

การวิจัยนี้มีจุดประสงค์ที่จะพัฒนาตำรับไมโครอิมัลชันของสารสกัดพริกไทยดำ และพริก สำหรับการป้องกัน และกำจัดศัตรูพืช และทดสอบความคงตัวของสูตรตำรับที่เตรียมขึ้น การเตรียมไมโครอิมัลชันของสารสกัด พริกไทยดำ และพริกนี้ ได้เลือกใช้ ทวิน 80 และสเปน 80 เป็นสารลดแรงตึงผิว และสารลดแรงตึงผิวร่วม เนื่องจากสารนี้สามารถทำหน้าที่เป็นสารจับใบพืชได้ วิธีการเตรียมไมโครอิมัลชัน ทำโดยสร้างเฟสไดอะแกรม ซึ่งได้แบ่งเป็น 2 วิธี วิธีแรก ทำโดยใช้เล็ทซอล จีที 865 (แคปรีลิก/แคปริก ไตรกลีเซอไรด์) เป็นวัฏภาคน้ำมัน และปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิว และสารลดแรงตึงผิวร่วม ให้มีค่าเอช แอล บี ต่างๆกัน จาก บริเวณที่เกิดเป็นไมโครอิมัลชันบนเฟสไดอะแกรมที่สร้างขึ้น ทำการเลือกส่วนประกอบและอัตราส่วนของสาร ที่เหมาะสมที่เตรียมเป็นไมโครอิมัลชันได้จำนวน 3 ตัวอย่าง มาผสมสารสกัดพริกไทยดำ และสารสกัดพริกใน ปริมาณต่างๆ คัดเลือกสูตรตำรับที่ดีโดยพิจารณาจากความสามารถในการละลายสารสกัดได้ปริมาณสูงสุด ความ หนืดเหมาะสม จุดขุ่นอยู่ในช่วงกว้าง ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ เช่น การแยกชั้น และการตกตะกอนหลัง ผ่านการทดสอบในสภาวะอุณหภูมิสลับ และมีความคงตัวทางเคมีหลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $45 \pm 2^{\circ}$  ความชื้น สัมพัทธ์ร้อยละ 75 เป็นเวลา 6 เดือน เปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิห้อง วิธีที่สองทำโดยสร้างเฟสไดอะแกรมซึ่งใช้ สารสกัดพริกไทยดำหรือสารสกัดพริกเป็นวัฏภาคน้ำมัน และใช้อัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิว และสารลดแรง ตึงผิวร่วม ที่มีค่าเอช แอล บี ตามผลการศึกษาที่ได้จากวิธีที่ 1 จากนั้นทำการศึกษาเหมือนกับไมโครอิมัลชันที่ เตรียมโดยวิธี 1 ผลการศึกษาพบว่า การเพิ่มค่าเอช แอล บี สูงขึ้น พื้นที่ในการเกิดไมโครอิมัลชันจะกว้างขึ้น แต่ ขณะเดียวกันการเกิดตำรับรูปแบบอื่น กล่าวคือ อิมัลชัน-เจล และ ไมโครอิมัลเจล ก็จะกว้างขึ้นเช่นกัน พื้นที่ใน การเกิดไมโครอิมัลชันของระบบที่มีค่า เอช แอล บี 11 และ 12 มีความแตกต่างกันเล็กน้อย แต่ระบบที่มีค่า เอช แอล บี 12 จะมีตำรับรูปแบบอื่น เช่น อิมัลชัน-เจล และ ไมโครอิมัลเจล กว้างมากกว่า และค่อนข้างใกล้เคียงกับ บริเวณที่เกิดไมโครอิมัลชัน ดังนั้นในที่นี้จึงเลือกระบบที่มีค่า เอช แอล บี 11 ไปทำการสร้างเฟสไดอะแกรมโดย ละเอียด จากนั้นสุ่มเลือกตัวอย่างไมโครอิมัลชัน 3 ตัวอย่าง คือ ตัวอย่าง เอ บี และ ซี ไปพบกับสารสกัด พบว่า ความเข้มข้นสูงสุดของสารสกัดที่สามารถละลายได้และมีความคงตัวดีในไมโครอิมัลชันคือที่ความเข้มข้นร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ผลการวัดความหนืดของไมโครอิมัลชันทั้งที่ไม่ผสมหรือผสมสารสกัดพริกไทยดำ หรือสาร สกัดพริก พบว่า ความหนืดเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารลดแรงตึงผิวในตำรับเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าความหนืด ของไมโครอิมัลชันลดลง เมื่อผสมสารสกัดพริกไทยดำ ขณะที่เมื่อผสมสารสกัดพริก ความหนืดของไมโคร อิมัลชันเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับไมโครอิมัลชันที่ไม่ผสมสารสกัด จุดขุ่น ของไมโครอิมัลชันที่เตรียมได้ทั้ง ตัวอย่าง เอ บี และ ซี ที่ไม่ผสมและที่ผสมสารสกัดพริกไทยดำ หรือสารสกัดพริก ไม่มีการเปลี่ยนแปลงของไมโคร อิมัลชันจากใสเป็นขุ่นในช่วงอุณหภูมิ 5 - 90 องศาเซลเซียส ไม่พบการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของตำรับหลัง ทดสอบที่สภาวะอุณหภูมิสลับ และเมื่อเก็บไว้ที่อุณหภูมิ  $45 \pm 2$  องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ  $75 \pm 5$  เป็นเวลานาน 6 เดือน พบว่าความหนืดไม่แตกต่างกับตำรับที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องในระยะเวลาเดียวกัน จุดขุ่น ของไมโครอิมัลชันทั้งที่ผสมสารสกัดพริกไทยดำหรือสารสกัดพริก ไม่มีการเปลี่ยนแปลง ลักษณะทางกายภาพ ของไมโครอิมัลชัน ตัวอย่าง เอ บี และ ซี ที่ผสมสารสกัดพริกไทยดำ ไม่มีการเปลี่ยนแปลง แต่ไมโครอิมัลชันที่ ผสมสารสกัดพริกพบการตกตะกอนของสารสกัดที่ก้นขวด แต่เมื่อเขย่าจะกลับผสมเข้ากันได้ ความคงตัวทางเคมี

ของสารสกัดพริกไทยดำ และพริกในไมโครอิมัลชันเมื่อเก็บไว้ที่อุณหภูมิ  $45 \pm 2$  องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ  $75 \pm 5$  เป็นเวลานาน 6 เดือนอยู่ในเกณฑ์ดี และไม่แตกต่างกับปริมาณสารในตำรับที่เก็บที่อุณหภูมิห้อง สำหรับระบบที่ใช้สารสกัดเป็นวัฏภาคน้ำมัน พบว่าสารสกัดพริกค่อนข้างข้นหนืด จึงไม่สามารถใช้เป็นวัฏภาคน้ำมันได้ ส่วนระบบที่ใช้สารสกัดพริกไทยดำเป็นวัฏภาคน้ำมัน ได้เลือกใช้อัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิว และสารลดแรงตึงผิวรวมที่มีค่า เอช แอล บี 11 ตามผลการศึกษาของวิธีที่ 1 และตัวอย่าง ดี อี และเอฟ ได้ถูกคัดเลือกเพื่อทำการศึกษา และพบว่าความหนืดของไมโครอิมัลชันที่ใช้สารสกัดพริกไทยดำเป็นวัฏภาคน้ำมันมีความหนืดมากกว่าที่ใช้เล็คซอล จีที 865 และในทำนองเดียวกันกับการศึกษาข้างต้น ความหนืดลดลงเมื่อปริมาณสารลดแรงตึงผิวในตำรับลดลง ค่าจุดขุ่นของไมโครอิมัลชันที่ใช้สารสกัดพริกไทยดำเป็นวัฏภาคน้ำมันที่เตรียมได้ทั้งตัวอย่าง ดี อี และเอฟ ไม่ตรวจพบในช่วงอุณหภูมิที่ทดสอบ ( $5 - 90$  องศาเซลเซียส) ไม่พบการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของตำรับหลังทดสอบที่สภาวะอุณหภูมิสลับ ความคงตัวของไมโครอิมัลชันที่ใช้สารสกัดพริกไทยดำเป็นวัฏภาคน้ำมัน ตัวอย่าง ดี อี และเอฟ พบว่า เมื่อเก็บไว้ที่อุณหภูมิ  $45 \pm 2$  องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ  $75 \pm 5$  เป็นเวลานาน 6 เดือน ความหนืดจะลดลงเมื่อเทียบกับความหนืดของตำรับเมื่อเตรียมเสร็จใหม่ๆ การเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องในระยะเวลาเดียวกันให้ผลเช่นเดียวกับการเก็บไว้ที่อุณหภูมิ  $45 \pm 2$  องศาเซลเซียส จุดขุ่น และลักษณะทางกายภาพไม่เปลี่ยนแปลง ปริมาณสารสำคัญในตำรับลดลงจากที่เวลาเริ่มต้น แต่ไม่เกินร้อยละ 10 และไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ 3, 4 และ 6 เดือน และไม่แตกต่างกับปริมาณสารในตำรับที่เก็บที่อุณหภูมิห้อง

The main purpose of this work was to develop microemulsions of black pepper and capsicum extract for plant pest control and to perform stability test of the product prepared. Preparation of microemulsions of black pepper and capsicum extract was used Tween 80 and Span 80 as surfactant and co-surfactant, respectively because they could also act as a sticker. Optimization of the formulation was performed by using the pseudoternary phase diagrams in two different aspects. Firstly, the pseudoternary phase diagrams were constructed by using Lexol GT<sup>®</sup> 865 (caprylic/capric triglyceride) as oil phase and varying ratio of Tween80 to Span 80 according to hydrophilic/lipophilic balance (HLB). The three microemulsion formulations were selected from the microemulsion region. Then either black pepper or capsicum extract was added into selected microemulsion formulation at various concentrations. The best formulation of microemulsions containing black pepper and capsicum extract was considered base on its ability to solubilize the extract, viscosity, cloud point, physical changes of the formulation such as phase separation and precipitation of the extract following freeze-thaw test for 7 cycles and the chemical stability of the extract in the formulation performed at roomtemperature and at  $45 \pm 2^\circ \text{C}$ , 75% relative humidity (RH). Secondly, the pseudoternary phase diagrams were constructed using black pepper or capsicum extract as an oil phase and the ratio of Tween80 to Span80 was fixed according to the results obtained from previous method. The physical characterization of the formulations and chemical stability of the extract in the formulations were performed as described above. It was found that the increase of HLB, the microemulsion region area increased. However, the region area of emulsion-gel and microemulsion-gel also increased. The pseudoternary phase diagram of Lexol GT<sup>®</sup> 865/Tween80+Span80 (HLB 11)/Water was selected for further studies. Three microemulsion samples (sample A, B and C) in the microemulsion area were selected. The maximum concentration of black pepper and capsicum extract could be incorporated was 15% w/w. Viscosity of empty microemulsion (without the extract) increased with an increased in the amount of surfactants in the formulation. In addition, viscosity of the microemulsion decreased with an increased in the concentration of the black pepper extract but increased with an increased in the concentration of the capsicum extract. Cloud point of the microemulsions sample A, B and C containing either black pepper or capsicum extract was not detected in the temperature range  $5 - 90^\circ \text{C}$ , indicating microemulsion is not destroyed at a wide range of temperature during storage. Physical changes of the formulation containing black pepper or capsicum extract following freeze-thaw test was not observed. Following storage the microemulsions of black pepper or capsicum extract for 6 months the viscosity of the microemulsion stored at room temperation was not different from that stored at  $45 \pm 2^\circ \text{C}$ , 75% RH. Cloud point of the microemulsions containing black pepper or capsicum extract did not change. Physical appearance of the microemulsions of black pepper did not change but the precipitation of capsicum extract was observed. However, it could be mixed well upon mixing. Chemical stability of the black pepper and capsicum extracts in

the formulation was shown to be good during the storage of 6 months at both room temperature and at  $45 \pm 2^\circ$  C, 75% RH. For the systems using the extract as oil phase could be prepared only for black pepper extract because capsicum extract was too viscous to use as an oil phase. HLB used in this study was fixed at 11. Sample D, E and F were selected for further studies. Viscosity of the microemulsion using black pepper extract as oil phase was higher than that of the microemulsion using Lexol GT<sup>®</sup> 865 as oil phase. The viscosity decreased with a decreased in the amount of surfactants in the formulation. Cloud point of the microemulsions sample D, E and F was not detected in the temperature range 5 - 90° C. Following freeze-thaw test, physical changes of the microemulsion was not observed. However, following 6 months storage at  $45 \pm 2^\circ$  C, 75% RH, the viscosity of the microemulsion decreased compared with the freshly prepared microemulsion but the viscosity of the microemulsion stored at room temperature was not different from that stored at room temperature. Cloud point and physical appearance of the formulations did not change. Chemical stability of the black pepper in the formulation decreased from the beginning but not more than 10%. The stability of black pepper extract in the formulation when stored at  $45 \pm 2^\circ$  C, 75% RH for 3, 4 and 6 months was not different and was not different from that when stored at room temperature.