

การพัฒนาวิธีการเตรียมชั้นน้ำมันจากพริกไทยดำของไทย



นางสาว วิธัญญา มธุรสสัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาเกาส์ศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเกาส์เวช

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2538

ISBN 974-632-672-4

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I164555e2

**DEVELOPMENT OF OLEORESIN PREPARATION
FROM THAI BLACK PEPPER**



MISS WIDHUNYA MATHURASAI

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Pharmacy**

Department of Pharmacognosy

Graduate School

Chulalongkorn University

1995

ISBN 974-632-672-4

Thesis Title Development of Oleoresin Preparation from Thai Black
Pepper

By Miss Widhunya Mathurasai

Department Pharmacognosy

Thesis advisor Associate Professor Wanchai De-Eknamkul, Ph.D.



Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree.

Santi Thoongsuwan
..... Dean of Graduate School
(Associate Professor Santi Thoongsuwan, Ph.D.)

Thesis Committee.

Chaiyo Chaichantipyuth
..... Chairman
(Associate Professor Chaiyo Chaichantipyuth, M.Sc.)

Wanchai De-Eknamkul
..... Thesis Advisor
(Associate Professor Wanchai De-Eknamkul, Ph.D.)

Nijsiri Ruangrunsi
..... Member
(Associate Professor Nijsiri Ruangrunsi, Ph.D.)

Thatree Phadungcharoen
..... Member
(Assistant Professor Thatree Phadungcharoen, M.Sc.)

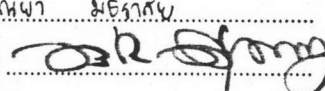
Rapepol Bavovada
..... Member
(Associate Professor Rapepol Bavovada, Ph.D.)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

วิธัญญา มธุรสัย : การพัฒนาวิธีการเตรียมน้ำมันจากพริกไทยดำของไทย (DEVELOPMENT OF OLEORESIN PREPARATION FROM THAI BLACK PEPPER) อ.ที่ปรึกษา : รศ.ดร. วันชัย ตีเอกนามกุล, 98 หน้า. ISBN 974-632-672-4

การวิจัยนี้จะทำการศึกษาวิธีที่เหมาะสมในการเตรียมน้ำมันจากพริกไทยดำของไทย ได้มีการศึกษาถึงปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อผลผลิตและคุณภาพของชันน้ำมัน ซึ่งได้แก่ ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด, ชนิดของพริกไทยดำ, ระยะเวลาที่ใช้ในการหมักและวิธีการในการสกัดชันน้ำมัน ผลการวิจัยพบว่าเมื่อใช้อะซิโตนเป็นตัวทำละลายในการสกัดผลพริกไทยดำด้วยวิธี stepwise maceration จะได้ชันน้ำมันในปริมาณสูงและมีคุณภาพดี การพัฒนาวิธีการเตรียมน้ำมันจากการสกัดผลพริกไทยดำ จะได้ชันน้ำมันร้อยละ 15.35 โดยน้ำหนัก ซึ่งชันน้ำมันที่เตรียมได้จะมีน้ำมันหอมระเหย ร้อยละ 23.96 โดยปริมาตรและมีไปเปอร์รีน ร้อยละ 35.43 โดยน้ำหนัก การวิเคราะห์องค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยโดยการใช้เครื่อง แก๊สโครมาโตกราฟี พบว่าองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยที่มีอยู่ในชันน้ำมันที่เตรียมได้นั้นคล้ายคลึงกับองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากการสกัดผลพริกไทยดำโดยตรง วิธีที่ได้จากการวิจัยนี้สามารถขยายไปสู่การผลิตในชั้นอุตสาหกรรมได้

ภาควิชา เภสัชเวท
สาขาวิชา เภสัชเวท
ปีการศึกษา 2538

ลายมือชื่อนิสิต วิธัญญา มธุรสัย
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา 
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

##C575556 : MAJOR PHARMACOGNOSY

KEY WORD: OLEORESIN/ VOLATILE OIL/ PIPERINE

WIDHUNYA MATHURASAI : DEVELOPMENT OF OLEORESIN PREPARATION FROM THAI BLACK PEPPER. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. WANCHAI DE-EKNAMKUL, Ph.D. 98 pp. ISBN 974-632-672-4

Optimization of oleoresin preparation from Thai black pepper was performed in this study. Various factors which potentially affect the yield and quality of pepper oleoresin were investigated. These factors included solvent for extraction, type of black pepper, maceration time and process of oleoresin extraction. The results showed that pepper oleoresin could be obtained efficiently with good yield and good quality when acetone was used as the solvent for extracting light black pepper berries by a specially designed stepwise maceration. The developed method allowed 15.35% (w/w) oleoresin be extracted from the black pepper and the oleoresin contained 23.96% (v/w) volatile oil and 35.43% (w/w) piperine. The analysis of the volatile oil by Gas chromatography showed that the oleoresin oil composition was very similar to that of the pepper oil extracted directly from black pepper powder. The method potentially be scaled up for large-scale preparation of pepper oleoresin.



ภาควิชา..... เภสัชเวช.....

สาขาวิชา..... เภสัชเวช.....

ปีการศึกษา..... 2538.....

ลายมือชื่อนิสิต..... วิไลศญา มอเวศน์.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... 

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... -.....



ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express her deepest appreciation and grateful thanks to her advisor, Associate Professor Dr. Wanchai De-Eknamkul of the Department of Pharmacognosy, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Chulalongkorn University, for his helpful guidances, suggestions, keen interest and continual encouragements throughout the course of this work.

The author would like to acknowledge her grateful thanks to Associate Professor Dr. Nijisiri Ruangrunsi, Department of Pharmacognosy, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Chulalongkorn University, for his helpful suggestions.

The author would also like to thank the Graduate School of Chulalongkorn University for the provision of partial financial support.

The author would also like to acknowledge her appreciation to her parents for their love, understanding and cheerfulness through her graduate study.

Finally, the author wishes to thanks all the staff members of the Department of Pharmacognosy and The Research Unit for Herbs and Spices Development, , Faculty of Pharmaceutical Sciences, Chulalongkorn University, for their kindnesses and helps.



CONTENT

	Page
Abstract (Thai).....	iv
Abstract (English).....	v
Acknowledgement.....	vi
Contents.....	vii
List of figures.....	x
List of tables.....	xii
Abbreviations.....	xiii
CHAPTER I INTRODUCTION.....	1
CHAPTER II BACKGROUND	
1. Spice oleoresins.....	4
2. Advantages and Disadvantages of oleoresins.....	5
3. Factors affecting yield and quality of oleoresins.....	6
4. Product Evaluation.....	10
5. Form or Type of oleoresins.....	12
6. Oleoresin Pepper.....	13
7. Chemical constituents of oleoresin.....	18
8. Piperine.....	18
9. Pepper oil.....	21
CHAPTER III MATERIAL AND METHOD	
1. Plant material.....	27
2. Chemicals.....	27
3. Study on the effect of some organic solvents on oleoresin extraction.....	28
4. Study on the effect of different grades of pepper on the quality and quantity of oleoresin.....	28

5.	Optimization of the maceration time.....	30
6.	Determination of oleoresin weight.....	30
7.	Volatile oil content and composition determination...	30
	7.1 Volatile oil content determination.....	30
	7.2 Determination of volatile oil composition by Gas chromatographic analysis.....	31
8.	Piperine content determination.....	32
	8.1 Sample preparation for UV-spectrometric analysis	32
	8.2 Calibration.....	32
	8.3 HPLC analysis for piperine detection in Oleoresin.....	33
9.	Study on a step-wise maceration of black pepper for oleoresin extraction.....	33
10.	Study on residual solvent present in the prepared oleoresin	
	10.1 Sample preparation.....	35
	10.2 Calibration.....	36

CHAPTER IV RESULT

1.	Effect of some organic solvents on oleoresin extraction.....	37
2.	Effect of different grades of pepper on the quality and quantity of oleoresin.....	43
3.	Optimization of the maceration time.....	46
4.	Study on a step-wise maceration of black pepper for oleoresin extraction.....	48
5.	Study on residual solvent present in the prepared oleoresin.....	66

	Page
CHAPTER V DISCUSSION.....	71
Conclusion.....	78
References.....	79
VITA.....	84

LIST OF FIGURES

Figure		Page
1	Tracing of TLC analysis of oleoresin from 5 varieties of Indian black pepper.....	12
2	<i>Piper nigrum</i> L. (Piperaceae)	15
3	The structure of piperine.....	19
4	The hydrolysis of piperine.....	20
5	Apparatus for volatile oil content.....	29
6	The effect of some organic solvents on oleoresin extraction.....	38
7	GC chromatograms of volatile oil on the effect of some organic solvents on oleoresin extraction.....	39
8	Calibration curve of piperine.....	41
9	HPLC chromatograms of piperine on the effect of some organic solvents on oleoresin extraction.....	42
10	The effect of different grades of pepper on oleoresin preparation.....	44
11	GC chromatograms of volatile oil components on the effect of different grades of pepper on oleoresin preparation.....	45
12	Optimization of the maceration time.....	47
13	The average weight of oleoresin in each compartment in method 1 step-wise maceration.....	51
14	The average content of volatile oil in each compartment in method 1 step-wise maceration.....	52
15	The average content of piperine in each compartment in method 1 step-wise maceration.....	53
16	GC chromatograms of volatile oil components on method 1 step-wise maceration.....	54-55

Figure		Page
17	The average weight of oleoresin in each compartment in method 1 step-wise maceration.....	60
18	The average content of volatile oil in each compartment in method 2 step-wise maceration.....	61
19	The average content of piperine in each compartment in method 2 step-wise maceration.....	62
20	GC chromatograms of volatile oil components on method 2 step-wise maceration.....	63-64
21	Calibration curve of acetone.....	66
22	GC chromatogram of residual acetone.....	68
23	GC chromatogram of residual acetone.....	69
24	GC chromatogram of residual acetone.....	70
25	Average price of black and white pepper at Chantaburi.....	73
26	Average price of oleoresin imported in USA.....	73

LIST OF TABLES

Table		Page
1	Volatile oil and oleoresin content of internationally important commercial variety of ginger.....	7
2	Piperine in <i>Piper</i> spp.....	19
3	Constituents identified in black pepper oil.....	22
4	Aromatic attributes of the components of black pepper oil...	26
5	The effect of some organic solvents on oleoresin extraction	37
6	The effect of different grades of pepper on oleoresin preparation.....	43
7	Optimization of the maceration time.....	46
8	Method 1 step-wise maceration of black pepper for oleoresin extraction.....	50
9	Comparison the specification of black pepper with method 1 step-wise maceration.....	56
10	Comparison the specification of oleoresin with method 1 step-wise maceration.....	57
11	Method 2 step-wise maceration of black pepper for oleoresin extraction.....	59
12	Comparison the specification of black pepper with method 2 step-wise maceration.....	65
13	Comparison the specification of oleoresin with method 2 step-wise maceration.....	65
14	The cost of various organic solvents.....	74
15	The cost of various grades of black pepper.....	75

ABBREVIATIONS



cm	=	centimetre
FID	=	Flame Ionization Detector
g	=	gram
GC	=	Gas Chromatography
GC-MS	=	Gas Chromatography - Mass Spectrometry
HPLC	=	High - Performance Liquid Chromatography
hr	=	hour
mg	=	milligram
ml	=	millilitre
min	=	minute
nm	=	nanometre
ppm	=	part per million
RT	=	Retention time
UV	=	Ultraviolet
v/v	=	volume by volume
v/w	=	volume by weight
wt	=	weight
w/w	=	weight by weight
°C	=	Degree Celsius
µg	=	microgram
µl	=	microlitre
λ_{\max}	=	maximum absorption wavelength