

Xác định furan và một số dẫn xuất của furan trong thực phẩm bằng kỹ thuật lấy mẫu không gian hơi kết hợp sắc ký khí khối phổ (HS-GC-MS)

Nguyễn Thị Hà Bình^{1*}, Bùi Cao Tiến¹,

Mai Thị Ngọc Anh¹, Phạm Thị Hoài², Lê Thị Hồng Hảo^{1,2}

¹*Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia, Hà Nội, Việt Nam*

²*Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc Gia Hà Nội, Việt Nam*

Ngày đến tòa soạn: 05/04/2021; Ngày chấp nhận đăng: 28/05/2021

Tóm tắt

Nghiên cứu đã xây dựng thành công phương pháp xác định đồng thời furan, 2-methylfuran và 3-methylfuran trong một số thực phẩm bằng phương pháp sắc ký khí khối phổ GC-MS. Mẫu phân tích được xử lý bằng kỹ thuật lấy mẫu không gian hơi (headspace - HS), có sử dụng nội chuẩn furan-d5. Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0,3 $\mu\text{g}/\text{kg}$, giới hạn định lượng của phương pháp là 1,0 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Độ thu hồi của phương pháp trong khoảng 72 - 110 %. Độ lệch chuẩn tương đối RSD trong khoảng 3,3 - 13 %. Phương pháp đã được áp dụng để phân tích hàm lượng furan và các dẫn xuất trong 100 mẫu thực phẩm, bao gồm: cà phê, thịt hộp, thức ăn dặm trẻ em, sữa bột. Kết quả phân tích phát hiện furan, 2-methylfuran và 3-methylfuran trong 30 mẫu trên tổng số 100 mẫu khảo sát. Trong đó, các dẫn xuất furan được phát hiện chủ yếu trong các mẫu cà phê, bao gồm cà phê hòa tan và cà phê rang xay, hàm lượng trong khoảng từ 5,7 - 2.803 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Ngoài ra, nghiên cứu cũng đã phát hiện 01 mẫu thức ăn dặm cho trẻ em chứa furan, 04 mẫu thịt hộp phát hiện furan và 2-methylfuran. Trong khi đó, furan, 2-methylfuran và 3-methylfuran không phát hiện trong số 25 mẫu sữa bột thu thập được.

Từ khóa: GC-MS, Headspace, furans, 2-methylfuran, 3-methylfuran.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Furan là một chất công nghiệp được sử dụng trong sản xuất các hóa chất khác như tetrahydrofuran, nhựa, sơn mài và các sản phẩm nông nghiệp. Tuy nhiên vào đầu năm 2004, Cục Thực phẩm và Dược phẩm Hoa Kỳ (FDA) tuyên bố đã tìm thấy furan trong một loạt các loại thực phẩm, đặc biệt là các loại thực phẩm đóng hộp. Furan sau đó cũng được phát hiện trong một số loại thực phẩm, bao gồm cả bánh quy giòn, khoai tây chiên,... Các mức được phát hiện bởi FDA dao động từ 0,2 - 170 ppb [1].

Các nghiên cứu chỉ ra rằng, furan và các dẫn xuất của nó có thể hình thành trong quá trình chế biến thực phẩm, các chất thường gặp là furan, 2-methylfuran, 3-methylfuran [2-4]. Tuy nhiên cơ chế về sự hình thành furan chưa rõ ràng. Furan có thể được hình thành trong quá trình oxy hóa acid béo không bão hòa đa thể, phân hủy các dẫn xuất acid ascorbic, carbohydrat và acid amin [5].

*Điện thoại: 0988 479022 Email: habinhsp86@gmail.com

Các nghiên cứu trên động vật cho thấy, furan được hấp thụ dễ dàng qua tất cả các con đường tiếp xúc. Furan đã được chứng minh là có độc tính cao khi hít phải đối với động vật thí nghiệm. Các triệu chứng được báo cáo khi hít phải phơi nhiễm quá mức bao gồm: tăng tốc độ hô hấp, giảm huyết áp, gây mê, co giật và tử vong do liệt tủy và ngạt. Furan cũng có tác dụng gây kích ứng và ăn mòn màng nhầy và đường tiêu hóa [1]. Con người hít phải hơi furan có thể gây ức chế thần kinh trung ương bao gồm đau đầu, buồn nôn, chóng mặt [1]. Trong các nghiên cứu trên động vật gặm nhấm cho thấy, việc sử dụng liều cao furan và 2-methylfuran gây độc tố mạnh cho gan [3]. 3-methylfuran được phát hiện là chất gây độc cho phổi [6]. Ngoài ra, khi hít phải 3-methylfuran cũng gây độc cho thận ở động vật nghiên cứu [7]. Cơ quan Nghiên cứu ung thư quốc tế (IARC) đã xếp furan là chất có thể gây ung thư ở người (nhóm 2B) [8]. Sự có mặt của furan trong thực phẩm chế biến sẵn thực sự là mối lo về an toàn thực phẩm cho người tiêu dùng.

FDA đã ước tính mức tiêu thụ trung bình của furan cho người tiêu dùng Hoa Kỳ là 0,2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ trọng lượng cơ thể/ngày [1, 9]. Ở Đức quy định mức tiêu thụ hàng ngày có thể chấp nhận được (ADI) là 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ trọng lượng cơ thể/ngày [10]. Hiệp hội các nhà Hóa phân tích chính thức AOAC quy định mức hiệu năng tối thiểu của phương pháp phân tích phải đạt là nhỏ hơn hoặc bằng 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ đối với mẫu cà phê và nhỏ hơn hoặc bằng 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ đối với các mẫu khác. Tại Việt Nam, hiện chưa có công bố nào về hàm lượng của furan trong các đối tượng thực phẩm chế biến.

Trong nghiên cứu này, quy trình xác định đồng thời furan, 2-methylfuran và 3-methylfuran trong các đối tượng thực phẩm đã được xây dựng và áp dụng để khảo sát tỷ lệ nhiễm trong các mẫu thực phẩm được lấy ngẫu nhiên trên thị trường.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Ba chất trong nghiên cứu này gồm: furan, 2-methylfuran và 3-methylfuran. Đây là các chất được quan tâm nhiều nhất và thường được phát hiện trong thực phẩm chế biến sẵn. Đối tượng mẫu khảo sát bao gồm: cà phê, thức ăn dặm cho trẻ em, thịt hộp và sữa bột được lấy ngẫu nhiên trên thị trường

2.2. Lấy mẫu

Phương thức lấy mẫu được thực hiện theo Thông tư 14/2011/TT-BYT của Bộ Y tế. Bốn nhóm mẫu được lấy gồm: sữa bột, thức ăn dặm cho trẻ, thịt hộp, cà phê. Mỗi loại lấy 25 mẫu, tổng số mẫu là 100. Mẫu thực phẩm được lấy nguyên hộp, nguyên gói tại Hà Nội. Mẫu sau khi lấy được bảo quản ở 4°C đến khi phân tích

2.3. Hóa chất, chất chuẩn

Tất cả các hóa chất được sử dụng trong nghiên cứu đều thuộc loại tinh khiết phân tích, được cung cấp bởi hãng Merck. Các chất chuẩn furan, 3-methylfuran và chất nội chuẩn furan-d4 được cung cấp bởi hãng LGC, 2-methylfuran được cung cấp bởi hãng Chemservice.

2.4. Điều kiện thiết bị, dụng cụ thí nghiệm

Thiết bị chính được sử dụng là hệ thống sắc ký khí khối phổ ISQ 7000 của hãng Thermo Scientific. Ngoài ra, các thiết bị thông thường khác của phòng thí nghiệm gồm: cân phân tích độ chính xác 0,1 mg (MS-205DU, Mettler), máy lắc xoay (Genius, IKA), máy đồng nhất mẫu (Phillips).

Xác định furan và một số dẫn xuất của furan trong thực phẩm ...

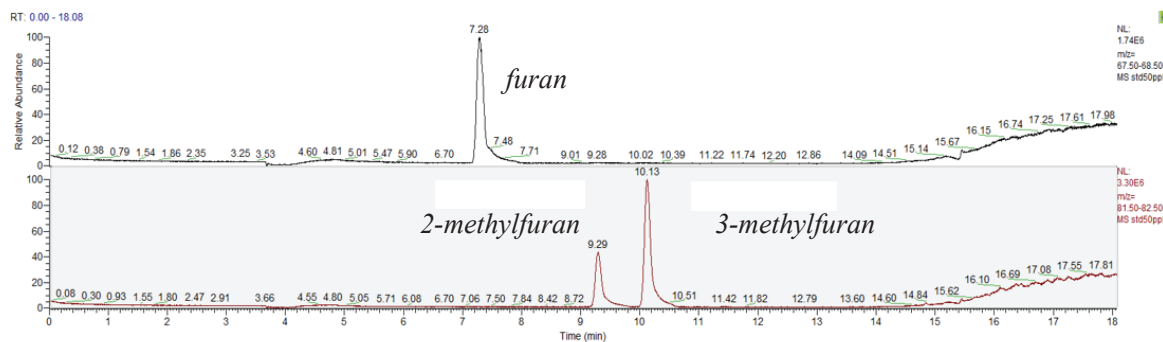
Các dụng cụ thí nghiệm gồm: lọ đựng mẫu bằng thủy tinh thể tích 20 mL có nắp chứa septum kín, ống đong, các loại bình định mức.

3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. Tối ưu quy trình phân tích

3.1.1. Tối ưu điều kiện phân tích trên thiết bị GC-MS

Điều kiện phân tích được tối ưu hóa tự động theo phần mềm của thiết bị, cụ thể như sau: chế độ EI-SIM, tốc độ khí mang 0,75 mL/phút, chế độ tiêm không chia dòng, nhiệt độ cổng tiêm mẫu 150°C, nhiệt độ nguồn: 200°C. Mảnh ion định lượng và mảnh ion định tính của furan lần lượt là 68, 39; của 2-methylfuran và 3-methylfuran là 82 và 53; mảnh ion định lượng của furan-d4 là 72 [5, 9]. Sau khi khảo sát 03 loại cột sắc ký, gồm: TG-WAXMS 60 m × 0,32 mm × 1 μm, TG-WAXMS 30 m × 0,25 mm × 0,25 μm, TG-POLAR 105 m × 0,25 mm × 0,2 μm, chúng tôi chọn sử dụng cột sắc ký TG-WAXMS 60 m × 0,32 mm × 1 μm vì cột cho kết quả tách pic tốt nhất. Chương trình gradient giữ nhiệt độ 35°C trong 1 phút; tăng 8°C/phút đến 62°C, giữ 3 phút; tăng 2°C/phút đến 70°C, giữ 2 phút; tăng 50°C/phút đến 200°C, giữ 2 phút. Tổng thời gian phân tích là 18 phút. Sắc đồ của hỗn hợp 03 chất phân tích ở điều kiện tối ưu được biểu thị trong Hình 1.



Hình 1. Sắc đồ các chất chuẩn tại nồng độ 50 μg/L

3.1.2. Tối ưu điều kiện xử lý mẫu

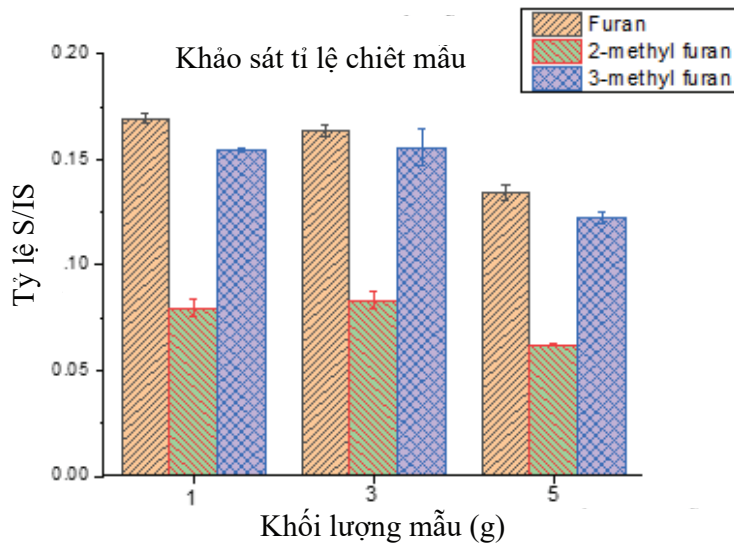
Qua tham khảo tài liệu [9] và trên cơ sở điều kiện phòng thí nghiệm, quy trình xử lý mẫu được dự kiến như sau: cân 5 g mẫu vào lọ lấy mẫu không gian hơi 20 mL, thêm 10 mL dung dịch chiết NaCl bão hòa, gia nhiệt và lắc mẫu để chất phân tích chuyển sang thể khí, sau đó dùng kim tiêm hút một thể tích khí trong không gian hơi phía trên lọ mẫu rồi bơm vào thiết bị GC-MS. Các điều kiện xử lý không gian hơi được khảo sát, bao gồm:

- Tỷ lệ mẫu và dung dịch muối chiết;
- Nhiệt độ chiết;
- Thời gian lắc mẫu.

Các mẫu khảo sát được thêm chuẩn và nội chuẩn ở cùng mức nồng độ 20 μg/L. Kết quả phân tích trên thiết bị so sánh hiệu suất của các quá trình được đánh giá thông qua việc tính tỷ lệ diện tích chuẩn/nội chuẩn. Nền mẫu được lựa chọn khảo sát là bột ăn dặm trẻ em vì đây là nền mẫu hỗn hợp, tương đối đại diện cho các nền mẫu còn lại.

3.1.2.1. Tỷ lệ mẫu và dung môi chiết

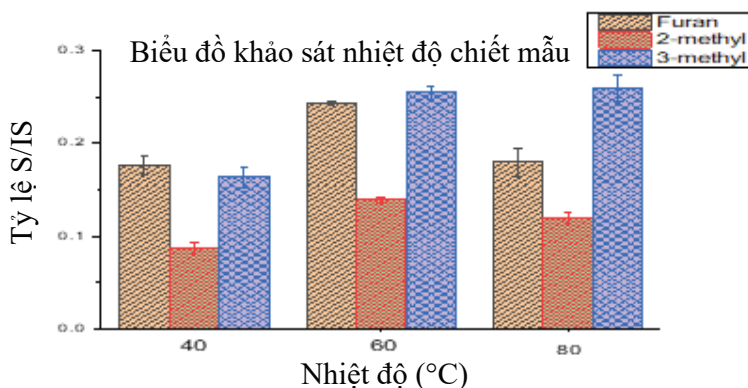
Theo tham khảo tài liệu [5, 9], các nghiên cứu thường sử dụng NaCl bão hòa làm dung môi chiết mẫu, do NaCl bão hòa giúp thấm ướt mẫu, giảm độ hòa tan của furan trong mẫu, làm tăng khả năng bay hơi của chất phân tích. Tỷ lệ mẫu và dung môi chiết được khảo sát trên cơ sở thay đổi lượng cân mẫu 1, 3, 5 g và chiết bằng 10 mL dung dịch chiết NaCl. Việc sử dụng 5 g mẫu chiết trong 10 mL gặp khó khăn khi xử lý cho các mẫu thấm nước mạnh như bột ăn dặm trẻ em, dẫn đến không thấm ướt hoàn toàn mẫu. Lượng cân mẫu 1 và 3 g cho kết quả tín hiệu pic khác nhau không đáng kể, do đó để đảm bảo độ đồng nhất mẫu thì lượng cân mẫu 3 g và chiết bằng 10 mL dung dịch NaCl đã được chọn để khảo sát tiếp theo. Kết quả khảo sát được trình bày ở Hình 2.



Hình 2. Khảo sát khối lượng cân mẫu

3.1.2.2. Khảo sát nhiệt độ chiết

Nhiệt độ chiết là thông số quan trọng ảnh hưởng đến hiệu quả chiết và khả năng bay hơi của chất phân tích trong kỹ thuật xử lý mẫu không gian hơi. Ba nhiệt độ chiết được khảo sát là: 40°C, 60°C và 80°C. Kết quả phân tích được thể hiện ở Hình 3.

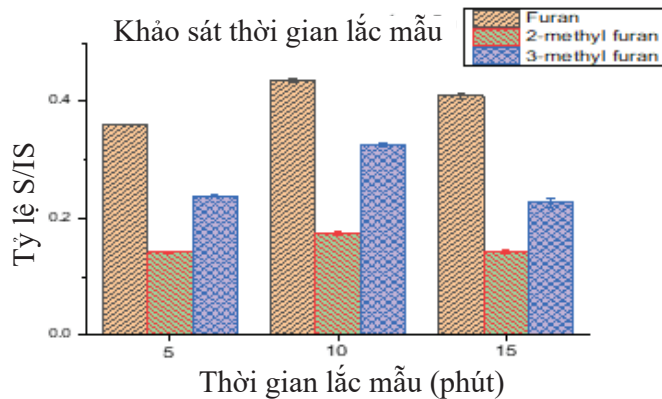


Hình 3. Khảo sát nhiệt độ chiết

Kết quả cho thấy, tín hiệu của chất phân tích tăng dần theo nhiệt độ chiết. Tuy nhiên theo khuyến cáo của FDA, các furan có thể hình thành trên 60°C ở những mẫu có hàm lượng béo cao, do đó nhiệt độ 60°C được chọn làm nhiệt độ chiết cho quy trình phân tích.

3.1.2.3. Khảo sát thời gian lắc mẫu

Thời gian lắc mẫu cho quy trình xử lý mẫu không gian hơi được khảo sát tại 5, 10 và 15 phút. Kết quả cho thấy, tín hiệu pic của các chất chuẩn tại 5 phút là thấp nhất, tín hiệu pic tại 10 và 15 phút là tương đương. Như vậy, sau 10 phút chiết mẫu, chất phân tích hầu như đã chuyển hoàn toàn sang pha khí. Thời gian chiết cho quy trình là 10 phút được chọn là tối ưu (Hình 4).



Hình 4. Khảo sát thời gian lắc mẫu

Như vậy quy trình tối ưu phân tích đồng thời ba dẫn xuất furan bằng GC-MS như sau: cân chính xác khoảng 3 g mẫu vào lọ lấy mẫu không gian hơi, thêm 10 mL dung dịch muối NaCl bão hòa, đậy kín nắp. Chuyển mẫu sang thiết bị HS với các thông số cài đặt như sau: nhiệt độ chiết 60°C, thời gian lắc chiết 10 phút. Mẫu sau đó được bơm phân tích trên GC-MS chế độ giám sát ion chọn lọc SIM sử dụng các điều kiện đã nêu ở mục 3.1.1.

3.2. Thẩm định phương pháp

Phương pháp phân tích đã được thẩm định các thông số sau: độ đặc hiệu, đường chuẩn, giới hạn phát hiện/ giới hạn định lượng của phương pháp MDL/MQL, độ thu hồi và độ chụm. Độ đặc hiệu của phương pháp được khẳng định bằng việc tính độ chệch thời gian lưu của chuẩn trong mẫu chuẩn - mẫu thêm chuẩn là 1,7 % và tỷ lệ ion định tính/ion định lượng của mẫu chuẩn và mẫu thêm chuẩn lệch dưới 10 %. Đường chuẩn của các chất xây dựng bằng cách vẽ đường phụ thuộc giữa tỷ lệ diện tích pic chuẩn/nội chuẩn và nồng độ tương ứng với các tiêu chí chấp nhận là $R^2 > 0,99$, độ chệch của các điểm chuẩn < 15 %. Kết quả thực nghiệm cho khoảng đường chuẩn làm việc của furan từ 1 - 100 $\mu\text{g/L}$, của 2-methylfuran và 3-methylfuran từ 1 - 500 $\mu\text{g/L}$. Giới hạn phát hiện của phương pháp MDL của các chất được xác định bằng cách thêm chuẩn vào mẫu trắng (mẫu đã được xác định không chứa chất phân tích) ở mức nồng độ thấp ngay sau khi cân mẫu, tiến hành phân tích theo quy trình và xác định tỷ lệ tín hiệu của chuẩn trên tín hiệu nhiễu. MDL là nồng độ chất phân tích tại mức $S/N \geq 3$. Kết quả MDL công bố của phương pháp là 0,3 $\mu\text{g/kg}$, MQL của phương pháp là 1,0 $\mu\text{g/kg}$.

Độ thu hồi và độ lặp lại của các phương pháp được đánh giá ở 03 mức nồng độ khác nhau cho các loại nền mẫu thực phẩm gồm cà phê, thức ăn dặm cho trẻ em, thịt hộp và sữa bột. Kết quả khảo sát độ thu hồi và độ chụm được thể hiện ở Bảng 1.

Bảng 1. Độ thu hồi và độ chụm của furan, 2-methylfuran, 3-methylfuran

Thông số	Độ thu hồi (R%)	Độ lặp lại (RSD%)
Furan (10 µg/kg, 20 µg/kg, 120 µg/kg)	72 - 110	5,7 - 13
2-methylfuran (30 µg/kg, 300 µg/kg, 1300 µg/kg)	91 - 104	3,5 - 5,2
3-methylfuran (30 µg/kg, 300 µg/kg, 1300 µg/kg)	84 - 110	3,3 - 9,2

Độ thu hồi đạt được trong khoảng 72 - 110 %, độ chụm trong khoảng 3,3 - 13 %, đáp ứng các tiêu chí về thẩm định phương pháp phân tích theo quy định AOAC [11]. Do đó, phương pháp phân tích đạt yêu cầu về độ tin cậy và độ nhạy để phân tích furan và các dẫn xuất của nó.

3.3. Kết quả phân tích mẫu thực

Mẫu được đồng nhất và xử lý theo quy trình đã tối ưu ở mục 3.1.2. Mẫu trắng được chọn để phân tích lặp 10 lần, kết quả không cho tín hiệu tại thời gian lưu của chất phân tích. Mẫu kiểm soát (QC) được chuẩn bị bằng cách thêm chuẩn vào mẫu trắng và phân tích cùng các lô mẫu phân tích trong ngày để kiểm soát hiệu suất của quá trình chiết. Kết quả phân tích mẫu thực được trình bày trong Bảng 2.

Bảng 2. Kết quả phân tích furan, 2-methylfuran, 3-methylfuran trong các mẫu thực phẩm

STT	Đối tượng	Số mẫu	Hợp chất	Số mẫu phát hiện	Khoảng phát hiện, µg/kg	Trung bình, µg/kg
1	Sữa bột	25	furan	0	-	-
			2-methylfuran	0	-	-
			3-methylfuran	0	-	-
2	Thức ăn dặm cho trẻ	25	furan	1	5,6	5,6
			2-methylfuran	0	-	-
			3-methylfuran	0	-	-
3	Cà phê	25	furan	25	5,7 - 2612	606
			2-methylfuran	25	6,5 - 2803	656
			3-methylfuran	6	67 - 154	110
4	Thịt hộp	25	furan	4	2,8 - 6,7	4,8
			2-methylfuran	6	3,5 - 5	3,5
			3-methylfuran	2	-	-

Kết quả phân tích cho thấy furan, 2-methylfuran và 3-methylfuran đã được phát hiện trong 30 mẫu trong tổng số 100 mẫu, chiếm tỷ lệ dương tính là 30 % số mẫu được khảo sát. Mẫu thịt

hộp phát hiện 16 % mẫu chứa furan, 8 % chứa 2-methylfuran, hàm lượng trong khoảng 2,8 - 6,7 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Mẫu thức ăn dặm cho trẻ em ược khảo sát bao gồm các mẫu chỉ chứa gạo ngũ cốc và các mẫu có bổ sung thịt, tuy nhiên chỉ phát hiện 01 mẫu chứa furan ở mức hàm lượng 5,6 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Không có mẫu sữa bột nào phát hiện furan.

Mẫu cà phê 100 % phát hiện chứa furan hoặc dẫn xuất của furan ở mức hàm lượng khá cao. Cà phê hòa tan có hàm lượng furan và 2-methylfuran trong khoảng 5,7 - 54 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Cà phê hạt rang xay phát hiện có furan, 2-methylfuran, 3-methylfuran với hàm lượng dao động tương ứng trong khoảng 5,7 - 2.612 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 6,5 - 2.803 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 67 - 154 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Việc hàm lượng furan trong mẫu cà phê rang xay cao hơn hẳn các mẫu cà phê hòa tan, có thể do quá trình rang hạt ở nhiệt độ cao hoặc do tỷ lệ cà phê nguyên chất cao hơn trong cà phê hòa tan. Như vậy nếu tính theo lượng ăn hàng ngày chấp nhận được (ADI) của Cơ quan An toàn thực phẩm Cộng hòa Liên bang Đức là 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ thể trọng cơ thể/ngày [12] thì một người nặng 60 kg có thể tiêu thụ 120 μg furan. Như vậy, nếu hàm lượng trung bình của furan trong cà phê rang xay là 1.300 $\mu\text{g}/\text{kg}$ thì người nặng 60 kg có thể tiêu thụ 92 g cà phê rang xay được coi là an toàn. Kết quả này cho thấy mặc dù có phát hiện hàm lượng furan và các dẫn xuất furan trong cà phê, nhưng việc tiêu thụ cà phê hòa tan là hoàn toàn an toàn cho sức khỏe người tiêu dùng. Tuy nhiên, để có thể đánh giá đầy đủ ảnh hưởng của furan và các dẫn xuất furan đến sức khỏe, cần có nghiên cứu đánh giá nguy cơ toàn

4. KẾT LUẬN

Phương pháp xác định furan và một số dẫn xuất của furan đã được nghiên cứu tối ưu theo quy trình phân tích lấy mẫu không gian hơi và phân tích trên thiết bị sắc ký khí khối phổ GC-MS. Quy trình tối ưu được ứng dụng để phân tích 100 mẫu thực phẩm các loại, bao gồm cà phê, thức ăn dặm cho trẻ em, thịt hộp và sữa bột. Kết quả phân tích mẫu cho thấy, furan, 2-methylfuran và 3-methylfuran được phát hiện trong 30 mẫu trong tổng số 100 mẫu được khảo sát, hàm lượng các chất trong khoảng từ 2,8 - 2.803 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Nhóm thực phẩm có nguy cơ cao nhất là cà phê hòa tan và cà phê rang xay. Mặc dù hiện chưa có quy định giới hạn tối đa cho furan nhưng việc nhiễm furan với tỷ lệ cao và ở mức hàm lượng lớn trong một số đối tượng thực phẩm đã qua chế biến đã tiếp tục gây nên mối lo ngại cho các nhà quản lý và người tiêu dùng. Vì vậy, nghiên cứu được đề xuất tiếp tục mở rộng phân tích các dẫn xuất khác của furan như: 2-butylfuran, 2-pentylfuran và 2-acetylfuran, mở rộng đối tượng nghiên cứu, số lượng sản phẩm, khảo sát mức tiêu thụ và đánh giá nguy cơ phơi nhiễm furan và các dẫn xuất đối với sức khỏe tiêu dùng người người tiêu dùng ở Việt Nam nhằm đề xuất mức giới hạn tối đa cho phép của nhóm độc chất này trong thực phẩm.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Robles, "Furan", *Encyclopedia of Toxicology*, Third Edition, 2014.
- [2]. Adam Becalski, and Stephen Seaman, "Furan Precursors in Food: A Model Study and Development of a Simple Headspace Method for Determination of Furan", *Journal of AOAC International*, vol. 88, no.1, pp. 102-106, 2005.
- [3]. V. Ravindranath, L. T. Burka, and M. R. Boyd, "Reactive metabolites from the bioactivation of toxic methylfurans", *Science*, vol. 224, no. 465, pp. 884-886, 1984.
- [4]. V. Ravindranath, and M. R. Boyd, "Metabolic activation of 2-methylfuran by rat microsomal systems", *Toxicology and Applied Pharmacology*, vol. 78, no. 3, pp. 370-376, 1985.

- [5]. J. Vranová, and Z. Ciesarová, “Furan in food - A review”, *Czech Journal of Food Science*, vol. 27, no. 1, pp. 1-10, 2009.
- [6]. L. M. Gammal, R. A. Wiley, G. Traiger, W. M. Haschek, and S. Baraban, “Toxicity-distribution relationships among 3-alkylfurans in the mouse lung”, *Toxicology*, vol. 30, no. 2, pp. 177-184, 1984.
- [7]. R. A. Wiley, G. J. Traiger, S. Baraban, and L. M. Gammal, “Toxicity-distribution relationships among 3-alkylfurans in mouse liver and kidney”, *Toxicology and Applied Pharmacology*, vol. 74, no.1, pp. 1-9, 1984.
- [8]. IARC, “Monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans; dry cleaning, some chlorinated solvents and other industrial chemicals”, *Encyclopedia of Toxicology*, 1995.
- [9]. K. M. Morehouse, P. J. Nyman, T. P. McNeal, M. J. Dinovi, and G. A. Perfetti, “Survey of furan in heat processed foods by headspace gas chromatography/ mass spectrometry and estimated adult exposure”, *Food Additive and Contaminant, Part A Chemical Analysis Control Exposure and Risk Assessment*, vol. 25, no. 3, pp. 259-264, 2008.
- [10]. Th. Kuball, “Furan in Kaffee und Anderen Lebensmitteln”, *Journal für Verbraucherschutz Thang und Lebensmittelsicherheit*, vol. 2, no. 4, pp. 429-433, 2007.
- [11]. AOAC Official Methods of Analysis, “Appendix F: Guidelines for standard method performance requirements”, *AOAC International*, 2006.

Simultaneous determination of furan and its derivatives in food by headspace gas chromatography-mass spectrometry (HS-GC-MS)

Nguyen Thi Ha Binh¹, Bui Cao Tien¹,
Mai Thi Ngoc Anh¹, Pham Thi Hoai², Le Thi Hong Hao^{1,2}

¹National Institute for Food Control, Hanoi, Vietnam

²University of Science, Vietnam National University, Hanoi, Vietnam

Abstract

A method for the simultaneous determination of furans, 2-methylfuran and 3-methylfuran in some food by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) has successfully developed. Analysed samples were treated by a headspace technique using furan-d4 as an internal standard. The detection limit of the method is 0.3 µg/kg, the quantitative limit of the method is 1.0 µg/kg. The recovery of the method is in the range of 72 to 110 %. The relative standard deviation ranges from 3.3 to 13 %. The method was applied to analyze 100 food samples, including: coffees, canned meats, baby foods, powdered milk. The results showed that furans, 2-methylfuran, 3-methylfuran were detected in 30 samples out of 100 collected samples. In particular, furans were found in a ranges of 5.7 to 2,803 µg/kg in all of coffee samples, including instant coffee and roasted coffee. In addition, furans were detected in one baby food sample contains, furans and 2-methylfuran in four canned meat samples, and no furans milk were detected in powder sample among 25 analysed samples.

Keywords: GC-MS, headspace, furan, 2-methylfuran, 3-methylfuran.