DOI: 10.22122/jhsr.v13i4.2776 Published by Vesnu Publications

معرفی روش میکرواستخراج تک قطره در فضای فوقانی و آنالیز گاز کروماتوگرافی برای ارزیابی نمونه‌های سنتتیک فرمالدئید

زیبا نوروزی[۱]، مسعود ریسمانچیان[۲]، سمیه دادخواه تهرانی[۱]، حمیدرضا پورزمانی[۳]، فریبرز مؤمن بیک[۴]

مقاله پژوهشی

چکیده

مقدمه: با توجه به استفاده گسترده از فرمالدئید در صنایع و مراکز پزشکی، سمیت آن و نگرانی جهت حساسیت و دقت روش آنالیز این ترکیب، مطالعه حاضر با هدف بررسی هم‌زمان استفاده از حساس‌ترین روش توصیه شده تعیین فرمالدئید توسط مؤسسه ملی بهداشت و ایمنی شغلی (National Institute of Occupational Safety and Health یا NIOSH) و کاربرد آزمایشگاهی روش میکرواستخراج تک قطره در فضای فوقانی (Headspace-Single drop Microextraction یا HS-SDME) در آماده‌سازی نمونه‌های حاوی فرمالدئید با آنالیز گاز کروماتوگرافی (Gas chromatography یا GC) در نمونه‌های سنتتیک انجام شد.

روش‌ها: در معرفی روش HS-SDME و آنالیز GC جهت اندازه‌گیری فرمالدئید، نمونه‌های مورد نیاز با غلظت‌های معین با استفاده از دو روش NIOSH ۳۵۰۰ و HS-SDME آماده‌سازی و تجزیه و تحلیل تحلیل شدند و نتایج دو روش مورد مقایسه قرار گرفت.

یافته‌ها: بررسی صحت HS-SDME، با مقایسه نتایج دو روش انجام شد. میزان تکرارپذیری و بازده استخراج روش HS-SDME با روش Occupational Safety and Health Administration (OSHA) قابل مقایسه بود. همچنین، روش HS-SDME دارای صحت بود.

نتیجه‌گیری: روش HS-SDME در کاربرد آزمایشگاهی دقت و صحت لازم را دارد. همچنین، بازده استخراج روش HS-SDME با روش OSHA جهت اندازه‌گیری فرمالدئید قابل مقایسه می‌باشد. روش HS-SDME به مطالعه و بررسی بیشتری نیازمند است.

واژه‌های کلیدی: فرمالدئید، میکرواستخراج فاز مایع، مؤسسه ملی بهداشت و ایمنی شغلی آمریکا

ارجاع: نوروزی زیبا، ریسمانچیان مسعود، دادخواه تهرانی سمیه، پورزمانی حمیدرضا، مؤمن بیک فریبرز. **معرفی روش میکرواستخراج تک قطره در فضای فوقانی و آنالیز گاز کروماتوگرافی برای ارزیابی نمونه‌های سنتتیک فرمالدئید.** مجله تحقیقات نظام سلامت ۱۳۹۶؛ ۱۳ (۴): ۵۰۲-۴۹۷

دریافت مقاله: ۱۳۹۴/۱۰/۲۷ پذیرش مقاله: ۱۳۹۴/۱۲/۱۱

مقدمه

فرمالدئید نوعی ترکیب آلی و زیان‌آور است که در دمای اتاق به شکل گاز، قابل اشتعال، بی‌رنگ و دارای بوی تند و زننده می‌باشد و به آسانی در آب حل می‌شود (۲، ۱). این ماده در تولید رزین، چسب و لاستیک کاربرد دارد (۳). اغلب کارگران صنایع رزین و نساجی، عایق‌های پشم شیشه و پشم سنگ، پلاستیک و تولید مواد شیمیایی به عنوان نگهدارنده و ضد عفونی کننده، در معرض مواجهه با فرمالدئید گازی و جذب پوستی فرمالدئید مایع هستند (۵، ۴). در محیط‌های کاری مانند بیمارستان‌ها، آزمایشگاه‌ها، دانشگاه‌ها و مؤسسات عالی، فرمالدئید برای حفظ و مومیایی کردن اجساد و به عنوان ماده نگهدارنده، ضد عفونی کننده و عامل استریل کننده استفاده می‌شود. مواجهه با فرمالدئید در این مناطق کاری ممکن است بیش از حد باشد (۷، ۶).

به علت استفاده گسترده و سمیت فرمالدئید، این ماده یکی از مهم‌ترین آلاینده‌های هوا شناخته شده که نگرانی‌های زیادی برای حساسیت و دقت روش آنالیز آن به وجود آمده است (۱). حساس‌ترین روش توصیه شده برای تعیین فرمالدئید توسط مؤسسه ملی بهداشت و ایمنی شغلی (National Institute of Occupational Safety and Health یا NIOSH)، روش استاندارد ۳۵۰۰ می‌باشد که قادر به اندازه‌گیری سطوح سقفی به میزان ppm ۰/۱ است (۸). در این روش از اسید کروموتروپیک ۱ درصد، اسید سولفوریک ۹۶ درصد، محلول فرمالدئید و آب مقطر استفاده می‌گردد (۹). اشکال عمده روش NIOSH، استفاده از اسید سولفوریک غلیظ است که بسیار خطرناک و خورنده می‌باشد. محلول حاصل نیازمند گرم شدن در یک حمام بخار است که این موضوع دلیل جذابیت کمتر این روش در آنالیزهای معمول محسوب می‌شود (۱۰).

به طور معمول، بیشترین زمان آنالیز به نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، کمیته تحقیقات دانشجویی و گروه مهندسی بهداشت حرفه‌ای، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، اصفهان، ایران
۲- استادیار، گروه مهندسی بهداشت حرفه‌ای، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، اصفهان، ایران
۳- دانشیار، گروه مهندسی بهداشت محیط، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، اصفهان، ایران
۴- دانشیار، گروه شیمی، دانشکده علوم، دانشگاه اصفهان، اصفهان، ایران
نویسنده مسؤول: مسعود ریسمانچیان
Email: rismanchian@hlth.mui.ac.ir

[Downloaded from hsr.mui.ac.ir on 2026-11-20]
[DOI: 10.22122/jhsr.v13i4.2776]

اختصاص دارد و کیفیت این مراحل به میزان زیادی بر موفقیت آنالیز یک ماتریکس پیچیده تأثیر می‌گذارد. بنابراین، تلاش زیادی برای جستجوی استخراج‌های کارامدتر جهت جایگزینی با روش‌های مرسوم شده است (۱۱). انتخاب یک روش استخراج مناسب، نیازمند در نظر گرفتن عواملی همچون بازده استخراج، اشتراک زمانی نمونه، پیچیدگی تجهیزات و هزینه، توسعه روش، مقدار حلال آلی مورد نیاز و محدوده کاربرد می‌باشد (۱۲).

تکنیک های متداول آماده سازی نمونه مانند استخراج فاز مایع و فاز جامد، دستورالعمل‌های پیچیده و وقت‌گیری دارد و به مقادیر زیاد نمونه و حلال‌های آلی نیازمند است. روند تحقیقات اخیر به سمت کوچک‌سازی فرایند استخراج و کاهش مقادیر حلال‌های آلی مورد استفاده می‌رود. میکرواستخراج فاز مایع (Liquid phase microextraction یا LPME)، نوعی روش آماده‌سازی نمونه می‌باشد که در آن فقط از چند میکرولیتر حلال برای استخراج آنالیت‌ها از نمونه‌های مختلف استفاده می‌شود (۱۲).

میکرواستخراج تک قطره (Single drop microextraction یا SDME)، ساده‌ترین روش LPME به شمار می‌رود که توزیع آنالیت‌ها بین یک میکروقطره از حلال استخراج در نوک یک میکروسرنگ و یک فاز آبی است (۱۳). سه حالت SDME شامل غوطه‌وری مستقیم (Direct imerssion یا DI)، فضای فوقانی (Headspace یا HS) و میکرواستخراج جریان با دبی ثابت (Continuous-flow Microextraction یا CFME) می‌باشد که برای کاربردهای آنالیزی مختلف توسعه یافته‌اند (۱۴، ۱۲).

در روش میکرواستخراج تک قطره در فضای فوقانی (Headspace-Single drop Microextraction یا HS-SDME)، استخراج آنالیت‌ها توسط یک میکروقطره که از حلال آلی مناسب می‌باشد و از نوک یک میکروسرنگ معلق است، در فضای فوقانی نمونه صورت می‌گیرد که دمای محلول نمونه برای زمان استخراج معین تنظیم می‌شود. در این حالت، آنالیت‌ها در میان سه فاز نمونه آبی، فضای فوقانی و قطره آلی توزیع می‌گردد (۱۳). پس از استخراج، میکروقطره به داخل سرنگ برگشت داده می‌شود و برای آنالیز به دستگاه‌هایی همچون طیف‌سنج جرمی- گاز کروماتوگرافی (Gas chromatography-Mass spectrometry یا GC-MS)، GC و High-performance liquid chromatography (HPLC) تزریق می‌شود (۱۳).

روش HS-SDME برخی از مشکلات میکرواستخراج فاز جامد (Solid phase microextraction یا SPME) مانند جابه‌جایی نمونه و تخریب فیبر را ندارد، سریع و ارزان می‌باشد، تا حدودی بدون حلال است و از تجهیزات بسیار ساده‌ای استفاده می‌کند (۱۶، ۱۵). از این روش جهت آنالیز بسیاری از ترکیبات استفاده می‌گردد (۱۷، ۱۶). هاشمی و همکاران در پژوهش خود جهت تعیین سیکلامات در شیرین کننده‌های مصنوعی و نوشابه‌ها، از روش HS-SDME و آنالیز GC-Flame Ionization Detector (GC-FID) استفاده نمودند (۱۸).

Fiamegos و Stalikas نیز در مطالعه خود بر روی آنالیز تئوری و ارزیابی آزمایشگاهی HS-SDME، از آلدئیدها به عنوان آنالیت های مدل استفاده نمودند (۱۹). با توجه به استفاده گسترده فرمالدئید در صنایع و مراکز پزشکی، سمیت بالای آن و نگرانی جهت حساسیت و دقت روش آنالیز این ماده، تصمیم بر این شد که کاربرد آزمایشگاهی روش HS-SDME در آماده‌سازی نمونه‌های سنتتیک فرمالدئید جهت آنالیز با GC که از نظر استفاده از حلال و تجهیزات روش مناسبی است، هم‌زمان با استفاده از حساس‌ترین روش توصیه شده تعیین فرمالدئید توسط NIOSH که نیازمند استفاده از مواد سمی می‌باشد، ارزیابی گردد.

روش‌ها

استانداردسازی فرمالدئید (شرکت Merck، آلمان) طبق روش NIOSH ۳۵۰۰ با استفاده از سدیم سولفیت (شرکت Analar، آمریکا)، اسید سولفوریک (شرکت Merck، آلمان) و هیدروکسید سدیم (شرکت Merck، آلمان) انجام شد. محلول استوک فرمالدئید (۱ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر) با رقیق نمودن ۲/۱۴ میلی‌لیتر محلول فرمالدئید ۳۷ درصد با ۱ لیتر آب دیونیزه تهیه گردید. محلول‌های کاربردی فرمالدئید با رقیق نمودن میزان مناسبی از محلول استوک با سدیم بی‌سولفیت ۱ درصد (شرکت Merck، آلمان) آماده شد.

اسید کروموتروپیک ۱ درصد (شرکت Merck، آلمان)، سدیم کلرید (شرکت Merck، آلمان)، پنتافلورو بنزیل هیدروکسیل آمین (شرکت Sigma، آمریکا) و زایلن (شرکت Merck، آلمان) جهت آماده‌سازی نمونه‌ها مورد استفاده قرار گرفت.

جهت قرائت جذب نمونه‌ها و تهیه منحنی جذب در طول موج ۵۸۰ نانومتر نیز از اسپکتروفتومتر مرئی (HACH DR-5000، کانادا) استفاده شد. آنالیز GC با استفاده از دستگاه GC (Agilent، آمریکا) مجهز به MS (مدل C ۵۹۷۵) و GC (مدل A ۷۸۹۰) انجام گردید.

فرایند انجام مطالعه به این شکل بود که تعدادی نمونه سنتتیک با غلظت معین ساخته شد و آماده‌سازی و آنالیز نمونه‌ها با دو روش NIOSH ۳۵۰۰ و HS-SDME انجام گرفت که مراحل انجام آن ها در ادامه بیان شده است. روش NIOSH به عنوان روش استاندارد مورد استفاده قرار گرفت.

طراحی آزمایش‌های HS-SDME با استفاده از نرم‌افزار Design of experiments (DOE) انجام گردید که با توجه به داشتن ۵ شاخص چهار سطحی، در مجموع ۱۶ آنالیز برای فرایند HS-SDME لازم است که در هر حالت نوع حلال، حجم حلال، درصد نمک و زمان ماند قطره در فضای فوقانی مشخص می‌گردد.

برای انجام روش HS-SDME، در هر حالت حجم مورد نظر (۰/۵، ۱، ۲ و ۳ میکرولیتر) از هر یک از چهار حلال هگزان، زایلن، تولوئن، سیکلوهگزان توسط سرنگ برداشته شد و سرنگ درون ویال با غلظت معین فرمالدئید (۰/۱، ۰/۵، ۱ و ۲ میکروگرم بر میلی‌لیتر) و درصد مشخص نمک (صفر، ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد) قرار گرفت. نوک سرنگ در فاصله ۱ سانتی‌متری از سطح نمونه قرار داده شد. پس از آن که سرنگ در ویال ثابت گردید، با حرکت آرام پیستون، قطره در نوک سرنگ تشکیل شد. زمان ماند قطره در فضای فوقانی ۳، ۵، ۱۰ و ۱۵ دقیقه بود. پس از سپری شدن زمان ماند قطره در هر حالت، با حرکت آرام پیستون، قطره به درون سرنگ کشیده شد و به دستگاه GC-MS تزریق گردید.

برای آماده‌سازی و آنالیز نمونه‌ها با استفاده از روش NIOSH ۳۵۰۰، ابتدا نمونه‌های سنتتیک با غلظت‌های ۰/۱، ۰/۵، ۱ و ۲ میکروگرم بر میلی‌لیتر تهیه شد. برای این کار به ترتیب حجم‌های ۴۰، ۲۰۰، ۴۰۰ و ۸۰۰ میکرولیتر از محلول واسط برداشته و در لوله‌های آزمایش ریخته شد و با سدیم بی‌سولفیت

[Downloaded from hsr.mui.ac.ir on 2026-11-20]

[DOI: 10.22122/jhsr.v13i4.2776]

۱ درصد به حجم ۴ میلی‌لیتر رسانده شد و به ترتیب ۰/۱ میلی‌لیتر اسید کروموتروپیک و در نهایت، ۶ میلی‌لیتر اسید سولفوریک به هر یک از لوله‌های آزمایش اضافه گردید. لوله‌های آزمایش حاوی نمونه‌ها به مدت ۱۵ دقیقه در حمام آب گرم با دمای ۹۵ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. سپس به منظور سرد شدن نمونه‌ها، به مدت ۳-۲ ساعت در دمای محیط قرار گرفت. قرائت جذب نمونه‌ها با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر در طول موج ۵۸۰ نانومتر صورت گرفت.

جهت آماده‌سازی نمونه‌ها با روش HS-SDME، ۵ میلی‌لیتر از محلول نمونه به یک ویال ۱۰ میلی‌لیتری انتقال یافت. از آن‌جایی که فرمالدئید جهت آنالیز با GC نیازمند مشتق‌سازی است، به هر ویال، ۰/۵ میلی‌لیتر محلول مشتق‌ساز پنتافلورو بنزیل هیدروکسیل آمین با غلظت ۱ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر و ۰/۵ گرم نمک جهت بهبود حساسیت (۲۰) افزوده شد و به سرعت درب ویال با یک درپوش آلومینیومی با سپتوم Polytetrafluoroethylene (PTFE) محکم گردید. آنالیت‌های قطبی برای کاهش قطبیت و یا افزایش حساسیت آشکارسازی نیازمند مشتق‌سازی در آنالیز GC می‌باشند. با استفاده از مشتق‌سازی، پیک‌ها واضح‌تر می‌شود و پیک‌های باطل شده کاهش می‌یابد (۲۱). جهت تکمیل مراحل مشتق‌سازی، هر ویال به مدت ۶۰ دقیقه درون حمام آب گرم با دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد نگهداری گردید و سپس به مدت ۲ دقیقه درون ورتکس قرار گرفت و در نهایت، جهت سرد شدن، به مدت ۳۰ دقیقه در دمای آزمایشگاه قرار داده شد.

یافته‌ها

پس از انجام ۱۶ آزمایش طراحی شده، داده‌ها جهت تعیین شرایط بهینه در نرم‌افزار DOE تحلیل گردید. در نهایت، شرایط بهینه استخراج HS-SDME با شرایط حلال زایلن با حجم ۲ میکرولیتر، زمان استخراج ۱۵ دقیقه و بدون افزودن نمک به دست آمد.

پس از آماده‌سازی نمونه‌ها با روش NIOSH ۳۵۰۰، میزان جذب نمونه‌ها با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر در طول موج ۵۸۰ نانومتر قرائت گردید. غلظت فرمالدئید قرائت شده در جدول ۱ ارایه شده است که مقدار R^2 قرائت شده با روش NIOSH، ۰/۹۹۵ به دست آمد.

جدول ۱. مقادیر غلظت فرمالدئید با دو روش مورد استفاده

غلظت سنتتیک (میکروگرم بر میلی‌لیتر)	غلظت NIOSH (میکروگرم بر میلی‌لیتر)	غلظت HS-SDME (میکروگرم بر میلی‌لیتر)
۰/۱	–	–
۰/۵	۰/۴۶	۰/۲۸
۱	۰/۸۸	۱/۱۰
۲	۲/۱۱	۲/۱۶

NIOSH: National Institue of Occupational Safety and Health; HS-SDME: Headspace-Single drop Microextraction

پس از انجام آزمایش‌های طراحی شده در نرم‌افزار DOE و تعیین شرایط بهینه، چهار آزمایش با غلظت‌های ۰/۱، ۰/۵، ۱ و ۲ میکروگرم بر میلی‌لیتر با شرایط بهینه به دست آمده جهت مقایسه با مقادیر روش NIOSH انجام گرفت که مقدار R^2 قرائت شده با روش HS-SDME، ۰/۹۸۹ بود.

برای تعیین تکرارپذیری روش HS-SDME به همراه آنالیز GC، سه آزمایش در غلظت ۱ میکروگرم بر میلی‌لیتر تحت شرایط بهینه تعیین شده انجام گرفت. از آن‌جایی که ملاک تکرارپذیری، انحراف معیار می‌باشد؛ بنابراین میانگین و انحراف معیار نتایج ۰/۱۰۵ ± ۱/۲۰۳ و Relative standard deviation (RSD)، ۱۰/۵ درصد به دست آمد. جهت تعیین بازده استخراج روش HS-SDME، میانگین بازده استخراج محاسبه گردید که ۹۵/۹۳ بود. همچنین، نتایج روش HS-SDME در استخراج فرمالدئید با نتایج روش NIOSH ۳۵۰۰ جهت تعیین صحت روش HS-SDME مورد مقایسه قرار گرفت.

طبق تعریف، صحت درجه مطابقت بین مقدار اندازه گیری شده و مقدار مرجع، قابل قبول بود. ملاک مطابقت بین دو روش، وجود حداکثر ۲۵ ± تفاوت بین دو روش است (۲۲) که میانگین اختلاف مقدار دو روش ۲۰/۴ درصد می‌باشد.

بحث

مطالعه حاضر با هدف معرفی روش HS-SDME برای تعیین غلظت فرمالدئید در هوا انجام شد. برای اعتبارسنجی این شیوه، از روش استاندارد NIOSH ۳۵۰۰ به عنوان مبنای مقایسه استفاده گردید. در پژوهش‌های متعدد دیگری نیز جهت ارایه روش های جدید ارزیابی فرمالدئید، روش NIOSH ۳۵۰۰ به عنوان روش استاندارد و مبنا مورد استفاده قرار گرفته است (۲۳، ۱۰، ۹، ۱). با توجه به این که روش NIOSH ۳۵۰۰ حساس‌ترین روش توصیه شده برای ارزیابی فرمالدئید در هوا می‌باشد (R^2 = ۰/۹۹۵)، روش HS-SDME را می‌توان (R^2 = ۰/۹۸۹) با توجه به مزایای بالقوه آن همچون سریع و ارزان بودن و استفاده از تجهیزات بسیار ساده (۱۶، ۱۵)، به عنوان روش قابل قبولی معرفی نمود. البته مقدار R^2 قرائت شده در روش NIOSH از R^2 اندازه‌گیری شده با روش HS-SDME بالاتر می‌باشد.

در مطالعه کاربرد LPME جهت آنالیز حشره کش های متفاوت با غلظت معین ۱ میکروگرم بر میلی‌لیتر، مقادیر قرائت شده بین ۱/۷۵-۰/۹۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر متغیر بود (۲۴). همچنین، مقادیر به دست آمده در مطالعه بهینه‌سازی روش SDME جهت تعیین سموم ارگانوفسفره در آب و آبمیوه با استفاده از روش آنالیز GC، برای سموم مختلف ارگانوفسفره بین ۱/۹۷-۱/۸۱ نانوگرم بر میلی‌لیتر و برای غلظت معین ۵ نانوگرم بر میلی‌لیتر نیز بین ۵/۳۲-۴/۶۲ نانوگرم بر میلی‌لیتر در نوسان بود (۲۵). در تحقیق حاضر، مقادیر غلظت از ۰/۱ تا ۲ نانوگرم بر میلی‌لیتر در نظر گرفته شد.

جهت تعیین تکرارپذیری روش HS-SDME، انحراف معیار نتایج محاسبه گردید که ۱۰/۵ درصد به دست آمد. با توجه به این که انحراف معیار مقادیر آزمون شده توسط NIOSH اعلام نشده است، این مقدار با مقادیر انحراف معیار روش اندازه‌گیری Occupational Safety and Health Administration (OSHA) (جدول ۲) که بین ۵/۴- و ۳/۳+ می‌باشد (۲۶)، مقایسه گردید.

در مطالعه Jermak و همکاران برای تعیین سیانید آزاد با استفاده از روش HS-SDME، RSD در دو سطح غلظت ۴/۳ و ۶/۸ درصد محاسبه شد که تکرارپذیری قابل قبولی را گزارش کرد (۲۷).

www.mui.ac.ir
[Downloaded from hsr.mui.ac.ir on 2026-11-20]
[DOI: 10.22122/jhsr.v13i4.2776]

جدول ۲. انحراف معیار اندازه‌گیری فرمالدئید با استفاده از روش Occupational Safety and Health Administration (OSHA)

میزان فرمالدئید سنتتیک نمونه (میکروگرم)	میزان فرمالدئید یافت شده نمونه (میکروگرم)	بازیافت (درصد)	انحراف معیار (درصد)
۲/۹۹	۲/۸۷	۹۶/۰	−۴/۰
۲/۹۹	۳/۰۳	۱۰۱/۳	+۱/۳
۲/۹۹	۲/۹۵	۹۸/۶	−۱/۴
۲/۹۹	۲/۸۸	۹۶/۳	−۳/۷
۲/۹۹	۳/۰۹	۱۰۳/۳	+۳/۳
۲/۹۹	۲/۸۳	۹۴/۶	−۵/۴

در مطالعه Fiamegos و Stalikas جهت آنالیز و ارزیابی آزمایشگاهی روش HS-SDME برای استخراج آلدئیدها، انحراف معیار برای فرمالدئید ۴/۹ درصد و برای هگزانال ۳/۴ درصد به دست آمد (۱۹). سراجی و بخشی در پژوهش خود از روش HS-SDME به دنبال مشتق‌سازی در سرنگ و تشخیص GC-MS برای تعیین فنول‌ها در آب استفاده کردند و مقدار RSD را بین ۱۱/۴–۴/۸ درصد محاسبه نمودند (۱۶).

بازده استخراج روش HS-SDME برای چهار غلظت ۰/۱، ۰/۵، ۱ و ۲ میکروگرم بر میلی‌لیتر محاسبه گردید و میانگین بازده استخراج ۹۵/۹۳ به دست آمد که این روش از نظر بازده استخراج با روش OSHA (جدول ۲) با بازیافت ۹۴/۶ تا ۱۰۳/۳ درصد قابل مقایسه است (۲۶). جهت تعیین صحت روش HS-SDME، نتایج حاصل از این روش با مقادیر به دست آمده از روش استاندارد NIOSH ۳۵۰۰ مقایسه گردید. میانگین اختلاف مقدار دو روش ۲۰/۴ درصد بود که از ۲۵ درصد کمتر است. بنابراین، روش HS-SDME دارای صحت می‌باشد. در مطالعه Jermak و همکاران جهت تعیین سیانید آزاد با استفاده از روش HS-SDME، درصد بازیافت بین ۱۰۵/۶–۹۱/۷ درصد بود که نشان دهنده صحت این روش می‌باشد (۲۷).

نتیجه‌گیری

مطالعه حاضر با هدف کاربرد آزمایشگاهی روش HS-SDME جهت ارزیابی نمونه‌های فرمالدئید انجام گرفت و میزان فرمالدئید با دو روش NIOSH ۳۵۰۰ و HS-SDME تعیین شد. همچنین، جهت بررسی صحت روش HS-SDME، نتایج دو روش مورد مقایسه قرار گرفت. میزان تکرارپذیری و بازده استخراج روش HS-SDME با روش OSHA قابل مقایسه می‌باشد. روش HS-SDME طبق تعریف NIOSH با معیار ۲۵ ± صحت لازم را دارد، اما روش HS-SDME نیازمند مطالعه و بررسی با شاخص‌ها و متغیرهای متعدد بر روی ترکیبات فرار دیگر مانند فرمالدئید می‌باشد.

تشکر و قدردانی

پژوهش حاضر برگرفته از طرح تحقیقاتی به شماره ۳۹۳۳۰۲ می‌باشد. بدین وسیله از معاونت پژوهش و فن‌آوری دانشگاه علوم پزشکی اصفهان به جهت حمایت در انجام این تحقیق، تشکر و قدردانی به عمل می‌آید.

References

1. Fagnani E, Melios CB, Pezza L, Pezza HR. Chromotropic acid-formaldehyde reaction in strongly acidic media. The role of dissolved oxygen and replacement of concentrated sulphuric acid. Talanta 2003; 60(1): 171-6.
2. Coggon D, Harris EC, Poole J, Palmer KT. Extended follow-up of a cohort of British chemical workers exposed to formaldehyde. J Natl Cancer Inst 2003; 95(21): 1608-15.
3. Hope CK, Griffiths DA, Prior DM. Finding an alternative to formalin for sterilization of extracted teeth for teaching purposes. J Dent Educ 2013; 77(1): 68-71.
4. Zhang L, Steinmaus C, Eastmond DA, Xin XK, Smith MT. Formaldehyde exposure and leukemia: A new meta-analysis and potential mechanisms. Mutat Res 2009; 681(2-3): 150-68.
5. Cogliano VJ, Grosse Y, Baan RA, Straif K, Secretan MB, El Ghissassi F. Meeting report: Summary of IARC monographs on formaldehyde, 2-butoxyethanol, and 1-tert-butoxy-2-propanol. Environ Health Perspect 2005; 113(9): 1205-8.
6. Bosetti C, McLaughlin JK, Tarone RE, Pira E, La Vecchia C. Formaldehyde and cancer risk: A quantitative review of cohort studies through 2006. Ann Oncol 2008; 19(1): 29-43.
7. Ochs Sde M, Grotz Lde O, Factorine LS, Rodrigues MR, Pereira Netto AD. Occupational exposure to formaldehyde in an institute of morphology in Brazil: A comparison of area and personal sampling. Environ Sci Pollut Res Int 2011; 19(7): 2813-9.
8. National Institute for Occupational Safety and Health**.** Formaldehyde: Method 3500 [Online]. [cited 1994]; Available from: URL: https://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/3500.pdf
9. Dar A, Shafique U, Anwar J, Zaman W, Naseer A. A simple spot test quantification method to determine formaldehyde in aqueous samples. J Saudi Chem Soc 2016; 20(Supplement 1): S352-S356.
10. Gasparini F, Weinert PL, Lima LS, Pezza L, Pezza HR. A simple and green analytical method for the determination of formaldehyde. J Braz Chem Soc 2008; 19(8): 1531-7.
11. Hyotylainen T, Riekkola ML. Sorbent- and liquid-phase microextraction techniques and membrane-assisted extraction in combination with gas chromatographic analysis: A review. Anal Chim Acta 2008; 614(1): 27-37.
12. Sarafraz-Yazdi A, Amiri A. Liquid-phase microextraction. Trends Analyt Chem 2010; 29(1): 1-14.
13. Han D, Row KH. Trends in liquid-phase microextraction, and its application to environmental and biological samples. Mikrochim Acta 2012; 176(1-2): 1-22.

[Downloaded from hsr.mui.ac.ir on 2026-11-20]

[DOI: 10.22122/jhsr.v13i4.2776]

14. Dadfarnia S, Haji Shabani AM. Recent development in liquid phase microextraction for determination of trace level concentration of metals--a review. Anal Chim Acta 2010; 658(2): 107-19.
15. Xu L, Basheer C, Lee HK. Developments in single-drop microextraction. J Chromatogr A 2007; 1152(1-2): 184-92.
16. Saraji M, Bakhshi M. Determination of phenols in water samples by single-drop microextraction followed by in-syringe derivatization and gas chromatography-mass spectrometric detection. J Chromatogr A 2005; 1098(1-2): 30-6.
17. Przyjazny A, Kokosa JM. Analytical characteristics of the determination of benzene, toluene, ethylbenzene and xylenes in water by headspace solvent microextraction. J Chromatogr A 2002; 977(2): 143-53.
18. Hashemi M, Habibi A, Jahanshahi N. Determination of cyclamate in artificial sweeteners and beverages using headspace single-drop microextraction and gas chromatography flame-ionisation detection. Food Chem 2011; 124(3): 1258-63.
19. Fiamegos YC, Stalikas CD. Theoretical analysis and experimental evaluation of headspace in-drop derivatisation single-drop microextraction using aldehydes as model analytes. Anal Chim Acta 2007; 599(1): 76-83.
20. Cancho B, Ventura F, Galceran MT. Determination of aldehydes in drinking water using pentafluorobenzylhydroxylamine derivatization and solid-phase microextraction. J Chromatogr A 2002; 943(1): 1-13.
21. Nuhu AA, Basheer C, Saad B. Liquid-phase and dispersive liquid-liquid microextraction techniques with derivatization: Recent applications in bioanalysis. J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci 2011; 879(17-18): 1180-8.
22. Kennedy ER, Fischbach TJ, Song R, Eller PM, Shulman SA. Guidelines for Air Sampling and Analytical Method Development and Evaluation. Washington, DC: National Institute for Occupational Safety and Health; 1995.
23. Gigante AC, Gotardo MA, Tognolli JO, Pezza L, Pezza HR. Spectrophotometric determination of formaldehyde with chromotropic acid in phosphoric acid medium assisted by microwave oven. Microchem J 2004; 77(1): 47-51.
24. Ahmadi F, Assadi Y, Hosseini SM, Rezaee M. Determination of organophosphorus pesticides in water samples by single drop microextraction and gas chromatography-flame photometric detector. J Chromatogr A 2006; 1101(1-2): 307-12.
25. Xiao Q, Hu B, Yu C, Xia L, Jiang Z. Optimization of a single-drop microextraction procedure for the determination of organophosphorus pesticides in water and fruit juice with gas chromatography-flame photometric detection. Talanta 2006; 69(4): 848-55.
26. Occupational Safety Health Administration sampling and analytical method. Formaldehyde [Online]. [cited 2005]; Available from: URL: https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/mdt/mdt1007/1007.pdf
27. Jermak S, Pranaityte B, Padarauskas A. Headspace single-drop microextraction with in-drop derivatization and capillary electrophoretic determination for free cyanide analysis. Electrophoresis 2006; 27(22): 4538-44.

[Downloaded from hsr.mui.ac.ir on 2026-11-20]

[DOI: 10.22122/jhsr.v13i4.2776]

DOI: *10.22122/jhsr.v13i4.2776* *Published by Vesnu Publications*

Journal of Health System Research Received: 17.01.2016

Vol. 13, No. 4, Winter 2018 Accepted: 01.03.2016

The Introduction of Headspace-Single Drop Microextraction (HS-SDME) and Gas Chromatography (GC) Analysis for the Evaluation of Formaldehyde Synthetic Samples

Ziba Norouzi[1], Masoud Rismanchian[2], Somayeh Dadkhah-Tehrani[1], Hamidreza Pourzamani[3], Fariborz Momen-Beik[4]

Original Article

Abstract

Background: Regarding the widely usage of formaldehyde in industries and medical centers, its relatively high toxicity, and the importance of the sensitivity and accuracy synthesis process, this study aimed to investigate the feasibility of the experimental application of headspace single-drop microextraction (HS-SDME) in the preparation of formaldehyde contained samples via gas chromatography (GC) analysis, and using the most sensitive method of formaldehyde measurement recommended by National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH 3500) in synthetic samples.

Methods: To introduce HS-SDME and gas chromatography analysis for measuring formaldehyde, the required samples were prepared and analyzed with known concentrations using NIOSH 3500 as well as HS-SDME. Then, the results of the two methods were compared.

Findings: To evaluate the accuracy of HS-SDME, the results of the two methods were compared. Repeatability and the extraction efficiency of HS-SDME were comparable to the method of Occupational Safety and Health Administration (OSHA). Besides, HS-SDME was considered accurate in current study.

Conclusion: HS-SDME has acceptable precision and accuracy in experimental applications. The extraction efficiency of HS-SDME was comparable to OSHA method to measure formaldehyde concentration. HS-SDME, however, requires further studies and investigations to be certainly applied.

Keywords: Formaldehyde, Liquid phase microextraction, National Institute for Occupational Safety and Health (U.S.)

Citation: Norouzi Z, Rismanchian M, Dadkhah-Tehrani S, Pourzamani H, Momen-Beik F. **The Introduction of Headspace-Single Drop Microextraction (HS-SDME) and Gas Chromatography (GC) Analysis for the Evaluation of Formaldehyde Synthetic Samples.** J Health Syst Res 2018; 13(4): 497-502.

1- MSc Student, Student Research Committee AND Department of Occupational Health Engineering, School of Public Health, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran
2- Assistant Professor, Department of Occupational Health Engineering, School of Public Health, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran
3- Associate Professor, Department Environmental Health Engineering, School of Public Health, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran
4- Associate Professor, Department of Chemistry, School Sciences, University of Isfahan, Isfahan, Iran
Corresponding Author: Masoud Rismanchian, Email: rismanchian@hlth.mui.ac.ir

[Downloaded from hsr.mui.ac.ir on 2026-11-20]

[DOI: 10.22122/jhsr.v13i4.2776]