



## استخراج تولوئن و متیل اتیل کتون از نمونه‌های آبی به روش به‌دام‌اندازی توسط سوزن و جاذب سنتز شده بر پایه ترکیبات نانو

سارا کریمی زوردگانی<sup>۱</sup>، عبدالرحمن بهرامی<sup>۲</sup>، مسعود ریسمانچیان<sup>۳</sup>، فرشید قربانی شهنا<sup>۴</sup>

تاریخ پذیرش: ۹۴/۱۰/۱۳

تاریخ ویرایش: ۹۴/۰۷/۳۰

تاریخ دریافت: ۹۴/۰۲/۱۷

### چکیده

**زمینه و هدف:** امروزه روش‌های مختلفی برای بررسی و استخراج ترکیبات شیمیایی از نمونه‌های آبی تعریف شده است از جمله آن‌ها، روش‌های مبتنی بر استفاده از سوزن‌های پر شده با جاذب می‌باشد. با توجه به این‌که تاکنون روش عنوان شده با جاذب سنتز شده بر پایه نانولوله‌های کربنی تک دیواره و روش سل-ژل به منظور استخراج ترکیبات شیمیایی مانند تولوئن و متیل اتیل کتون از نمونه‌های آبی استفاده نشده بود تحقیق حاضر با این هدف انجام گرفت. **روش بررسی:** در این مطالعه از روش به‌دام‌اندازی توسط سوزن و جاذب سنتز شده با روش سل-ژل بر پایه نانولوله‌های کربنی تک دیواره استفاده گردید. استخراج تولوئن و متیل اتیل کتون از نمونه‌های آبی با روش عنوان شده به صورت پویا با جذب آنالیت از فضای فوقانی ویال انجام گرفت و شرایط بهینه از لحاظ دمای استخراج، زمان استخراج و افزودن نمک کلرید سدیم بررسی گردید و به منظور آنالیز نمونه‌های جمع‌آوری شده از دستگاه گاز کروماتوگراف مجهز به دتکتور یونی شعله‌ای استفاده گردید.

**یافته‌ها:** در این بررسی بهترین شرایط استخراج برای تولوئن در دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۶۰ دقیقه به دست آمد در حالی که برای متیل اتیل کتون بهترین سطح زیر پیک مربوط به دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۳۰ دقیقه می‌باشد. تکرارپذیری روش در بررسی شرایط بهینه استخراج برای تولوئن با سه مرتبه تکرار ۹٪ و برای متیل اتیل کتون ۱۴٪ تعیین گردید.

**نتیجه‌گیری:** نتایج نشان داد روش به‌دام‌اندازی توسط سوزن با جاذب سنتز شده بر پایه نانولوله‌های کربنی تک دیواره برای استخراج تولوئن و متیل اتیل کتون با غلظت کم از نمونه‌های آبی به خوبی پاسخگو بوده و تکرارپذیری مناسبی دارد. این روش مقرون به صرفه بوده و حداقل حلال در آن مورد استفاده قرار می‌گیرد. تجهیزات مورد استفاده در این روش حمل آسانی دارد و برای نمونه‌برداری در محیط‌های کار نیز قابل اجرا می‌باشد.

**کلیدواژه‌ها:** تولوئن، متیل اتیل کتون، به دام اندازی توسط سوزن، گاز کروماتوگراف، نانولوله‌های کربنی تک دیواره.

### مقدمه

استخراج فاز جامد (SPE) (Solid-Phase Extraction)، استخراج به روش سوکسله، ریز استخراج فاز جامد (SPME) (Solid-Phase microextraction)، استخراج با سیال فوق بحرانی (Supercritical Fluid Extraction) (SFE) و روش به‌دام‌اندازی توسط سوزن (NTD) (Needle Trap Device) [۴]. با توجه به انجام مطالعات کمتر در خصوص روش به‌دام‌اندازی توسط سوزن، در مطالعه حاضر این روش انتخاب گردید و مورد بررسی قرار گرفت. در معرفی این نوع روش، برخی مطالعات از سوزن‌هایی با سر پهن استفاده کرده و در نوعی از این وسیله فاز استخراج درون سوزنی که دارای سوراخ جانبی

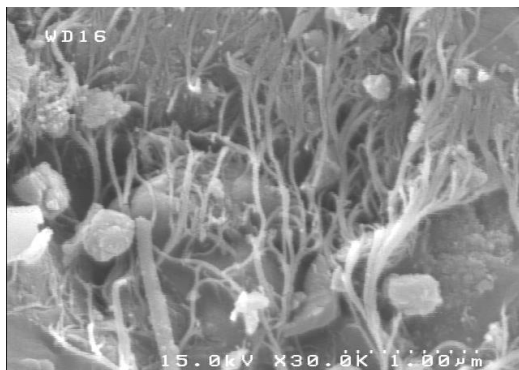
در بسیاری از مراحل آزمایشگاهی نمونه‌ها برای تزریق مستقیم به دستگاه‌های آنالیز مناسب نبوده و باید طی چند مرحله آماده‌سازی انجام شود [۱]. زمانی که آنالیت در محیط‌ها و ترکیبات پیچیده قرار گرفته باشد معمولاً نمونه برای انتقال مستقیم به دستگاه آنالیز مناسب نیست [۲]. همچنین گاهی نمونه در مقادیر ناچیز بوده که برای تجزیه مناسب نمی‌باشد بنابراین می‌توان گفت هدف از آماده سازی نمونه ایجاد آنالیت در شکل و غلظت مناسب برای آنالیز است [۳]. روش‌های مختلفی به منظور آماده سازی و جداسازی نمونه‌ها تعریف شده از جمله: استخراج مایع-مایع (LLE) (Liquid-Liquid Extraction)،

۱- دکترای بهداشت حرفه‌ای، استادیار گروه مهندسی بهداشت حرفه ای، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، اصفهان، ایران.

۲- (نویسنده مسئول) دکترای بهداشت حرفه‌ای، استاد، گروه مهندسی بهداشت حرفه ای، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی همدان، همدان، ایران. bahrami@umsha.ac.ir

۳- دکترای بهداشت حرفه‌ای، استادیار، گروه مهندسی بهداشت حرفه ای، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، اصفهان، ایران.

۴- دکترای بهداشت حرفه‌ای، دانشیار، گروه مهندسی بهداشت حرفه ای، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی همدان، همدان، ایران.



شکل ۱- تصویر SEM از نانوکامپوزیت سنتز شده

سیلوکسان (Darmstadt، آلمان)، پلی‌دی‌متیل‌سیلکسین، پشم‌شیشه، کلرید سدیم. سدیم‌دو دسیل بنزن سولفونات (Buchs، سوئیس)، تولوئن (خلوص ۹۹/۹۹٪، مرک). تجهیزات مورد استفاده شامل گاز کروماتوگراف (واریان ۳۸۰۰) مجهز به آشکارساز یونی شعله‌ای (GC-FID)<sup>۳</sup>، سوزن‌هایی برای قرار دادن جذب با اندازه ۲۰ (Kozan ژاپن)، ویال‌های ۲۰ میلی‌لیتری سپتوم‌دار، پمپ نمونه‌بردار فردی، گرم‌کن برقی و دماسنج می‌باشد. ساخت جذب و استخراج و آنالیز آنالیت‌ها: ابتدا نانولوله‌های کربنی تک دیواره در ویال‌های کوچکی قرار گرفت و در مرحله اول سدیم‌دو دسیل بنزن سولفونات ۵٪ به آن اضافه گردید و در دستگاه التراسونیک به مدت ۱۵ دقیقه قرار گرفت. در مراحل بعدی تترامتیل‌ارتوسیلیکات و پلی‌متیل‌هیدروژن سیلوکسان به محتوی ویال‌ها اضافه گردید و نهایتاً تری فلورو استیک اسید افزوده شد. پس از آن سانتریفیوژ در ۴۰۰۰ rpm انجام گرفت و ترکیب به دست آمده در دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد در آن قرار گرفت تا پودر مورد نظر به دست آید پودر به دست آمده پس از مش بندی (۴۰-۵۰) درون سوزن‌هایی قرار داده شد و از پشم‌شیشه خالص به عنوان نگه‌دارنده در دو طرف جذب استفاده گردید [۸-۹]. در این تحقیق تصویر نانو کامپوزیت سنتز شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)<sup>۴</sup> تهیه گردید (شکل ۱). محلول‌های استاندارد از ترکیبات مورد نظر با غلظت ۱۰۰۰ μg/ml در

بود قرار گرفت و آنالیت از طریق عبور گاز از روی جذب درون سوزن استخراج گردید [۵]. در تحقیقات مختلف موادی به عنوان جذب تجاری درون سوزن‌ها مورد استفاده قرار گرفته است به عنوان نمونه یک لایه از کربوکسن یا چند لایه از دی وینیل بنزن، پلی‌متیل سیلکسین و کربوکسن [۵]، اما در این مطالعه از جاذبی بر پایه نانولوله‌های کربنی تک دیواره (SWCNT)<sup>۱</sup> استفاده گردید که با تکنیک سل-ژل ساخته شده بود. نانولوله‌های کربنی تک دیواره می‌توانند به طور بالقوه در ساختارهای کامپوزیتی مورد استفاده قرار گیرند [۶] و دارای خصوصیات فیزیکی- شیمیایی برجسته‌ای بوده، محکم، مقاوم و هادی الکتریسیته می‌باشند [۷].

با توجه به این که در اکثر محیط‌های کاری به خصوص صنایع از ترکیبات شیمیایی متعددی استفاده می‌شود که اهم آن‌ها در گروه ترکیبات آلی فرار و نیمه فرار بوده لذا در این مطالعه دو ترکیب سمی و فرار متیل‌اتیل کتون (MEK)<sup>۲</sup> و تولوئن مورد بررسی قرار گرفت. علت انتخاب این دو ترکیب این است که تاکنون تحقیقی برای بررسی تولوئن به روش NTD با جذب سنتز شده بر پایه نانولوله‌های کربنی تک دیواره جهت استخراج از نمونه‌های آبی انجام نشده و همچنین به طور کلی تحقیقی برای بررسی متیل‌اتیل کتون با این تکنیک صورت نگرفته است، لذا در این مطالعه از روش NTD و جذب سنتز شده به روش سل-ژل بر پایه نانولوله‌های کربنی تک دیواره جهت بررسی مقادیر ناچیز این آلاینده‌ها در نمونه‌های آبی استفاده گردید.

### روش بررسی

مواد و ترکیبات شیمیایی مورد استفاده در این تحقیق عبارت‌اند از: متیل‌اتیل کتون (۹۹/۶٪، مرک)، متانول (۹۹/۹۹٪ کروماتوگرافی، مرک)، نانولوله‌های کربنی تک دیواره با گروه هیدروکسیل با خلوص بالای ۹۰٪ (Chinese Academy of Sciences)، تری فلورو استیک اسید، تترامتیل‌ارتوسیلیکات، پلی‌متیل‌هیدروژن-

<sup>۳</sup>G as Ghromatograph-Flame Ionization Detector

<sup>۴</sup>. Scanning Electron Microscope

<sup>۱</sup>. Singe Wall Carbon Nanotubes

<sup>۲</sup>. Methyl Ethyl Ketone

تسریع فرایند انتشار آنالیت به فضای فوقانی و بال می‌شد. پس از استخراج آنالیت‌های موردنظر، آنالیز با دستگاه گاز کروماتوگراف و آشکارساز یونی شعله‌ای با فرایند بازیافت حرارتی انجام شد.

در فرایند بازیافت حرارتی دمای آشکارساز و محل تزریق نمونه به ترتیب ۲۷۵ و ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تنظیم شد و برای ستون برنامه‌ریزی دمایی با دمای اولیه ۴۰ درجه سانتی‌گراد، نرخ  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  و دمای نهایی ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد تعریف گردید.

### یافته‌ها

در این تحقیق شرایط بهینه استخراج تولوئن و متیل اتیل کتون در دماها و زمان‌های استخراج مختلف در شرایط استفاده و عدم استفاده از نمک بررسی گردید و در جدول ۱ نشان داده شده است.

همچنین انحراف معیار نسبی (RSD%)<sup>۵</sup> در استخراج آنالیت‌ها در شرایط مختلف با سه بار تکرار بررسی گردید (جدول ۲). مقادیر حد تشخیص کمی (LOD)<sup>۶</sup> و حد

حلال متانول تهیه‌شده و استخراج آنالیت‌های موردنظر از محلول‌های آبی با حجم ۱۰ ml با غلظت  $25\mu\text{g}/\text{ml}$  در دماهای ۳۰-۵۰ و ۷۰ درجه سانتی‌گراد در زمان‌های ۳۰ و ۶۰ دقیقه انجام گرفت زیرا در تحقیق اولیه (بخش پیش‌آزمون) دماها و زمان‌های کمتر و بیشتر از حدود عنوان شده مورد بررسی قرار گرفت و نتایج مطلوبی نداشت و بعضاً منجر به از بین رفتن جاذب می‌شد. برای بررسی تأثیر نمک بر استخراج آلاینده از نمک کلرید سدیم استفاده شد و آنالیز در شرایطی که نمک به محلول‌ها اضافه شده بود نیز صورت گرفت. به منظور استخراج آنالیت‌ها از نمونه آبی، نمونه‌برداری از بخارات فضای فوقانی و بال انجام گرفت، بدین صورت که سوزن حاوی جاذب در فضای فوقانی و بال و یک سوزن خالی درون مایع قرار داده شد. با اتصال سوزن حاوی جاذب به پمپ نمونه‌بردار فردی جریانی از بخارات قسمت فوقانی و بال به روی جاذب درون سوزن برقرار گردید به طوری که دبی عبوری از جاذب برابر با  $1/4\text{ml}/\text{min}$  بوده و استخراج به صوت دینامیک انجام گرفت که منجر به

جدول ۱- شرایط بهینه استخراج تولوئن و متیل اتیل کتون از محلول‌های آبی با غلظت  $25\mu\text{g}/\text{ml}$

ماده	دمای بهینه استخراج (درجه سانتی‌گراد)		زمان بهینه استخراج (دقیقه)		اثر نمک (کلرید سدیم)
تولوئن	۳۰	۵۰	۶۰	۳۰	استفاده
متیل اتیل کتون		*	*	*	عدم استفاده

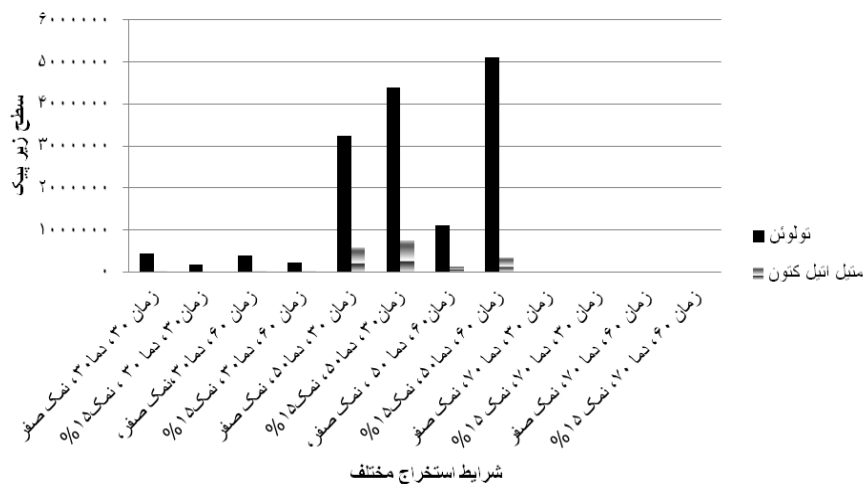
\* بیانگر شرایط بهینه در خصوص دو ماده مورد بررسی است (در خصوص تولوئن دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد، زمان ۶۰ دقیقه و استفاده از نمک بیانگر شرایط بهینه است و در خصوص متیل اتیل کتون دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد، زمان ۳۰ دقیقه در شرایط استفاده از نمک بیانگر شرایط بهینه می‌باشد).

جدول ۲- درصد انحراف معیار نسبی (RSD%) در استخراج آنالیت‌ها با شرایط استخراج مختلف در غلظت  $25\mu\text{g}/\text{ml}$  ( $n=3$ )

ماده	RSD% (شرایط بهینه استخراج)	دامنه RSD% (در شرایط استخراج مختلف)
تولوئن	۹	۰/۸-۱۲/۶
متیل اتیل کتون	۱۴	۰/۷-۱۴

جدول ۳- مقادیر حد تشخیص کمی (LOD) و حد تشخیص کیفی LOQ

ماده	LOD ( $\mu\text{g}/\text{l}$ )	LOQ ( $\mu\text{g}/\text{l}$ )
تولوئن	۰/۰۰۱۲	۰/۰۰۴
متیل اتیل کتون	۰/۰۰۲۷	۰/۰۰۸۹



نمودار ۱- شرایط مختلف استخراج تولوئن و متیل اتیل کتون از نمونه‌های آبی

فضای فوقانی ویال افزایش یافته اما در دماهای بالاتر به علت تبخیر آب و مرطوب شدن جاذب، عملکرد ضعیف‌تر شده است. در تحقیقات مختلف عنوان شده که نمک منجر به افزایش قدرت یونی محلول آبی می‌شود و بر حالیت ترکیبات آلی تأثیر گذار است [۱۱]. همچنین می‌توان گفت نمک در نمونه آبی منجر به کاهش قابلیت انحلال ترکیبات فرار آلی در ماتریکس نمونه شده و انتشار آن را به فضای فوقانی ویال بهبود می‌بخشد [۱۲] از این رو در این مطالعه تأثیر نمک بر استخراج آنالیت‌ها مورد بررسی قرار گرفت. زمان نیز از عوامل مهم در استخراج بوده زیرا در زمان‌های کم، استخراج آنالیت و انتشار آن به فضای فوقانی ویال کاهش یافته و جذب کمتری صورت می‌گیرد [۱۱]. تأثیر سه متغیر دما، زمان و نمک کلرید سدیم بر استخراج آنالیت‌ها در جدول ۱ آورده شده است، به طوری که دمای استخراج برای هر دو ماده مورد بررسی ۵۰ درجه سانتی‌گراد تعیین گردید و شرایط استخراج با افزودن نمک در هر دو مورد بهتر بوده است. در مورد زمان استخراج دو ترکیب مورد بررسی تفاوتی مشاهده گردید بدین صورت که تولوئن در ۶۰ دقیقه و متیل اتیل کتون در ۳۰ دقیقه استخراج، شرایط بهتری را نشان دادند. می‌توان گفت متیل اتیل کتون نقطه جوش بسیار کمتری نسبت به تولوئن داشته و انتشار آن به

تشخیص کیفی (LOQ)<sup>۷</sup> نیز مطابق با دستورالعمل NIOSH<sup>۸</sup> به دست آمد. در این دستورالعمل حد تشخیص کمی به صورت سه برابر انحراف معیار نویزها در دستگاه آنالیز تعریف شده است و حد تشخیص کیفی با استفاده از فرمول قابل محاسبه می‌باشد [۱۰]:

$$LOQ=3033LOD$$

نتایج مربوط به این دو پارامتر در جدول ۳ آورده شده است.

برای تولوئن و متیل اتیل کتون شرایط استخراج مختلف مورد بررسی قرار گرفت و سطح زیر پیک در تمامی حالات ثبت گردید که در نمودار شماره ۱ ترسیم شده است.

### بحث و نتیجه‌گیری

دما بر جداسازی در فاز گاز-مایع و فاز گاز-جامد مؤثر است و عاملی تأثیرگذار بر استخراج نمونه می‌باشد [۱۱] به همین دلیل از جمله عوامل مورد بررسی در این تحقیق بوده که با توجه به فرار بودن ترکیبات مورد بررسی، با افزایش دما به ۵۰ درجه سانتی‌گراد انتشار آنالیت به

7. Limit of quantitation

8. National Institute of Occupational Safety and Health

گرفت که حد تشخیص برآورد شده حداقل  $0.5 \mu\text{g/l}$  به دست آمد [۱۶].

نتایج تحقیق حاضر بیانگر این بود که روش NTD با جذب سنتز شده بر پایه نانولوله‌های کربنی تک دیواره توانایی استخراج ترکیبات شیمیایی با غلظت‌های کم از نمونه‌های آبی را دارد، حداقل حلال در آن استفاده شده و تکرارپذیری داشته است. همچنین استفاده از جذب سنتز در این تحقیق با توجه به مقدار سنتز شده امکان بررسی شرایط مختلف آزمایشگاهی را مقدور می‌سازد که می‌تواند در سایر مطالعات با اهداف دیگر به کار برده شود. به‌طور کلی در این تحقیق استخراج تولون نسبت به متیل‌اتیل‌کتون از نمونه‌های آبی بهتر انجام شده زیرا نقطه جوش متیل‌اتیل‌کتون به حلال متانول نزدیک می‌باشد و فراریت بسیار بالایی دارد که در آنالیز با دستگاه گاز کروماتوگراف مشکلاتی ایجاد می‌کند. در این تحقیق با توجه به غلظت کم نمونه‌های تهیه شده و همچنین با توجه به این که نمونه‌برداری از بخارات فضای فوقانی ویال صورت می‌گرفت، با تزریق نمونه‌های متعدد به دستگاه آنالیز موردنظر مشکل پیک‌های اضافه و باقی ماندن نمونه در تزریق‌های بعدی وجود نداشت. همچنین مقایسه روش استخراج معرفی شده با سایر روش‌های بررسی شده در برخی مطالعات نشان دهنده این بود که تکرارپذیری و حد تشخیص به دست آمده در این روش در حد مطلوبی می‌باشد.

### منابع

1. Somenath M. Sample preparation techniques in analytical chemistry. New Jersey: John Wiley & Sons; 2003.
2. Altun Z. New technique for sample preparation in analytical chemistry: karlstad university; 2005.
3. Wang Y. Sample preparation/concentration for trace analysis in GC/MS (A study of solid phase microextraction and headspace sampling). blacksburg, virginia 1997.
4. Wells MJM. Principles of extraction and the extraction of semivolatiles from liquids: John Wiley & Sons; 2003.
5. Risticvic S, H.Niri V, Vuckovic D, Janusz P.

فضای فوقانی ویال با سهولت بیشتر و در زمان کوتاه‌تری اتفاق می‌افتد. در این تحقیق تکرارپذیری استخراج دو آنالیت نیز مورد بررسی قرار گرفت که در جدول ۲ به آن اشاره شده است، تکرارپذیری در شرایط بهینه با سه مرتبه تکرار برای تولون برابر با ۹٪ به دست آمد. در تحقیقی که در سال ۲۰۰۸ توسط Helena Jurda'kova انجام شد از سوزن پر شده با جذب تجاری کربوپک X استفاده گردید و میزان RSD% برای تولون برابر با ۸/۸٪ به دست آمد [۱۳].

در خصوص متیل‌اتیل‌کتون نیز تکرارپذیری مناسب بوده اما تحقیقی به بررسی این ماده با تکنیک NTD انجام نشده و مقایسه‌ای یافت نشد. در تحقیقی که توسط Alonso و همکارانش در سال ۲۰۱۱ انجام شد از جذب Tenax TA و کربوکسن ۱۰۰۰ استفاده گردید، میزان LOD ( $\mu\text{g/l}$ ) برای تولون برابر با ۰/۲۲ و میزان LOQ ( $\mu\text{g/l}$ ) برابر با ۰/۸۳ به دست آمد [۱۴] در حالی که برای متیل‌اتیل‌کتون در این مورد نیز مقایسه‌ای یافت نشد.

در نمودار ۱ سطح زیر پیک در شرایط مختلف استخراج دو ماده مورد نظر ترسیم شده است همان‌طور که از نمودار پیداست در استخراج تولون سطح زیر پیک در شرایط مختلف بیشتر از متیل‌اتیل‌کتون بوده است و استخراج این ماده از نمونه‌های آبی با روش به‌دام اندازی توسط سوزن و جذب سنتز شده با سهولت بیشتری انجام صورت گرفته است.

در مقایسه روش به‌دام‌اندازی توسط سوزن با سایر مطالعات تحقیقی در سال ۲۰۰۳ به منظور تعیین بنزن، تولون، اتیل بنزن و گزین در نمونه‌های آب انجام گرفت و نمونه‌برداری به روش استخراج فاز جامد (SPE)<sup>۹</sup> و آنالیز با دستگاه GC-FID انجام شد و نتایج حاکی از این بود که در غلظت  $0.234 \mu\text{g/ml}$  از تولون میزان RSD برابر با ۱۴/۳٪ بوده است [۱۵]. در مطالعه دیگری از روش ریز استخراج فاز جامد (SPME)<sup>۱۰</sup> و آنالیز با GC-FID جهت تعیین تولون و گزین در نمونه ادرار انجام

<sup>۹</sup> . Solid-Phase Extraction

<sup>۱۰</sup> . Solid-Phase Microextraction



- N, Kitamado T. Method for Analyzing Urinary Toluene and Xylene by Solid-Phase Microextraction (SPME), and Its Application to Workers Using Organic Solvents. *ull Environ Contam Toxicol.* 1999;62:109-16.
- recent development in solid-phase microextraction *Anal Bioanal Chem.* 2009;393:781-95.
6. O'Connell MJ. carbon nanotubes properties and applications. *california: taylor & francis group, LLC;* 2006.
7. Nanomaterials and workplace health & safety what are the issue for workers? *Europen trace union institiute: castillo AMPD;* 2013.
8. Heidari M, Bahrami AR, Ghiasvand AR, Ghorbani Shahna F, Soltanian AR. A novel needle trap device with single wall carbon nanotubes sol-gel sorbent packed for sampling and analysis of volatile organohalogen compounds in air *Talanta.* 2012; 101:314-21.
9. Karimi Zeverdegani S, Bahrami AR, Rismanchian M, Shahna FG. Analysis of xylene in aqueous media using needle-trap microextraction with a carbon nanotube sorbent. *Journal of Separation Science.* 2014;37(14):1850-5.
10. Kenedy ER, Fischbach TJ, Song R, Eller PM, Shulman AS. guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation: *DDHS(NIOSH);* 1995.
11. Bagheri H, Ayazi Z, Aghakhani A. A novel needle trap sorbent based on carbon nanotube-sol-gel for microextraction of polycyclic aromatic hydrocarbons from aquatic media. *Analytical Chemica Acta.* 2011;683(2):212-20.
12. A technical guide for static headspace analysis using GC: *USA: Restek coporation* 2000.
13. Jurdáková H, Kubineca R, Jurčičinová M, Krkošová Ž, Blaško J, Ostrovský I, et al. Gas chromatography analysis of benzene, toluene, ethylbenzene and xylenes using newly designed needle trap device in aqueous samples. *Journal of chromatography A.* 2008;1194(2):161-4.
14. Alonso M, Cerdan L, Godayol A, Anticó E, Sanchez JM. headspace needle trap analysis of priority volatile organic compounds from aqueous samples: application to the analysis of natural and waste waters. *Journal of chromatography A.* 2011;1218:8131-9.
15. Mottaleb MA, Abedin MZ, Islam MS. Determiation of Benzene, Toluene, Ethylbenzene and Xylene in River Water by Solid-Phase Extraction and Gas Chromatography. *Analytical sciences* 2003;19.
16. Asakawa F, Jitsunari F, Choi J, Suna S, Takeda

## Extraction of toluene and methyl ethyl ketone from aquatic samples with NTD technique and nano sorb

Sara Karimi Zeverdegani<sup>1</sup>, Abdulrahman Bahrami<sup>2</sup>, Masoud Rismanchian<sup>3</sup>  
Farshid Ghorbani Shahna<sup>4</sup>

Received: 2015/05/07

Revised: 2015/10/22

Accepted: 2016/01/03

### Abstract

**Background and aims:** Nowadays, various techniques have been introduced for extraction of chemical compounds from aquatic samples, for examples techniques based on the use of needles that were packed with some sorbents. However, no synthesis sorbent study based on single-walled carbon nanotubes (SWCNT) and sol-gel techniques for the extraction of toluene and methyl ethyl ketone from aquatic samples has been performed so far. This study was aimed to use that technique.

**Methods:** In this study, needles that were packed with single wall carbon nanotubes sorbent used for extraction of toluene and methyl ethyl ketone from aquatic samples and optimal extraction conditions (time - temperature extraction and the effect of salt) were studied. Samples collected were analyzed with gas chromatograph-flame ionization detector.

**Results:** The best conditions for the extraction of toluene were at 50°C, 60 min, while for methyl ethyl ketone 50°C, 30 minutes. Reproducibility of extractions for toluene and methyl ethyl ketone was 9% and 14%, respectively.

**Conclusion:** Results showed that needle trap device (NTD) technique has good performance in toluene and methyl ethyl ketone extraction with low concentrations in aquatic media. NTD with SWCNT is sensitive, simple, uses less solvent and is inexpensive. Equipment used in this technique is easy to carry out in the workplace.

**Keywords:** Toluene, Methyl Ethyl Ketone, Needle trap device (NTD), Gas Chromatograph, Single wall carbon nanotubes (SWCNT)

1. Department of Occupational Health, School of Public Health, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran.

2. (**Corresponding author**) Department of Occupational health, School of Public Health, Hamadan University of Medical Sciences, Hamadan, Iran. bahrami@umsha.ac.ir

3. Department of Occupational Health, School of Public Health, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran.

4. Department of Occupational Health, School of Public Health, Hamadan University of Medical Sciences, Hamadan, Iran.