

市販精油の品質評価

森 真啓,^{*,a} 池田紀和,^a 加藤敬香,^a 南野美紀,^a 渡部一仁^b

Quality Evaluation of Essential Oils

Masahiro MORI,^{*,a} Norikazu IKEDA,^a Yoshiko KATO,^aMiki MINAMINO,^a and Kazuhito WATABE^b

Research and Development Division, Institute of Cosmetic Science, Club Cosmetics Co., Ltd.,^a 145-1, Ichibu-cho, Ikoma City, Nara 630-0222, Japan and Faculty of Pharmaceutical Sciences, Setsunan University,^b 45-1, Nagaotoge-cho, Hirakata City, Osaka 573-0101, Japan

(Received November 5, 2001; Accepted December 21, 2001)

Essential oils on the market were analyzed using GC-MS and the main ingredients of each essential oil were quantified. Analysis of the essential oil of *Lavandula officinalis* (lavender oil) showed that each sample had a different ratio of the contents of main ingredients, such as linalool, linalyl acetate, and camphor. In addition, some commercial lavender oils were analyzed by GC-MS for comparison with the *Lavandula flagrans* (lavandin oil) and the reference standard¹⁾. As a result of this analysis, although the components of almost all commercial lavender oils were approximately the same as those of the reference standard,¹⁾ there were a few products that contained more than 0.5 % of the amount of camphor in lavandin oil. This suggests that some lavender oil samples are mixed with lavandin oil to lower the price. Commercial essential oils of *Melaleuca alternifolia* (teatree oil) and *Mentha piperita* (peppermint oil) were also analyzed by GC-MS. Each of the peppermint oil samples had a different ratio in the content of its main ingredient. With respect to teatree oils, the amount of terpinens in each sample differed. These results led to concern about the efficacy of essential oils. For achieve the expected efficacy of essential oils, correct information on their ingredients should be available and quality control using instrumental analysis should be introduced.

Key words—essential oil; *Lavandula officinalis*; GC-MS; *Lavandula flagrans*; *Melaleuca alternifolia*; *Mentha piperita*

緒 言

近年、アロマセラピーが広く注目を集め、一般消費者までその効用や方法が広まっている。そのアロマセラピーに用いられるオイルが精油である。しかしながら、その品質については正しく検証されていないのが現状であり、何ら規制は行われていない。精油は単一の基原物質に由来する有機化合物類の混合物であり、大半は植物の二次的な代謝物である。したがって、同じタイプの植物から取れる精油でさえも、その植物の生育した環境、収穫の時期などにより成分比の変動が生じる。これらさまざまな成分の混合体が精油であり、微量成分さえも含めたすべての成分が相互に影響し、その精油に特徴のある効果を与えている。しかし、精油産業では偽和や模造

が行われているものもあり、これらの結果、精油の成分バランスを壊すような大きな成分比の違いを与えることもある。その場合、特有の精油の効果を期待して用いる消費者にとって逆効果となる場合も考えられ、一般消費者が自ら精油を購入し、アロマセラピーの処置を行うこともあり得る現状では、トラブルの危険性を否定できないと言える。そこで市販精油の成分分析を行うことは、品質を知る上で重要と思われる。しかしながら、同一種から再分化した植物体の成分比較や抽出部位による成分比較等は行われているが、^{2,3)} 実際に消費者が直接用いる市販精油の同一種の成分比較の報告はない。そこで本研究では、アロマセラピーでよく用いられる精油 3 種 (ラベンダー、ペパーミント、ティートリー) を用い、主要成分の分析を行った。一般にラベンダー精油は、香りによる鎮静作用を有し、血圧を低下させ心拍を鎮める働きを有している。⁴⁾ これとよく似た成分組成であるラバンジン精油も同様の作用による

^{a)} 榊クラブコスメチックス化粧品文化研究所, ^{b)} 摂南大学薬学部

e-mail: moori@clubcosmetics.co.jp

リラックス効果を有すると考えられるが、ラバンジン精油の鎮静効果を報告した例はない。このことから、ラバンジン精油と混和したり、溶媒で希釈した精油では期待される効果が得られない可能性も考えられる。また、ペパーミント精油は独特の強い menthol の芳香を放ち、この含量の多いことから高い冷感効果を有している。⁵⁾ この精油の主成分は menthol と menthon であり 2 つの成分で 60% 以上となる。これらの成分及びペパーミント精油については、様々な抗菌活性について実験が行われている。^{6,7)} またティートリー精油は、古くから殺菌消毒効果が認められており、この効果がティートリー精油中の terpinen-4-ol に由来するものであることが確認されている。⁸⁾ また、最近では terpinen-4-ol が活性化ヒト単球による炎症メディエーター産生を抑制し抗炎症作用を有することが示唆されている。⁹⁾ 本研究では、これら 3 種の市販精油のそれぞれの主要成分の定量を GC-Mass を用いて行い、品質の比較を行った結果を報告する。

実験の部

1. 標準品 camphor, linalool, linalyl acetate, limonene, menthone (異性体混合物), menthol, 1,8-cineole, γ -terpinene, *p*-cymene, 1-dodecanol は和光純薬工業㈱より、pulegone, α -terpinene, terpinen-4-ol は東京化成工業㈱より購入した。

2. 試料 精油として市販されているラベンダー油 (12 メーカー 13 ロット), ペパーミント油 (17 メーカー), ティートリー油 (7 メーカー 8 ロット), ラバンジン油 (1 メーカー) をアロマショップなどから購入し用いた。

3. 試料溶液の調整 市販精油は内部標準物質とした 1-dodecanol を加え、メタノールにて希釈し 1% とした後、GC-Mass 用試料とした。また、定量を行うそれぞれの成分については、標準品を用い、メタノールで希釈しそれぞれ最適な濃度の標準試料を作成した。

4. GC-Mass 測定条件 GC-Mass は Thermo Quest 製 GCQ-plus を、カラムには supelco 製 Nukol (30 m, 0.25 mm ID, 0.25 μ m film) を用いた。注入口温度、イオン源温度はいずれも 200°C とした。カラムオープンの温度設定は初期値は 100°C とし、5 分間保持後、4°C/min の昇温率で 200°C まで

昇温し、15 分間保持した。また、キャリアーガスにはヘリウムを用い、カラム流量を 1.0/min に設定し、スプリット比 1/50 にて分析を行った。イオン化は電子衝撃イオン化 (EI) としイオン化エネルギーは 70 eV とした。測定モードは 15—250 のマスレンジによるフルスキャンモードで行った。

5. 成分同定, 定量方法 まず最初に試薬を用いて GC-Mass 分析を行い、得られた総イオンクロマトグラムのリテンションタイム (RT) 及びマススペクトルを、精油試料を分析した結果と比較し、RT 及びマススペクトルの一致により同定を行った。また定量にはそれぞれの成分のピーク面積値を用い、内部標準検量線法により成分比率の算出を行った。

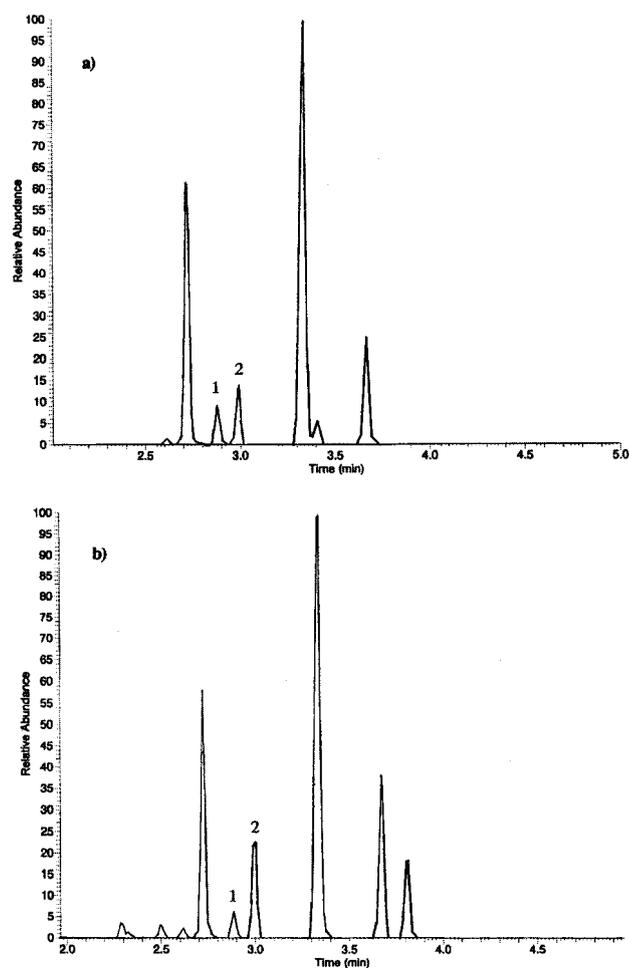


Fig. 1. GC Chromatogram of Limonene (1) and 1,8-cineole (2)
(a) standard sample; (b) teatree oil (T-1).

結果及び考察

1. マススペクトルによる成分同定 精油には数多くの成分が含まれるために、GC-FID分析で行われている単純なクロマトグラム上でのRTの一致による成分同定では、特定が困難な場合や間違える場合もあるため、GC-Massを用いてRTとマススペクトルを用いた成分同定を行った。Figure 1に試薬のリモネン(1)、1,8-シネオール(2)を含む標準試料のクロマトグラムの一部を(a)に、また今回分析を行った精油の1つであるティートリー精油のクロマトグラムの一部を(b)にそれぞれ示した。

またFig. 2(a)にリモネン(1)のピークのマススペクトルを、Fig. 2(b)にティートリー精油中の成分であり、標準試料のリモネンと同じRT=2.88に検

出された成分のマススペクトルを示した。その結果、EIモードであるため分子イオンピーク($m/z=136$)は小さいがマススペクトルはほぼ一致した。

同様にFig. 3(a)には1,8-シネオール(2)のマススペクトル、Fig. 3(b)にはティートリー精油中の成分であり、1,8-シネオール(2)と同じRT=3.00に検出されたピークのマススペクトルを示した。この1,8-シネオールについてもリモネンと同様の確認を行ったところ、マススペクトルの一致が確認できた。その他の定量を行った成分についても同様に、標準試料を用いて、それぞれの精油のクロマトグラムのピークのRTとマススペクトルを用いた確認を行い同定した。

2. 市販ラベンダー精油の分析 ラベンダー精油及びラバンジン精油の代表的なクロマトグラムを

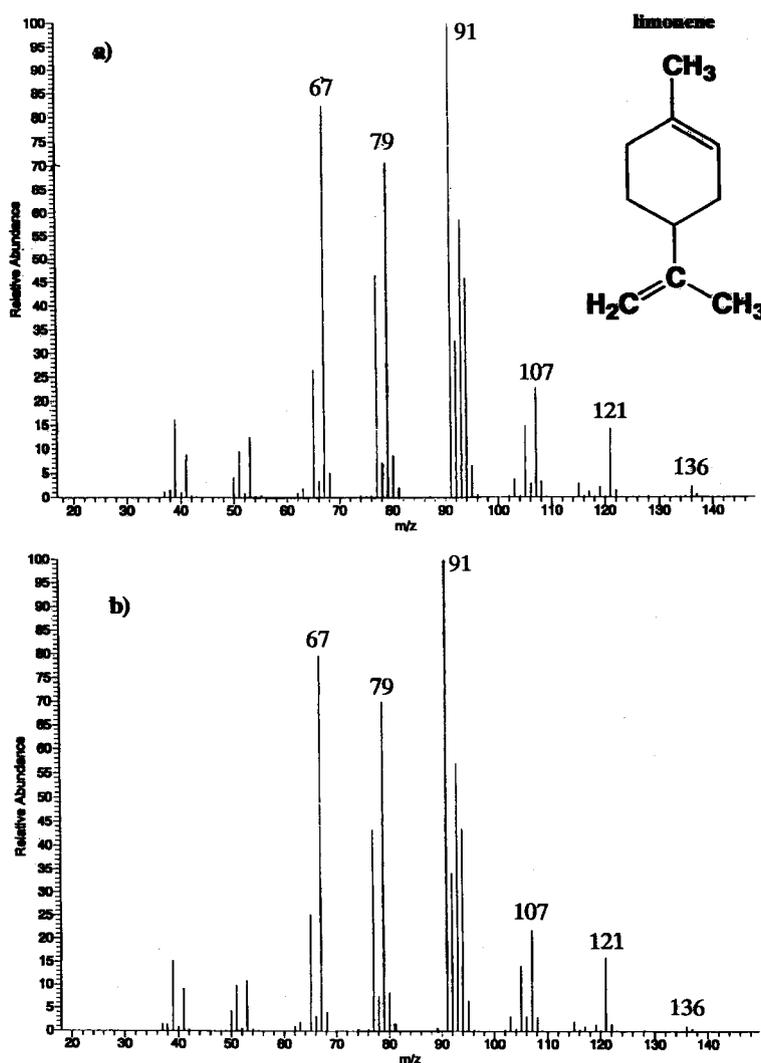


Fig. 2. MS Spectra of Limonene in (a) Standard Sample and (b) Teatree Oil (T-1)

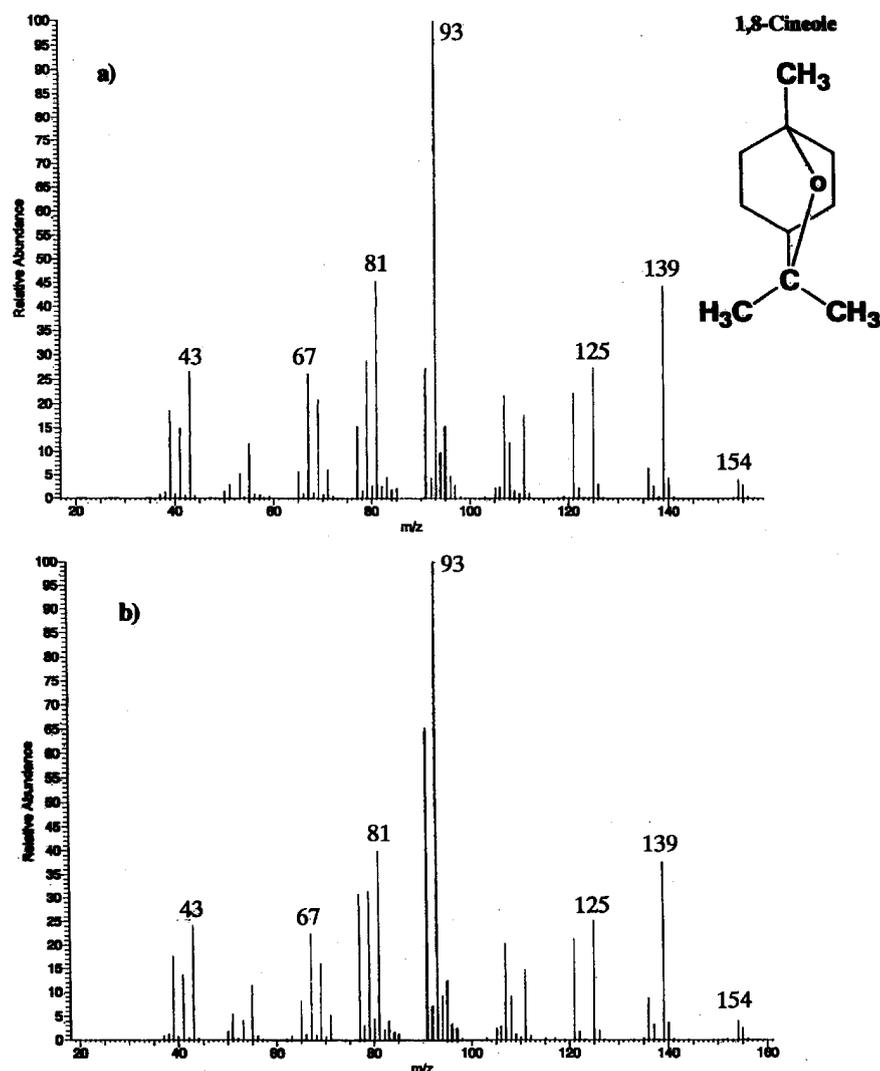


Fig. 3. MS Spectra of 1,8-cineole in (a) Standard Sample and (b) Teatree Oil (T-1)

Fig. 4 及び 5 にそれぞれ示した. この 2 種の精油の主要成分は linalool 及び linalyl acetate であり, 特徴としてラバンジン精油には camphor が比較的多く含まれるのに対し, ラベンダー精油にはあまり含有されておらず, 通常は 0.5% 以下であるとされる.¹⁾ Table 1 に市販ラベンダー精油中の linalool, linalyl acetate 及び camphor の含有量について定量を行った結果を示した. また, 比較としてラバンジン精油の結果も示した.

この結果より, ラベンダー精油及びラバンジン精油の主成分は linalool 及び linalyl acetate であることが確認できた. また 2 成分を比較するとラベンダー精油は linalyl acetate 含有比率が多くラバンジン精油は linalool 含有比率が多いことが分かった. また camphor の含有比率はラベンダー精油はラバ

ンジン精油に比較して少ないことも確認できた. 同メーカーで異なるロットである L-2 と L-3 を比較すると主要成分比率はほぼ同じであったが, 容器に明確にエッセンシャルオイル (精油) という表示が見られず, ラベンダーアロマオイルと記載のあった L-9 に関しては組成成分比率がラバンジン精油に類似しており, ラベンダー精油としての効果が疑われた. また L-11 に関してはラベンダー精油の記載があるにも関わらず, 主要成分組成はラバンジン精油に酷似していた. さらに L-6 には GC-Mass よりジプロピレングリコール (DPG) が認められた. DPG は精油の水蒸気蒸留中に混入されることはないために, 100% 純粋の精油ではないと考えられた. このようにラベンダーに関しては, 安価で内容成分も芳香も類似のラバンジン精油があることから, それを

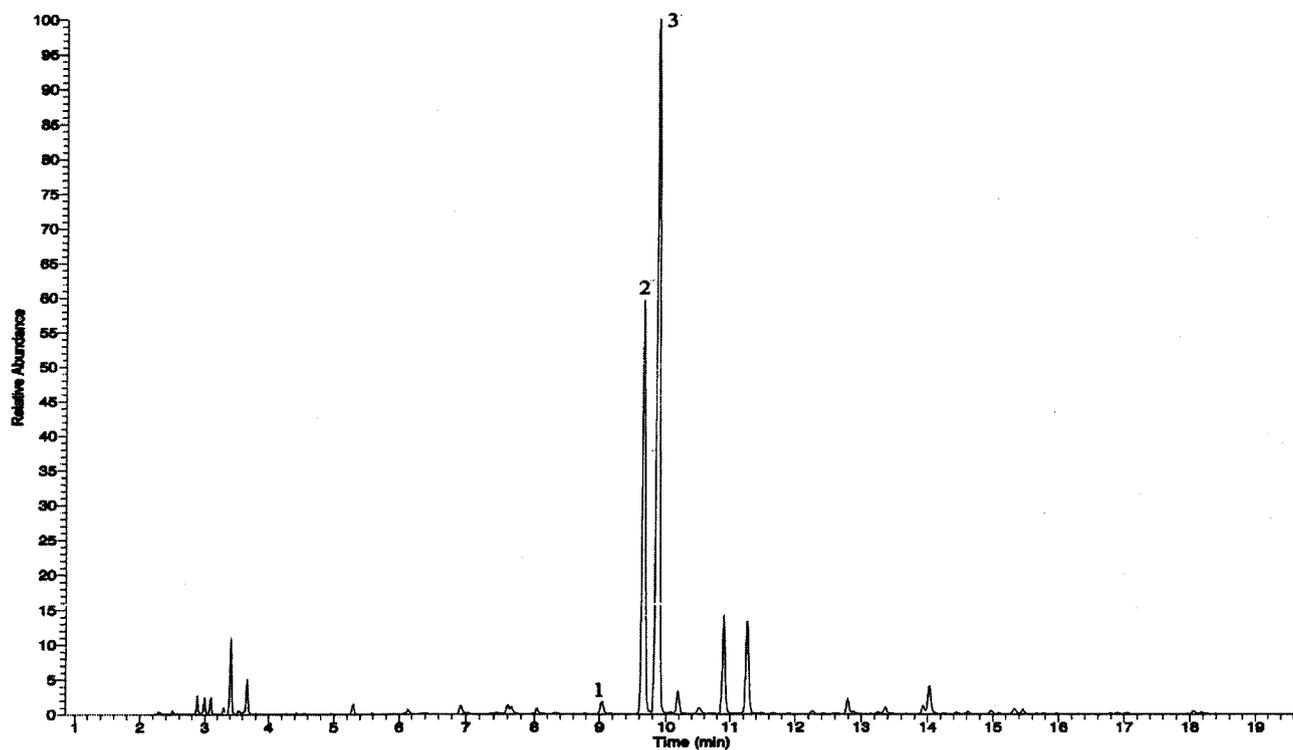


Fig. 4. Gas Chromatogram of Lavender Oil (L-2)
1: camphor, 2: linalool, 3: linalyl acetate.

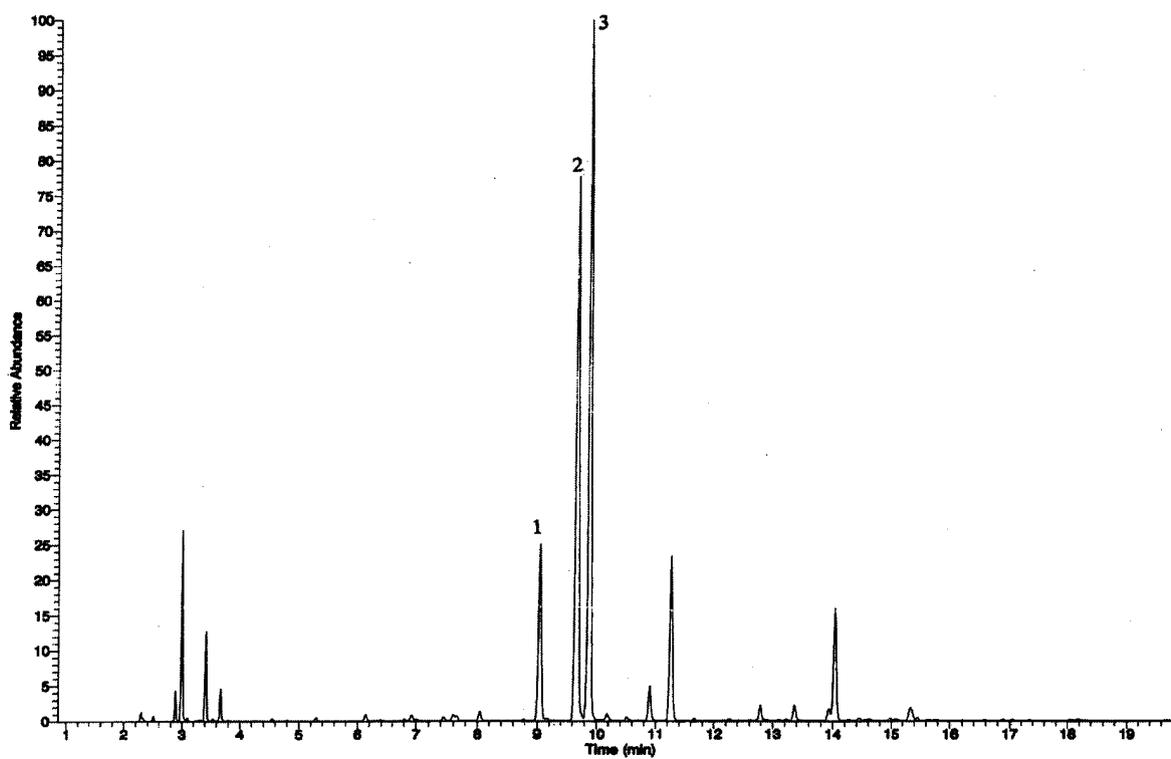


Fig. 5. Gas Chromatogram of Lavandin Oil (L-1)
1: camphor, 2: linalool, 3: linalyl acetate.

混和シラベンダー精油としているものや DPG のような溶剤で希釈しているものもあると考えられる。

3. 市販ペパーミント精油の分析 ペパーミン

Table 1. Comparison of Main Ingredient in Commercial Lavender and Lavandin Oils

	Camphor	Linalool	Linalyl acetate
L-1	6.46	32.5	29.5
L-2	0.28	26.3	33.7
L-3	0.19	25.6	37.2
L-4	0.36	26.9	35.4
L-5	0.14	25.0	37.8
L-6	0.25	17.1	23.1
L-7	<0.1	20.5	32.2
L-8	<0.1	22.8	35.4
L-9	4.27	19.0	35.8
L-10	0.57	25.1	37.5
L-11	3.19	33.4	18.8
L-12	0.56	23.0	36.0
L-13	<0.1	22.9	25.6
L-14	<0.1	21.3	30.2

L-1: Lavandin oil, L-2~L-14: Lavender oil.

L-2 and L-3: different lot with same manufacturer, L-3~L-14: different lot and manufacturer.

ト精油の代表的なクロマトグラムを Fig. 6 に示した。ペパーミント精油の主要成分は menthol 及び menthone である。これに揮発性が高い成分である limonen, また若干毒性が懸念される pulegone を含めた 4 成分について,¹⁰⁾ 市販ペパーミント精油の成分を分析した。分析結果を Table 2 に示した。

この結果, 主要成分である menthone は 13.3%—35.9%, menthol においても 27.5%—47.0% と成分比率はメーカー間でかなりのばらつきが認められた。また, P-5 に関しては limonen がほとんどなく, GC 分析においても limonen と同程度の低沸点成分がほとんど認められなかった (Fig. 7)。このことから, 低沸点成分がペパーミントの成熟過程ですでになくなっていったのか, 精油の蒸留段階で消失したのかは不明であるが, 他のメーカーのものと比較して GC のクロマトグラムは少し違っていた。また, pulegone の含有量に関しては, 多くても 3% 程度であるため通常, 希釈して使用するものであり問題ないと思われた。

4. 市販ティートリー精油の分析 ティートリー精油の代表的なクロマトグラムを Fig. 8 に示

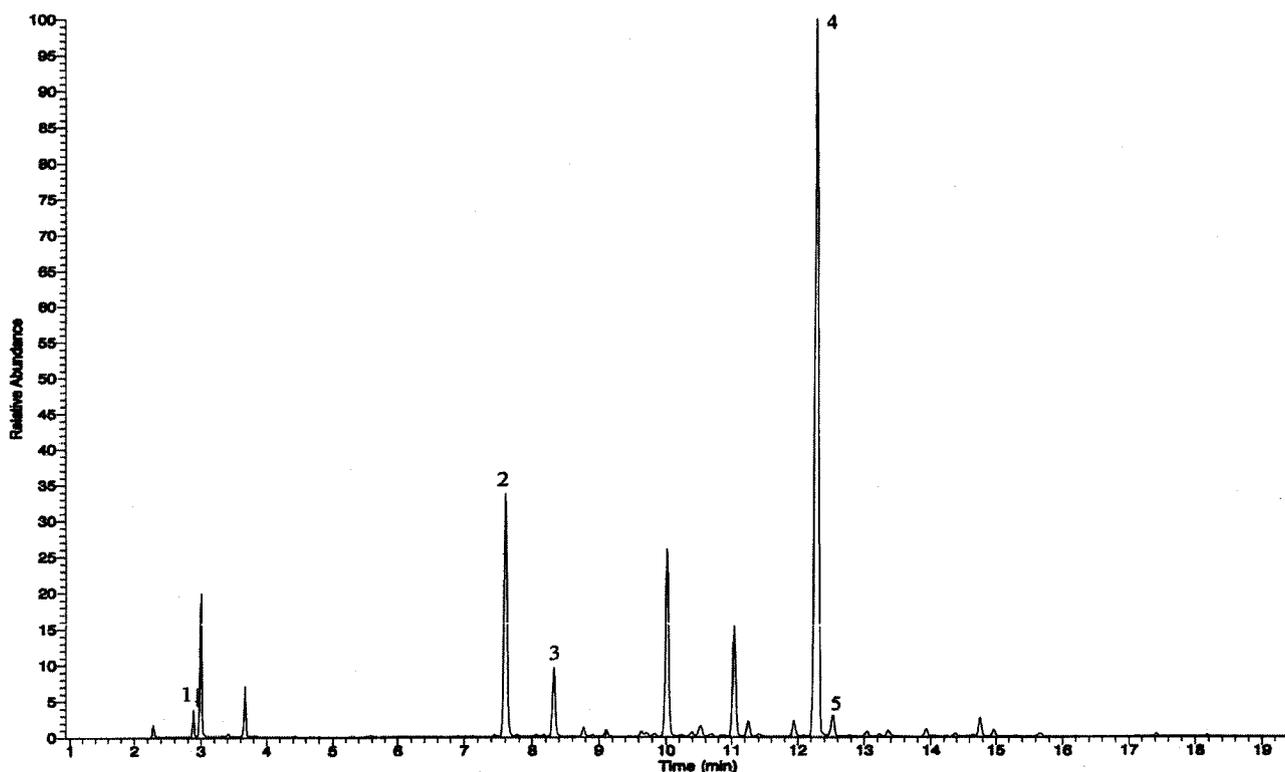


Fig. 6. Gas Chromatogram of Peppermint Oil (P-1)

1: limonene, 2: menthone (isomer), 3: menthone (isomer), 4: menthol, 5: pulegone.

Table 2. Comparison of Main Ingredient in Commercial Peppermint Oils

	Limonen	Menthone	Menthol	Pulegone
P-1	1.57	15.4	39.7	1.61
P-2	1.41	35.9	37.6	0.20
P-3	2.02	21.7	41.7	1.41
P-4	1.41	20.5	46.1	0.29
P-5	<0.1	26.8	47.0	1.47
P-6	2.90	35.8	35.0	2.84
P-7	0.74	35.8	30.1	1.78
P-8	0.89	13.3	31.3	0.76
P-9	1.85	22.9	33.8	1.11
P-10	1.03	17.4	35.4	0.93
P-11	2.10	25.2	31.7	1.23
P-12	1.15	15.6	36.4	0.91
P-13	1.65	23.0	26.4	1.18
P-14	2.77	24.8	27.0	2.04
P-15	1.16	24.3	33.0	1.32
P-16	2.42	28.4	27.5	1.95
P-17	0.37	22.2	41.5	1.16

P-1~P-17: different lot and manufacturer.

Quantity of menthone was determined by total of isomer.

した。ティートリー精油の主要成分は α -terpinene, γ -terpinene, terpinen-4-ol である。この3成分の他に limonene, 毒性が懸念される 1,8-cineole,¹¹⁾ また α -terpinene 及び γ -terpinene の酸化生成物である *p*-cymene を含めた6成分について市販のティートリー精油の分析を行った。その結果を Table 3 に示した。

この結果より、今回分析を行った8つのサンプルすべてが 1,8-cineole 15% 未満, terpinen-4-ol 30% 以上という含有量を示し、オーストラリア規格は十分満たしていたが,¹²⁾ テルペン類である α -terpinene, γ -terpinene が極端に少ないサンプルもあり、成分バランスはかなり違っていた。しかし T-5, T-7 及び T-8 ではテルペン類の含有量が低いにもかかわらず、それらの酸化生成物である *p*-cymene の含有量は極端に多くはなかった。このことから、この主要成分組成は単に精油が酸化を起こして変化した結果ではなく、ティートリーの成熟過程に由来していると考えられ、このようなメーカーによる成分組成の違いは通常起こりうると考えられる。たしかに、ティートリー精油の抗菌活性はほぼ terpinen-4-

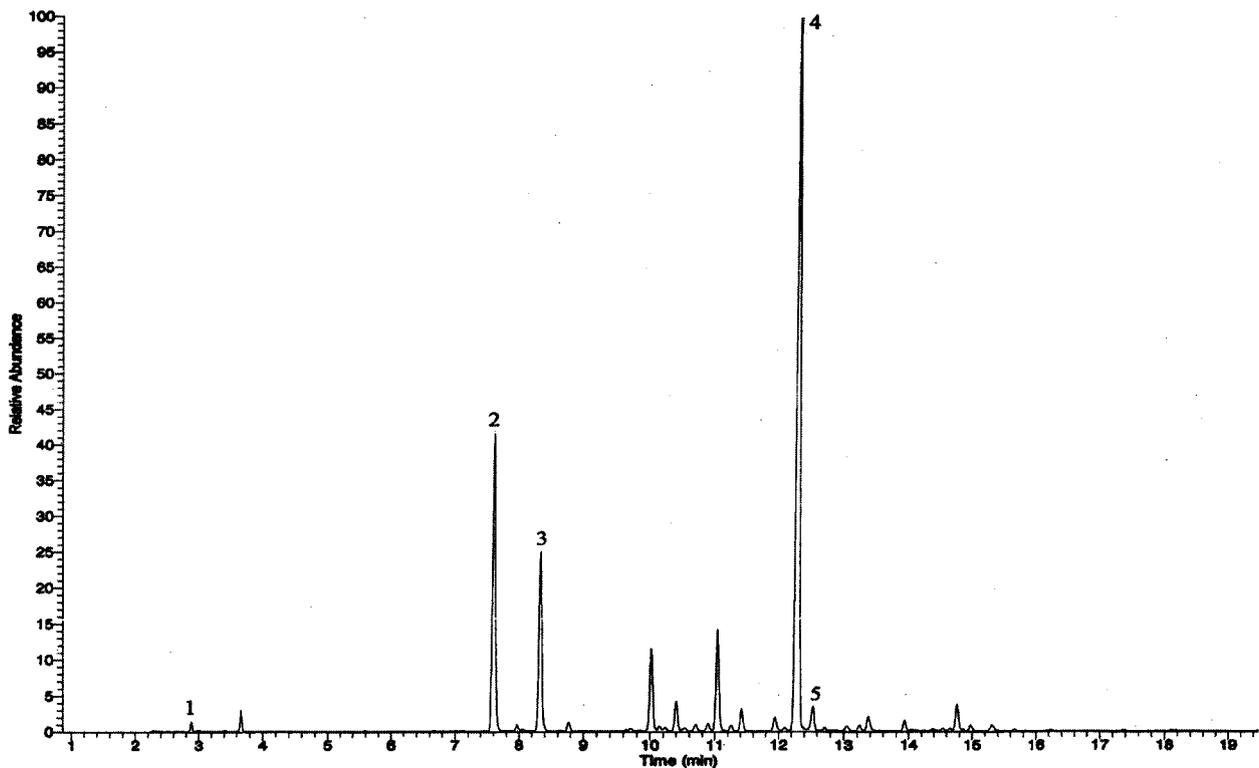


Fig. 7. Gas Chromatogram of Peppermint Oil (P-5)

1: limonene, 2: menthone (isomer), 3: menthone (isomer), 4: menthol, 5: pulegone.

Each of peaks are same ingredient of Fig. 6.

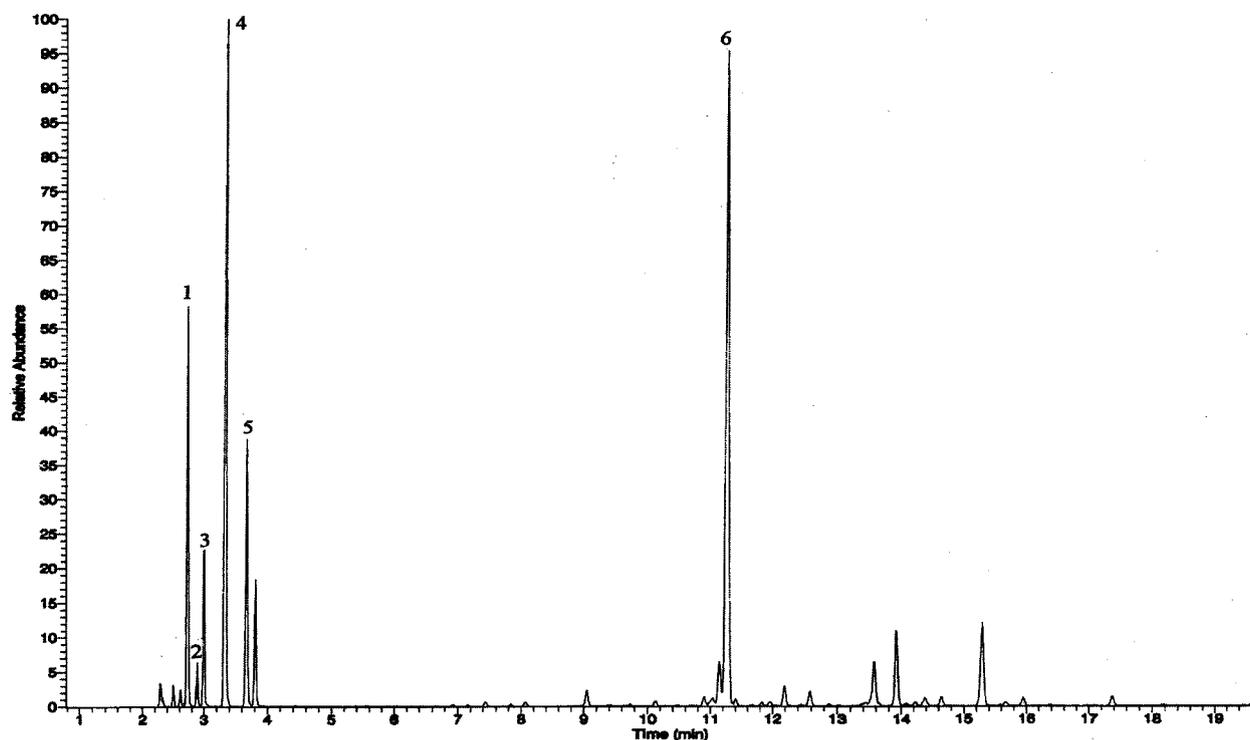


Fig. 8. Gas Chromatogram of Teatree Oil (T-1)

1: α -terpinene, 2: limonene, 3: 1,8-cineole, 4: γ -terpinene, 5: *p*-cymene, 6: terpinen-4-ol.

Table 3. Comparison of Main Ingredient in Commercial Teatree Oils

	α -terpinene	Limonene	1,8-cineole	γ -terpinene	<i>p</i> -cymene	Terpinen-4-ol
T-1	10.02	0.88	4.29	22.40	2.84	42.98
T-2	10.26	0.76	4.30	21.04	2.41	46.00
T-3	10.97	0.79	4.50	22.19	2.29	41.95
T-4	10.14	0.84	3.81	23.24	3.62	45.45
T-5	4.71	1.57	4.54	12.69	3.95	43.20
T-6	11.30	1.12	4.70	23.74	3.33	45.79
T-7	0.81	1.01	4.35	5.71	6.10	39.93
T-8	5.08	0.52	2.76	12.48	4.98	38.07

T-1 and T-2: different lot with same manufacturer, T-2~T-8: different lot and manufacturer.

olの含有量に依存するものであるが,⁸⁾ アロマセラピーのような心理的リラクゼーション効果を求めるには、この成分バランスの違いも大きく影響するものと考えられる。

結 論

今回、GC-Massを用いて市販精油3種(ラベンダー、ペパーミント、ティートリー)の分析を行った。ガスクロマトグラムのRTだけでなくマススペクトルを用いることにより、精油中に数多く含まれている成分から、目的成分の正確な同定が行えた。

それぞれの精油の主要成分の定量を行った結果、いずれの精油においてもメーカー間による成分比のばらつきが認められた。また、ラベンダー精油においては、安価なラバンジン精油の混和や溶媒による希釈の可能性も考えられた。今後、精油に期待される効果を比較するためにも、市販精油の成分分析、検証は必要であると考えられる。

REFERENCES

- 1) Asada K., *Aromatopia*, **7**, 54-56 (1998).
- 2) Tsuru M., Inoue M., Kameoka H., *Ikusyu-*

- gaku Zasshi*, **48**, 7 (1998).
- 3) Venskutonis P. R., Dapkevicius A., *J. Essent. Oil Res.*, **9**, 107–110 (1997).
 - 4) Indo M., *Farumashia*, **31**, 166–170 (1995).
 - 5) Gwartney E., Heymann H., *J. Sens. Stud.*, **10**, 393–400 (1995).
 - 6) Marotti M., Piccaglia R., Giovanelli E., *Flavour Fragr. J.*, **9**, 125–129 (1994).
 - 7) Osawa K., Saeki T., Yasuda H., Hamashima H., Sasatsu M., Arai T., *Biocontrol Sci.*, **4**, 1–7 (1999).
 - 8) Carson C. F., Riley T. V., *J. Appl. Bacteriology*, **78**, 264–269 (1995).
 - 9) Hart P. H., Brand C., Carson C. F., Riley T. V., Prager R. H., Finlay–Jones J. J., *Inflamm. Res.*, **49**, 619–626 (2000).
 - 10) Mikami K., *Aromatopia*, **4**, 166–167 (1998).
 - 11) Lyall R. W., Vicki N. H., *Aromatopia*, **6**, 46–52 (1997).
 - 12) Mishima K., *Aromatopia*, **6**, 9–11 (1997).