条件における GC-MS および GC-FID クロマトグラム

a) TIC クロマトグラム (キャリアガス：He), b) GC-FID クロマトグラム (キャリアガス：He), c) GC-FID クロマトグラム (キャリアガス：N_2)

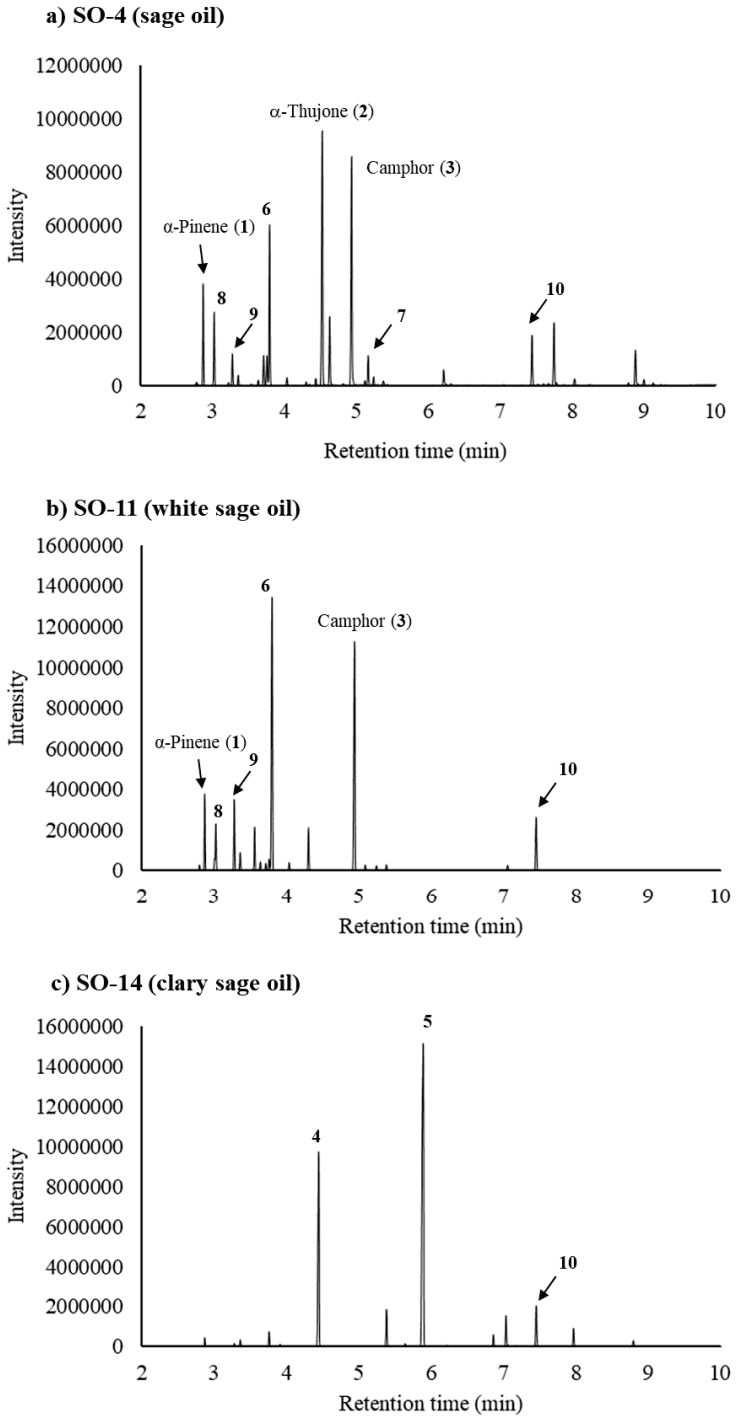


Fig. 4 市場品 SO (a)，ホワイトセージ油(*S. apiana*) (b)，クラリセージ油(*S. sclarea*) (c)の迅速化条件における GC-MS クロマトグラム (キャリアガス：He)

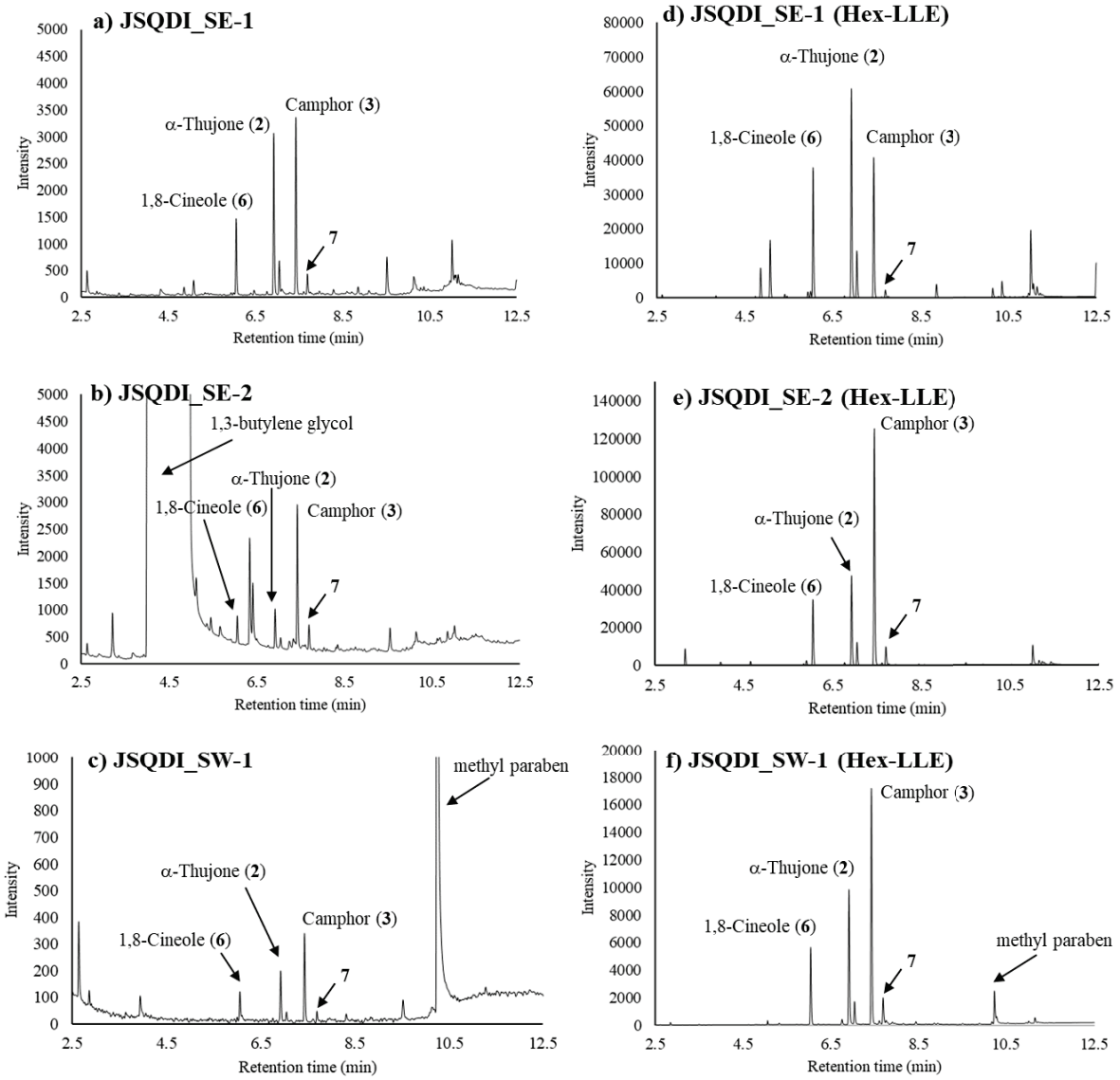


Fig. 5 外原規適合 SE と SW における GC-FID クロマトグラム (キャリアガス：N_2)
a-c) 外原規に記載された方法(エタノール希釈)で分析したクロマトグラム, d-f) Hex-LLE による前処理後のクロマトグラム

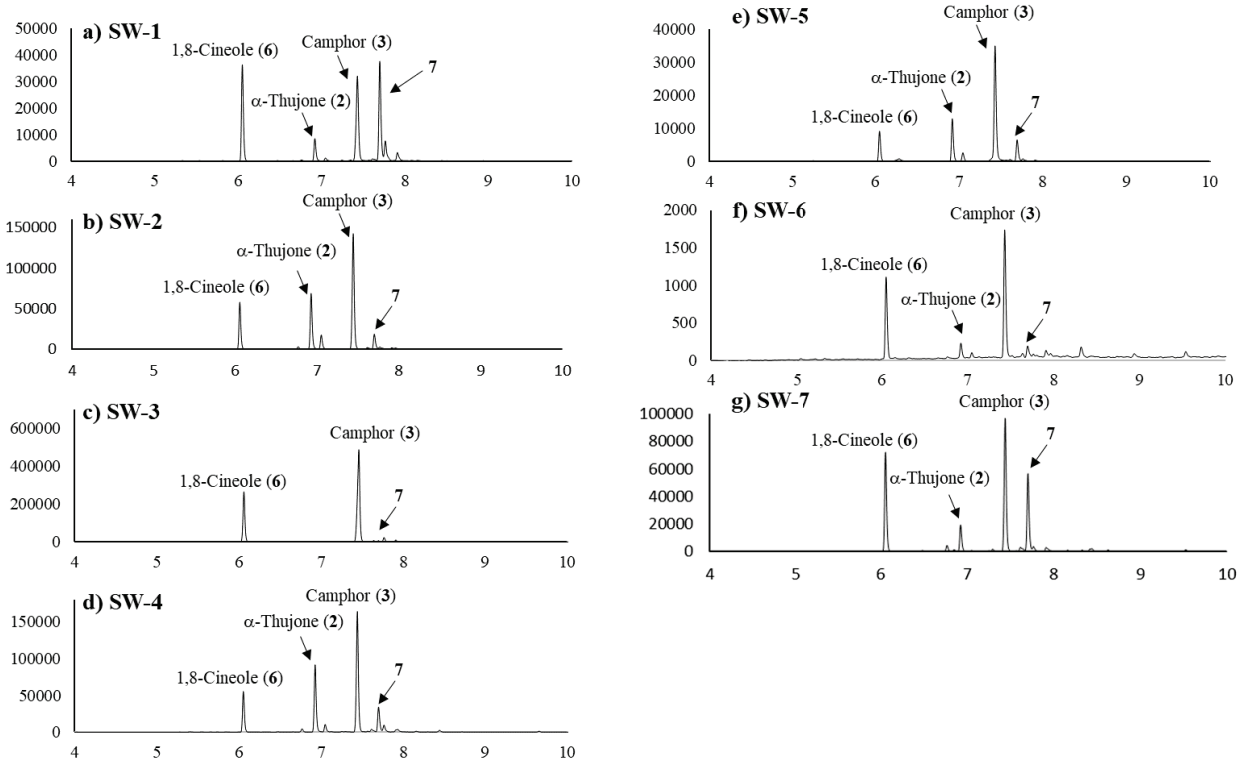


Fig. 6 市場品 SW1-7 (a-g)に Hex-LLE を適用した場合の GC-FID クロマトグラム (キャリアガス：N_2)

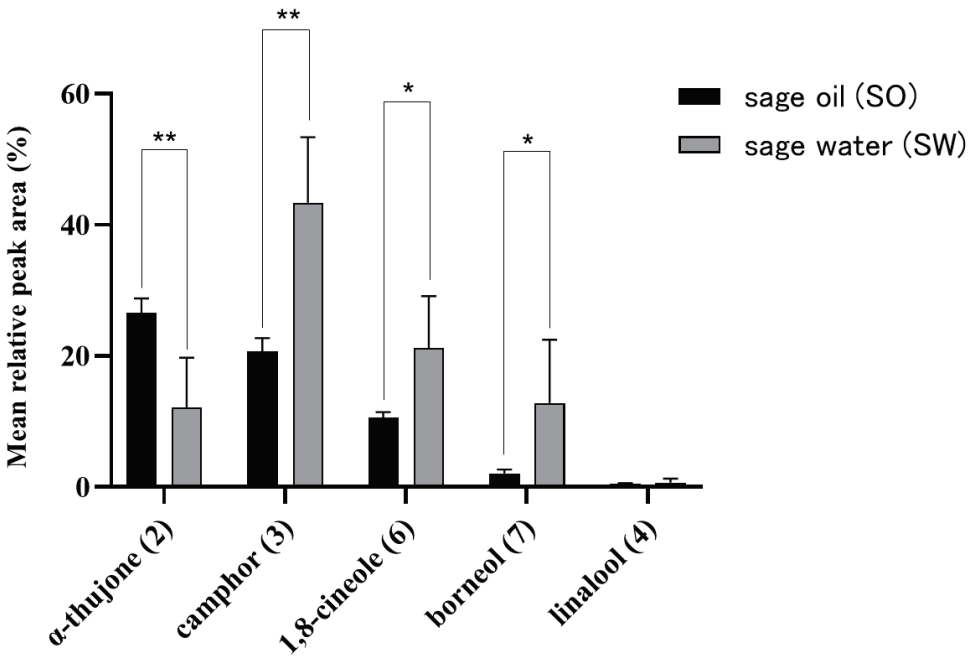


Fig. 7 市場品 sage oil (SO (n=8))と sage water (SW (n=6))に共通して検出された精油成分の相対面積値における群間比較(平均値±SD, %）, *$p < 0.05$, **$p < 0.01$