

بِسْمِ اللّٰهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِيْمِ



مدیریت تحصیلات تکمیلی
دانشکده علوم پایه
گروه شیمی

پایان نامه جهت اخذ درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی تجزیه

استخراج متیلنبلو از نمونه‌های آبی توسط خاک اره
به روش فاز جامد

استاد راهنما :
دکتر مصطفی خواجه

استاد مشاور:
دکتر علی سرافراز بزدی

تهییه و تدوین :
زهرابامری

چکیده

هدف از این پژوهش، استفاده از یک جاذب ارزان قیمت و سازگار با محیط زیست و با فراوانی زیاد برای حذف متیلن بلو از نمونه های آبی است. جهت تعیین متیلن بلو از استخراج با فاز جامد خاک اره همراه با روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا استفاده شد. در این مطالعه، برای توصیف عملکرد روش استخراج با فاز جامد خاک اره در شرایط عملیاتی مختلف، مدل شبکه عصبی مصنوعی ساخته شده است. pH، زمان، مقدار خاک اره و دما متغیرهای ورودی و درصد استخراج MB خروجی شبکه است. پس از آن شرایط عملیاتی بهینه با استفاده از روش الگوریتم ژنتیک تعیین شد. تحت شرایط بهینه، حد تشخیص و انحراف استاندارد نسبی $0.67 \mu\text{g L}^{-1}$ و $< 2/4\%$ بودند. این روش برای تعیین و حذف متیلن بلو از نمونه های آب مورد استفاده قرار گرفت.

کلمات کلیدی: متیلن بلو، استخراج با فاز جامد، خاک اره، نمونه های آبی، شبکه عصبی مصنوعی، الگوریتم ژنتیک.

صفحه

عنوان

۱	فصل اول : مقدمه
۲	۱-۱- مقدمه .
۲	۲-۱- متیلن بلو
۳	۲-۲-۱- کاربردهای متیلن بلو
۴	۲-۲-۱- عوارض جانبی متیلن بلو
۵	۳-۱- ضرورت حذف متیلن بلو از آب
۵	۴-۱- روش‌های استخراج .
۵	۴-۱-۱- دسته بندی روش‌های استخراج ..
۷	۴-۱-۲- روش‌های استخراج کامل.....
۸	۴-۱-۳- روش‌های استخراج غیر کامل
۸	۴-۱-۴- استخراج با فاز جاذب
۹	۴-۱-۵- استخراج با فاز جامد
۹	۴-۱-۵-۱- تاریخچه استخراج با فاز جامد
۱۰	۴-۱-۵-۲- مراحل انجام استخراج با فاز جامد
۱۱	۴-۱-۵-۳- استخراج فاز جامد با جاذبهای ارزان قیمت
۱۴	۶-۱- شبکه‌های عصبی مصنوعی
۱۶	۶-۱-۱- توابع محرک
۱۷	۶-۱-۱-۱- تابع محرک خطی
۱۸	۶-۱-۲- تابع محرک لگاریتمی سیگموئیدی
۱۹	۶-۱-۲-۱- معماری و اساس قاعده‌ی یادگیری
۲۰	۶-۱-۳- پرسپترون چند لایه
۲۲	۶-۱-۴- شبکه عصبی پیشرو
۲۲	۶-۱-۵- الگوریتم‌های آموزش شبکه‌های عصبی مصنوعی
۲۳	۶-۱-۶- الگوریتم لونبرگ مارکوارت
۲۴	۶-۱-۷- تعیین سایر مشخصات شبکه عصبی طراحی شده
۲۴	۶-۱-۸- انواع داده‌های مورد استفاده در شبکه عصبی
۲۵	۶-۱-۹- الگوریتم ژنتیک
۲۵	۷-۱-۱- ساختار الگوریتم‌های ژنتیکی
۲۵	۷-۱-۱-۱- کروموزوم

صفحه	عنوان
۲۵	- جمعیت ۱-۷-۲
۲۶	- تابع برازنده ۱-۷-۳
۲۶	- عملگرهای الگوریتم ژنتیک ۱-۷-۴
۲۶	- عملگر انتخاب ۱-۷-۴-۱
۲۶	- عملگر تقاطع ۱-۷-۴-۲
۲۷	- عملگر جهش ۱-۷-۴-۳
۲۸	- شرط پایان الگوریتم ۱-۷-۲
 فصل دوم: مروری بر مطالعات انجام شده	
۲۹	- مقدمه ۲-۱
۳۰	- مروری بر مطالعات انجام شده در مورد روش استخراج با فاز جام ۲-۲
۳۰	- مروری بر روش‌های حذف متیلن بلو با استفاده از جاذب‌های ارزان قیمت ۲-۳
۳۳	- مروری بر مطالعات انجام شده با استفاده از جاذب ارزان قیمت خاک اره ۲-۴
۳۵	- مروری بر مطالعات انجام شده با مدل شبکه عصبی مصنوعی ۲-۵
 فصل سوم: مواد و روش‌ها	
۳۸	- مقدمه ۳-۱
۳۹	- وسایل و تجهیزات مورد استفاده ۳-۲
۳۹	- مواد شیمیائی ۳-۳
۴۰	- عمل آوری خاک اره با NaOH و H_2SO_4 ۴-۴
۴۰	- فرآیند استخراج ۴-۵
۴۲	- مدل ANN ۶-۴
۴۵	- الگوریتم ژنتیک (GA) ۷-۷
۴۷	 فصل چهارم: نتایج و بحث
۴۸	- مقدمه ۴-۱
۴۸	- بهینه سازی pH ۱-۱-۱
۴۹	- بهینه سازی مقدار جاذب ۱-۱-۲

۴۹.....	۳-۱-۳- بهینه سازی زمان استخراج
۵۰.....	۴-۱-۴- بهینه سازی دمای استخراج
۵۱.....	۴-۲- بهینه سازی استخراج فاز جامد خاک اره
۵۱.....	۴-۲-۱- مدل سازی پیش بینی کننده با استفاده از ANN
۵۸.....	۴-۲-۲- بهینه سازی بر اساس GA
۵۸.....	۴-۳- آنالیز حساسیت
۶۰.....	۴-۴- ارزیابی روش
۶۱.....	۴-۱-۴- منحنی کالیبراسیون
۶۱.....	۴-۲-۴- حد تشخیص
۶۱.....	۴-۳-۴- حجم حد
۶۲.....	۴-۴-۴- فاکتور تغییر
۶۲.....	۴-۵- آنالیز نمونه های واقعی
۶۳.....	نتیجه گیری
۶۴.....	پیشنهاد
۶۵.....	منابع

فهرست جدول‌ها

عنوان جدول	صفحه
جدول ۱-۱. خصوصیات فیزیکی و شیمیایی متیلن بلو.	۳
جدول ۲-۱. انواع توابع محرک.	۱۶
جدول ۴-۱. داده‌های آزمایشی استفاده شده برای مدل ANN	۵۲
جدول ۴-۲. معیارهای آماری برای ارزیابی مدل ANN	۵۷
جدول ۴-۳. ارزیابی عملکرد اثرات متقابل متغیرهای ورودی برای الگوریتم LM	۵۹
جدول ۵. تعیین متیلن بلو در نمونه‌های آب ($N=3$)	۶۳

فهرست شکل‌ها

صفحه	عنوان شکل
۳	شکل ۱-۱. متیلن بلو.....
۶	شکل ۱-۲. دسته بندی روش‌های استخراج.....
۱۴	شکل ۱-۳. مدل نرون تک ورودی.....
۱۸	شکل ۱-۴.تابع محرك خطى.....
۱۹	شکل ۱-۵.تابع محرك لگاریتمی زیگموئیدی.....
۲۰	شکل ۱-۶. ساختار شبکه MLP.....
۲۸	شکل ۱-۷. یک کروموزوم قبل و بعد از اعمال عملگر جهش
۴۱	شکل ۱-۸. کروماتوگرام حاصل از متیلن بلو در ۶۶۸ نانومتر.....
۴۸	شکل ۱-۹. بهینه سازی pH استخراج.....
۴۹	شکل ۲-۱. اثر مقدار جاذب نانو خاک اره برای استخراج متیلن بلو.....
۵۰	شکل ۲-۲. اثر زمان تماس بر استخراج متیلن بلو.....
۵۰	شکل ۲-۳. اثر دما بر استخراج متیلن بلو.....
۵۴	شکل ۲-۴. توزیع زیر مجموعه داده‌های (a) آموزشی، (b) ارزیابی و (c) آزمایش.....
۵۶	شکل ۲-۵. ساختار ANN بهینه.....
۵۷	شکل ۲-۶. میانگین مربعات خطای آموزشی، ارزیابی و آزمایشی برای الگوریتم LM.....

فصل اول

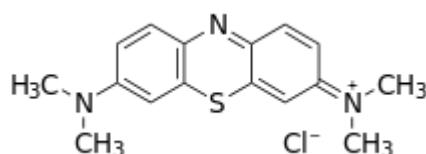
مقدمه

۱-۱- مقدمه

هر ساله میلیون‌ها تن رنگ از منابع مختلف مانند کارخانجات صنعتی، پلاستیک‌ها، چرم‌ها و منسوجات وارد فاضلاب‌ها می‌شوند و اندازه گیری و حذف این ترکیبات رنگی سنتزی بدليل سمیت آن‌ها در محیط زیست، ضروری می‌باشد (Srinivasa Reddy *et al.*, 2012; Papic *et al.*, 2004). امروزه تقریباً ۲۶۰۰۰ نوع رنگ در سراسر دنیا تولید می‌شود و با توجه به تنوع و آثار سوء ناشی از آن‌ها، مقررات زیست محیطی در بسیاری از کشورها رنگ زدایی از پساب‌های رنگی را قبل از تخلیه به محیط اجباری کرده‌اند (Zohra *et al.*, 2008). از میان بیش از یک میلیون تن رنگ تولیدی، سالیانه حدود ۲۸۰ هزار تن مواد رنگی در سراسر جهان بطور مستقیم به فاضلاب وارد می‌شود بنابراین دانستن نوع و مقدار این مواد در آب و حذف آن‌ها، بسیار مهم است (Hao *et al.*, 2000; Robert and Sanjeev, 2005). یکی از مهمترین رنگ‌های مورد استفاده در تمامی کارخانجات نساجی متیلن بلو است که به طور گسترده‌ای وارد پساب کارخانجات نساجی می‌شود.

۱-۲- متیلن بلو

متیلن بلو یک ترکیب شیمیایی هتروسیکل آروماتیک، با فرمول $C_{16}H_{18}N_3SCl$ می‌باشد. متیلن بلو دارای کاربردهای بسیاری در زمینه‌های مختلف از جمله زیست شناسی و شیمی است و در دمای اتاق به صورت یک ماده جامد، بی بو و به شکل پودر سبز تیره دیده می‌شود. فرم هیدراته‌ی آن دارای ۳ مولکول آب به ازای هر مولکول متیلن بلو می‌باشد (Yulia and Wei, 2008; Cenens and Schoonheydt, 1988). ساختار گسترده‌ی این ترکیب در شکل (۱-۱) آمده است.



شکل (۱-۱): ساختار متیلن بلو

این ماده اولین بار توسط شیمی دان آلمانی Paul Ehrlich برای رنگ آمیزی سلول‌های عصبی زنده به کار رفت (Schirmer *et al.*, 2003). خصوصیات فیزیکی و شیمیایی متیلن بلو در جدول ۱-۱ نشان داده شده است.

جدول (۱-۱): خصوصیات فیزیکی و شیمیایی متیلن بلو

منبع: (Galagan and Wei, 2008; Cenens and Schoonheydt, 1998)

ماکریمم طول موج جذبی	۶۶۸ nm
جرم مولی	۳۱۹/۸۵ gr.mol ^{-۱}
نقطه ذوب	۱۰۰-۱۱۰ °C
نقطه جوش	تخریب می‌شود
حلالیت در اتانول	۰/۰۱gr/۱۰ml
حلالیت در آب	۰/۹۴g/L

۱-۲-۱- کاربردهای متیلن بلو

همانطور که گفته شد متیلن از جمله ترکیبات رنگی پر کاربرد در صنعت نساجی است (Hao *et al.*, 2000; Robert and Sanjeev, 2005). علاوه بر این در زیست‌شناسی از این ترکیب برای رنگ آمیزی بافت‌ها استفاده می‌شود. در پزشکی و خدمات بهداشتی-درمانی، عنوان مهارکننده‌ی مونوآمینواکسیداز عمل می‌کند (Ramsay *et al.*, 2007). متیلن بلو در درمان بیماری‌های مختلف نیز

به کار گرفته شده است از جمله: مالاریا، افت فشار خون، مسمومیت با سیانید و مونواکسیدکربن، متهموگلوبینمی^۱، آلزایمر، بیماری دمانس(زوال عقل)، عفونت‌های باکتریایی و قارچی و انگلهای خارجی در ماهی‌های زینتی و پرورشی (Schirmer *et al.*, 2003; Medina DX, 2011; Atamna *et al.*, 2008; Adams *et al.*, 2007; Moldenhauer Brooks, 2009 تشخیص مناطق دارای پلاک دندان و نیز تشخیص فیستول^۲ در جراحی استفاده می‌شود (Patel and Niraj, 2009).

۱-۲-۲- عوارض جانبی

متیلن بلو به عنوان ماده‌ی سمی در نظر گرفته نمی‌شود، ولی در تماس بودن با این ترکیب باعث اثرات سوء در انسان می‌شود (Galagan and Wei, 2008). غلظت‌های بالای این ماده در تماس با چشم باعث زخم قرنیه و ملتحمه می‌شود، همچنین ایجاد کم خونی بر اثر تخریب گلbul‌های قرمز می‌گردد. دوزهای ۵۰۰ میلی گرم متیلن بلو باعث تهوع، سرگیجه، سردرد، تب، تغییر رنگ ادرار، تحریک مثانه، تغییر رنگ مدفوع، استفراغ، شکم درد و تعزیر می‌شود. از طرفی باعث افزایش بیلی روبین، کم خونی همولیتیک و نارسایی کلیه می‌شود. متیلن بلو یکی از مهمترین رنگدانه‌های سنتری است که اثرات منفی بر روی فتوستنتز گیاهان دارد. متیلن بلو باعث مسمومیت، یرقان و سیانوز در انسان می‌شود. آزمایشی که بر روی موش‌ها انجام شد نشان داد که دوز کشنده متیلن بلو ۳۵۰۰-۱۱۸۰ میلی گرم بر کیلو گرم می‌باشد (Mokhlesi *et al.*, 2003; Mahadevan *et al.*, 1993; Albert *et al.*, 2003; Abulhassani *et al.*, 2009; Pérez-Quintanilla *et al.*, 2009).

^۱Methemoglobinemia

^۲Fistule

۱-۳- ضرورت حذف متیلن بلو از آب

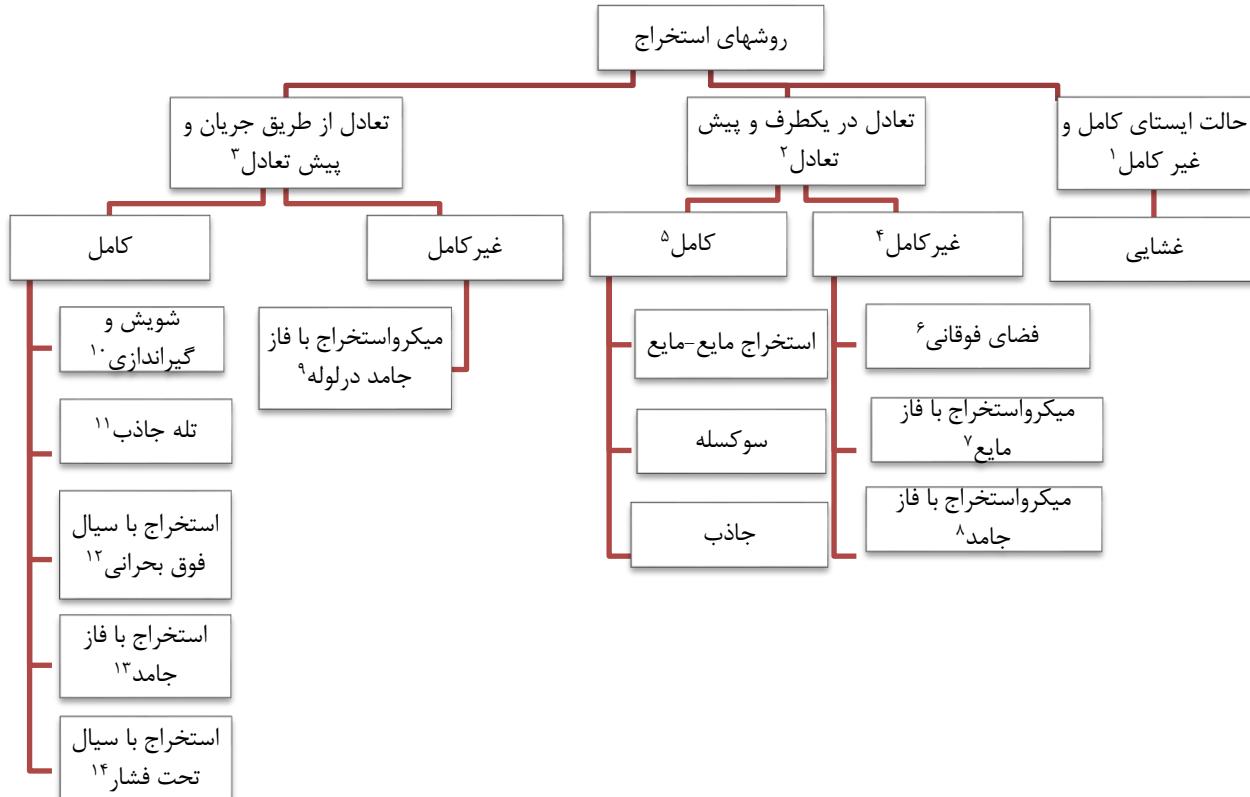
حتّی حضور مقدار بسیار کمی از رنگ در آب بسیار قابل مشاهده است و شفافیت و غلظت اکسیژن محلول در آب را کاهش می‌دهد. ورود حتی مقدار کمی از رنگ در آب می‌تواند زندگی آبی و شبکه‌های مواد غذایی را تحت تاثیر قرار دهد (Robinson *et al.*, 2001).

۱-۴- روش‌های استخراج

هر روش تجزیه‌ای شامل مراحل نمونه برداری، آماده سازی و جداسازی نمونه، اندازه گیری، ارزیابی ارائه نتایج می‌باشد. کل فرآیند تجزیه‌ای متاثر از مرحله آماده سازی نمونه می‌باشد، که حدود دو سوم از زمان فرآیند تجزیه‌ای را در بر می‌گیرد. با گسترش و توسعه‌ی شیمی تجزیه، آماده سازی نمونه به تدریج اصلی‌ترین بخش آنالیز می‌باشد. آماده سازی نمونه اغلب به معنای استخراج آنالیت مورد نظر از بافت نمونه است، که امکان جداسازی، پیش تغليظ و در نتیجه تجزیه بهتر آنالیت را فراهم می‌کند. آماده سازی نمونه به منظور تحقق اهداف زیر صورت می‌گیرد: خارج سازی عوامل مزاحم بالقوه از نمونه به منظور افزایش گزینش پذیری روش، پیش تغليظ گونه، افزایش حساسیت روش و مهیا نمودن روشی تکرار پذیر که مستقل از تغییرات در بافت نمونه باشد (Chen *et al.*, 2008).

۱-۴-۱- دسته بندی روش‌های استخراجی

شکل (۲-۱) دسته بندی روش‌های استخراج و اصول حاکم بر روش‌های مختلف استخراج را نشان می‌دهد، که ذیلا به اختصار توضیح داده می‌شوند (Pawliszyn, 2003).



شکل(۱-۲): دسته بندی روش‌های استخراج منبع: (Pawliszyn, 2003)

^۱ Steady State Exhaustive and non-Exhaustive^۲ Batch Equilibrium and Pre equilibrium^۳ Flow Through Equilibrium and Pre equilibrium^۴ Non-Exhaustive^۵ Exhaustive^۶ Headspace^۷ Liquid- Liquid Microextraction^۸ Solid Phase Microextraction^۹ In-tube Solid Phase Microextraction^{۱۰} Purge and Trap^{۱۱} Sorbent Trap^{۱۲} Supercritical Fluid Extraction^{۱۳} Solid Phas Extraction^{۱۴} Pressurized Fluid Extraction

۱-۴-۲- روش‌های استخراج کامل

روش‌های استخراجی کامل به کالیبراسیون روش نیاز ندارند و در آنها با انتخاب حجم مناسبی از فاز استخراجی، استخراج به صورت کامل انجام می‌گیرد. به منظور تقلیل حلال مصرفی و زمان مورد نیاز برای استخراج کامل، روش‌های جریان دار^۱ بعنوان جایگزینی برای فرآیندهای تعادلی ناپیوسته^۲ پیشنهاد شده‌اند که در آنها وجود جریان به نحو مؤثری انتقال جرم را بهبود می‌بخشد.

در روش‌های استخراج با جاذب، فاز استخراج کننده روی یک ماده نگهدارنده نشانده شده و یک بستر جاذب ایجاد می‌گردد، این بستر که به صورت دیسک و یا کارتريج می‌باشد جهت جدا کردن گونه‌ها از بافت نمونه به کار می‌رود. عبور حجم بزرگی از نمونه از درون کارتريج منجر به استخراج گونه‌ها توسط جاذب می‌گردد و جریان نمونه به انتقال جرم مؤثر کمک می‌نماید. پس از عبور نمونه، واجذب گونه‌ها در حجم کمی از حلال صورت می‌گیرد که غنی سازی و تغليظ گونه‌ها را در بر دارد. این استراتژی در روش‌های تله اندازی^۳ توسط جاذب و استخراج با فاز جامد دنبال می‌شود (Thurman and Mills, 1998).

بالعکس در برخی روش‌ها نمونه در بستر، قرار می‌گیرد و فاز استخراجی از میان آن عبور می‌نماید که می‌تواند با نفوذ به داخل بستر گونه‌ها را خارج نموده و به محل جمع آوری منتقل نماید چنان که در روش استخراج با سیال فوق بحرانی، سیالی تحت دما و فشار فراتر از نقاط بحرانی‌اش عمل شویش را انجام می‌دهد.

^۱Flow Through Techniques

^۲Batch

^۳Trapping

در استخراج کلاسیک نظیر استخراج گونه از بافت نمونه به صورت پیوسته در دمای جوش حلال انجام می‌پذیرد همچنین در روش‌های استخراج با سیال تحت فشار به دلیل افزایش ظرفیت پذیرش و قدرت شویش حلال تحت دما و فشارهای بالا، دستیابی به تغییض زیاد توسط حجم کوچکی از حلال آلی و یا آب مقدور می‌شود (Dean, 1998).

۱-۴-۳- روش‌های استخراجی غیر کامل

روش‌های غیر کامل تعادلی^۱ از نظر اصول مشابه با روش‌های استخراجی کامل تعادلی هستند منتها ظرفیت فاز استخراجی در آن‌ها نسبت به روش‌های کامل کمتر است و نمی‌توانند تمام گونه‌ها را از بافت نمونه خارج کنند. پایین بودن ظرفیت فاز استخراج کننده یا به دلیل کوچک بودن حجم فاز استخراجی است و یا به علت کم بودن ثابت توزیع گونه بین بافت نمونه و فاز استخراجی می‌باشد.

در شرایط پیش از تعادل^۲ تماس بین فاز استخراجی و بافت نمونه قبل از حصول تعادل قطع می‌شود تا زمان استخراج تقلیل یابد. این روش از نظر اصول مشابه آنالیز با تزریق جریانی^۳ (FIA) می‌باشد که در آن اندازه گیری کمی در یک سیستم دینامیک انجام می‌پذیرد.

۱-۵- استخراج با فاز جاذب

کاربرد مواد جاذب برای استخراج مقادیر اندک ترکیبات آلی از یک نمونه آبی در دهه ۸۰ میلادی گسترش و توسعه پیدا کرد. در این روش گونه‌ها بر اثر عبور نمونه از جاذب، جذب می‌شوند معمولاً برای شستشو گونه‌های جمع شده در بستر جاذب، از یک حلال مایع استفاده می‌شود. در حالتی که از واجذب گرمایی آنالیتها استفاده شود، حذف کامل حلال امکان پذیر می‌شود.

^۱ Equilibrium Non-Exhaustive Techniques

^۲ Pre-Equilibrium Condition

^۳ Flow Injection Analysis

^۱۱-۵-۱- استخراج با فاز جامد (SPE)

بدون شک امروزه استخراج با فاز جامد (SPE) گسترده‌ترین و کار آمدترین روش تهیه نمونه است (Pyrzynska and Trojanowicz, 1999). به عنوان بخشی از علم جدا سازی، روندی بسیار پویا داشته و در حال حاضر بیش از ۵۰ کمپانی در سراسر جهان محصولات SPE را تولید می‌کنند. نکته قابل توجه این است که رشد فزآینده این روش بیشتر مربوط به سال‌های اخیر است، در حالیکه کارتريج‌های مناسب استخراج با فاز جامد بیشتر از ۲۰ سال پیش عرضه شده بودند (Sait *et al.*, 2004; Huck and Bonn, 2000).

۱-۱-۵-۱- تاریخچه استخراج با فاز جامد

استخراج با فاز جامد، از کروماتوگرافی کلاسیک آغاز شد یعنی از سال ۱۹۰۶ که تسوت^۱ از کربنات کلسیم به عنوان فاز ساکن و از اتر نفت به عنوان فاز متحرک برای جداسازی رنگدانه‌های گیاهی استفاده کرد که در واقع جداسازی فاز نرمال بود. در سال ۱۹۳۰ از سیلیکا، آلومینا، سیلیکات منیزیم و خاک دیاتومه به عنوان فاز جامد استفاده شد که در واقع آن را می‌توان جداسازی با فاز نرمال دانست. پیشرفت عمده بعدی ارائه کروماتوگرافی تقسیمی در سال ۱۹۴۱ بود که برای جداسازی مشتقات استیل از آمنیو اسیدها به وسیله تقسیم نمونه بین دو فاز مایع به کار رفت. در اوایل ۱۹۵۰ از پایه‌های کربنی جهت جداسازی ترکیبات آلی از آب و تعیین اثرات آن بر سلامتی انسان استفاده گردید که این شروع کرماتوگرافی فاز معکوس بود. در دهه ۱۹۶۰ رزین‌های XAD معرفی شدند که پیشرفت عمده ای در جداسازی ترکیبات آلی قطبی، نمونه‌های آبی محسوب می‌شدند. در اواخر دهه ۱۹۷۰، کارتريج حاوی C₁₈ به عنوان فاز معکوس و کارتريج‌های حاوی سیلیکا به عنوان فاز نرمال به بازار عرضه شدند.

^۱Solid Phase Extraction

Tswett

در سال ۱۹۸۲ اصطلاح SPE برای اولین بار توسط زایف^۱ به کار برده شد. در سال ۱۹۸۹ استفاده از دیسک برای حجم‌های زیاد به منظور جداسازی مواد محیطی و داروها رایج شد و در سال ۱۹۹۳ خودکار کردن SPE به نتیجه رسید.

۱-۵-۱-۲-مراحل استخراج با فاز جامد

فرایند SPE در چهار مرحله صورت می‌گیرد که در زیر تشریح می‌گردند، (Zwir-Ferenc and Biziuk, 2006):

الف - آماده سازی جاذب

ابتدا حلal مناسب از ستون حاوی جاذب عبور داده می‌شود تا جاذب موجود در ستون مرتبط شده و گروههای عاملی آن سولواوه شوند. همچنین هوای موجود در ستون خارج شده و فضای خالی با حلal پر شود تا از کanal زدن حلal جلوگیری شود. باید دقت شود که هنگام استفاده از خلا، ستون خشک نشود زیرا مکانیسم جذب تغییر کرده و بازیابی به طور کامل صورت نمی‌گیرد.

ب - افزایش نمونه

در این مرحله حجم مشخصی از نمونه بین 1 mL تا 1 L از ستون حاوی جاذب جامد عبور داده می‌شود که ممکن است عبور نمونه توسط پمپ فشار یا خلاء و یا بطور اتوماتیک صورت گیرد. مکانیسم بازداری آنالیت شامل برهمنکنش از نوع واندروالس، پیوند هیدرژنی، مکانیسم طرد یا تبادل یون می‌باشد. در این مرحله ممکن است علاوه بر آنالیت، بعضی از اجزاء بافت نمونه هم روی ستون باقی بماند.

ج - شستشو با حلal

در این مرحله از حلالی استفاده می‌شود که ترکیبات مزاحم موجود بر روی ستون را با خود خارج سازد، در حالی که نسبت به آنالیت بی تاثیر باشد.

^۱ Zieff

د - حلل شوینده آنالیت

در انتهای، شستشو با حلالی صورت می‌گیرد که با در هم شکستن برهمکنش آنالیت – جاذب، آنالیت را بطور کامل بازیابی کند و حتی الامکان سایر اجزاء موجود در ستون را بازیابی نکند.

۱-۵-۳- استخراج فاز جامد با جاذب‌های ارزان قیمت

تاکنون طیف گسترده‌ای از جاذب‌ها برای جداسازی ترکیبات مختلف بکار برده شده‌اند. این جاذب‌ها در خصوصیات فیزیکی و شیمیایی از قبیل شکل و اندازه حفره، مساحت سطح، حجم حفره و میزان عاملی بودن سطح با یکدیگر تفاوت دارند. انتخاب جاذب مناسب برای استخراج بستگی به ترکیب استخراجی و روش استخراج دارد.

تصفیه نامناسب و دفع غیر اصولی فاضلاب‌های رنگی حاصل از صنایع نساجی، رنگرزی، چاپ و صنایع مرتبط زمینه‌ساز بروز مشکلات و معضلات زیست محیطی فراوانی در سرتاسر جهان شده است (Koyuncu, 2002; Netpradit *et al.*, 2003; Allegre *et al.*, 2006; Liu and Chiou, 2006).

رنگ از فاضلاب معمولاً با روش‌های فیزیکی، شیمیایی، بیولوژیکی و یا شیمیایی انجام می‌پذیرد (Vijayaraghavan and Yun, 2008; Aksu and Karabayır, 2008; Namasivayam and

Kavitha, 2002). فرایند معمول تصفیه پساب‌های نساجی در برگیرنده مراحل متعددی بوده که خود

تابع مشخصات فرایند تولید محصول می‌باشد (Vandevivere *et al.*, 1998). تصفیه معمول شامل یک

فرایند انعقاد /لخته‌سازی است. این فرایند خود می‌تواند بصورت مجزا و یا همراه با فرایندهای تصفیه بیولوژیکی به منظور حذف جامدات معلق و مواد آلی و نیز بهبود حذف رنگ‌ها از پساب‌های صنعت

نساجی مورد استفاده قرار گیرد (Tunay, 1996; Anjaneyulu *et al.*, 2005). اما با این حال، این روش

معایبی از قبیل تولید مقادیر زیادی لجن را نیز در بر دارد. لجن حاصل غنی از ترکیبات رنگی و نیز

سایر مواد مورد استفاده در فرایند نساجی می‌باشد. این نکته خود به عنوان یک معطل زیست محیطی

طرح بوده که دفع آن را با در نظر گرفتن موازین زیست محیطی بسیار مشکل می‌نماید (Allegre *et al.*, 2006; Kapdan and Hacıgündüz, 2006). همچنین تصفیه بیولوژیکی (Vandevivere *et al.*, 1998) (Allegre *et al.*, 2006; Cooper, 1993; Kusvuran *et al.*, 2011), ازن زنی (Kargi, 2002) (Liu and Chiou, 2006; Clark *et al.*, 1994; Koyuncu, 2002; Allegre *et al.*, 2006; Yu *et al.*, 2006), فرایندهای غشایی (Solozhenko *et al.*, 1995) (Mahvi, 2009)، نانو ذرات (Maleki, 2010) و تصفیه آنزمی (Gholami-Borujeni *et al.*, 2011; Dehghani *et al.*, 2008) به منظور حذف رنگ از پساب-های نساجی مورد استفاده قرار گرفته‌اند. در عین حال برخی از این روش‌ها بنا به دلایلی از جمله هزینه‌های بهره برداری و مشکلات مربوطه از کارایی و کاربرد محدودی برخوردار می‌باشد.

کارآمدترین روش جهت حذف رنگ‌های سنتیک از پساب‌های صنعتی فرایند جذب می‌باشد، زیرا ترکیبات رنگی موجود در فاضلاب به سادگی به فاز جامد منتقل می‌شود. از طرفی، ماده جاذب مورد استفاده می‌تواند مجدداً احیاء شده و در فرایند جذب مورد استفاده قرار گیرد و یا اینکه پس از استفاده در محلی خشک بدون تماس مستقیم با محیط نگهداری شود (Lima *et al.*, 2008). همچنین، ثابت شده است که فرایند جذب به دلیل هزینه سرمایه گذاری حداقل، سهولت طراحی و بهره برداری و عدم حساسیت به ترکیبات سمی یک راهکار تصفیه مطمئن می‌باشد. اما در عین حال استفاده از جاذب‌های گران قیمت خود می‌تواند یک عامل محدود کننده محسوب شود، با توجه به اینکه برخی از جاذب‌ها از قیمت بالایی برخوردار می‌باشند.

کربن فعال (Asouhidou *et al.*, 2009)، کربن متخلخل (Malik, 2004; Demirbas *et al.*, 2008) (Chiou, 1997; Lazaridis *et al.*, 2003)، بیوپلیمرهایی نظیر کیتوزان