

# 香料添加剂蒸馏萃取法对黑胡椒精油的优化与表征

Wondifraw Abate Abera

埃塞俄比亚 亚的斯亚贝巴 德布雷伯尔汉大学理工学院化学工程系

**摘要:** 黑胡椒籽油是从黑胡椒籽中提取的高浓度物质。该研究旨在利用胡椒籽作为化妆品和香水应用的油源, 因为胡椒籽价格低廉, 在我国大量生长。它是一年生草本植物。种子的特征是: 干燥后的颜色是黑色的, 我实验的颗粒大小是 500,750 和 1000 微米。提取条件为 1 m, 提取时间 30~250 min。这种种子产生一种无色、透明的芳香精油, 被用于生产几种化妆品和香水。采用蒸汽蒸馏法提取其种子, 因为其转化效率高, 且由于添加了香料的性质, 必须用于油的提取。蒸馏是在控制温度和压力下进行的。最佳提取温度分别为 105℃、127.5℃、150℃。在最佳工艺条件下, 油得率为 4.83%, 最低得率为 1.67%。胡椒黑籽的特点是一种强烈的令人愉快的香气。这些油经常被用于化妆品和它们的治疗或芳香特性, 在广泛的选择产品, 如食品和药品。化妆品出油是最费时费力的工序之一。化妆品成分主要包括色素脂肪酸, 油酸 22.94%, 己酸 8.61%, 辛酸 8.61%。该油的抗菌性提高了 60%。用乙醇溶液 NaOH 滴定法测定油的酸值为 5.3。柠檬油的加入使香气转化为良好的气味。化妆品在使用过程中均质稳定。

**关键词:** 胡椒籽; 组成; 温度; 油酸; 收益率

## Optimization and Characterization of Essential Oil from Black Pepper (*Nigrum*) Seeds Using the Distillation Extraction Method for Perfume Additives

Wondifraw Abate Abera

Department of Chemical Engineering, Institute of Technology, Debre Birhan University, Addis Ababa, Ethiopia

**Abstract:** The black pepper seed oils (*Piper nigrum*) were highly concentrated substances extracted from seeds. The study aims to utilize the seed as a source of oil for cosmetics and perfume applications since the *Piper nigrum* seed is inexpensive and grows abundantly in our country. It is an annual herbaceous plant. The characteristics of the seed are; that the color is black after drying and the particle size for my experiment was 500,750, and 1000 micrometers. The conditions for extracting the seed were 1 m and 30-250 minutes. The seed produced a colorless, clear aromatic essential oil, which was used in the production of several cosmetics and perfumeries. The seeds were extracted by steam distillation because they had high conversion efficiency and necessarily for oil because of perfume properties addition. The distillation was carried out under controlled temperature and pressure. The optimum extraction temperature was 105°C, 127.5°C, 150°C. The oil yield was 4.83% under the optimal conditions and the minimum yield was 1.67%. The characteristic of the *Piper nigrum* seed was a strong pleasant aroma. These oils were often used for their cosmetics and their therapeutic or odoriferous properties, in a wide selection of products such as foods and medicines. Cosmetics oil is one of the most time- and effort-consuming processes. The cosmetic composition mainly includes pigment fatty acids, oleic acid 22.94%, hexanoic acid, and octanoic acid 8.61%. The antibacterial properties of the oils were 60% higher efficiency. The acid value of the oil was 5.3 by using NaOH titration with ethanol solution. The aroma odor was changed into a good odor by the addition of Lemmon oil. Cosmetic products were homogeneous and stable during application.

**Keywords:** *Piper nigrum* seed; Composition; Temperature; Oleic acid; Yield

### 1. 简介

植物精油已广泛应用于食品、化妆品、保健和农业等行业。精油是含有挥发性芳香族化合物的疏水液体, 通常通过不同的方法从植物组织中提取, 如蒸汽蒸馏、索氏提取和水蒸馏<sup>[17]</sup>。

多种植物都含有高含量的可行油。这些植物是本地作物植物, 几乎在我国所有地区都不需要维护和生长<sup>[18]</sup>。

大多数植物萃取精油都含有多种生物活性成分, 如酚类物质、类黄酮、萜烯和甾醇。这些成分的生物和抗菌作用<sup>[12]</sup>已被评估。胡椒属胡椒科芳香植物。这种植

物目前在热带地区种植<sup>[9]</sup>。埃塞俄比亚是一个潜在的国家,在化妆品生产中有丰富的精油资源。“精油”或“醚油”是指从植物和动物身体中通过不同方法获得的挥发油,从香料中获得的精油中,例如:辣椒油、肉桂油、柠檬叶、丁香油、茴香、黑胡椒、橙子、生姜等。辣椒籽油通常用于医药、制药、调味品、化妆品和香水<sup>[2]</sup>。黑胡椒油是挥发性的,芳香的,味道宜人的油,从种子中获得。它在制药、食品、香水和化妆品中有很大的应用。

黑胡椒精油约占精油产量的1.2-6.7%。挥发油成分中的胡椒酰胺和橙花醇表现出杀虫活性。黑胡椒富含矿物质、维生素和营养物质。100克黑胡椒种子的化学成分包括碳水化合物66.5克,蛋白质10克,脂肪10.2克,以及相对高浓度的矿物质,如钙(400毫克),镁(235.8-249.8毫克),钾(1200毫克),磷(160毫克),以及较低浓度的钠,铁和锌<sup>[7]</sup>。这些矿物质是人类日常活动的基本元素。此外,黑胡椒还含有大量的维生素,如维生素C、B1、B2和B3<sup>[8]</sup>。尼日利亚黑胡椒的单宁浓度为2.11至2.80 mg/100 g<sup>[11]</sup>。

黑胡椒由37.4%的碳水化合物,25.5%的蛋白质,23.6%的纤维,4.7%的水分,5.3%的脂肪,以及矿物质组成,包括0.66%的钾(K),0.20%的钙(Ca),0.16%的磷和0.16%的镁(Mg)<sup>[3]</sup>。黑胡椒中的主要挥发性风味化合物是萜烯,黑胡椒油中含有含氮化合物<sup>[5]</sup>。从植物中提取的精油具有抗真菌、抗菌、杀虫或抗病毒成分,还被认为可以通过吸引昆虫来促进种子和花粉的传播。精油由萜烯和芳香丙烷化合物分别从醋酸-甲丙酸途径衍生而成。然而,精油成分会随着植物<sup>[14]</sup>的发育阶段而变化。

该化妆品组合物主要包括色素、脂肪粘合剂和填充物。香水产品在使用过程中必须均匀稳定<sup>[10]</sup>。辣椒籽是一种很好的化妆品精油来源。它在我国大量生长。种子的物理性质,就像其他谷物和种子一样,对于服装香水的应用,护肤,以及加工或决定产品<sup>[6]</sup>的行为是必不可少的。

黑胡椒油也用于香水。但由于黑胡椒籽<sup>[18]</sup>的刚性结构,提取黑胡椒油需要适当的方法。

黑胡椒精油含有芳香族聚丙烷化合物和萜烯,它们是从菊苣酸和醋酸-甲丙酸途径获得的。(黑胡椒),属于天南星科,主要种植于热带和亚热带国家<sup>[15]</sup>。

黑胡椒常用于农学、制药、食品和化妆品等不同领域。黑胡椒含有多种化合物,如抗氧化、抗菌、抗真菌、抗炎、抗肿瘤和杀虫剂<sup>[20]</sup>。黑胡椒油的提取工艺由于精油成分中丰富的有益成分而日益受到重视。从黑胡椒中提取油有不同的技术,包括溶剂萃取、水蒸馏法、蒸汽蒸馏法等。水蒸馏法是提取精油的主要方法。由于经济原因,水蒸馏可用于大规模生产<sup>[11]</sup>。在水力精馏过程中,精馏塔和建筑材料是对这类原料提取的主要敏感部位。研究了从黑胡椒种子中提取精油的最佳条件(物料粒径、

氯化钠浓度、浸泡时间浓度、提取时间、料水比、空气流速)和化学成分。这些原材料和水果都生长在埃塞俄比亚<sup>[16]</sup>。辣椒精油提取物在我国广泛应用于调味品、食品香精、化妆品等。提取完成后,用GC-MS对提取的化学成分进行表征<sup>[12]</sup>。

## 2. 材料与方法

### 2.1. 材料及设备

#### 2.1.1. 材料

实验工作中使用的主要原料是黑籽、滤纸、铝箔、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{NaCl}$  (Mg / KOH)、柠檬油、革兰氏阳性细菌细胞、乙酸乙酯、己烷、酒精(乙醇和甲醇)、矿物油、乙醇、150 ml 营养琼脂,以及我在大学实验工作中使用的其他化学物质。

#### 2.1.2. 设备

对于我的实验工作,我使用了设备,存储,分离罐,蒸馏装置,切刀,烧杯(3),250毫升烧杯(3),烧杯,钳子,容量瓶,滗水器,称重机,GC\_MS,FTIR,冷凝器,量筒,滴管,搅拌棒,培养皿,温度计,110℃。



图1.(埃塞俄比亚生物多样性研究所和亚的斯亚贝巴理工学院, <http://etd.aau.edu.et/>, [www.ebi.gov.et](http://www.ebi.gov.et), 2018。里的)。

### 2.2. 原料收集和制备

从距离90公里的Shewarobit采集的生黑胡椒(Nigrum)种子,图1;显示,根据埃塞俄比亚生物多样性研究所的信息,从阿姆哈拉地区亚热带的Shewa North zone (Debre Berhan) shewarobit和Kemisse收集的原材料。实验室工作也在亚的斯亚贝巴大学、皮革工业发展研究所和德布雷布罕大学进行。由于设备的可评估性,种子的种植潜力很高。

#### 2.3. 以乙醇为溶剂的黑莓种子和叶子的初步分析

##### 2.3.1. 水分含量

为了更好地去除水分,种子和剩余水分在105℃的烘箱中烘烤一天。原料种子经预处理后,用乙醇萃取精馏提取。乙醇与蒸馏水,溶剂比3:1。

##### 2.3.2. 灰分含量

粉碎后的黑籽在放入熔炉中以确定灰分含量之前,其重量是已知的。

### 2.4. 乙醇萃取工艺的优化

提取油的溶剂在127.5℃、粒度为750微米、时间为4:30 h的条件下提取出较高的出油率。表1;当时因子增加时,记录最大产率。同样的萃取精馏温度为127.5℃,此时在此粒度下提取出的最大收率或油量(ml)。选择种子与乙醇的比例为1:5,叶片的比例为1:5。1:6

和 1:7。乙醇萃取法优化效果较好。乙醇与蒸馏水溶剂比为 5:1 时提取<sup>[6]</sup>效果较好。

在萃取精馏中,以乙醇溶剂按 1:3、1:5、1:6 的比例提取种子和叶子。以乙醇萃取法得率最高为实验条件,在实验室装置中采用了简单的萃取精馏法。

2.5. 实验数据的统计分析

用蒸馏水将乙醇溶剂从 97% 纯乙醇稀释到 75%,说明蒸馏装置的使用生涯由于形成西洋镜而不适合进行萃取。

采用 Mat Lab 配方和调查数据,得到了油的结果。

含油量 =  $(x)^{0.5} + [0.49 * \text{水} / \text{原料}]$ 。

种子残渣 =  $[(x)^{0.5} - 0.5 * x]$ 。

其中 x 为乙醇或溶剂,酒精含量为 75%,经稀释的蒸馏水。剩余 25% 的溶剂为蒸馏水。利用这种萃取方法对油进行了优化,以节省时间和该溶剂的其他参数。香水油特性。

用 FTIR、GC\_MS 和酸值对其进行了表征。GC-MS 分析和 NaOH 酸值是评价油品理化性能的重要指标,并对油品的抑菌性能进行了评价。

2.5.1. 物理化学性质的表征

油的颜色是透明的,而无色则表明油的质量。提取方法具有可选择性。表明 FTIR 光谱是不饱和脂肪酸、芳烃和胺类的拉伸光谱。由 GC\_MS 结果,油酸,9,12-十八碳二烯酸 [Z, Z],十八烷酸,9-十八烯酸, (E)-顺-13-十八烯酸, n-高癸酸。

2.5.2. 油的抗菌性能

微生物来自埃塞俄比亚生物多样性研究所微生物系。从图 2 可以看出,细菌培养细胞在 37℃ 的最佳温度下,在含有微生物生长营养琼脂的培养皿中繁殖。金黄色葡萄球菌已被选中。以葡萄球菌为特征的精油产品。无影响的样品用于护肤品和香水。细菌菌落计数如图 2 所示。



图 2. 微生物 (金黄色葡萄球菌和枯草芽孢杆菌, 来自埃塞俄比亚生物多样性研究所, <http://etd.aau.edu.et/>, [www.ebi.gov.et2018G.C](http://www.ebi.gov.et2018G.C)).

2.5.3. 酸值

所有这些都完成后,油的酸度是香水添加剂的单因素影响,表 4; 指示我检查了黑胡椒精油的酸度。滴定程序见表 4; 示出结果及加油量,取 10gm 或 16ml 黑油准确混合,用 60℃ 的等体积酒精混合 16ml 称量

酸值 =  $V * N * 5.61 / W$ 。

3. 结果与讨论

3.1. 黑胡椒籽叶的初步分析

在 105° C 的温度下,将黑胡椒种子烘干。在这个温度下,黑胶被晒干。水分含量为  $(4\text{kg} - 3.86\text{kg}) / 4\text{kg} * 100\% = 3.5\%$ ,叶片水分含量为  $(3.5\text{kg} - 3.246\text{kg}) / 3.5\text{kg} * 100\% = 7.257\%$ 。它将从提取的石油样品中制备。种子从 11 月到 12 月是季节性的。

否则,未加工的种子没有完全收割。

3.2. 黑胡椒油提取工艺

在第一次运行时,该颗粒的最大油量为 105℃,从 250 克样品中提取的油量为 10.72ml,直到时间运行到 4:30 小时。一般来说,对于所有尺寸,油与一些不挥发性物质和水的分离都是使用醒酒器进行密度分离的。以 750 μ m 为粒度,根据油的量和得率筛选出最佳油。温度选择应在精油标准温度 100-200℃ 之间。从标准油粒度的 0.5mm 到 2.5mm,得到精油的最佳粒度。

| Code terms of design expert |            |               |                  |           |  |
|-----------------------------|------------|---------------|------------------|-----------|--|
|                             | Code terms | Partiele size | Temperature [°C] | time[hr.] |  |
| Low code                    | -1         | 500micro.m    | 105              | 3.30      |  |
| Center code                 | 0          | 750micro.m    | 127.5            | 4.00      |  |
| High code                   | 1          | 1000micro.m   | 150              | 4.30      |  |

| Std | Run with no | Factor A. P. size,(mm) | factor B. temp.(°C) | factor, C. time (hr.) | Yield (%) |
|-----|-------------|------------------------|---------------------|-----------------------|-----------|
| 1   | 1           | -1.00                  | -1.00               | -1.00                 | 1.67      |
| 2   | 25          | 0.00                   | -1.00               | -1.00                 | 2.407     |
| 3   | 29          | 1.00                   | -1.00               | -1.00                 | 1.8       |
| 4   | 14          | -1.00                  | 0.00                | -1.00                 | 3.21      |
| 5   | 17          | 0.00                   | 0.00                | -1.00                 | 3.716     |
| 6   | 27          | 1.00                   | 0.00                | -1.00                 | 2.15      |
| 7   | 26          | -1.00                  | 1.00                | -1.00                 | 3.17      |
| 8   | 8           | 0.00                   | 1.00                | -1.00                 | 3.7       |
| 9   | 13          | 1.00                   | 1.00                | -1.00                 | 2.5       |
| 10  | 12          | -1.00                  | -1.00               | 0.00                  | 2.28      |
| 11  | 16          | 0.00                   | -1.00               | 0.00                  | 2.8       |
| 12  | 30          | 1.00                   | -1.00               | 0.00                  | 2.27      |
| 13  | 20          | -1.00                  | 0.00                | 0.00                  | 3.25      |
| 14  | 6           | 0.00                   | 0.00                | 0.00                  | 4.7       |
| 15  | 4           | 1.00                   | 0.00                | 0.00                  | 2.33      |
| 16  | 7           | -1.00                  | 1.00                | 0.00                  | 3.36      |
| 17  | 9           | 0.00                   | 1.00                | 0.00                  | 4.09      |
| 18  | 2           | 1.00                   | 1.00                | 0.00                  | 3.07      |
| 19  | 19          | -1.00                  | -1.00               | 1.00                  | 2.7       |
| 20  | 32          | 0.00                   | -1.00               | 1.00                  | 3.35      |
| 21  | 18          | 1.00                   | -1.00               | 1.00                  | 2.45      |
| 22  | 28          | -1.00                  | 0.00                | 1.00                  | 3.3       |
| 23  | 22          | 0.00                   | 0.00                | 1.00                  | 4.83      |
| 24  | 31          | 1.00                   | 0.00                | 1.00                  | 2.6       |
| 25  | 3           | -1.00                  | 1.00                | 1.00                  | 3.48      |
| 26  | 24          | 0.00                   | 1.00                | 1.00                  | 4.15      |
| 27  | 11          | 1.00                   | 1.00                | 1.00                  | 3.15      |
| 28  | 5           | 0.00                   | 0.00                | 0.00                  | 4.67      |
| 29  | 15          | 0.00                   | 0.00                | 0.00                  | 4.3       |
| 30  | 10          | 0.00                   | 0.00                | 0.00                  | 4.45      |
| 31  | 23          | 0.00                   | 0.00                | 0.00                  | 4.27      |
| 32  | 21          | 0.00                   | 0.00                | 0.00                  | 4.56      |

表 1. 利用设计专家 ( 亚的斯亚贝巴理工学院化学工程系, 2018 年 G.C) 从实验室结果中分析提取油的收率。

### 3.3. 黑胡椒油提取影响因素的统计分析

在实验室工作中,采用高效量的因素效应蒸馏工艺,获得了最高收率。由上表 1 可知,精油的得率是由温度等不同因素综合得到的。接触时间,和黑胡椒种子的颗粒大小。从图 3 可以看出,在对角曲线上,温度、粒径、时间为最优设计点,因此该图产率含量的最优设计点为 4.7226,粒径为 750 微米。m 的温度为 127.5℃。由图 3 可知,该乘积为产量最大值,因此最优变量图中的油量如下图 3 所示。

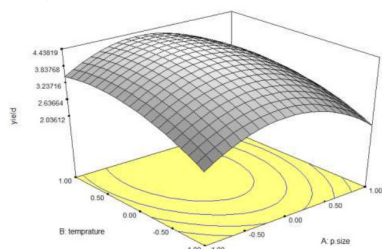


图 3. 三维曲面图形与三个因素的相互作用。(埃塞俄比亚的斯亚贝巴设计专家) 理工大学化学工程系, <http://etd.aau.edu.et/> 2018 G.C)。

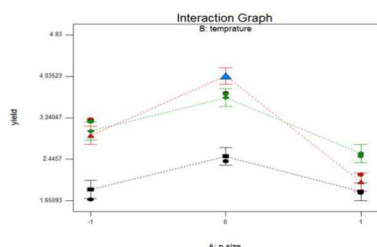


图 4. 温度、粒径和时间对油收率的相互作用图。

从上图 4 可以看出,在给定的提取结果下,三因素图时间对 750micro 粒径下的得率影响很大。M, 4 : 30h 时,提取率最高,约为 4.83%。在图 4 中,黑籽的粒径也会影响提取出的油,其最佳粒径点为 750micro。M 和 3 : 30h 下的产量也表现较好,约为 4.04%。在最佳粒度点和最佳时间的最高蒸馏温度下,黑籽油的提取率高,得率也高。在 127.5℃, 4:30 h, p. 750 的条件下,出油率为 4.5%。

### 3.4. 黑胡椒籽油与黑胡椒叶油的比较

| Std. | Run | temperature | Particle size | Time | Yield |
|------|-----|-------------|---------------|------|-------|
| 8    | 2   | 150         | 750           | 2.00 | 2.7   |
| 9    | 11  | 127.5       | 500           | 0.00 | 3     |
| 10   | 3   | 127.5       | 1000          | 0.00 | 2.5   |
| 11   | 7   | 127.5       | 500           | 2.00 | 3.4   |
| 12   | 5   | 127.5       | 1000          | 2.00 | 2.9   |
| 13   | 15  | 127.5       | 750           | 1.00 | 3.79  |
| 14   | 1   | 127.5       | 750           | 1.00 | 3.79  |
| 15   | 6   | 127.5       | 750           | 1.00 | 3.79  |
| 16   | 12  | 127.5       | 750           | 1.00 | 3.79  |
| 17   | 10  | 127.5       | 750           | 1.00 | 3.79  |

| Std. | Run | temperature | Particle size | Time | Yield |
|------|-----|-------------|---------------|------|-------|
| 1    | 16  | 105         | 500           | 1.00 | 2.3   |
| 2    | 4   | 150         | 500           | 1.00 | 3.46  |
| 3    | 13  | 105         | 1000          | 1.00 | 2     |
| 4    | 9   | 150         | 1000          | 1.00 | 2.25  |
| 5    | 8   | 105         | 750           | 0.00 | 2.1   |
| 6    | 17  | 150         | 750           | 0.00 | 2.4   |
| 7    | 14  | 105         | 750           | 2.00 | 2.6   |

表 2. 留油设计专家采用箱 - Hi-cken 法 (亚的斯亚贝巴理工学院, <http://etd.aau.edu.et/> 2018, G.C)。

### 3.5. 优化过程变量

采用蒸汽蒸馏法提取黑木油,以获得清透、优质的黑木油。从表 2 中,对生黑胡椒种子和叶片的出油量进行比较,得出最佳出油量,预测参数组合为:温度 136℃,粒径 723.35 微米,时间 4:30 hr。在此条件下,预测产量为 4.51%,期望值为 0.949。为验证利用期望性模型预测的最佳工艺条件,利用优化后的工艺条件进行了斜坡试验和三次重复试验,得到了平均收率为 4.2% 的百分比值,试验结果与利用期望性函数进行优化分析得到的数据相关联。因此,研究表明,在这些最佳变量下,黑胡椒籽油可以用于护肤化妆品。

### 3.6. 傅里叶变换红外 (FTIR) 光谱

以下图 5 和图 6:我是在亚的斯亚贝巴大学化学系完成的。曲线的峰值表示存在的官能团。当我们看到峰值时,会显示出不同的成分。

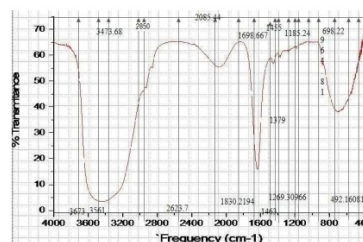


图 5. 官能团结果的 FTIR 图分析 (亚的斯亚贝巴大学化学系, FTIR 实验室结果, <http://etd.aau.edu.et/> 2018 G.C)。

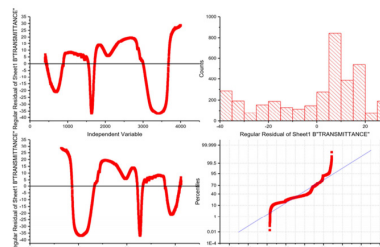


图 6. 线性示踪频率和吸光度,油的波长,油的透过率。(http://etd.aau.edu.et/)

官能团取决于添加到样品中的氯化钠过多的因素或化学物质。从上图 5 可以看出,在 2830-2695  $\text{cm}^{-1}$  这两个醛类中,根据峰、官能团、不饱和脂肪酸  $\text{C}=\text{C}$  拉伸、 $\text{O}=\text{C}-\text{H}$  拉伸,一个羧酸的羰基拉伸  $\text{C}=\text{O}$  在 1760-1690  $\text{cm}^{-1}$  出现了一个强度带。N-H 从 3400,3250  $\text{cm}^{-1}$  延伸。1° 胺 : 3400,3300 和 3330-3250  $\text{cm}^{-1}$  两个波段。2° 胺 : 一个波段从 3350-3310  $\text{cm}^{-1}$ 。3° 胺 : 该区域无条带。N-H 带 (仅为伯胺) 在 1690,1715  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\text{R}_2\text{C}=\text{CH}_2$  酸,脂肪酸 (芳香胺) 在 1335-1250  $\text{cm}^{-1}$ , C-N 延伸 (脂肪胺) 在 1250 - 1020  $\text{cm}^{-1}$ 。N-H wag (仅含伯胺和仲胺) 从 910-665  $\text{cm}^{-1}$ 。区域从 900-650  $\text{cm}^{-1}$ 。芳烃、烷基卤化物、羧酸、胺和酰胺,图 6 显示了该区域的中等或强吸收带 (弯曲振动) 和透射率。所有的光谱在 1690  $\text{cm}^{-1}$  到 -1715 之间都有不饱和脂肪酸的峰,以及脂肪酸不饱和 C-H 的不对称拉伸峰,表明油的酸度高度集中。

3.7. 黑胡椒油的抗菌特性

油具有抗微生物特性，其中一种微香料是细菌细胞，细菌细胞应在革兰氏阳性和革兰氏阴性香料下区分。在我的研究中，发现了革兰氏阳性细菌香料，因为这些香料会攻击我们的皮肤，但并不是所有的细菌都会攻击我们的身体。由图 7 可知，黑胡椒（黑籽）的添加对菌落数量造成了伤害或遗漏。

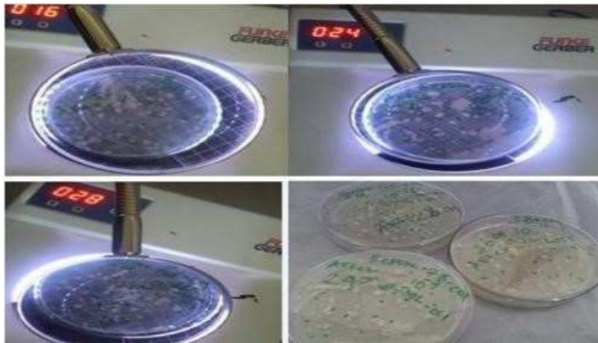


图 7. 添加油后的菌落数量 ( 亚的斯亚贝巴大学生物工程系使用营养琼脂的实验室结果，细菌细胞的来源来自埃塞俄比亚生物多样性研究所。http://etd.aau.edu.et/, www.ebi.gov.et 2018G.C.)。

| Petri dish sample and colonies | Amount of oil added to a petri dish | After adding the oil, the remaining no. colonies | Bacterial cells counted after Addition |
|--------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------------------|----------------------------------------|
| 10 <sup>10</sup> 38            | 0.5ml                               | 16                                               | 10 <sup>10</sup> 10 <sup>10</sup>      |
| 10 <sup>10</sup> 65            | 0.4ml                               | 24                                               | 24*10 <sup>10</sup>                    |
| 10 <sup>10</sup> 78            | 0.5ml                               | 26                                               | 26*10 <sup>10</sup>                    |
| 10 <sup>10</sup> 135           | 0.5ml of lemon oil                  | 53                                               | 53*10 <sup>10</sup>                    |

| Sample and colonies | Bacterial cells counted after the addition | The mixed or injured cell after addition |
|---------------------|--------------------------------------------|------------------------------------------|
| 10 <sup>10</sup> 38 | 16*10 <sup>10</sup>                        | 22*10 <sup>10</sup>                      |
| 10 <sup>10</sup> 65 | 24*10 <sup>10</sup>                        | 41*10 <sup>10</sup>                      |
| 10 <sup>10</sup> 78 | 26*10 <sup>10</sup>                        | 50*10 <sup>10</sup>                      |

表 3. 生物工程系添加油前和添加油后细菌细胞的差异，来源 :http://etd.aau.edu.et/ 和 www.ebi.gov.et2018 G.C.

当我们在表 3 中比较三种结果时。第三个是高效的。对于叶油，我在加入前使用了 108 个培养皿，在图 7 中，没有菌落，计数 135 个，加入 0.5ml 左油后，计数细胞 135\*108 个，计算比例为 60.074% 时，计数细胞为 53\*108 个，缺失或损伤的细胞为 82 个菌落，得出叶油和籽油的抑菌效果基本相同。

| Exp.no | Amount of 0.1N, NaOH | Amount of oil | Acid value |
|--------|----------------------|---------------|------------|
| 1      | 9.45ml,              | 16ml or 10gm, | 5.3        |
| 2      | 10.16ml,             | 10gm or 16ml, | 5.7        |
| 3      | 9.7ml                | 16ml          | 5.57       |

表 4. 亚的斯亚贝巴大学化学系使用 NaOH 滴定法对油进行酸性测试，http://etd.aau.edu.et,2018G.c。

3.8. 黑胡椒籽油的酸性特性

由上表 4,3 个结果滴定后呈粉红色，取平均值。酸值为 5.5。由此，我得出结论，作为护肤应用，胡椒黑油没有令人钦佩的品质或属性。根据 GC-MS 结果，添加剂的成分不同。

3.9. GC-MS / 气相色谱 - 质谱联用

GC-MS 结果实验在亚的斯亚贝巴 Akaki Kality 副城市的皮革工业发展研究所进行。图 8: 对最佳条件下采集的样品进行 GC-MS 分析。

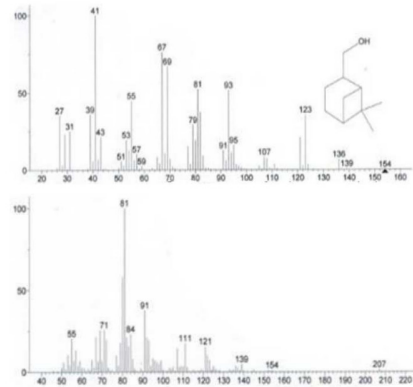


图 8. 黑胡椒种子和化妆品 (Nigella) 的 GC- MS 结果, ( 亚的斯亚贝巴 Akaki Kality 皮革工业发展研究所，http://etd.aau.edu.et, elidilab@gmail.com, www. elidiorg, 2018 G.C.)。

| No | Component                                                                         | PK | (CAS number) | Composition area %c |
|----|-----------------------------------------------------------------------------------|----|--------------|---------------------|
| 1  | (1R,5S,6S)-2-methyl-4-(2,2,3-trimethyl-6-methylidenecyclohex-2-en-1-yl)but-2-enal | 71 | 71999        | 0.80                |
| 2  | Cis-13-octadecenoic acid                                                          | 39 | 39303        | 13.33               |
| 3  | Alpha, terpinol                                                                   | 55 | 55633        | 3.69                |
| 4  | p-mentha-1,8-diene,5-methyl,cyclohexene, isopropenyl-2,4-dimethyl                 | 67 | 67228        | 0.14                |
| 5  | asphelandene epoxide                                                              | 69 | 69438        | 0.36                |
| 6  | Oleic acid                                                                        | 80 | 80337        | 21.94               |
| 7  | Lidene oxide                                                                      | 93 | 93799        | 22.54               |

表 5 所示 .GC-MS / 气相色谱 - 质谱分析结果 (elidilab@gmail.com, www.elide.org,2018 G.C.)。

从上图 8 的 GC-MS 结果来看，油酸的含量被很大的成分面积所覆盖。结果表明，油酸和氧化二烯的含量分别为 21.94% 和 22.54%。展出了 180 多个部件。当我们看到表 5 中的组件组成时；最大百分比是不饱和脂肪酸、醇和酚类化合物。GC\_MS 结果组分为香水油化合物之一。9,12 十八碳二烯酸，[Z, Z]，十八烷酸，9 - 十八烯酸，(E)- 顺式 -13 十八烯酸 13.33%，n- 十六烷酸 8.61%，4,4,8- 三甲基三环 [6.3.1.0(1,5) 十二烷 -2,9 二醇，氧化乙烯 -(I) 3.61%，(Z)-2,6,6 三甲基 - .  $\alpha$  -(1- 丙烯 )-2- 环己烷 -1 甲醇，4(1,3- 二甲基 -3- 环己基 )-1 3.69%，6 七烯 -4- 醇，覆盖率较高。所以我的结论是，这种油是用来做香水的，对人类来说是一种金钱上的优势。

4. 结论

本研究为胡椒籽蒸汽提取工艺的优化和表征提供了依据。在最佳温度条件下，挥发油总提取率最高，抑菌活性目标化合物含量最高。最小液量 (乙醇) 与蒸馏水溶剂比为 1:2，固液比 n 为 1:3。萃取结果的最小油量为 1.67gm 或 6.63ml，溶剂浓度稀释不大，操作温度最接近水沸点。用 FTIR 和 GC\_MS 对样品进行了表征。样品是在最佳条件下采集的，使用提取的油，温度为 127.5℃，粒径为 750 微米。GC\_Ms 分析结果主要为油酸、芳樟醇、己酸、十六酸和十八酸中的不饱和脂肪酸，对于工艺变量的优化，结果与一个模型密切相关，优化后的出油率值为 4.2%。一般来说，该油有一些用途，如香水、护肤品、药品、调味品等作为添加剂和细菌感染体直接涂抹在感染体上。

数据可用性

用于支持研究结果的数据包含在文章中。

## 利益冲突

所有作者都不存在任何可能的利益冲突。

## 致谢

我真诚地感谢我为埃塞俄比亚生物多样性研究所所做的研究工作，感谢他们提供的样本，感谢我们大学实验室的技术人员，我还要感谢 Shegaw Ahmed 博士，在我完成研究的过程中给予的支持、指导和建设性的批评。

作者们感谢皮革工业发展研究所做了我的实验室工作。

## 参考文献

- [1] Ashokkumar, K., Murun, M., Dhanya, M. K., Pandian, A., & Warkentin, T. D. (2021). Phytochemistry and therapeutic potential of black pepper [*Piper nigrum* (L.)] essential oil and piperine: a review.
- [2] Bekele, D., & Gedebo, A. (2020). Biochemical Characterization and Genetic Variability among 13 black pepper genotypes. 16 (11), 1587 – 1590. <https://doi.org/10.5897/AJAR2020.14958>
- [3] Chem, B., Lee, J. G., Chae, Y., Shin, Y., & Kim, Y. J. (2020). Chemical composition and antioxidant capacity of black pepper pericarp. *Applied Biological Chemistry*, 1 – 9. <https://doi.org/10.1186/s13765-020-00521-1>
- [4] Chen, S.-X., Yang, K., Xiang, J.-Y., Kwaku, O. R., Han, J.-X., Zhu, X.-A., ... Xu, M. (2020).
- [5] Comparison of Chemical Compositions of the Pepper EOs From Different Cultivars and Their AChE Inhibitory Activity. <https://doi.org/10.1177/1934578X20971469>
- [6] Dam, T., Vinh, T., Thi, L., Hien, M., Thi, D. & Dao, A. (2020). Formulation of the black pepper (*Piper nigrum* L.) essential oil nanoemulsion via the phase inversion temperature method. (December 2019), 1741 – 1752. <https://doi.org/10.1002/fsn3.1422>
- [7] Ghosh, A. (2018). Chemical, pharmacological, and nutritional quality assessment of black pepper (*Piper nigrum* L.) seed cultivars. (May). <https://doi.org/10.1111/jfbc.12590>
- [8] Goswami, A. & Malviya, N. (2020). Reassessing the Restorative Prospectives of the King of Spices Black Pepper. 10 (3), 312 – 321.
- [9] Journal, E., Science, F., Vol, T., Centre, E., & Uk, D. (2015). Comparative study on the antioxidant activity of essential oil. 3 (3), 10 – 16.
- [10] Kny, R. (2019). *World Journal of Pharmaceutical Sciences Review of Perfumery*. (May).

[11] Maria, S., Martinelli, L., Miranda, J., Carolina, R., Ferreira, B., Marcelo, G., ... Okura, M. H. (2017). Antimicrobial activity and chemical constituents of essential oils and oleoresins extracted from eight pepper species.

[12] Mohamed, F. & Sleem, A. (2021). Insecticidal effect of *Piper nigrum* L. (Piperaceae), and *Prunus cerasus* L. (Rosaceae) Seed Extract of *Rhyzopertha Dominica* F. (Coleoptera:Bostrichidae). 9 (3), 245 – 252.

[13] Pal, R. S., & Pal, Y. (2020). review article Review on the Recent Flavoring Herbal Medicines of Today Abstract: 1 – 6. <https://doi.org/10.2174/1874220302007010001>

[14] Pepper, B., Piper, F., Dosoky, N. S., Satyal, P., Barata, L. M., Kelly, J., ... Setzer, W. N. (2019). Volatiles of Black Pepper Fruits (*Piper nigrum* L.). 1 – 13.

[15] Piper, L., Schnabel, A., Athmer, B., Manke, K., Schumacher, F. Cotinguiba, F., & Vogt, T. (2021). Identifications and characterization of piperine. *Communications Biology*, 1 – 10. <https://doi.org/10.1038/s42003-021-01967-9>

[16] Series, I. O. P. C., & Science, M. (2020a). Comparison of essential oil extracted from black pepper using various distillation methods in laboratory-scale comparison of essential oil extracted from black pepper by using various distillation methods on the laboratory scale. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/991/1/012050>

[17] Series, IOPC & Science, M. (2020b). Optimization of the essential oil yield of Vietnamese green pepper (*Piper nigrum*) using the hydrodistillation method, optimization of the essential oil yield of Vietnamese green pepper (*Piper nigrum*) using the hydrodistillation method. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/736/2/022039>

[18] Syam, N., Sabahannur, S., & Nurdin, A. (2021). Effects of Trichoderma and Foliar Fertilizer on the Vegetative Growth of Black Pepper (*Piper nigrum* L.) Seedlings. 2021.

[19] Vethamoni, P. I., & Shree, R. R. (2021). Antimicrobial properties of black pepper and cardamom and their role in controlling pathogenic organisms in plants, animals, humans, and food preservation. 13 (6), 10778 – 10782.

[20] Wulandari, W., Octavia, M. D., Sari, Y. N., & Rivai, H. (2021). Review: Black Pepper (*Piper Nigrum* L.) Botanical Aspects, Chemical Content, Pharmacological Activities. 6, 83 – 91. <https://doi.org/10.47760/ijpsm.2021.v06i01.007>















