

ニゲラサチバ種子エキス

本品は、ニオイクロタネソウ *Nigella sativa* L. (*Ranunculaceae*)の種子から超臨界抽出法にて得られたエキスであり、本品を定量するとき、チモキノン ($C_{10}H_{12}O_2$: 164.2)を1.5 - 4.5 %含む。

製造方法

ニオイクロタネソウ *Nigella sativa* Linnè (*Ranunculaceae*)の種子を原料とし、超臨界抽出法にて抽出液を得る。別にマンネンロウ *Rosmarinus officinalis* Linnè (*Lamiaceae*)の葉を原料として、超臨界抽出法にて抽出液を得る。前者を99.9%に後者を0.1%加え混合し、製品とする。

原料 5.0 ~ 6.7 kg → 製品 1.0 kg

性状

本品は、褐色から淡黄褐色の油液で、特異なおいがある。

確認試験

・ 赤外吸収スペクトル

本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 2926cm^{-1} 、 1745cm^{-1} 及び 1458cm^{-1} 付近に吸収を認める。

・ チモキノン

本品1mLをとり、これにメタノール2mLを加えて、よく振り交ぜた後、遠心分離し約20分間静置する。静置後、上澄みのメタノール層を試料溶液とする。別にチモキノン (Sigma-Aldrich製) 10mgにメタノール1mLを加え、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $5\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調整した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジイソプロピルエーテル混液(198:2)を展開溶媒として展開したのち風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのRf値は等しい。(Rf値0.8付近)

比重 d_{20}^{20} : 0.915~0.925 (第1法, C)

屈折率 n_D^{20} : 1.472~1.478

純度試験

重金属

本品2.0 gをとり、第2法により操作し、試験を行うとき、その限度は、10 ppm以下である。ただし、比較液には、鉛標準液2.0 mLをとる

ヒ素

本品2.0 gをとり、第3法により試料溶液を調整し、試験を行うとき、その限度は、1 ppm以下である。

強熱残分: 0.5 % 以下 (1g、550°C、第2法)

水分: 1.0 % 以下 (25mL、容量滴定法、直接滴定)

予め滴定装置に取り付けた側栓付滴定フラスコに脱水溶剤CM(三菱化成工業製) 50 mLをとり、これにカール・フィッシャー試薬SS(三菱化成工業製)を滴下して無水の状態にする(滴定の終点にする。この場合に消費したカール・フィッシャー試薬SSの量は読む必要がない)。これに本品25 mLを正確に加え、常温で約15分間かき混ぜ、水分を脱水溶剤CMに完全に移行させてからカール・フィッシャー試薬SS(力価F mg H₂O/mL)で滴定し、その消費量A mLから水分Wを算出する。

$$W(\%) = A \times F \times 100 \div (25 \times \text{試料の比重} \times 1000)$$

定量

チモキノン

本品約100mgを精密に量り、テトラヒドロフラン 2mLを加えて溶解し、さらにアセトニトリルを加えて正確に20mLとし(C_T)、ろ過し、ろ液を試験溶液とする。別にチモキノン標準品(例えば東京化成工業株式会社製)約2mgを精密に量り、テトラヒドロフラン:アセトニトリル=1:9の混液に溶かして正確に10mLとし(C_S)、標準溶液とする。試験溶液および標準溶液10 μLずつ正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれの液のチモキノンのピーク面積A_TおよびA_Sを測定する。

$$\text{チモキノン (C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{)の含量 (\%)} = (A_T \times C_S) \div (A_S \times C_T) \times 100$$

A_T : 試験溶液中のチモキノン面積

A_S : 標準溶液中のチモキノン面積

C_T : 試験溶液の採取量(mg) / 試験溶液調整量 (mL)

C_S : 標準品の採取量(mg) / 標準溶液調整量 (mL)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長: 254nm)

カラム : 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する

カラム温度: 35°C付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール混液 (45:55)

流量 : 1.3mL (チモキノンの保持時間約10分)

一般生菌数

衛生試験法 細菌一般試験法に従い、標準寒天培地を用い、試料原液を希釈液で10倍希釈し試験を行うとき、一般生菌数は1 × 10² 個/g以下である。

真菌数

衛生試験法 真菌一般試験法に従い、クロラムフェニコール添加ポテトデキストロース寒天培地を用い、試料原液を希釈液で10倍希釈し試験を行うとき、真菌数は1 × 10² 個/g以下である。

大腸菌群

衛生試験法 汚染指標細菌試験法大腸菌群に従い、BGLB 培地を用い、上記一般生菌数で使用した 10 倍希釈液 1mL を試料溶液とし試験を行うとき、大腸菌群は陰性である。

この規格及び試験方法において、別に規定するものの他は、外原規 通則及び一般試験法を準用するものとする。

商 品 名： コスメハーベスト® ブラッククミン

保証期限： 製造後 2 年間

保管方法： 高温、直射日光を避け、冷暗所にて密封状態で保管する。

発 売 元： オリザ油化株式会社

愛知県一宮市北方町沼田1番地

発行日：2018年10月26日

改訂日：2023年11月17日