

Determination of the Aroma Components of Durian Pulp by GC-MS

Shuang Gai, Xinyu Zou, Yue Wu, Weiyi Yin, Min Xu

Department of Chemistry, Tonghua Normal College, Tonghua Jilin
Email: 2461240874@qq.com

Received: Sep. 26th, 2017; accepted: Oct. 6th, 2017; published: Oct. 12th, 2017

Abstract

To use the durian pulp as the test materials, we use simultaneous steam distillation to extract the aromatic components of durian pulp, the organic phase with 100 mL dichloromethane, and 100 mL distilled water to soak the durian pulp. By using gas chromatography-mass spectrometry to analyze the dichloromethane solution which contains the aroma components of durian pulp, isolated 65 peaks, they were identified the aroma components chemical composition of the durian through the analysis of mass spectrometry and the searching of NIST05.L standard spectrum. Seen from the results, the main aromatic components of durian are esters, ketones, alcohols and hydrocarbons. The results can be used as reference at the fields such as storing for the durian, the food processing, durian's nutrition for health and so on.

Keywords

GC-MS, Aroma Components, Durian Pulp, Simultaneous Water Steam Distillation and Extraction

气相色谱-质谱法测定榴莲果肉中的香气成分

盖爽, 邹新宇, 武越, 尹伟懿, 徐敏

通化师范学院化学学院, 吉林 通化
Email: 2461240874@qq.com

收稿日期: 2017年9月26日; 录用日期: 2017年10月6日; 发布日期: 2017年10月12日

摘要

以榴莲果肉为试材, 采用同时蒸馏萃取法提取其香气成分, 采用气相色谱-质谱联用技术对含有榴莲香气成分进行分析, 分离出了65个峰, 经质谱分析、NIST05.L标准谱图检索, 确定了榴莲香气成分的化学成分。

从结果看出, 榴莲果肉的主要芳香成分为酯、酮、醇、烃类。研究结果可为榴莲在贮藏、食品加工、营养分析等领域开发利用提供参考。

关键词

气相色谱-质谱法(GC-MS), 香气成分, 榴莲果肉, 同时蒸馏萃取

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 前言

榴莲是热带最珍贵的特产水果, 有“水果之王”[1]的美称。榴莲不仅果味鲜美, 且营养价值十分丰富[2], 营养密度高且均衡, 属滋补有益水果。

榴莲成熟过程中形成特殊气味, 如酯、酮、醇、烷烃类物质, 它们以一定的浓度和比例构成了榴莲特有的香气。其独特的香气是构成和影响榴莲品质的主要因素, 且采用不同的提取方法得到的挥发成分的种类也不尽相同[3] [4] [5] [6]。因此, 为了更深入的了解榴莲“奇特香气”成分, 采用同时蒸馏萃取法提取榴莲果肉的香气成分, 结合气相色谱-质谱联用技术对榴莲果肉的香气成分做了较为系统的分析。通过计算机检索并与 NIST05.L 质谱库提供的标准质谱图对照, 初步鉴定了榴莲果肉的部分香气的化学成分。研究结果可望为更全面了解榴莲挥发成分、综合利用其果皮、进一步开发榴莲资源提供理论参考[7] [8]。

2. 材料与方法

2.1. 实验仪器及药品

试剂: 榴莲(市售); 蒸馏水(自制); 二氯甲烷(分析纯)。

仪器: 同时蒸馏萃取装置; Agilent 6890 Plus GC-Hewlett Packard 5973 MS (美国安捷伦公司)。

2.2. 样品处理方法

选定市售榴莲果肉 85 克, 捣碎后加入 500 mL 蒸馏烧瓶, 加入 100 mL 蒸馏水, 连接到同时蒸馏萃取装置的一端, 于电热套上加热保持微沸; 另一端连接盛有 100 mL 二氯甲烷的蒸馏烧瓶, 置于 56°C 水浴锅中加热。同时蒸馏萃取 4 h, 最后将有机相分出, 在 50°C 水浴中浓缩, 回收二氯甲烷, 浓缩液用于气相色谱-质谱检测。

2.3. 色谱和质谱条件

色谱: 色谱柱 HP-5(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm), 载气 He, 流速 0.8 mL/min, 分流比 60:1, 恒压 35 KPa。进样口温度 250°C, 传输杆温度 280°C, 起始柱温 40°C, 保留 1 min, 然后以 3°C/min 升至 70°C, 保留 2 min, 再以 10°C/min 升至 180°C 保留 2 min, 最后以 10°C/min 升至 250°C, 保留 2 min。

质谱: 离子源温度 240°C, 电离方式 EI, 电子能量 70 eV。

3. 结果与分析

3.1. 榴莲总离子流图分析

采用同步水蒸气蒸馏萃取和气相色谱-质谱联用法对榴莲果肉香气物质检测, 得到芳香成分总离子流图, 如图 1 所示。

丰度

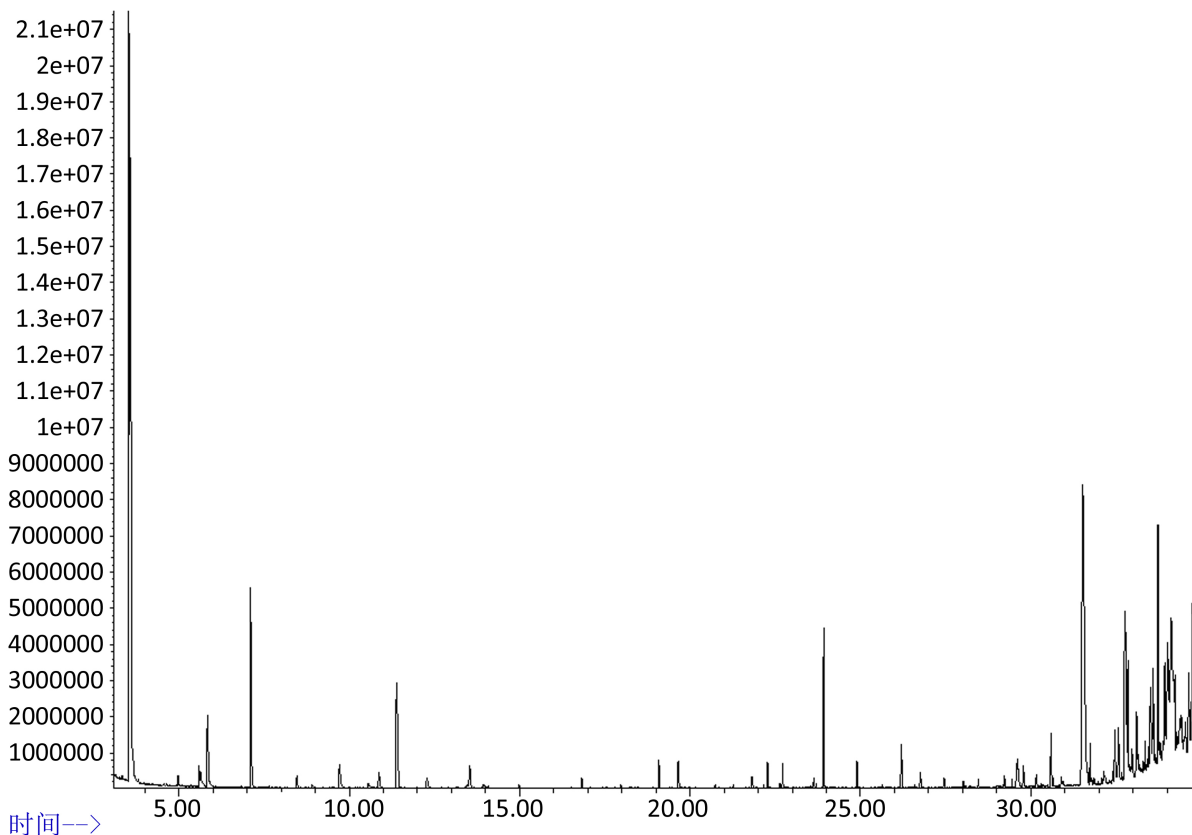


Figure 1. The TIC of volatile in durian pulp

图 1. 榴莲果肉香气成分总离子流图

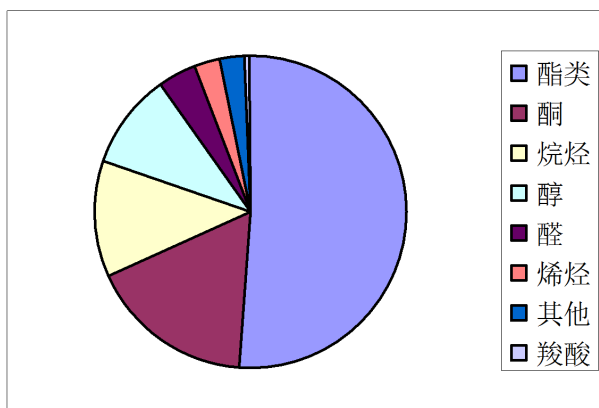


Figure 2. The proportion of volatile composition analysis in durian pulp

图 2. 榴莲果肉挥发成分的比例分析

通过数据分析系统分析共得出 65 个峰, 各峰分离效果良好, 65 个峰经过质谱标准谱库的检索分析, 得出 65 种成分的可能结构。

3.2. 榴莲果肉香气成分的分析

本实验运用毛细管气相色谱柱进行分离榴莲果肉香气成分, 经 GC-MS 测定, 得出总离子流程图, 图

Table 1. Volatile composition in durian pulp
表 1. 榴莲果肉挥发成分

峰号	英文名	中文名	分子式	分子量	保留时间/min	相对含量/%
1	3-hydroxy- 2-Butanon	3-羟基-2-丁酮	C ₄ H ₈ O ₂	88.05	3.534	11.479
2	Ethyl acetate	乙酸乙酯	C ₅ H ₁₀ O ₂	102.07	3.586	11.039
3	Pentanoic acid, 2,4-dimethyl methyl ester	2,4-二甲基戊酸甲酯	C ₈ H ₁₆ O ₂	144.12	4.982	0.174
4	Capric acid ethylester	癸酸乙酯	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200.18	5.593	0.232
5	1,2-Butanediol	1,2-丁二醇	C ₄ H ₁₀ O ₂	90.07	5.630	0.425
6	Propanoic acid, propyl ester	丙酸丙酯	C ₆ H ₁₂ O ₂	116.08	5.842	1.237
7	2-methy Butanoic acid ethyl ester	2-甲基丁酸乙酯	C ₇ H ₁₄ O ₂	130.10	7.106	3.389
8	Styrene	苯乙烯	C ₈ H ₈	104.6	8.465	0.219
9	1-Propene-1-thiol	1-丙烯-1-硫醇	C ₃ H ₆ S	74.02	9.720	0.584
10	3-hydroxy Butanoic acid ethyl ester	3-羟基丁酸乙酯	C ₆ H ₁₂ O ₃	132.08	10.557	0.067
11	2-Oxazolidinethione	噁唑烷硫酮	C ₃ H ₅ NOS	103.01	10.875	0.340
12	Benzaldehyde	安息香醛	C ₇ H ₆ O	106.04	11.393	2.797
13	4-methyl Pyridine	4-甲基吡啶	C ₆ H ₇ N	93.06	12.281	0.265
14	Methyl Thiirane	甲基环硫乙醚	C ₃ H ₆ S	74.02	13.460	0.053
15	Heptanoic acid, ethyl ester	庚酸乙酯	C ₉ H ₁₈ O ₂	158.13	13.583	0.563
16	Valproic Acid	丙戊酸	C ₈ H ₁₆ O ₂	144.12	13.943	0.069
17	Nonanoic acid, ethyl ester	壬酸乙酯	C ₁₁ H ₂₂ O ₂	186.16	19.089	0.321
18	Benzothiazole	1,3-硫氮杂茛	C ₇ H ₅ NS	135.01	19.655	0.469
19	4-(Methylthio)-1-butene	4-硫-1-丁烯	C ₅ H ₁₀ O	102.05	20.741	0.045
20	(E)-4-phenyl-3-Buten-2-one	(E)-4-苯基-3-烯-2-丁酮	C ₁₀ H ₁₀ O	146.07	21.823	0.170
21	Decanoic acid, ethyl ester	癸酸乙酯	C ₁₂ H ₂₄ O	2200.18	22.274	0.295
22	4-amino-N-methyl-N-(2-phenylethyl)-Benzeneethanamine	4-氨基-N-甲基-N-(2-乙苯基)苯乙胺	C ₁₇ H ₂₂ N ₂	254.18	22.637	0.054
23	2-Cyclopropyl-2-nitro-1-phenyl-ethanol	2-环丙基-2-硝基-1-苯基乙醇	C ₁₁ H ₁₃ NO ₃	207.09	22.723	0.260
24	(E)-2,3-Butanediol	(E)-2,3-丁二醇	C ₄ H ₁₀ O ₂	90.07	23.705	0.051
25	Butylated Hydroxytoluene	4-甲基-2,6-二叔丁基苯酚	C ₁₅ H ₂₄ O	220.18	23.924	1.761
26	Dodecanoic acid, ethyl ester	十二酸乙酯	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228.21	24.903	0.331
27	Benzophenone	二苯甲酮	C ₁₃ H ₁₀ O	182.07	25.648	0.065
28	N,N-二(1-phenylethyl) -Amine	N,N-二(1-苯乙基)胺	C ₁₆ H ₁₉ N	225.15	26.204	0.703
29	(1-cyclohexylmethyl)-Benzene	(1-环己基甲基)-苯	C ₁₄ H ₂₀	188.16	26.762	0.218
30	3-Phenylbutyrophenone	3-苯基丁酮				
31	Tetradecanoic acid ethyl ester	十四酸乙酯	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256.24	28.023	0.085
32	Isopropyl Myristate	肉豆蔻酸异丙酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270.26	28.467	0.096
33	Nonadecane	十九烷	C ₁₉ H ₄₀	268.31	29.446	0.056
34	Hexadecane	十六烷	C ₁₆ H ₃₄	226.27	29.606	0.988

Continued

35	14-methyl Pentadecanoic acid methyl ester	14-甲基十五酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270.26	29.748	0.331
36	n-Decanoic acid	正癸酸	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	172.15	30.165	0.197
37	Hexadecanoic acid ethyl ester	十六酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284.27	30.594	0.646
38	Eicosane	二十烷	C ₂₀ H ₄₂	282.33	30.650	0.056
39	Di-n-octyl phthalate	邻苯二甲酸二辛酯	C ₂₄ H ₃₈ O ₄	390.28	31.527	12.591
40	Dodecane	十二烷	C ₁₂ H ₂₆	170.20	31.743	0.454
41	L-3-phenyl- N,N-dimethyl Alanine propyl ester	L-3-苯基-N,N-二甲基丙氨酸丙酯	C ₁₄ H ₂₁ NO ₂	235.16	31.857	0.109
42	11,13-Eicosadienoic acid methyl ester	11,13-二十烯二酸甲酯	C ₂₁ H ₂₈ O ₂	322.29	32.091	0.060
43	Undecanedioic acid	十一二酸	C ₁₁ H ₂₀ O ₄	216.12	32.143	0.164
44	Cycloheptene	环庚烯	C ₇ H ₁₂	96.09	32.414	0.143
45	(Z)-Ethyl Oleate	油酸乙酯	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310.29	32.469	0.766
46	1,6-dicyclohexyl-Hexane	1,6-环二己基己烷	C ₁₈ H ₃₄	250.27	32.5754	0.990
47	Docosane	二十二烷	C ₂₂ H ₄₆	310.36	32.665	0.114
48	1-Heneicosanol	二十一醇	C ₂₁ H ₄₄ O	312.34	32.851	1.810
49	4-(3-Oxocyclohexyl)butyric acid methyl ester	4-(3-羰基环己酮基)丁酸甲酯	C ₁₁ H ₁₈ O ₃	198.13	32.977	0.537
50	2-methyl-6-propylDodecane	2-甲基-6-丙基十二烷	C ₁₆ H ₃₄	226.27	33.108	0.999
51	1-ethyl-2-methylCyclohexane	2-甲基-1-乙基环己烷	C ₉ H ₁₈	126.14	33.145	0.268
52	4,8-dimethylTridecane	4,8-二甲基十三烷	C ₁₅ H ₃₂	212.25	33.354	0.331
53	Spiro[4.4]nonane-1,6-dione	螺[4.4]壬烷-1,6-二酮	C ₉ H ₁₂ O ₂	152.08	33.416	0.168
54	1-Hexacosanol	二十六醇	C ₂₆ H ₅₄ O	382.42	33.460	0.265
55	tetradecylCyclohexane	十四烷基环己烷	C ₂₀ H ₄₀	280.31	33.514	1.659
56	1-iodoHexadecane	1-碘鲸蜡烷	C ₁₆ H ₃₃ I	352.16	33.651	0.221
57	5-(1-Bromo-1-methyl-ethyl)-2-methyl cyclohexanol	5-(1-甲基-1-溴乙基)-2-甲基环己醇	C ₁₀ H ₁₉ BrO	234.06	33.736	3.364
58	3-Hydroxy-2-methyl-4,6-dioctenoic acid,methyl ester	2-甲基-3-羟基-4,6-二辛烯酸甲酯	C ₁₀ H ₁₆ O ₃	184.11	33.799	0.463
59	(Z)-9-Tricosene	诱虫烯	C ₂₃ H ₄₆	322.36	33.880	0.381
60	Oxalic acid,cyclohexylmethyl decyl ester	草酸环己甲酯癸酯	C ₁₉ H ₃₄ O ₄	326.25	33.936	2.125
61	Octacosane	二十八烷	C ₂₈ H ₅₈	394.45	34.022	2.829
62	4-Methyl-4-nonadecene	4-甲基-4-十九烯	C ₂₀ H ₄₀	280.31	34.229	1.309
63	2-ethyl-3-Hexen-1-ol	2-乙基-3-己烯-1-醇	C ₈ H ₁₆ O	128.12	34.288	0.43164
64	6-Hydroxy-7-methyl-oct-3-enedithioicacid isopropyl ester	7-甲基-6-羟基-3-辛烯硫酸异丙酯	C ₂₁ H ₂₂ OS ₂	246.11	34.402	1.025
65	Oxalic acid, cyclohexylmethyl octyl ester	草酸环己甲酯壬酯	C ₁₇ H ₃₀ O ₄	298.21	34.497	0.31559

中有 65 个离子峰, 通过计算机检索并与 NIST05.L 质谱库提供的标准质谱图对照, 得到 65 个离子峰的定性结果, 通过归一积分法得到每种化合物的百分含量, 结果见表 1。

从表 1 结果可看出榴莲果肉中的香气成分为 C5 到 C24 的脂肪族、芳香族酯类, 芳香族烯烃、醛、

酮、酚、醇、烷烃、羧酸类化合物。各成分及其比例情况分析见图 2。

实验结果与相关文献[3] [4] [5] [6]研究结果不尽相同, 存在的差异是否与所取材料的产地、品种、成熟度及提取方法不同有关, 有待进一步研究。研究结果, 可为榴莲在食品加工、贮藏、营养分析、保健等领域的进一步开发利用提供参考[7] [8]。

基金项目

大学生创新训练项目(201610202001)。

参考文献 (References)

- [1] 曲泽洲, 孙支蔚. 果树种类论[M]. 北京: 农业出版社, 1990: 421.
- [2] 戴聪杰, 黄雅琼. 榴莲和山竹果肉的营养分析[J]. 食品与机械, 2012, 28(1): 65-67.
- [3] 张继, 刘阿萍, 姚健, 杨永利, 黄爱仑, 盛晓甘. 榴莲果皮挥发性化学成分的分析[J]. 食品科学, 2003, 24(6): 128-131.
- [4] 张弘, 郑华, 冯颖, 于连松, 张汝国. 金枕榴莲果实挥发性成分的热脱附-气相色谱/质谱分析[J]. 食品科学, 2008, 29(10): 517-519.
- [5] 张博, 李书倩, 辛广, 等. 金枕榴莲果实各部位挥发性物质成分 GC/MS 分析[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(1): 130-134.
- [6] 高婷婷, 刘玉平, 孙宝国. SPE-GC-MS 分析榴莲果肉中的挥发成分[J]. 精细化工, 2014, 31(10): 1229-1234.
- [7] 杨金姝. 榴莲的香味来源于保健功效及其加工利用分析[J]. 农产品加工学刊, 2014(9): 56-57.
- [8] 杨敬勇, 孟鸿菊. 榴莲与人体健康研究进展[J]. 中国果业信息, 2007, 24(1): 29-30.

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2163-1557, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: aac@hanspub.org