مجله علوم تغذیه و صنایع غذایی ایران
سال هفتم، شماره ۴، زمستان ۱۳۹۱، صفحات ۱۰۴-۹۳

تعیین ترکیبات فورانی در پودرهای قهوه بازار تهران به روش ریزاستخراج با فاز مایع به همراه کروماتوگرافی گازی- طیف سنجی جرمی

مریم چایچی[۱]، مریم هاشمی[۲]، روح الله فردوسی[۳]، عبدالرضا محمدی[۴]

۱- دانش‌آموخته کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی کشور، دانشکده علوم تغذیه و صنایع غذایی، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی
۲- استادیار پژوهشی بخش تحقیقاتی بیوتکنولوژی میکروبی و ایمنی زیستی، پژوهشکده بیوتکنولوژی کشاورزی کرج
۳- مربی پژوهشی، گروه تحقیقات صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی کشور، دانشکده علوم تغذیه و صنایع غذایی دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی
۴- نویسنده مسئول: استادیار گروه علوم و صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی کشور، دانشکده علوم تغذیه و صنایع غذایی، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی پست الکترونیکی: ab.mohammadi@sbmu.ac.ir

تاریخ دریافت: ۹۱/۲/۳۰ تاریخ پذیرش: ۹۱/۵/۲۵

چکیده

سابقه و هدف: *آژانس بین‌المللی تحقیقات سرطان* در سال ۱۹۹۵ فوران را به عنوان یک ترکیب سرطان‌زای احتمالی برای انسان طبقه‌بندی کرد. *کمیته مشترک FAO/WHO* در سال ۲۰۱۰ حداکثر مقدار مجاز فوران را ۲ میکروگرم به ازای هر کیلوگرم وزن بدن در روز اعلام کرد. قهوه نسبت به سایر غذاهای فراوری شده حاوی مقدار فراوانی فوران است. با توجه به افزایش روزافزون مصرف قهوه در کشور، هدف از این تحقیق، بررسی میزان فوران در انواع مختلف پودرهای قهوه موجود در بازار تهران با استفاده از روش ریزاستخراج با فاز مایع از فضای فوقانی(HS-LPME) بود.

مواد و روش‌ها: تعیین نقاط بهینه‌ی عوامل مؤثر بر استخراج فوران به روش طرح مرکب مرکزی به ایجاد ۳۲ آزمایش برای ۴ متغیر در ۵ سطح منجر شد. به منظور معتبرسازی روش پیشنهادی جهت تعیین ترکیبات فورانی ارقام شایستگی روش تعیین شدند. استخراج ترکیبات فورانی از ۶۶ نمونه‌ی قهوه مختلفِ تهیه شده از سطح بازار تهران با استفاده از روش HS-LPME در نقاط بهینه انجام گرفت. تأثیر دم کردن و نوع روش آن بر میزان ترکیبات فورانی توسط دو روش جوشاندن و تحت فشار قرار دادن آب داغ بررسی شد.

یافته‌ها: ارقام شایستگی روش پیشنهادی، قابل مقایسه و در مواردی بهتر از روش‌های پیشین بود. قهوه‌های تهیه شده به روش‌های متفاوت از نظر میزان ترکیبات فورانی تفاوت معنی‌داری با یکدیگر داشتند ($p < ۰/۰۵$). نوع قهوه و روش تولید آن از عوامل اصلی تأثیرگذار در میزان این ترکیبات بود. در این تحقیق، کمترین و بیشترین غلظت فوران در قهوه‌های آزمون شده‌ی تجاری به ترتیب ۱۰ ppb و ۶۳۲۰ ppb به دست آمد.

نتیجه‌گیری: در پژوهش حاضر یک روش ساده و سریع ریزاستخراجی برای استخراج و پیش‌تغلیظ ترکیبات فورانی از نمونه‌های قهوه ابداع و معتبر شد. کاهش مصرف حلّال، استفاده از وسایل ساده‌ی آزمایشگاهی، دقت و صحت قابل قبول، پیش‌تغلیظ خوب و حذف اثر مزاحمت بافت نمونه از مزایای این روش هستند. اختلاف معنی‌دار در مقدار ترکیبات فورانی یافت شده در نمونه‌های قهوه‌ی موجود در بازار به سبب تفاوت در نوع دانه قهوه خام و نوع فرایند فراوری است. نتایج حاصل از این تحقیق نشان داد که با تهیه و دم کردن قهوه در ظروف "در" باز می‌توان مقدار این ترکیبات را تا حد زیادی کاهش داد.

واژگان کلیدی: فوران، قهوه، روش ریزاستخراج با فاز مایع، کروماتوگرافی گازی- طیف‌سنجی جرمی، روش سطح پاسخ

• مقدمه

ایمنی و سلامت غذا موضوع بسیار مهمی است که توجه به آن روز به روز درحال افزایش است. در سال‌های اخیر، مطالعات فراوانی روی سمومی که در اثر فرایندهای حرارتی در غذاها ایجاد می‌شوند، انجام شده است. اثرات زیان‌آور این سموم روی سلامتی انسان و موجودات زنده دیگر به اثبات رسیده است (۱). در میان این ترکیبات، فوران (C_4H_4O) یکی از مهم‌ترین سمومی است که در طول فرایند حرارتی غذاها و نوشیدنی‌ها به وجود می‌آید. فوران مایعی بی‌رنگ، سمی و بسیار فرّار است و در ساخت فراورده‌های صنعتی، دارویی و کشاورزی به کار می‌رود. فوران برای موش‌ها

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

(mice ، rats) سرطان‌زا است و باعث سمیت سلول‌های کبدی، ایجاد تومورهای بدخیم مجاری صفراوی، اثرات جهش‌زایی و سرطان‌زایی در آن‌ها می‌شود (۲). *آژانس بین المللی تحقیقات سرطان* (IARC) در سال ۱۹۹۵ فوران را در گروه 2B به عنوان یک «ترکیب سرطان‌زای احتمالی برای انسان» طبقه بندی کرد (۳). برنامه‌های کنترل‌کننده‌ی فراوانی توسط سازمان‌های غذایی مختلف (مانند FDA) برای تعیین این ترکیب در مواد غذایی ایجاد شده است. FDAدر سال ۲۰۰۴ اولین نتایج وجود فوران را در بسیاری از مواد غذایی که تحت تیمار حرارتی قرار می‌گیرند، منتشر کرد مانند: غذاهای کودک، قهوه، آبجو، سوپ، سس (سویا، کچاپ)، نان، کارامل، عسل، انواع کنسروهای سبزیجات، گوشت، ماهی، مرغ، کمپوت‌ها و نوشیدنی‌ها (۴). اما تجزیه و تحیل نتایج نشان داد که در بین مواد غذایی بررسی شده، قهوه نسبت به سایر غذاهای فراوری شده حاوی غلظت بالایی از فوران است (۵). قهوه به عنوان اصلی‌ترین منبع غذایی دریافت فوران در بزرگسالان شناخته می‌شود که منجر به دریافت ۲/۴ تا ۱۱۶ میکروگرم فوران توسط هر شخص در روز می‌شود (۶). مکانیسم‌های متعددی برای تشکیل فوران وجود دارد که مهم‌ترین آن‌ها عبارتند از: واکنش میلارد، تجزیه‌ی حرارتی کربوهیدرات‌ها، تجزیه‌ی اسیدهای آمینه، اکسیداسیون اسیدهای چرب چند غیراشباع و تجزیه‌ی اسید آسکوربیک و مشتقات آن (۷).

فوران در قهوه مطابق واکنش میلارد در طول فرایند برشته کردن دانه که غنی از کربوهیدرات و اسید آمینه است، تولید می‌شود (۸). تعیین میزان فوران در قهوه به دلیل اثرات سرطان‌زایی و ایجاد جهش‌زایی این ترکیب و با توجه به افزایش چشمگیر مصرف قهوه در کشور بسیار مهم است. اندازه‌گیری سطح غلظتی فوران در قهوه می‌تواند به عنوان یک معیار برای ارزیابی کیفیت تغذیه‌ای و تعیین کیفیت فرایندهای فراوری و حرارتی مختلف مطرح باشد. تاکنون، تحقیقی روی میزان فوران موجود در انواع قهوه‌ی عرضه شده در کشور انجام نشده است. روش‌های به کار گرفته شده برای آنالیز فوران، شامل استخراج از فضای فوقانی ثابت و تزریق مستقیم به دستگاه کروماتوگرافی گازی (HS-GC) (۹) و روش ریزاستخراج با فاز جامد به همراه کروماتوگرافی گازی (HS-SPME -GC) است (۱۰).

روش‌های ریزاستخراج توانایی بالایی برای استخراج دقیق مقادیر بسیار کم این ترکیبات از نمونه‌های قهوه دارند. روش ریزاستخراج با فاز مایع روش استخراجی جدیدی است که در آن از قطره‌ی حلال جهت استخراج مؤثر ترکیبات استفاده می‌شود. تاکنون، گزارشی مبنی بر استفاده از تکنیک ریزاستخراج با فاز مایع (LPME) برای استخراج فوران و مشتقات آن از قهوه ارائه نشده است. در این تحقیق، میزان ترکیبات فورانی انواع قهوه موجود در کشور با استفاده از روش ساده، سریع و دقیق ریزاستخراج با فاز مایع از فضای فوقانی به همراه کروماتوگرافی گازی- طیف‌سنجی جرمی (HS-LPME-GC-MS) تعیین شد. عوامل مؤثر بر استخراج فوران به روش سطح پاسخ با استفاده از طرح مرکب مرکزی بهینه‌سازی شدند.

• مواد و روش‌ها

تهیه‌ی نمونه‌ها: انواع پودر قهوه (قهوه‌ی فوری، قهوه‌ی آسیاب شده و کافی‌میکس) از برندهای تجاری مختلف و از مناطق مختلف شهر تهران خریداری و به آزمایشگاه منتقل و تا زمان آنالیز در دمای محیط نگهداری شد. ۶۶ نمونه انواع مختلف پودر قهوه (۲۷ نمونه‌ی قهوه‌ی فوری، ۲۰ نمونه‌ی قهوه‌ی آسیاب شده و ۱۹ نمونه‌ی کافی‌میکس) مورد بررسی قرار گرفت.

طراحی آزمایش و بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر استخراج به روش سطح پاسخ: بهینه‌سازی متغیرهای مورد نظر (قدرت یونی، سرعت هم‌زدن، دمای محلول نمونه و زمان استخراج) به روش سطح پاسخ (RSM) و با استفاده از طرح مرکب مرکزی (CCD) و نرم‌افزار Design Expert 8.0.5 انجام گرفت و سطوح مقابل برای متغیرها به دست آمد: مقدار نمک : صفر تا ۳ گرم، سرعت هم‌زدن rpm ۷۰۰- ۳۰۰، دمای محلول نمونه : $30\text{-}50^{\circ}C$ و زمان استخراج :min ۱۵-۵. طراحی آزمایش با استفاده از طرح مرکب مرکزی به طراحی ۳۲ آزمایش منتهی شد. با انجام این ۳۲ آزمایش، نقاط بهینه تعیین شد. نسبت سطح زیر منحنی مجموع ترکیبات فورانی (فوران، ۲ متیل فوران،۲و۵ دی متیل فوران، وینیل فوران، ۲ متوکسی متیل فوران، فورفورال) به سطح زیر منحنی استاندارد داخلی (سطح زیر منحنی نسبی) به عنوان پاسخ GC برای ارزیابی کارایی روش ریزاستخراج در نظر گرفته شد.

آزمون‌های معتبرسازی روش اندازه‌گیری HS-LPME برای تعیین فوران و مشتقات آن: برای رسم منحنی کالیبراسیون و تعیین خطی بودن، از محلول‌های آبی استاندارد مخلوط ترکیبات فورانی (فوران،۲-متیل فوران،۲و ۵-دی متیل فوران) در غلظت‌های ۰/۲، ۰/۵، ۱، ۲، ۵، ۱۰، ۲۰،۵۰،۱۰۰ و ۲۰۰ میکروگرم در لیتر و برای فورفورال از

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

محلول‌های آبی در غلظت‌های ۴۰، ۵۰، ۱۰۰، ۲۰۰ و ۴۰۰ میکروگرم در لیتر استفاده شد. برای تعیین تکرارپذیری روش، ترکیبات فورانی از یک نمونه‌ی قهوه، ۵ بار در شرایط یکسان نمونه‌گیری و به دستگاه تزریق شد. جهت تعیین درصد بازیافت، محلول استاندارد مخلوط (فوران،۲ متیل فوران،۲و۵ دی متیل فوران و فورفورال) با غلظت ۲µg/ml به ۲ نمونه‌ی قهوه به صورت دستی اضافه شد. سپس عمل استخراج صورت گرفته و به دستگاه تزریق شد. حد تشخیص (LOD) از رابطه‌ی $LOD = \frac{3S_{y/x}}{m}$ و حد اندازه‌گیری (LOQ) از رابطه‌ی $LOQ = \frac{10S_{y/x}}{m}$ محاسبه شد. ($S_{y/x}$ انحراف استاندارد شاهد برای هر منحنی آنالیت در کروماتوگرافی معادل با یک‌پنجم مقدار تفاضل حد بالایی و پایینی نویزهای اطراف پیک آن آنالیت است). به منظور محاسبه فاکتور تغلیظ، محلول استاندارد مخلوط فوران، ۲ متیل فوران، ۲و۵ دی متیل فوران و فورفورال با غلظت‌های ۱، ۵، ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۴۰ میلی‌گرم در لیتر در متانول تهیه شد. ۲µl از هر یک از محلول‌ها به طور مستقیم به دستگاه GC تزریق شد و منحنی کالیبراسیون به دست آمد. سپس استخراج از فضای فوقانی نمونه آبی در غلظت ۵µg/L نسبت به ترکیبات فورانی به روش HS-LPME انجام گرفت و به دستگاه GC تزریق شد.

آزمون اندازه‌گیری فوران و مشتقات آن در نمونه‌های قهوه توسط فرایند ریزاستخراج با فاز مایع (HS-LPME): استخراج ترکیبات فورانی از نمونه‌های قهوه در نقاط بهینه‌ی به دست آمده (مقدار نمک صفر گرم، زمان استخراج: ۱۵ min، دمای محلول نمونه: ۴۵°C و سرعت همزن ۷۰۰ rpm) انجام گرفت. برای اندازه‌گیری ترکیبات فورانی، از قهوه‌های فوری و آسیاب شده ۰/۲ گرم و از پودرهای کافی‌میکس به دلیل وجود ۲۰ درصد قهوه در فرمولاسیون آن ۱ گرم توزین شد. بعد از توزین، پودر قهوه را به یک ویال استخراجی ۱۷ میلی‌لیتری حاوی یک آهن‌ربای مغناطیسی منتقل کردیم و ۱۰ml آب مقطر به آن افزودیم. پس از گذاشتن درِ سپتومی و پرس کردن سیل آلومینیومی روی ویال، آن را درون ظرف حمام آب قرار گرفته روی پلیت حرارتی و دارای همزن مغناطیسی منتقل کردیم و تحت دمای ۴۵°C حمام آب و دور همزن ۷۰۰ قرار دادیم. پس از گذشت ۱۰ دقیقه و برقراری تعادل حرارتی درون ویال، سوزن سرنگ ۱۰ میکرولیتری حاوی µl ۳ حلال استخراجی را که شامل استاندارد داخلی (فوران-d4) با غلظت µg/ml ۱۰ بود درون ویال وارد کردیم و با پایین آوردن پلانگر سرنگ، قطره‌ی حلال، نوک سوزن در فضای فوقانی بالای نمونه قهوه معلق شد. پس از گذشت زمان مناسب جهت استخراج (۱۵ دقیقه)، پلانگر را بالا کشیده و با بیرون کشیدن سوزن سرنگ از ویال نمونه، قطره‌ی درون سرنگ را جهت شناسایی کیفی و کمی ترکیبات استخراجی به دستگاه GC تزریق کردیم.

آزمون دم کردن قهوه: برای مطالعه اثر دم کردن بر میزان فوران و مشتقات آن در قهوه از دو روش تحت فشار قرار دادن آب داغ (توسط قهوه‌ساز اسپرسو) و روش جوشاندن (روش تهیه‌ی قهوه ترک) استفاده شد. میزان کاهش ترکیبات فورانی در قهوه‌های فوری و کافی‌میکس‌ها بعد از تهیه کردن مطابق دستورالعمل نوشته شده روی بسته‌بندی، بررسی شد.

روش‌های آماری و تجزیه و تحلیل داده‌ها: بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر روش HS-LPME به روش سطح پاسخ (RSM) و با استفاده از طرح مرکب مرکزی (CCD) به کمک نرم‌افزار Design Expert 8.0.5 انجام شد. تجزیه و تحلیل رگرسیون داده‌ها نیز با استفاده از نرم افزار Design Expert 8.0.5 انجام گرفت. داده‌های مربوط به اندازه‌گیری ترکیبات فورانی با استفاده از نرم افزار SPSS 20.0 به روش آنالیز واریانس یک‌طرفه (ANOVA) تجزیه و تحلیل شد. مقایسه‌ی تفاوت میانگین‌ها به روش آزمون چنددامنه‌ای دانکن با حداکثر خطای قابل قبول ۵ درصد ($P<0.05$) انجام شد.

• یافته‌ها

نتایج بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر استخراج با استفاده از روش سطح پاسخ (RSM): عوامل مؤثر بر کارایی روش ریزاستخراج شامل نمک، سرعت هم‌زدن، دمای محلول نمونه و زمان استخراج با استفاده از طرح مرکب مرکزی بهینه شدند. مطابق این طرح ۳۲ آزمایش با ۸ بار تکرار نقطه مرکزی انجام شد. آزمایش‌های مذکور انجام و پاسخ‌های به دست آمده با استفاده از نرم‌افزار Design Expert تحلیل شد. پس از رگرسیون درجه‌ی دوم، معادله‌ی ۱ برای ارزیابی پاسخ کل (مجموع سطح زیر منحنی نسبی تمام ترکیبات استخراجی) برحسب مقادیر کد شده به دست آمد:

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

معادله‌ی ۱

$$R = +15.04 - 8.16A + 1.66B + 3.43C + 2.87D - 0.49AB + 0.33AC - 6.62AD - 0.78BC - 0.034BD - 4.52\ CD + 3.02A^2 + 3.65B^2 - 5.02C^2 + 9.32D^2$$

R: مجموع سطح زیر منحنی نسبی تمام ترکیبات فورانی استخراجی، A : مقدار نمک، B: زمان استخراج، C : دمای محلول نمونه و D : سرعت همزن

نتایج آنالیز داده‌های ANOVA نشان داد که اثر خطی همه‌ی متغیرها (مقدار نمک، زمان استخراج، دمای محلول نمونه و سرعت همزن) روی میزان پاسخ کل معنی‌دار بود ($p<۰/۰۰۰۱$). در مورد اثرات تداخلی دوگانهٔ متغیرهای مورد آزمایش بر متغیر وابسته، در حالت‌های زیر تأثیر معنی‌دار مشاهده شد:

سرعت همزن × نمک ($p<۰/۰۰۰۱$) و سرعت همزن × دمای محلول نمونه ($p<۰/۰۰۰۱$)

در شکل‌های ۱- الف و ۱-ب) اثرات تداخلی معنی‌دار متغیرهای مورد آزمایش بر متغیر وابسته شده است. R مجموع ترکیبات فورانی را نشان می‌دهد.

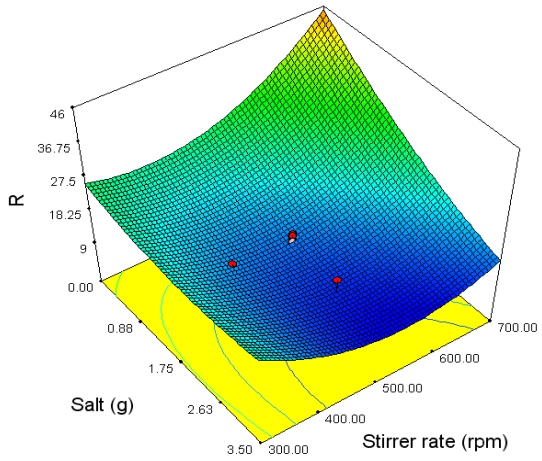
شکل ۱- الف اثر ترکیبی میزان نمک و سرعت همزن را روی پاسخ نشان می‌دهد. همان‌طورکه مشاهده می‌شود، با کاهش میزان نمک و افزایش سرعت همزن، مقدار پاسخ افزایش می‌یابد. به طوری که برهم‌کنش این دو متغیر، معنی‌دار بود و بیشترین پاسخ در نقطه نمک صفر و سرعت همزن ۷۰۰ rpm به دست آمد. نتیجه گرفته می‌شود که افزودن نمک بر استخراج آنالیت‌ها اثر منفی داشته است.

شکل ۱- ب سطح پاسخ را به عنوان تابع دما و سرعت همزن نشان می‌دهد. همان‌طورکه مشاهده می‌شود، با افزایش همزمان دمای محلول نمونه و سرعت همزن، مقدار پاسخ افزایش می‌یابد؛ به طوری که برهم‌کنش این دو متغیر معنی‌دار بود و بیشترین پاسخ در نقطه‌ی دمای ۴۵°C و سرعت همزن ۷۰۰ rpm به دست آمد. افزایش دمای محلول نمونه از ۳۰°C تا ۴۵°C افزایش کارایی استخراج را به همراه داشت، اما مقدار پاسخ در دمای بالاتر از ۴۵°C کاهش یافت.

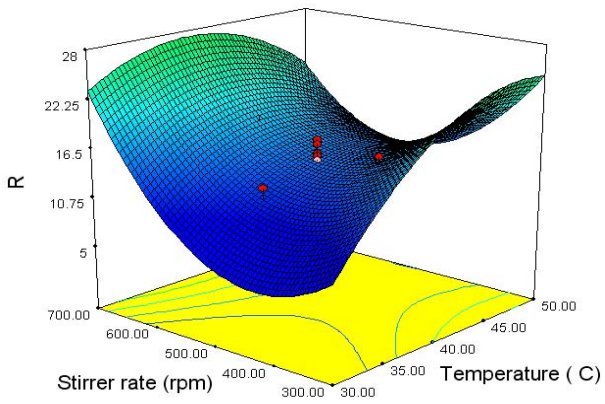
نتایج معتبرسازی روش اندازه‌گیری HS-LPME برای تعیین فوران و مشتقات آن: نتایج حاصل از معتبرسازی روش HS-LPME و مقایسه‌ی ارقام شایستگی آن با سایر روش‌ها در منابع جهت آنالیز فوران در جدول ۱ نشان داده شده است.

نتایج اندازه‌گیری غلظت فوران و مشتقات آن در انواع قهوه‌ی فوری: نمونه‌های قهوه فوری به ۲ دسته خشک شده به روش پاششی (spray dried) و روش انجمادی (freeze dried) و قهوه‌های خشک شده به روش انجمادی نیز بر اساس درجه‌ی برشته شدن به دو دسته دارک- اسپرسو روست(dark-espresso roast) و مدیوم روست (medium roast طبقه‌بندی شدند.

الف)



ب)



شکل ۱. نمودارهای سه بُعدی مربوط به (الف) میزان نمک- سرعت هم زدن، ب) دمای محلول نمونه- سرعت هم زدن

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

جدول۱. ارقام شایستگی روش پیشنهادی و مقایسه آن با روش‌های دیگر برای آنالیز فوران و مشتقات آن در قهوه

آنالیت	Linear range (ng/g)	RSD (%)	Recovery (%)	LOD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Enrichment factor	روش اندازه‌گیری
۲- متیل فوران	۰/۲-۲۰۰	۸/۵	۸۵/۲	۰/۰۰۵	۰/۰۱۶۶	۱۱۱۱	(HS-LPME-GC/MS) مطالعه حاضر
۲و۵- دی متیل فوران	۰/۲-۲۰۰	۹/۳	۸۹/۸	۰/۰۰۵	۰/۰۱۶۶	۸۷۰	(HS-LPME-GC/MS) مطالعه حاضر
فورفورال	۴۰-۴۰۰	۹/۵	۹۹/۵	۱۵	۵۰	۴۳۰	(HS-LPME-GC/MS) مطالعه حاضر
فوران	۰/۲-۲۰۰	۴/۲	۷۹/۶	۰/۰۰۱	۰/۰۰۳۳	۱۲۷۰	(HS-LPME-GC/MS) مطالعه حاضر
فوران	۴-۱۰۰۰	۱/۶	۹۲-۱۲۲	۰/۱	< ۱	–	(Becalski et al., 2005) HS-GC/MS
فوران	۳/۲-۱۷۷/۷	۴/۶	۹۲-۱۰۲	۰/۳	۰/۸	–	(Ho et al., 2005) HS-SPME-GC/MS
فوران	۰/۰۰۷۵-۰/۴۸۶	۱۰	۹۲-۱۰۲	۰/۰۰۲	۰/۰۰۶	–	(La Pera et al., 2009) HS-SPME-GC/MS
فوران	۰/۲-۵	۷-۱۶	۸۷-۹۳	۰/۰۳۴	۰/۰۸۶	–	(Goldman et al 2005) HS-SPME-GC/MS

میانگین غلظت فوران و مشتقات آن در قهوه‌های فوری در جدول ۲ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، قهوه‌های فوری تهیه شده به روش‌های متفاوت از نظر میزان ترکیبات فورانی تفاوت معنی‌داری با یکدیگر دارند ($p < ۰/۰۵$). مقدار ترکیبات فورانی در قهوه‌های خشک شده به روش انجمادی بیشتر از قهوه‌های خشک شده به روش پاششی بود و در بین قهوه‌های خشک شده به روش انجمادی، نمونه‌های دارک- اسپرسو روست نسبت به مدیوم روست مقدار بیشتری ترکیبات فورانی داشتند. جدول‌های ۳ و ۴ غلظت فوران و مشتقات آن را در قهوه‌های فوری خشک شده به روش‌های پاششی و انجمادی و دارک-روست و اختلاف معنی‌دار بین میانگین‌ها را نشان می‌دهد. همان‌طورکه در جدول ۳ مشاهده می‌شود، در بین قهوه‌های خشک شده به روش پاششی، قهوه‌ی C بیشترین (۴۵۰ ppb) و قهوه‌ی F کمترین مقدار فوران (۲۰ ppb) را داشت. قهوه‌ی L در بین قهوه‌های دارک- اسپرسو روست بالاترین غلظت فوران را داشت (۲۵۹۳ ppb) (جدول ۴). بیشترین غلظت فوران در دسته مدیوم روست در قهوه‌ی O (۱۴۲۶ ppb) و کمترین غلظت در قهوه‌ی Q (۱۵ ppb) ثبت شد (شکل ۲).

جدول ۲. میانگین غلظت فوران و مشتقات آن در کل نمونه‌های قهوه فوری

قهوه فوری	میانگین غلظت فوران (ng/g)	میانگین غلظت فورفورال (ng/g)	میانگین غلظت مجموع ترکیبات دیگر (ng/g)
خشک شده به روش پاششی	^{a}۲۱۵	^{a}۸۰۹۹	^{a}۱۲۵۹
خشک شده به روش انجمادی و دارک-اسپرسو روست	^{c}۱۰۳۲	^{c} ۳۶۹۵۰	^{c} ۱۰۰۲۶
خشک شده به روش انجمادی و مدیوم روست	^{b}۵۲۵	^{b}۱۸۶۵۳	^{b}۶۷۲۰

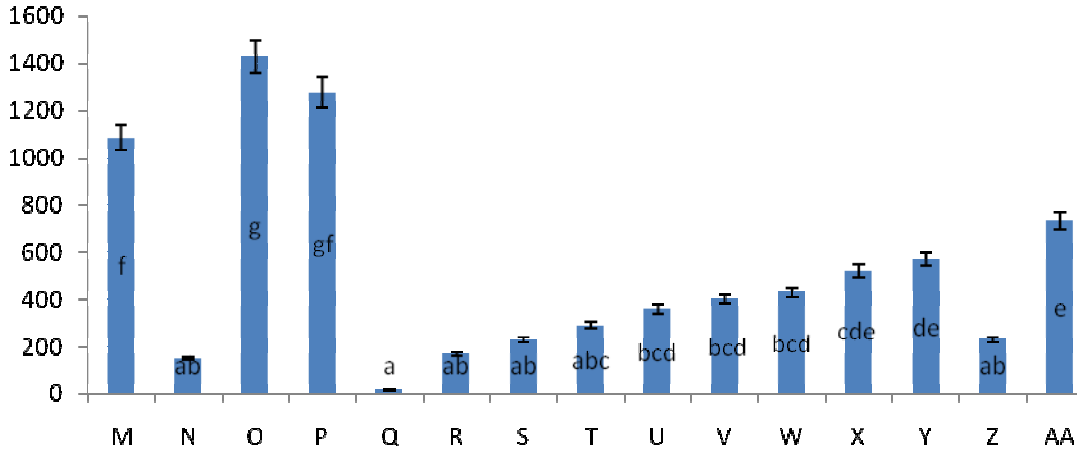
حروف انگلیسی متفاوت نشانه‌ی اختلاف معنی‌دار در هر ستون بین میانگین‌هاست ($p< ۰/۰۵$).

جدول ۳. غلظت فوران و مشتقات آن در انواع قهوه‌ی فوری خشک شده به روش پاششی

کد قهوه فوری	نام ترکیب	فوران (ng/g) (میانگین ± انحراف معیار)	فورفورال (ng/g) (میانگین ± انحراف معیار)	مجموع ترکیبات فورانی (میانگین ± انحراف معیار)
A		^{c} ۲۳۹ ± ۲۰	^{b} ۹۰۰۹ ± ۱۲۷	^{a} ۳۵۱ ± ۲۰
B		^{d} ۴۰۹ ± ۲۷	^{d} ۱۶۴۵۶ ± ۱۶۰۱	^{c} ۲۱۳۷ ± ۱۵۰
C		^{d} ۴۵۰ ± ۱۱	^{c} ۱۳۳۶۸ ±۱۳۰۱	^{b} ۱۰۳۲ ± ۴۱
D		^{b} ۹۱ ± ۷	^{a} ۵۷۲۳ ± ۵۳۱	۱۲۷۳ ± ۹^{b}
E		^{a} ۲۲ ± ۲	^{c} ۱۲۷۹۰ ±۵۱۳	^{c} ۲۳۵۰ ± ۲۱۰
F		^{a} ۲۰ ± ۲	^{a} ۶۹۷۱ ± ۶۰۰	^{a} ۴۱۰ ± ۳۳

حروف انگلیسی متفاوت نشانه‌ی اختلاف معنی‌دار در هر ستون بین میانگین‌هاست($p< ۰/۰۵$).

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]



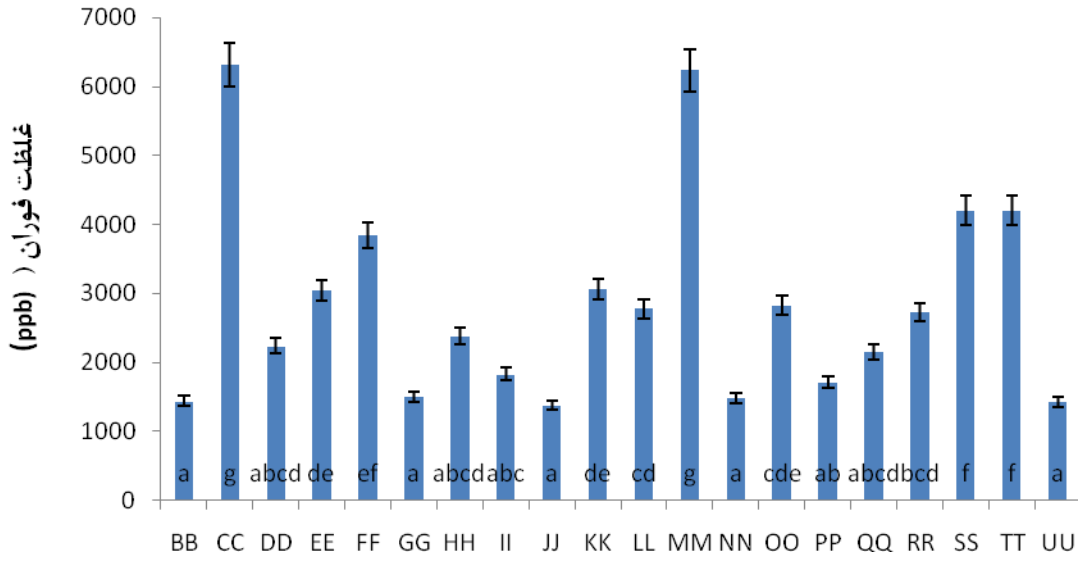
شکل۲. نمودار غلظت فوران (ppb) در انواع قهوه‌ی فوری خشک شده به روش انجمادی و مدیوم روست

حروف متفاوت نشانه‌ی اختلاف معنی‌دار بین میانگین‌ها است (p < ۰/۰۵).

جدول ۴. غلظت فوران و ترکیبات آن در انواع قهوه‌ی فوریِ خشک شده به روش انجمادی و دارک- اسپرسو روست

کد قهوه فوری	نام ترکیب	فوران (ng/g) (میانگین ± انحراف معیار)	فورفورال (ng/g) (میانگین ± انحراف معیار)	مجموع ترکیبات فورانی (میانگین ± انحراف معیار)
G		a ۲۳۴ ± ۱۵	a ۷۹۱۱ ± ۲۷۸	a ۳۷۱۴ ± ۱۰۱
H		a ۵۴۶ ± ۱۴	b ۱۷۷۱۰ ± ۴۶	c ۱۶۶۱۱ ± ۶۶۸
I		a ۴۷۱ ± ۳۱	d ۱۱۰۱۸۰± ۱۰۰۱	a ۲۳۱۳ ± ۱۷۷
J		b ۱۱۵۷ ± ۵۰	c ۷۱۵۳۸ ± ۷۰۰۱	a ۳۵۶۸ ± ۴۰
K		b ۱۱۸۹ ± ۱۱۰	a ۴۲۶۴ ± ۱۰۳	b ۱۰۹۴۲ ± ۱۱۲۰
L		c۲۵۹۳ ± ۱۹۹	a ۱۰۰۹۵ ± ۱۰۲۰	d ۲۳۰۰۸ ± ۶۵۸

حروف انگلیسی متفاوت نشانه‌ی اختلاف معنی‌دار در هر ستون بین میانگین‌ها است (p< ۰/۰۵).



شکل۳. نمودار غلظت فوران (ppb) در قهوه‌های آسیاب شده

حروف متفاوت نشانه‌ی اختلاف معنی‌دار بین میانگین‌ها است (p< ۰/۰۵).

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

نتایج اندازه‌گیری غلظت فوران و مشتقات آن در انواع قهوهی آسیاب شده و کافی‌میکس: غلظت فوران در انواع قهوه‌ی آسیاب شده در شکل ۳ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، در بین انواع قهوه، نمونه‌های آسیاب شده بالاترین غلظت فوران را داشتند. نتایج آنالیز آماری وجود اختلاف معنی‌دار بین غلظت فوران انواع قهوه‌های آسیاب شده را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل ۳ نشان داده شده است، قهوه‌های آسیاب شده‌ی برشته شده به روش دارک- اسپرسو نیز مشابه قهوه‌های فوری دارای بیشترین غلظت فوران بودند (مقدار فوران در قهوه دارک اسپرسو روست با کد MM ۶۲۳۳ ppb ، در قهوه‌ی اسپرسو روست با کد SS ۴۲۰۳ ppb و در قهوه‌ی اسپرسو روست با کد KK ۳۰۵۸ ppb). قهوه‌های تهیه شده به روش ترک شامل کمترین غلظت این ترکیب نسبت به قهوه‌های آسیاب شده دیگر بودند (قهوه‌ی ترک با کد JJ ۱۳۷۵ ppb). در بین انواع محصولات قهوه، کافی‌میکس‌ها کمترین غلظت فوران را داشت و در بین کافی‌میکس‌ها، کافی‌میکس با کد WW دارای بیشترین غلظت فوران (۲۲۶ppb) و کافی‌میکس با کد GGG دارای کمترین غلظت فوران (۱۰ppb) بود.

نتایج اندازه‌گیری غلظت فوران و مشتقات آن در قهوه‌های دم شده: نتایج حاصل از تأثیر دم کردن و نوع روش آن بر مقدار فوران و مشتقات آن با استفاده از دو روش جوشاندن و تحت فشار قرار دادن آب داغ و همچنین میزان تغییر ترکیبات فورانی در قهوه‌های فوری و کافی‌میکس‌ها بعد از تهیه کردن نشان داد که مقدار این ترکیبات (بجز ترکیب فورفورال در روش تحت فشار قرار دادن آب داغ) در همه روش‌ها بعد از دم کردن و تهیه کردن قهوه کاهش یافته است. این میزان کاهش در روش جوشاندن بیشتر از روش تحت فشار قرار دادن آب داغ بود. میزان کاهش غلظت این ترکیبات در قهوه‌های فوری بیشتر از کافی‌میکس‌ها مشاهده شد.

با در نظر گرفتن بالاترین غلظت ترکیبات فورانی موجود در انواع قهوه بررسی شده در این پژوهش، مقدار حداکثر احتمالی فوران و مشتقات آن در ۱۰ گرم از قهوه‌های فوری و آسیاب شده و ۴۰ گرم از کافی‌میکس‌ها محاسبه شد. در نمونه‌های قهوه‌ی فوری، آسیاب شده و کافی‌میکس‌ها به ترتیب ۲۵۶، ۲۷۸ و ۹۹ میکروگرم بود.

• بحث

بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر استخراج با استفاده از روش سطح پاسخ (RSM): طرح مرکب مرکزی که یکی از رایج‌ترین طرح‌های آزمایش روش سطح پاسخ است، متغیرها را در ۵ سطح بررسی می‌کند. این روش طراحی آزمایش علاوه بر توصیف اثر خطی متغیرها روی پاسخ، اثر متقابل و درجه‌ی دوم متغیرها را نیز توضیح می‌دهد. همان گونه که در بخش یافته‌ها مشاهده شد، مدل درجه دوم روی داده‌ها منطبق شد. میزان انطباق مدل روی داده‌های واقعی توسط ضریب تعیین R^2 و Adjusted-R^2 نشان داده می‌شود. R^2 =۰/۹۷۲۵ و Adjusted- R^2= ۰/۹۴۹۸ رابطه‌ی قوی بین داده‌های واقعی و مدلِ پیشنهاد شده را نشان می‌دهد و منطبق شدن خوب مدل را روی داده‌های واقعی بیان می‌کند. مدل درجه‌ی دوم پیشنهاد شده با p-value کمتر از ۰/۰۰۰۱ و F- value ۴۲/۹۲ معنی‌دار است.

نمودارهای سه‌بُعدی اثرات متقابل متغیرها را بر پاسخ به خوبی نشان می‌دهند. همان‌طور که در شکل ۱- الف مشاهده می‌شود، اضافه کردن نمک بر استخراج آنالیت‌ها اثر منفی داشت. این نتیجه با یافته‌های قبلی ناسازگار است. زیرا افزودن نمک به محلول نمونه به علت افزایش قدرت یونی محلول (اثر salting-out) عموماً باعث افزایش کارایی استخراج می‌شود. زیرا ملکول‌های آب که آنالیت‌ها را حل کرده بودند، برای آب‌پوشی یون‌های نمک و حل کردن آن‌ها به کار می‌روند و در نتیجه، تمایل برای جدا شدن از فاز آبی و انتقال به فضای فوقانی و سپس انتقال به داخل قطره افزایش می‌یابد (۱۱). *La pera* و همکاران نیز در پژوهش خود به اثر معکوس نمک بر میزان آنالیت استخراجی دست یافتند (۱۲). این پدیده ممکن است به علت برهم‌کنش یون‌های سدیم و حلقه‌های فورانی باشد. این کار به کاهش فشار بخار آنالیت در فضای فوقانی منجر می‌شود و بنابراین، کارایی استخراج کاهش می‌یابد.

بررسی اثر متقابل متغیرهای سرعت هم‌زدن و دمای محلول (شکل ۱- ب) نشان داد که افزایش هم‌زمان دما و سرعت همزن به افزایش مقدار آنالیت استخراجی منجر می-

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

شود. هم‌زدن محلول نمونه باعث افزایش سرعت انتقال جرم در فاز آبی نمونه و در فاز گازی فضای فوقانی می‌شود (۱۳). در نتیجه، تعادل بین این دو فاز خیلی سریع‌تر ایجاد می‌شود و راندمان استخراج افزایش می‌یابد. افزایش دمای محلول نمونه از ۳۰°C تا ۴۵°C باعث افزایش کارایی استخراج می‌شود. زیرا با افزایش دما، فشار بخار و غلظت آنالیت‌ها در فضای فوقانی افزایش و زمان مورد نیاز برای رسیدن به تعادل کاهش می‌یابد. بنابراین، راندمان استخراج افزایش می‌یابد. اما در دمای بالاتر از ۴۵°C به دلیل ناپایدار شدن قطرهٔ حلال، مقدار پاسخ کاهش می‌یابد (۱۴).

معتبرسازی روش HS-LPME برای تعیین فوران و مشتقات آن در قهوه: معتبرسازی روش اندازه‌گیری فوران (HS-LPME-GC-MS) برای اطمینان از مناسب بودن کارایی روش برای انجام آنالیز مورد نظر ضروری است. معیارهای معتبرسازی یک روش تجزیه‌ای بررسی شدند که عبارت بودند از: صحت، دقت، محدوده خطی بودن، حد آشکارسازی و حد اندازه‌گیری.

بررسی منحنی‌های کالیبراسیون ترکیبات فورانی در آب نشان می‌دهد که این منحنی‌ها با ضریب همبستگی بالا (R^2>۰/۹۹) در محدوده‌ی غلظتی µg/l ۲۰۰-۰/۲(برای فوران، ۲- متیل فوران، ۲و۵ دی متیل فوران) و برای فورفورال در محدوده‌ی µg/l ۴۰۰-۴۰ خطی هستند. بررسی نتایج مربوط به انحراف استاندارد نسبی نشان‌دهنده‌ی دقت خوب روش است (۹/۵ ٪-۴/۲٪). صحت روش اندازه‌گیری در حد قابل قبول است. حد تشخیص روش پیشنهادی برای فوران ۰/۰۰۱ng/g است که از حد تشخیص روش‌های دیگر آنالیز فوران کمتر است. حد اندازه‌گیری به دست آمده برای فوران توسط این روش (۰/۰۰۳۳ ng/g) نیز کمتر از حد اندازه‌گیری روش‌های دیگر است. مقادیر فاکتور تغلیظ در حد قابل قبول است.

نتایج حاصل از معتبرسازی روش نشان داد که روش توسعه یافته در این پژوهش برای اندازه‌گیری مقدار فوران و مشتقات آن در نمونه‌های قهوه، مناسب و قابل اعتماد است. مقایسه‌ی ارقام شایستگی روش پیشنهادی با ارقام شایستگی دو روش دیگر نشان می‌دهد که منحنی کالیبراسیون آن در محدودهٔ قابل قبولی برای اندازه‌گیری فوران و مشتقات آن خطی است. دقت روش پیشنهادی بهتر از روش HS-SPME است و حد تشخیص و حد اندازه‌گیری کمتر از دو روش دیگر است.

مقدار فوران و مشتقات آن در انواع نمونه‌ی قهوه فوری: همان‌طور که در بخش نتایج مشاهده شد، مقدار ترکیبات فورانی در قهوه‌های خشک‌شده به روش انجمادی (freeze dried) بیشتر از قهوه‌های خشک شده به روش پاششی (spray dried) است. این تفاوت احتمالاً به این دلیل است که در روش خشک کردن پاششی با توجه به این که قهوه در یک برج هوای داغ (۲۵۰°C) پاشیده می‌شود، مقدار قابل توجهی از ترکیبات فورانی در این دما از بین می‌رود، در حالی‌که در خشک‌کردن به روش انجمادی، محصول ابتدا منجمد می‌شود و سپس تحت خلأ، یخ تشکیل شده به بخار آب تبدیل می‌شود (عمل تصعید).

با توجه به این‌که فرایند برشته کردن (دما و زمان فرایند) عامل اصلی تشکیل ترکیبات فورانی در قهوه طی واکنش میلارد است (۸). انتظار می‌رود قهوه‌های دارک-اسپرسو روست نسبت به قهوه‌های مدیوم روست مقدار بیشتری ترکیبات فورانی داشته باشند.

در بین قهوه‌های خشک شده به روش پاششی و انجمادی و بین قهوه‌های دارک و مدیوم روست اختلاف معنی‌داری از نظر این ترکیبات وجود دارد (p< ۰/۰۵). وجود این اختلاف معنی‌دار بین این نوع از قهوه‌های عرضه شده در سطح بازار تهران می‌تواند به دلیل تنوع برندها و در نتیجه شرایط متفاوت فراوری کارخانجات تولیدی باشد.

علاوه بر شرایط مرحله‌ی برشته‌کردن (دما و زمان فرایند) عوامل مختلفی بر میزان ترکیبات فورانی در قهوه تأثیرگذار هستند. این عوامل عبارتند از : نوع دانه‌ی قهوه خام، درجه‌ی آسیاب کردن دانه‌های برشته شده و مدت زمان مرحله گاز زدایی.

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

دانه‌های قهوه خام از لحاظ ترکیب شیمیایی و مقدار مواد پیش‌ساز ترکیبات فورانی متفاوت هستند. بنابراین، دانه‌های خام مختلف باعث تشکیل مقادیر مختلفی از این ترکیبات می‌شوند (۸).

فرایند آسیاب کردن به شکسته شدن ساختار سلولی دانه‌های قهوه و در نتیجه، کاهش معنی‌دار آروما و ترکیبات فورانی منتهی می‌شود (۵). بنابراین با توجه به درجه آسیاب کردن و اندازه ذرات تولید شده میزان ترکیبات فورانی در قهوه‌های با اندازه ذرات مختلف متفاوت است (هرچه اندازه ذرات کوچک‌تر باشد، میزان از بین رفتن آروما و ترکیبات فورانی نیز بیشتر می‌شود. تولید ذراتی با اندازه ۳۵۰ -۵۰۰μm به کاهش ۴۰٪ فوران منجر می‌شود) (۵) .

مدت زمان فرایند گاززدایی عامل تأثیرگذار دیگری در میزان فوران و مشتقات آن است (۱۵). گاز CO_2 در طول فرایند برشته کردن دانه‌های قهوه تولید می‌شود. برای تهیه قهوه‌های بسته‌بندی شده در بسته‌های خلأ این گاز باید قبل از بسته‌بندی دانه‌های قهوه یا آسیاب شده از بین برود. برای این منظور دانه‌های قهوه بعد از برشته شدن یک مدت زمان مشخصی در دمای محیط در کیسه‌های باز نگه داشته می‌شوند (گاز زدایی به مدت ۴ ساعت کاهش فوران را ۲۰٪ کاهش می‌دهد).

غلظت فوران و مشتقات آن در انواع نمونه قهوه‌ی آسیاب شده و کافی‌میکس‌ها: قهوه‌های آسیاب شده در بین تمام انواع قهوه‌ها بالاترین و کافی‌میکس‌ها کمترین غلظت ترکیبات فورانی را دارند. این یافته‌ها نتایج FDA ، EFSA و یافته‌های پژوهش *Liu* و همکاران را تأیید می‌کند که غلظت فوران را در پودرهای قهوه‌ی آسیاب شده به ترتیب ۵۹۳۸ µg/kg و ۶۵۰۰µg/kg و در کافی‌میکس‌ها ۵۵-۵۸ ng/g گزارش کردند (۱۷، ۱۶). زیرا قهوه‌های آسیاب شده بعد از آسیاب شدن بلافاصله (در بعضی کارخانجات تحت اتمسفر محافظت شده) بسته‌بندی می‌شوند. در این شرایط، کاهش ترکیبات فورانی به کمترین میزان می‌رسد. از طرف دیگر مشاهده شد که میزان ترکیبات فورانیِ انواع قهوه‌های آسیاب شده و همچنین کافی‌میکس‌ها با یکدیگر اختلاف معنی‌داری دارد. قهوه‌های آسیاب شده‌ی دارک-اسپرسو روست دارای بیشترین غلظت ترکیبات فورانی و قهوه‌های تهیه شده به روش ترک شامل کمترین غلظت این ترکیبات نسبت به قهوه‌های آسیاب‌شده دیگر هستند. قهوه‌های ترک به دلیل بافت ریز و آردی خود در حین فرایند آسیاب کردن میزان بیشتری از این ترکیبات فرّار را از دست می‌دهند. علت دیگر این اختلافات، مشابه قهوه‌های فوری، به متفاوت بودن شرایط فراوری این قهوه‌ها (دما و زمان فرایند برشته کردن، درجه‌ی آسیاب کردن دانه‌های برشته شده و مدت زمان مرحله گاز زدایی) و نوع دانه‌ی خام مربوط می‌شود.

تأثیر دم کردن و نوع روش آن بر مقدار فوران و مشتقات آن در قهوه: غلظت فوران و مشتقات آن در قهوه‌ی دم شده به روش دم کردن آن (نوع سیستم باز یا بسته، زمان مورد نیاز برای تهیه) بستگی دارد (۱۸). همان‌طور که در بخش نتایج ذکر شد، مقدار فوران و مشتقات آن (بجز ترکیب فورفورال در روش تحت فشار قرار دادن آب داغ) توسط هر دو روش به میزان قابل توجهی کاهش یافت و این میزان کاهش در روش جوشاندن بیشتر از روش تحت فشار قرار دادن آب داغ بود. این یافته با نتایج سایر محققان مطابقت دارد (۲۰، ۱۹، ۱۲).

علت کاهش این ترکیبات در فرایند دم کردن، تبخیر آن‌ها به همراه بخار آب است، اما میزان کاهش به نوع روش دم کردن بستگی دارد. غلظت این ترکیبات در روش جوشاندن نسبت به روش تحت فشار قرار دادن آب داغ کاهش بیشتری را نشان داد. زیرا در روش جوشاندن در قهوه‌جوش هم سیستم باز است و هم مدت زمان بیشتری (۵ دقیقه) برای تهیه قهوه مورد نیاز است. در روش دیگر علاوه بر بسته بودن سیستم (حفظ فوران) مدت زمان تهیه (۲ دقیقه) نیز کمتر است. اما مقدار ترکیب فورفورال در روش تحت فشار قرار دادن آب داغ افزایش می‌یابد. این پدیده احتمالاً به علت تشکیل اضافی این ترکیب طی این فرایند است. زیرا در این روش، آب داغ با فشار ۳/۵ bar روی پودر قهوه ریخته می‌شود و احتمالاً دما و فشار بالا باعث تشکیل اضافی این ترکیب می‌شود.

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

در مورد قهوه‌های فوری و کافی‌میکس‌ها نیز بعد از تهیه کردن، کاهش غلظت مشاهده شد. این کاهش در قهوه‌های فوری بیشتر از انواع کافی‌میکس بود. با توجه به این که در تهیه انواع کافی‌میکس از آب جوش ۱۰۰ °C استفاده شد (برخلاف قهوه‌ی فوری که آب ۸۰°C به کار رفت). بنابراین، احتمال تشکیل این ترکیبات در دمای ۱۰۰ °C وجود دارد.

همچنین با توجه به این که مقدار مصرف روزانه‌ی قهوه و مقدار دریافت فوران از سایر منابع غذایی در رژیم روزانه جامعه ایرانی مشخص نیست، نمی‌توان برآورد صحیحی از حداکثر کمیت مجاز مصرف روزانه انواع محصولات قهوه بر اساس مقدار فوران موجود داشت.

سپاسگزاری

از معاونت محترم پژوهشی *انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی کشور* به خاطر حمایت‌های مالی تشکر و قدردانی می‌شود.

• References

1. Wenzl T, Lachenmeier DW, Gökmen V. Analysis of heat-induced contaminants (acrylamide, chloropropanols and furan) in carbohydrate-rich food. Anal. Bioanal. Chem. 2007; 389(1): 119-37.
2. NTP. Toxicology and carcinogenesis studies of furan (CAS No.9-00-110) in F344/N rats and B6C3Fl mice (gavage studies). Technical Report No 402 US Department of Health and Human Services, Public Health Service, National Institutes of Health, Research Triangle Park, NC. 1993.
3. IARC. IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans, dry cleaning, some chlorinated solvents and other industrial chemicals 63, 3194–3407 France: Lyon. 1995.
4. FDA. Exploratory data on furan in food. Available: http://wwwcfsanfdagov/wdms/furandathtml Accessed: 24 November 2008. 2004a.
5. Zoller O, Sager F, Reinhard H. Furan in food: Headspace method and product survey. Food Addit Contam 2007;24(suppl 1):S91-107.
6. Heppner CW, Schlatter JR. Data requirements for risk assessment of furan in food. Food Addit Contam. 2007;24(suppl 1):S114-21.
7. Crews C, Castle L. A review of the occurrence, formation and analysis of furan in heat-processed foods. Trends Food Sci Tech 2007;18(1): 365-372.
8. Murkovic M, Derler K. Analysis of amino acids and carbohydrates in green coffee. J. Biochem. Biophys. Methods. 2006;69(1-2):25-32.
9. FDA. Determination of furan in foods. Available: http://wwwcfsanfdagov/wdms/furanhtml Accessed: 24 November 2008. 2004b.
10. Goldmann T, Périsset A, Scanlan F, Stadler RH. Rapid determination of furan in heated foodstuffs by isotope dilution solid phase micro-extraction-gas chromatography–mass spectrometry (SPME-GC-MS). Analyst 2005;130(6):878-83.
11. Psillakis E, Kalogerakis N. Developments in single-drop microextraction. TrAC Trends Anal. Chem. 2002;21(1):54-64.
12. La Pera L, Liberatore A, Avellone G, Fanara S, Dugo G, Agozzino P. Analysis of furan in coffee of different provenance by head-space solid phase microextraction gas chromatography–mass spectrometry: effect of brewing procedures. Food Addit Contam Part A. 2009; 26(6):786-92.
13. Lord H, Pawliszyn J. Microextraction of drugs. J Chromatogr A 2000;902(1):17-63.
14. Lambropoulou DA, Albanis TA. Optimization of headspace solid-phase microextraction conditions for the determination of organophosphorus insecticides in natural waters. J Chromatogr A 2001;922(1-2):243-55.
15. Guenther H, Hoenicke K, Biesterveld S, Gerhard-Rieben E, Lantz I. Furan in coffee: pilot studies on formation during roasting and losses during production steps and consumer handling. Food Addit Contam 2010;27(3):283-90.
16. Report of the Scientific Panel on Contaminants in the Food Chain on provisional findings of furan in food.

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

Available at http://wwwefsaeuint/science/contam/. Accessed:2004a.

17. Liu YT, Tsai SW. Assessment of dietary furan exposures from heat processed foods in Taiwan. Chemosphere 2010;79(1):54-9.

18. Thomas K, Stefan S, Nina S. Furan concentrations in coffee and coffee beverages. Deutsche Lebensmittel-Rundschau 2005;101(6):229-35.

19. Altaki M, Santos F, Galceran M. Occurrence of furan in coffee from Spanish market: Contribution of brewing and roasting. Food Chem 2010; 126(4): 1527-32.

20. Kuballa T, Stier S, Strichow N. Furan concentrations in coffee and coffee beverages, Dtsch. Lebensm. Rundsch 2005;101:229-35.

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]

Determination of furanic compounds from coffee powders in Tehran market using Liquid phase microextraction followed by gas chromatography-mass spectrometry

*Chaichi M[1], Hashemi M[2] , Ferdowsi R[3] , Mohammadi A[*4]*

1- *M.Sc in Food Science and Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Faculty of Nutrition Sciences and Food Technology, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran.*

2- *Assistant prof., Dept. of Microbial Biotechnology and Biosafety, Agricultural Biotechnology Research Institute of Iran (ABRII), Karaj, Iran*

3- *Research Lecturer, Research Department of Food Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Faculty of Nutrition Sciences and Food Technology, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran.*

4- **Corresponding author: Assistant prof., Dept. of Food Science and Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Faculty of Nutrition Sciences and Food Technology, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran. Email: ab.mohammadi@sbmu.ac.ir*

Received 19 May, 2012 **Accepted 15 Aug, 2012**

Background and Objective: Furan was classified as "possibly carcinogenic to humans" by the International Agency for Research on Cancer in 1995. The joint FAO/WHO Committee set the maximum permissible furan at 2 mcg/kg body weight/day in 2010. The furan content of coffee is high as compared to other processed foods.Considering the increasing trend of coffee consumption in Iran, this study was initiated to determine the furan content of different kinds of coffee powder available in Tehran Market by headspace liquid-phase microextraction coupled with gas chromatography mass spectrometry (HS-LPME-GC-MS).

Materials and methods: The e CCD mployed included 32 treatments at 5levels for 4 factors with8 replicates of center point. The furanic compounds from 66 different coffee samples were extracted by HS-LPME atoptimal extraction conditions(salt 0 gram, stirrer rate 700 rpm, extraction temperature 45°C, and extraction time 15 min). The effect of coffee brewing and coffee mix preparation on furanic compound content of coffee was also determined. The proposed method was validated by determining linearity, repeatability, recovery, enrichment factor, LOD, and LOQ.

Results: Determination of furan in coffee samples showed that there were significant differences ($p<0.05$) in furan concentration of different coffees (prepared by different methods) and that preparation method was the most important factor influencing the furan content of coffee. The coffee brewing and preparation of instant coffee and coffee mixes reduced furanic compounds concentration except furfural. The lowest and highest concentrations of furan in commercial coffee products were10 and 6320 ppb, respectively.

Conclusion: In the present work, a simple, fast micro-extraction method (HS-LPME) for extraction and pre-concentration of furanic compounds in coffee samples was developed and validated. The advantages of this method are reduced solvent use, low-cost equipment use, simple experimental setup, acceptable precision and accuracy, a high enrichment factor, and no matrix interference. Differences detected in the furanic compound contents in the coffee samples are due to different green coffee bean species, coffee production process (roasting condition (time and temperature), time of degassing, and grade of grinding process). Brewing coffee in open systems can result in decreases in the content of these compounds to an acceptable level.

Keywords: Furan, Coffee, Headspace liquid-phase micro-extraction, GC-MS, Response surface methodology

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-06-24]