

1. 委託事業名： 静岡の薔薇を使ったピュアローズウォーターの開発

2. 委託事業者名： 委託団体:株式会社コーヨー化成

連携大学:常葉大学健康プロデュース学部 准教授 寺島健彦

連携団体:静岡県工業技術研究所

3. 研究成果概要:

【背景】

静岡市は、清水地区を中心に県内最大級の薔薇産地である。当社は静岡の薔薇を生かした地域ブランドの化粧品開発を目指し、2014年（平成26年）に静岡バラプロジェクトを発足した。静岡県は全国屈指の薔薇（切り花）の産地（全国2位、シェア約10%、出荷量19,200（千本）、令和3年農業統計）でありながら、近年は農家数・生産量共に減少傾向が続いている。

薔薇は花き業界のみならず、化粧品市場においても重要な役割を果たしており、スキンケア製品やヘアケア製品、薔薇の香りによるリラックス効果からフレグランス製品にも幅広く使用されていることから「薔薇の香り」を求める消費志向の高さがうかがえる。

生花の薔薇は観賞用として人気がある一方、生産量のおよそ2割が規格外として廃棄されている課題がある。そこで、静岡市の薔薇産業の活性化と静岡産薔薇の香りを生かしたアロマ製品開発によるブランド発信を目標に掲げ活動してきた。

2014年（基礎コース）では、ティーローズエレメントと称される薔薇の香り成分「3,5-Dimethoxytoluene（以下、DMT）」を高含有する薔薇エキス（ローズウォーター）の抽出に成功している。さらに、2016年（応用コース）では、薔薇抽出エキスの特徴を活かした「スキンケア化粧品」を開発しており、その後商品化に結びついている。

【目的】

本研究事業で構築した薔薇エキス（ローズウォーター）の抽出技術（水蒸気蒸留法）と化粧品ノウハウを生かし、ローズウォーターを「生」の状態を感じてもらいたいとの強い思いから、防腐剤や香料等を一切使用しないローズ水 100%の無添加ピュアローズウォーターの開発を目指す。

【研究結果および成果】

① 製品の安全性

a.保存安定性（40℃±2℃ / 75%RH±5% 6ヶ月保存にて経時変化のないこと）

製品化を見据え、長期保存によるピュアローズウォーターへの影響を評価するため、ピュアローズウォーターを殺菌処理後に、逆止弁デラミ容器(500mL)へ分取し、湿度75%、40度にて保存した（医薬品の安定性ガイドラインに準拠した加速試験の実施）。6ヶ月経過後のサンプルにおいて、外観及び性状に問題はなく、本条件において明確な品質の変化は見られ

なかった。

b.安全性（パッチテストで「安全品」評価であること）

製品の安全性として 24 時間閉塞ヒトパッチテストを実施した。

試験方法について、同意を取得した被験者にアンケートおよび体調確認を行い、試験参加に的確な被験者を選択した。ついで、試験品貼付部位の観察および写真撮影を行った後に、パッチテストユニットを用いて試験品を貼付した。貼付の約 24 時間後に、被験者自身にパッチテストユニットを除去させた。除去の約 1 時間後および約 24 時間後に皮膚反応の観察および写真撮影を行い、試験判定医師が皮膚反応を判定した。試験結果として、皮膚刺激指数による化粧品のカテゴリで「安全品」の評価を取得した。

24 時間閉塞ヒトパッチテスト試験結果

表 1：判定基準：皮膚刺激指数による化粧品のカテゴリ

皮膚刺激指数 = $\frac{24 \text{ 時間後と } 48 \text{ 時間後の判定のうち反応が強い方の評点の総和}}{\text{被験者数}} \times 100$

皮膚刺激指数	カテゴリ
5.0 以下	安全品
5.0 ~ 15.0	許容品
15.0 ~ 30.0	要改良品
30.0 以上	危険品

表 2：試験結果：被験者の皮膚反応および皮膚刺激指数（被験者数：44 名）

判定時間	24時間後	48時間後
一例数	40	44
± 例数	4	0
+ 例数	0	0
+ ± 例数	0	0
+ + 例数	0	0
被験者数	44	
皮膚刺激指数	4.5	

また、単回貼付のみならず「皮膚累積刺激性及び感作性試験 (RIPT 試験)」を実施した。試験方法について、パッチテストユニットに、検体と陰性対象物質（生理食塩液、注射用水）は 1μL、白色ワセリンは適切に評価できる量を適用した。貼付前に被験者の予定貼付部位を観察し適格性の観察を行い、貼付部位に調整したパッチテストユニットを 24 時間閉塞貼付した（インダクションフェーズ 1 回目）。貼付 24 時間後にパッチテストユニットを除去した。除去 48 時間後に貼付部位を判定し写真撮影後、同じ部位にパッチテストユニットを 24 時間閉塞貼付した（インダクションフェーズ 2 回目より）。これを 9 回実施後、その後 11 日間のインターバルをとり、別部位にパッチテストユニットを 24 時間閉塞貼付した。貼付 24 時間後にパッチテストユニットを除去し、除去 1 時間後と 24 時間後に判定し撮影した（チャレンジフェーズ）。試験結果として、インダクションフェーズにおける皮膚累積刺激性及びチャレンジフェーズにおける感作性は認められなかった。

検体番号	検体名	Lot No.	試験濃度	結果
1	ピュアローズウォーター	-	as is	本試験において、インダクションフェーズにおける皮膚累積刺激性及びチャレンジフェーズにおける感作性を認めなかった。

備考：特になし

<参考>

検体番号	陰性対象名	Lot No.	試験濃度	結果
C1	生理食塩液	K1178	as is	本試験において、インダクションフェーズにおける皮膚累積刺激性及びチャレンジフェーズにおける感作性を認めなかった。
C2	注射用水	K3080	as is	本試験において、インダクションフェーズにおける皮膚累積刺激性及びチャレンジフェーズにおける感作性を認めなかった。
C3	白色ワセリン	22C3	as is	本試験において、インダクションフェーズにおける皮膚累積刺激性及びチャレンジフェーズにおける感作性を認めなかった。

表 3 皮膚累積刺激性及び感作性試験結果（被験者数：50 名）

② 製品の品質評価【生菌数試験(g・ml)：基準値 ≤ 100 * 1 (細菌・真菌)】

2023 年 8 月蒸留分より殺菌処理したローズウォーターの生菌数試験を実施した。生菌数試験の結果、6 ヶ月経過時点において細菌数及び真菌数 n は ≤ 10 (検出限界以下) であり、品質基準である ≤ 100¹ (細菌・真菌) を満たしている為、微生物汚染による品質汚染は確認されていない。

表 4：生菌数試験結果

サンプル製造年月	ロット No.	初期	1ヶ月後	2ヶ月後	3ヶ月後	4ヶ月後	5ヶ月後	6ヶ月後
2023年8月	230808	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹
	230828	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹
2023年9月	230912	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	
	230926	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹		
2023年10月	231011	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹		
	231024	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹			
2023年11月	231107	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹			
	231121	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹				
2023年12月	231205	<10 ¹	<10 ¹	<10 ¹				
	231219	<10 ¹	<10 ¹					
2024年1月	240109	<10 ¹	<10 ¹					
	240123	<10 ¹						

③ ローズウォーターの成分分析

静岡県工業技術研究所の GC-MS (SPME) にて、サンプリングしたローズウォーターに含まれる薔薇特有の香気成分 DMT を測定した。ローズウォーターの成分分析の結果、蒸留後のサンプル及び殺菌処理後のサンプル共に DMT が確認された。主要成分の DMT はピーク面積値で 7 割以上、他の主要な成分についても概ね 8 割程度保持されていた。

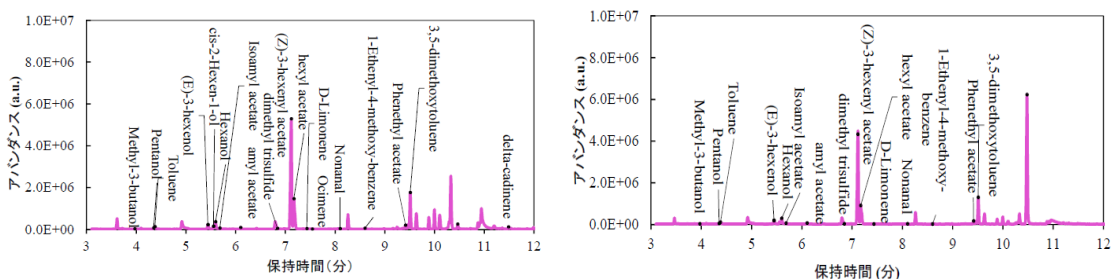


図 1：ピュアローズ水(Lot No. 230926)の香気分析による TIC チャート(左：殺菌前、右：殺菌後)

④ GC-MS による薔薇の葉・茎抽出エキスの香気成分分析

GC-MS により、薔薇の葉および茎の抽出エキスについて測定を行った。GC-MS を使用した各エキスの香気成分分析の結果、得られたトータルイオンクロマトグラムのチャートを図 2 に示す。

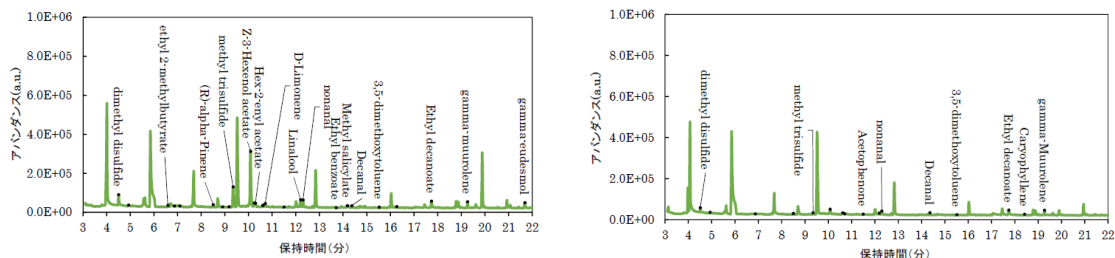


図 2：薔薇の葉抽出エキス(左)および茎抽出エキス(右)の香気分析による TIC チャート

双方の抽出エキスで、dimethyl disulfide に代表される「青臭さ」が支配的であった。検出された香気成分の種類は、葉抽出エキスの方が茎抽出エキスよりも多かった。ローズ水の主要香気成分 DMT のピーク面積値がどちらのエキスもローズ水の 1000 分の一程度しかなかった。これにより、DMT は葉・茎抽出エキスよりも花卉に多く含まれ、薔薇花卉から抽出されるピュアローズウォーターで香りが強調されることがわかった。

⑤試作品のモニタリング調査

製品化への取り組みとして常葉大学では、学生 18 名に対して使用感アンケートを実施した。モニタリング調査結果の受け止めとして、使い心地の評価は、全体の約半数である 47%が「良い」又は「とても良い」という意見が得られた。ただし、「普通」という評価も半数以上であったことから満足度の評価としては不足部分があると推察した。今後の商品化へ向けて満足度の向上と継続利用に向けた価値の創出が課題であると感じた。「ピュアローズウォーター」の実感として全体の 80%以上が「リフレッシュ効果を感じた」という意見が得られたことはローズウォーターの価値として高い評価であると受け止めている。

【まとめ】

「静岡の薔薇を使ったピュアローズウォーターの開発」について、製品の安全性として保存安定性では、化粧品の品質保証期間 3 年間で想定した加速試験において、経時的変化はなく、通常の流通下において 3 年間安定であることが推測された。皮膚への安全性について、24 時間閉塞ヒトパッチテストで皮膚刺激指数による化粧品分類で「安全品」の評価を取得し、皮膚累積刺激性及び感作性について「認められない」という結果であったことからアレルギーを生じにくい商品であるとも推察された。

製品の品質評価として、生菌数試験の結果、6 ヶ月経過時後のサンプルにおいて細菌数及び真菌数 n は ≤ 10 (検出限界以下) であり、品質基準である $\leq 100^1$ (細菌・真菌) を満たしている為、微生物汚染による品質汚染は確認されていない。引き続き 12 ヶ月後まで経時観察を実施する。

ローズウォーターの成分分析として、蒸留後のサンプル及び殺菌処理後のサンプル共に DMT が確認できた。殺菌処理の前後で主要成分の DMT はピーク面積値で 7 割以上、他の主要な成分についても概ね 8 割程度保持されていた。

試作品のモニタリング調査では常葉大学学生 18 名に「静岡の薔薇を使ったピュアローズウォーター」に対する使用感についての調査を実施し、使い心地、効果の実感ともに評価する意見が多かった。しかしながら、商品化へ向けた課題も明らかになった。ピュアローズウォーターの満足度向上へ向けて改善課題をクリアできるよう「無添加」である価値を最大限に生かした商品の開発を目指す。

【地域社会への波及効果】

競争の激しい化粧品業界の中で「地場の素材を使う」ということは大きな強みであると考えられる。薔薇エキス（ローズウォーター）を使った化粧品ブランド「baraio」は、30 代以上の女性を中心に支持されており、今回初めて 20 代の女性へのモニタリング調査を実施した。深刻な肌トラブルが少ない世代ではあるが、日々のスキンケア、外出時や勉強の合間のリフレッシュなどに親和性を感じた。ピュアローズウォーターはエイジングケアだけの化粧品ではなく幅広い世代へ訴求できる素材であると感じている。「ピュアローズウォーター」が消費者に良いものとして認知、評価されることが、農家の皆様はじめ私たちの自信に繋がる為、引き続き商品化を実現すべく取り組んでいく。