

# Nghiên cứu chiết xuất tinh dầu từ hạt tiêu lép bằng phương pháp chưng cất ở qui mô pilot

Đỗ Đình Nhật\*, Trần Minh Thông, Nguyễn Huỳnh Thanh Thư, Nguyễn Thị Ngọc Trâm, Phạm Ngọc Tú

Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường, Đại học Nguyễn Tất Thành

\*ddnhath@ntt.edu.vn

## Tóm tắt

Trong nghiên cứu này, quá trình chiết xuất tinh dầu tiêu lép bằng phương pháp chưng cất nước ở qui mô pilot đã được thực hiện thông qua khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất thu hồi và chất lượng tinh dầu trong quá trình chưng cất. Kết quả cho thấy, hiệu suất thu hồi tinh dầu cao nhất là 2,383 %, khi nguyên liệu ở dạng bột với kích thước qua sàng 40 mesh, thời gian chưng cất là 180 phút tính từ giọt đầu tiên, tỉ lệ nguyên liệu/nước là 1 : 12,5 (kg/L), nhiệt độ chưng cất là 130 °C. Các phân tích định lượng và định tính của tinh dầu đã xác định được 28 hợp chất đại diện cho khoảng 99 % tổng số hợp chất trong tinh dầu tiêu lép, trong đó  $\beta$ -caryophyllene, 3-carene và D-limonene là 3 thành phần chiếm hàm lượng cao nhất (gần 70 %). Kết quả của nghiên cứu là tiền đề để có thể áp dụng sản xuất tinh dầu tiêu lép ở qui mô lớn hơn.

Nhận 03.12.2020

Được duyệt 07.12.2020

Công bố 30.12.2020

Từ khóa  
chưng cất,  
tinh dầu tiêu lép,  
qui mô pilot

© 2020 Journal of Science and Technology - NTTU

## 1 Giới thiệu

Tiêu đen (*Piper nigrum L.*), thuộc họ Piperaceae, là một loại cây nông nghiệp quan trọng với các lợi ích về thương mại, kinh tế, dinh dưỡng, sức khỏe và y tế [1]. Ngoài dinh dưỡng và hương thơm, hạt tiêu đen còn thể hiện nhiều dược tính quý giá, bao gồm chống oxy hóa, kháng khuẩn, kháng nấm, chống ung thư, chống viêm và tác dụng bảo vệ dạ dày, hỗ trợ phòng ngừa các bệnh mãn tính và mang lại lợi ích sinh lý [2]. Hạt tiêu chứa 2 % – 3,5 % tinh dầu. Những thành phần chính xác định các đặc tính sinh học mong muốn và đặc tính mùi đặc trưng của tinh dầu tiêu gồm  $\alpha$ - và  $\beta$ -pinene, limonene, myrcene, 3-Carene, linalool,  $\alpha$ -phellandrene, sabinene,  $\beta$ -caryophyllene và germacrene [3]. Tinh dầu tiêu đen với các đặc tính kháng khuẩn, kháng nấm, chống oxy hóa nổi bật đã được ứng dụng trong rất nhiều lĩnh vực như dược phẩm, mỹ phẩm, đặc biệt là ứng dụng trong ngành công nghiệp thực phẩm [4]. Các ứng dụng đa dạng và nổi bật của tinh dầu tiêu dẫn đến các nghiên cứu về qui trình chiết xuất tinh dầu tiêu đen ngày càng được quan tâm. Các kỹ thuật được sử dụng bao gồm chưng cất nước, chưng cất lôi cuốn hơi nước, chiết dung môi, vi chiết pha rắn, chiết CO<sub>2</sub> siêu tới hạn và chiết có hỗ trợ vi sóng, siêu âm [5-9]. Mỗi phương pháp có những ưu nhược điểm khác nhau và cho ra hiệu suất cũng như thành phần tinh dầu khác nhau. Phương pháp chưng cất nước là phương pháp có từ lâu đời và được sử dụng thông dụng nhất

để chiết xuất tinh dầu từ nguyên liệu thực vật [10,11]. Phương pháp này là phương pháp tiêu chuẩn trong ngành công nghiệp tinh dầu, đơn giản để thực hiện và khả thi trong sản xuất qui mô lớn hơn vì lí do kinh tế.

Theo báo cáo của Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn, từ năm 2001 đến nay, Việt Nam luôn giữ vị thế số 1 thế giới về sản xuất và xuất khẩu tiêu đen. Tuy nhiên, 4 năm gần đây (2017-2020) giá tiêu trên thế giới sụt giảm liên tục. Giá tiêu thay đổi với biên độ rất lớn theo từng thời điểm cụ thể, do đó làm cho giá trị của sản phẩm này không ổn định, kéo theo đời sống của nông dân gặp nhiều khó khăn. Việc khai thác sản phẩm tinh dầu từ hạt tiêu là một trong những phương pháp đầy tiềm năng để nâng cao giá trị kinh tế của hồ tiêu. Bên cạnh loại hạt tiêu chất lượng tốt, đáp ứng nhu cầu xuất khẩu, còn có các loại tiêu chất lượng thấp hơn, thường được gọi là tiêu lép. Đây là loại tiêu bị hái hoặc rụng khi còn non, nhân hạt chưa đủ cứng nên khi phơi khô chỉ có phần vỏ bên ngoài và một ít nhân bên trong hoặc hạt bị vỡ, dập, chỉ có phần vỏ trong quá trình thu hái, phơi sấy, giá cả thị trường thấp hơn nhiều so với loại tiêu chất lượng tốt. Tuy nhiên, tinh dầu tiêu lại tập trung chủ yếu ở phần vỏ, nên việc khai thác chiết xuất tinh dầu tiêu từ nguồn nguyên liệu tiêu lép này là phương án hứa hẹn nâng cao giá trị kinh tế. Các nghiên cứu về phương pháp chiết xuất cũng như tối ưu hóa các thông số công nghệ để thu hồi tinh dầu đã được

báo cáo. Tuy nhiên, hầu hết các nghiên cứu được thực hiện ở qui mô phòng thí nghiệm. Chúng ta có thể thấy, từ nghiên cứu ở qui mô phòng thí nghiệm đến việc áp dụng ở qui mô công nghiệp là một con đường dài. Sự khác biệt về qui mô sản xuất sẽ ảnh hưởng đáng kể đến năng suất và chất lượng của tinh dầu. Những nghiên cứu ở qui mô pilot là cần thiết để có thể dễ dàng áp dụng sản xuất trong thực tế.

Mục đích của nghiên cứu này là tối ưu hóa các yếu tố ảnh hưởng đến năng suất của quá trình chưng cất và đánh giá chất lượng tinh dầu chiết xuất, xây dựng được qui trình chưng cất thu hồi tinh dầu tiêu lép ở qui mô pilot (5 kg/mê). Kết quả của nghiên cứu này có thể hữu ích cho việc chuyên giao công nghệ, có thể trở thành giải pháp để rút ngắn khoảng cách giữa nghiên cứu và sản xuất. Sự thành công của nghiên cứu có thể đóng góp những hiểu biết, những tư liệu mới về quá trình chiết xuất tinh dầu tiêu lép. Về mặt thực tiễn có thể đóng góp vào quá trình nâng cao giá trị kinh tế của cây hồ tiêu, loại nông sản mà Việt Nam hiện giữ vị thế số 1 thế giới về sản xuất và xuất khẩu.

## 2 Vật liệu và phương pháp

### 2.1 Nguyên liệu và thiết bị

Nguyên liệu được sử dụng trong nghiên cứu là hạt tiêu đen lép có khối lượng riêng 300 g/L được trồng, thu hoạch tại huyện Đắk R'Lấp tỉnh Đắk Nông (11°59'39''B 107°30'43''Đ), thời gian thu hoạch là tháng 2 năm 2020. Hóa chất được sử dụng trong nghiên cứu là  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  tinh khiết, xuất xứ Trung Quốc, được cung cấp bởi Cửa hàng kinh doanh hóa chất và thiết bị Hóa Nam, Quận 10, Tp. Hồ Chí Minh. Nghiên cứu sử dụng thiết bị chưng cất có thể tích 100 lít, đường kính 1 m, gia nhiệt bằng dầu tải nhiệt, được làm bằng thép không gỉ trong đó chủ yếu là thép 304, gồm hệ thống ngưng tụ bằng nước giải nhiệt, hệ thống cảm biến và điều khiển nhiệt độ, đồng hồ áp suất.

### 2.2 Qui trình chiết xuất tinh dầu

Nguyên liệu sau khi nhập về được xử lý sơ bộ, loại bỏ những thành phần không đạt yêu cầu. Để giảm thất thoát tinh dầu trong quá trình xay, hạt tiêu được làm lạnh ở 10 °C trong tủ lạnh (Alaska, LC-743H, Việt Nam) trong 2 giờ trước khi xay. Bước tiếp theo nguyên liệu được xử lý nghiền bằng máy ép đùn để đạt được kích thước phù hợp với yêu cầu nghiên cứu. Sau đó, cho bột tiêu vào sàng có kích thước 40 mesh lấy phần qua sàng. Hạt không lọt qua sàng được làm nguội và xay lại. Bột tiêu sau đó được đo độ ẩm với mục đích nhằm xác định khối lượng nguyên liệu khô. Nguyên liệu sau khi xử lý được cân 5 kg và nhập vào thiết bị chưng cất cùng với lượng nước phù hợp theo yêu cầu của mỗi thí nghiệm. Thiết lập thông số nhiệt độ theo yêu cầu mỗi thí nghiệm và tiến hành chưng cất. Thời gian chưng cất được tính từ giọt lỏng đầu tiên thu được sau khi qua bộ phận ngưng tụ. Hỗn hợp gồm tinh dầu và nước chưng thu được sau khi qua bộ phận ngưng tụ được mang đi chiết để thu hồi

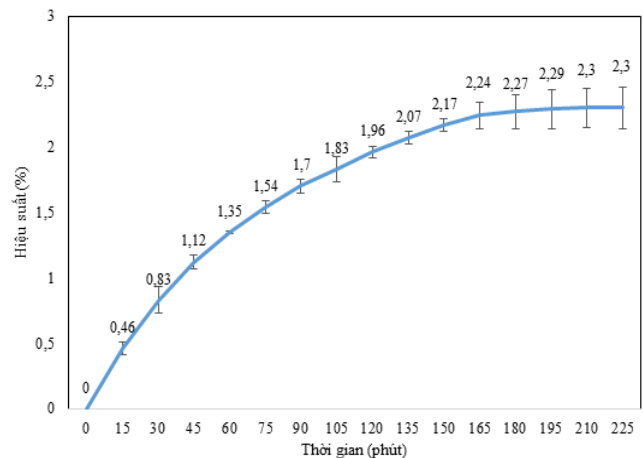
tinh dầu. Tinh dầu thu được còn lẫn một ít nước nên được làm khan bằng muối  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  tinh khiết, sau đó tiến hành lọc để thu được tinh dầu tinh khiết. Các thông số được khảo sát trong nghiên cứu gồm có thời gian chưng cất, tỉ lệ nguyên liệu/ nước ở các mức khác nhau gồm có 1:10; 1:12,5; 1:15; 1:17,5. Nhiệt độ chưng cất được khảo sát trong nghiên cứu gồm có (120, 130, 140 và 150) °C.

### 2.3 Phân tích GC-MS xác định thành phần tinh dầu

Hệ thống sắc kí khí - khối phổ (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MI) được sử dụng để phân tích các thành phần có trong tinh dầu tiêu lép là máy sắc kí khí Trace 1300 Thermo Scientific™ kết hợp với khối phổ TSQ 9000. Các chất phân tích được tách trong cột mao quản silica nung chảy không phân cực TG-5ms được phủ bằng methyl silicone (30 m x 0,25 mm i.d.), độ dày màng 0,25 µm (Thermo Fisher Scientific, MI) từ Agilent. Quá trình quét MS (1 lần quét/giây) thực hiện trong phạm vi khối lượng (50-550) amu với sự ion hóa tác động điện từ ở 70 eV. Heli được sử dụng làm khí mang ở tốc độ dòng 1,2 mL/phút với tỉ lệ phân chia 1: 250 (0,2 µL). Nhiệt độ lò cột được lập trình như sau: (i) 60 °C trong 30 giây; (ii) tốc độ 6,0 °C /phút từ 60 °C đến 180 °C; (iii) tốc độ 20 °C /phút từ 180 °C đến 220 °C và giữ trong 5 phút. Hầu hết các hợp chất có trong tinh dầu tiêu lép được xác định bằng khối phổ của chúng (bộ sưu tập thư viện NIST 2.2) và so sánh với thư viện phổ Adams như một nguồn tham khảo. Các diện tích peak riêng lẻ được ghi lại và diện tích peak tương đối (%) được tính toán để định lượng các thành phần tinh dầu. Các phân tích sắc kí được chạy 3 lần.

## 3 Kết quả và bàn luận

### 3.1 Ảnh hưởng của thời gian chưng cất:



**Hình 1** Ảnh hưởng của thời gian chưng cất lên hiệu suất tinh dầu tiêu lép

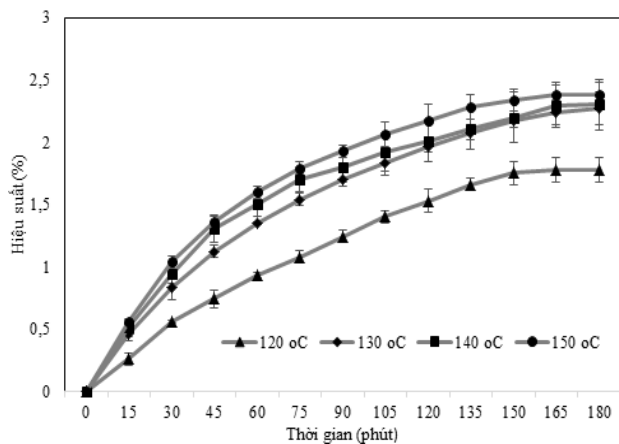
Thời gian chưng cất phụ thuộc vào một số yếu tố như nguyên liệu thô, tỉ lệ nguyên liệu/dung môi, nhiệt độ, kích thước mẫu... Thời gian chưng cất càng lâu thì lượng tinh dầu càng cao [12]. Tuy nhiên, đến một khoảng thời gian

nhất định, lượng tinh dầu không tăng nữa, và nếu tiếp tục chưng cất có thể ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm và tiêu tốn một lượng năng lượng không cần thiết dẫn đến tăng chi phí. Do đó, việc xác định thời gian chưng cất cho phù hợp là điều cần thiết. Khoảng thời gian chưng cất được tính từ giọt đầu tiên đến lượng tinh dầu thu được không thay đổi hoặc thay đổi không đáng kể. Các mẫu được sử dụng trong các thí nghiệm là mẫu tiêu bột (độ ẩm là 13,2 %). Từ kết quả của nghiên cứu, biểu đồ Hình 1 cho thấy mối tương quan giữa thời gian chưng cất và hiệu suất tinh dầu tiêu lép thu được trong các thí nghiệm khác nhau.

Dựa trên ảnh hưởng của thời gian chưng cất đến hiệu suất tinh dầu tiêu lép đã được thể hiện trong Hình 1 cho thấy rằng, thời gian chưng cất dài nhất là 225 phút từ giọt đầu tiên sẽ cho hiệu suất cao nhất là 2,304 %. Tuy nhiên, thời gian chưng cất tối ưu được chọn là 180 phút với hiệu suất là 2,271 %, vì sau 180 phút hàm lượng dầu chỉ tăng 0,033 %. Sự gia tăng này không đáng kể bởi vì hàm lượng tinh dầu còn lại trong vỏ không nhiều và hầu hết các thành phần có điểm sôi cao hơn, một phần tinh dầu được hòa tan trong nước ngưng tụ. Do đó, hiệu suất sẽ không tăng đáng kể.

3.2 Ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất:

Một trong những yếu tố quan trọng ảnh hưởng đến quá trình chưng cất tinh dầu là nhiệt độ. Nhiệt độ cao làm tăng tốc độ khuếch tán, sự đối lưu của dung môi và giảm độ nhớt dung dịch, do đó nó làm tăng hiệu quả chưng cất. Nhưng ở nhiệt độ cao, một số chất trong tinh dầu bị phân hủy và ảnh hưởng đến hiệu quả chiết xuất, đặc biệt là chất lượng của tinh dầu. Sau khi cố định thời gian chưng cất (180 phút), các thí nghiệm chưng cất đã được tiến hành. Các mẫu được sử dụng trong các thí nghiệm là mẫu tiêu bột (độ ẩm 13,2 %). Sau khi thử nghiệm, mối tương quan giữa nhiệt độ chưng cất và hiệu suất của tinh dầu tiêu lép chiết xuất sau khi chưng cất đã được thể hiện trong biểu đồ Hình 2.

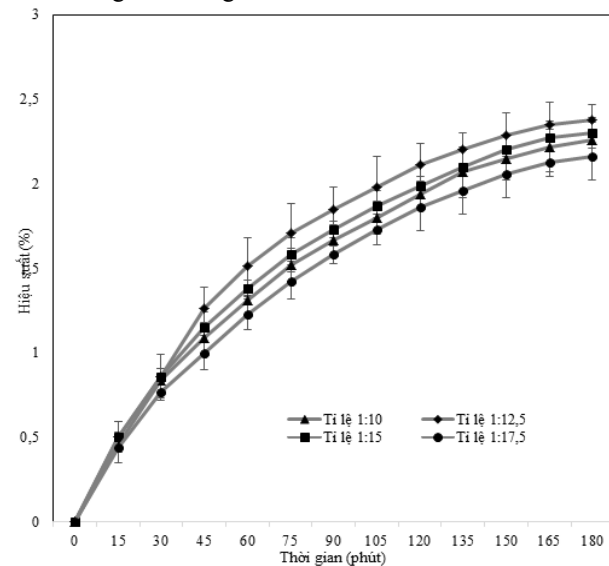


Hình 2 Ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất lên hiệu suất tinh dầu tiêu lép

Hình 2 biểu diễn ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất thu hồi tinh dầu tiêu lép. Hiệu suất cao nhất là 2,38 % tại nhiệt độ chưng cất là 150 oC. Hiệu suất thấp hơn một chút sau đó là 2,32 % khi quá trình chưng cất được thực hiện ở 140 oC và hiệu suất thấp hơn hẳn các trường hợp còn lại khi quá trình chưng cất ở 120 oC, hiệu suất chỉ đạt 1,78 %. Có thể thấy rằng, nhiệt độ tăng dẫn đến tăng hiệu suất, bởi vì hơi nước được sử dụng để tách các thành phần trong nguyên liệu, nhiệt độ chưng cất càng cao thì tốc độ bay hơi của nước càng cao, dẫn đến hơi nước thấm, hấp thụ tinh dầu trong các mô, sự khuếch tán cũng nhanh hơn. Tuy nhiên hàm lượng tinh dầu trong vật liệu là có giới hạn và đến một lúc nào đó hàm lượng tinh dầu không tăng đáng kể. Dựa vào đồ thị ta thấy sự khác biệt giữa hiệu suất tinh dầu tiêu lép chiết xuất ở (130, 140 và 150) oC là không đáng kể. Do đó, sử dụng nhiệt độ chưng cất tối ưu là 130 oC để khảo sát các yếu tố khác.

3.3 Ảnh hưởng của tỉ lệ nguyên liệu/dung môi:

Sau khi cố định điều kiện chưng cất tối ưu được nghiên cứu ở trên, tiến hành nghiên cứu ảnh hưởng của tỉ lệ vật liệu và dung môi đến hiệu suất thu hồi tinh dầu. Kết quả của thí nghiệm được thể hiện ở Hình 3, cho thấy mối quan hệ giữa tỉ lệ vật liệu/dung môi và hiệu suất của tinh dầu tiêu lép thu được trong các thí nghiệm khác nhau.



Hình 3 Ảnh hưởng tỉ lệ nguyên liệu/dung môi lên hiệu suất tinh dầu tiêu lép

Trong chưng cất nước, khi đun nóng hỗn hợp nước và vật liệu, nước thấm vào các mô có chứa tinh dầu, đến một lúc nào đó năng lượng đủ lớn sẽ phá vỡ các mô tinh dầu và tinh dầu được lôi kéo bằng hơi nước. Ảnh hưởng của tỉ lệ nguyên liệu/dung môi được thể hiện ở Hình 3. Nếu lượng nước quá ít sẽ không đủ để thấm và lôi kéo tinh dầu; Nếu lượng nước quá nhiều dẫn đến quá trình hòa tan, nhũ hóa tinh dầu và chi phí năng lượng tiêu tốn lớn. Do đó một tỉ lệ phù hợp giữa nguyên liệu/nước là điều cần thiết. Trong

nghiên cứu này, kết quả cho thấy với tỉ lệ nguyên liệu/nước: 1/12,5 cho hiệu suất cao nhất (2,383 %) so với các tỉ lệ còn lại.

#### 3.4 Kết quả phân tích thành phần tinh dầu bằng GC-MS:

Kết quả phân tích GC-MS của tinh dầu tiêu lép (Bảng 1) xác định được 28 hợp chất đại diện cho khoảng 99 % tổng số hợp chất trong tinh dầu tiêu lép. Lượng các hợp chất không định danh khác có trong tinh dầu là không đáng kể. Các thành phần chính có trong tinh dầu tiêu lép ở nghiên cứu này gồm có  $\alpha$ -Pinene (3,09 %),  $\beta$ -Pinene (6,64 %),  $\alpha$ -Phellandrene (3,76 %), 3-Carene (23,27 %), D-Limonene (14,74 %),  $\beta$ -caryophyllene (28,28 %),  $\beta$ -Selinene (3,87 %) và

$\alpha$ -Selinene (3,23 %), trong đó  $\beta$ -caryophyllene, 3-Carene và D-Limonene là 3 thành phần chiếm hàm lượng cao nhất (gần 70 %). Khi so sánh với một số nghiên cứu khác ở Việt Nam và một số nước trên thế giới thì  $\beta$ -caryophyllene (28,28 %) - một thành phần có được tính cao trong tinh dầu tiêu đen - ở nghiên cứu này có hàm lượng cao hơn đáng kể. Ngoài ra, so với thành phần tinh dầu tiêu đen ở một số nước trên thế giới thì hàm lượng sabinene của tinh dầu tiêu đen Việt Nam rất thấp và hàm lượng 3-Carene rất cao.

**Bảng 1** Kết quả GC-MS tinh dầu tiêu lép

STT	RT	Hợp Chất	Nghiên cứu này	Việt Nam [13]	Ấn Độ [14]	Aimpiriyan [15]
1	4,11	2-Thujene	0,05	-	-	0,9
2	4,25	$\alpha$ -Pinene	3,09	4,69	4,75	8,4
3	4,51	Camphene	0,05	-	-	-
4	4,93	Sabinene	0,07	-	13,01	27,5
5	5,01	$\beta$ -Pinene	6,64	9,77	6,71	9,2
6	5,2	$\beta$ -Myrcene	1,53	2,91	0,89	-
7	5,5	$\alpha$ -Phellandrene	3,76	0,09	2,14	0,1
<b>8</b>	<b>5,62</b>	<b>3-Carene</b>	<b>23,27</b>	<b>29,21</b>	<b>0,43</b>	<b>0,1</b>
9	5,89	o-Cymene	1,32	0,86	-	0,1
<b>10</b>	<b>5,98</b>	<b>D-Limonene</b>	<b>14,74</b>	<b>20,94</b>	<b>16,88</b>	<b>19,8</b>
11	6,34	$\beta$ -cis-Ocimene	0,02	-	-	-
12	6,6	$\gamma$ -Terpinen	0,14	0,2	0,52	0,1
13	7,19	Isoterpinolene	0,26	-	-	-
14	7,24	Terpinolene	0,69	0,04	0,21	0,3
15	7,44	$\beta$ -Linalool	0,51	0,42	0,27	0,2
16	12,82	$\delta$ -Elemene	0,57	3,49	-	0,1
17	13,67	$\alpha$ -Copaene	0,47	3,19	6,3	0,6
18	14	$\beta$ -elemene	1,18	-	-	-
<b>19</b>	<b>14,62</b>	<b><math>\beta</math>-Caryophyllene</b>	<b>28,28</b>	<b>15,05</b>	<b>24,24</b>	<b>18,4</b>
20	14,99	$\alpha$ -Guaiene	0,64	-	-	-
21	15,33	$\alpha$ -Caryophyllene	2,15	-	-	-
22	16,01	$\beta$ -Selinene	3,87	-	-	0,1
23	16,19	$\alpha$ -Selinene	3,23	0,5	0,46	0,1
24	16,39	$\alpha$ -Himachalene	1,87	-	-	-
25	16,73	$\delta$ -Cadinene	0,35	1,24	-	0,1
26	17,44	Alloaromadendrene	0,04	1,09	-	-
27	17,95	Caryophyllene oxide	0,22	0,89	0,47	4,5
28	18,79	Isospathulenol	0,05	1,01	-	-

#### 3.5 So sánh giữa chưng cất tinh dầu tiêu đen ở qui mô pilot và qui mô phòng thí nghiệm:

Theo hiểu biết của chúng tôi, các nghiên cứu về xác định các điều kiện quá trình chưng cất để chiết xuất tinh dầu tiêu đen hầu hết là ở qui mô phòng thí nghiệm, và chưa có công bố nào về chiết xuất tinh dầu từ hạt tiêu lép. Tại Việt Nam,

có một số nghiên cứu về chiết xuất tinh dầu từ hạt tiêu chắt đã được công bố. Dưới đây là bảng so sánh một số các thông số về điều kiện quá trình chưng cất để chiết xuất tinh dầu tiêu đen của nghiên cứu này và một số các nghiên cứu tại Việt Nam đã được công bố.

**Bảng 2** So sánh quá trình chưng cất tiêu đen ở qui mô pilot và qui mô phòng thí nghiệm

	Nghiên cứu 1 (tiêu chắc) [13]	Nghiên cứu 2 (tiêu chắc) [16]	Nghiên cứu này (tiêu lép)
Qui mô	Phòng thí nghiệm (20 g)	Phòng thí nghiệm (40 g)	Pilot (5 kg)
Hiệu suất cao nhất (%)	2,4	2,19	2,38
Thời gian (giờ)	5,2	1	3
Tỉ lệ nguyên liệu/nước (kg/L)	1 : 21	1 : 15	1 : 12.5

Kết quả trên cho thấy, có sự khác biệt giữa quá trình chưng cất thu hồi tinh dầu giữa tiêu chắc và tiêu lép. Ở tiêu lép, chủ yếu là phần vỏ tiêu, phần nhân tiêu chiếm tỉ lệ nhỏ nên nhẹ hơn, khi chưng cất có xu hướng sử dụng tỉ lệ nguyên liệu/ nước thấp hơn so với khi chưng cất tiêu chắc. Về hiệu suất thu hồi, ở cả 3 nghiên cứu trên đều có hiệu suất tương tự nhau, tuy nhiên nghiên cứu này sử dụng nguyên liệu là tiêu lép, chủ yếu là vỏ tiêu. Tinh dầu tiêu lại tập trung chủ yếu ở vỏ tiêu, nên cùng một khối lượng nguyên liệu tiêu chắc và tiêu lép thì lượng tinh dầu có trong tiêu lép sẽ cao hơn so với tiêu chắc. Thực tế, tại qui mô phòng thí nghiệm (50 g nguyên liệu tiêu lép), hiệu suất thu hồi tinh dầu tiêu là 3,1 % (không thể hiện trong nghiên cứu này), khi tăng qui mô thí nghiệm lên qui mô pilot, hiệu suất giảm xuống còn 2,38 %. Có thể thấy, từ qui mô phòng thí nghiệm đến qui mô pilot có một xu hướng hiệu suất thu hồi tinh dầu giảm. Do đó, các nghiên cứu ở qui mô pilot là cần thiết để có thể triển khai ứng dụng ở các qui mô lớn hơn.

#### 4 Kết luận

Trong nghiên cứu này, quá trình chiết xuất tinh dầu tiêu lép bằng phương pháp chưng cất nước ở qui mô pilot đã

được thực hiện thông qua xác định được các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất thu hồi trong quá trình chưng cất tinh dầu tiêu lép. Kết quả của nghiên cứu cho thấy hiệu suất thu hồi tinh dầu cao nhất là 2,383 %, khi nguyên liệu được chưng cất trong thời gian 180 phút tính từ giọt đầu tiên, tỉ lệ nguyên liệu nước là 1 : 12,5 (kg/L), nhiệt độ chưng cất là 130 °C. Các phân tích định lượng và định tính của tinh dầu được thực hiện bởi kỹ thuật GC-MS và phân tích cảm quan. Kết quả cho thấy 3-carene (23,27 %), D-limonene (14,74 %) và  $\beta$ -caryophyllene (28,28 %) là 3 thành phần chiếm hàm lượng cao nhất có trong tinh dầu. Kết quả của nghiên cứu trên qui mô pilot này có thể đóng góp những hiểu biết, những tư liệu mới về quá trình chiết xuất tinh dầu tiêu lép. Về mặt thực tiễn có thể đóng góp vào quá trình nâng cao giá trị kinh tế của cây hồ tiêu, loại nông sản mà Việt Nam hiện giữ vị thế số 1 thế giới về sản xuất và xuất khẩu.

#### Lời cảm ơn

Nghiên cứu được tài trợ bởi Quỹ Phát triển Khoa học và Công nghệ - Đại học Nguyễn Tất Thành, mã số đề tài: 2020.01.058/HĐ-KHCN.

#### Tài liệu tham khảo

- Zhu, F., R. Mojel, and G. Li, *Structure of black pepper (Piper nigrum) starch*. Food Hydrocolloids, 2017. 71: p. 102-107.
- Li, Y.-x., et al., *Analysis of chemical components and biological activities of essential oils from black and white pepper (Piper nigrum L.) in five provinces of Southern China*. LWT, 2020. 117: p. 108644.
- Myszka, K., K. Leja, and M. Majcher, *A current opinion on the antimicrobial importance of popular pepper essential oil and its application in food industry*. Journal of Essential Oil Research, 2019. 31(1): p. 1-18.
- Bohloli Khiavi, R., *Methods for in vitro evaluating antimicrobial activity: A review*. Labdiag, 2017. 9 (35): p. 43-53.
- Liu, L., G. Song, and Y. Hu, *GC-MS Analysis of the Essential Oils of Piper nigrum L. and Piper longum L.* Chromatographia, 2007. 66(9): p. 785-790.
- Kapoor, I.P.S., et al., *Chemistry and in vitro antioxidant activity of volatile oil and oleoresins of black pepper (Piper nigrum)*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2009. 57(12): p. 5358-5364.
- Ferreira, S.R.S. and M.A.A. Meireles, *Modeling the supercritical fluid extraction of black pepper (Piper nigrum L.) essential oil*. Journal of Food Engineering, 2002. 54(4): p. 263-269.
- Steinhaus, M. and P. Schieberle, *Characterization of odorants causing an atypical aroma in white pepper powder (Piper nigrum L.) based on quantitative measurements and orthonasal breakthrough thresholds*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2005. 53(15): p. 6049-6055.
- Chouaibi, M., et al., *Chemical characteristics and compositions of red pepper seed oils extracted by different methods*. Industrial Crops and Products, 2019. 128: p. 363-370.

10. Rezazi, S., S. Abdelmalek, and S. Hanini, *Kinetic study and optimization of extraction process conditions*. Energy Procedia, 2017. 139: p. 98-104.
11. Jeleń, H.H. and A. Gracka, *Analysis of black pepper volatiles by solid phase microextraction–gas chromatography: A comparison of terpenes profiles with hydrodistillation*. Journal of Chromatography A, 2015. 1418: p. 200-209.
12. Fitriady, M.A., et al. *Steam distillation extraction of ginger essential oil: Study of the effect of steam flow rate and time process*. in *AIP Conference Proceedings*. 2017. AIP Publishing LLC.
13. Tran, T.H., et al., *The study on extraction process and analysis of components in essential oils of black pPepper (Piper nigrum L.) seeds harvested in Gia Lai Province, Vietnam*. Processes, 2019. 7(2).
14. Singh, G., et al., *Chemical, antioxidant and antifungal activities of volatile oil of black pepper and its acetone extract*. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2004. 84: p. 1878-1884.
15. Menon, A., K. Padmakumari, and A. Jayalekshmy, *Essential Oil Composition of Four Major Cultivars of Black Pepper (Piper nigrum L.) - IV*. The Journal of Essential Oil Research, 2002. 14: p. 84-86.
16. Dinh, P., H. Cam, and T. Quoc. *Comparison of essential oil extracted from black pepper by using various distillation methods in laboratory scale*. in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020. IOP Publishing.

## Production of light berries black pepper essential oil on pilot scale by hydrodistillation

Dinh Nhat Do\*, Minh Thong Tran, Huynh Thanh Thu Nguyen, Thi Ngoc Tram Nguyen, Ngoc Tu Pham

Faculty of Chemical Engineering and Food Technology, Nguyen Tat Thanh University

\*ddnhat@ntt.edu.vn

**Abstract** Black pepper (*Piper nigrum L.*) is a tropical crop with extensive medicinal potential in ethnomedicine and nutraceutical applications. In this study, the hydro-distillation method was employed in the extraction of essential oil from light berries black pepper (300 g/L). Extraction parameters such as time, temperature, and the ratio of solid/solvent were optimized. The quantitative analyses of the essential oils were performed by GC/MS. The optimum yield was achieved up to 2.383 % when the extract conditions were set up at material-water ratio of 1 : 12,5 for 180 minutes under the extraction temperature of 130 °C. The result of GC-MS showed that 3-Carene (23.27 %), D-limonene (14.74 %) and  $\beta$ -caryophyllene (28.28 %) were presented as major components. The results of this study on the pilot scale could be useful for technology transfer, which might become the solution to shorten the gap between research and production.

**Keywords** Hydrodistillation; light berries black pepper; essential oil; Pilot scale

