CLASIFICAREA METODELOR DE EXTRACȚIE

a reziduurilor medicamentoase din apă

Principii • etape de lucru • exemple • avantaje și limitări

Material didactic pentru chimie analitică și analiza contaminanților din mediu

1. Scopul și contextul analitic

Reziduurile medicamentoase pot ajunge în apele uzate, în apele de suprafață și, uneori, în apele subterane prin eliminarea incompletă în stațiile de epurare, excreție, deversări sau gestionarea necorespunzătoare a medicamentelor. În multe cazuri, concentrațiile sunt mici, iar matricea conține săruri, materie organică dizolvată și alte substanțe care pot interfera cu măsurarea.

Etapa de extracție pregătește proba pentru analiză: separă sau transferă analiții într-o fază potrivită, reduce interferenții și poate crește concentrația lor efectivă. Extracția nu trebuie confundată cu determinarea instrumentală. HPLC–DAD, LC–MS/MS și GC–MS sunt exemple de tehnici folosite pentru identificare și cuantificare după pregătirea probei.

Obiective de învățare

- recunoașterea denumirilor complete ale prescurtărilor LLE, DLLME, SDME, SPE, MSPE, MEPS, SPME, HF-LPME, SBSE, UAE, MAE și EME;
- explicarea principiului și a etapelor de lucru pentru fiecare metodă;
- compararea avantajelor, limitărilor și parametrilor de optimizare;
- selectarea unei strategii inițiale în funcție de matrice, proprietățile medicamentului și sensibilitatea necesară.

2. Clasificare generală

Familie	Metode	Caracteristică esențială
Extracție lichid–lichid	LLE, DLLME, SDME	Transfer între faze lichide nemiscibile sau picătură de extractant.
Extracție/sorbție pe fază solidă	SPE, MSPE, MEPS, SPME, SBSE	Reținere pe sorbent, fibră, particule magnetice sau bară acoperită.
Microextracție cu membrană/fibră	HF-LPME, EME	Transfer prin fază lichidă susținută în fibră/membrană; EME folosește câmp electric.
Tehnici de intensificare pentru matrici solide/particulate	UAE, MAE	Ultrasunetele sau microundele intensifică desorbția și transferul de masă.
Metode hibride	SPE–DLLME, MSPE–DLLME	Două etape succesive pentru curățare și/sau preconcentrare suplimentară.

3. Metode individuale

Descrierile și exemplele de mai jos sunt orientative. Solventul, sorbentul, pH-ul și parametrii operaționali trebuie validați pentru fiecare medicament și pentru matricea de apă analizată.

1. LLE — Liquid–Liquid Extraction



Figura 1. Reprezentare ilustrativă pentru metoda LLE.

Denumire în română: Extracție lichid–lichid

Principiu: Analitul se distribuie între două faze lichide nemiscibile, de obicei apă și un solvent organic. Trecerea depinde de solubilitate, coeficientul de distribuție, pH și forma ionizată/neionizată a substanței.

Etape de lucru:

- Se ajustează pH-ul, dacă este necesar.
- Se adaugă solventul organic nemiscibil și se amestecă.
- Se lasă fazele să se separe; se colectează faza care conține analitul.
- Dacă este necesar, extractul se usucă, se evaporă și se reconstituie.

Exemplu: Exemplu orientativ: extracția diclofenacului sau ibuprofenului dintr-o probă de apă cu un solvent organic adecvat, urmată de determinare prin HPLC–DAD sau LC–MS/MS.

Avantaje: Principiu simplu; poate tolera volume relativ mari de probă; permite alegerea solventului în funcție de analit.

Limitări: Consum mai mare de solvent; emulsii; randament dependent de pH și de raportul volumic; unele solvenți sunt toxici sau inflamabili.

Parametri de optimizat: pH, tipul și volumul solventului, raportul probă/solvent, timpul și intensitatea agitării, numărul de extracții.

2. DLLME — Dispersive Liquid–Liquid Microextraction



Figura 2. Reprezentare ilustrativă pentru metoda DLLME.

Denumire în română: Microextracție lichid–lichid dispersivă

Principiu: Un volum mic de solvent extractant este dispersat în proba apoasă sub formă de picături foarte fine, adesea cu ajutorul unui solvent dispersant. Suprafața mare de contact accelerează transferul analitului.

Etape de lucru:

- Se selectează extractantul și, dacă este necesar, dispersantul.
- Amestecul se introduce rapid în probă pentru a forma dispersia fină.
- Se favorizează distribuirea analitului între apă și extractant.
- Se separă faza extractantă, de regulă prin centrifugare sau printr-un mecanism compatibil cu sistemul.

Exemplu: Exemplu orientativ: preconcentrarea unor antiinflamatoare din apă de suprafață. Parametrii se optimizează pentru fiecare analit și se validează în matricea reală.

Avantaje: Consum redus de solvent; suprafață mare de contact; procedură rapidă; posibil factor de îmbogățire ridicat.

Limitări: Solventul dispersant poate dilua extractantul; separarea fazelor poate fi dificilă; compușii foarte polari sau ionizați pot necesita ajustarea pH-ului ori o altă abordare.

Parametri de optimizat: Natura și volumul extractantului/dispersantului, pH, sare, timpul de amestecare, centrifugarea și volumul final.

3. SDME — Single-Drop Microextraction



Figura 3. Reprezentare ilustrativă pentru metoda SDME.

Denumire în română: Microextracție cu o singură picătură

Principiu: O picătură mică de solvent este menținută la capătul unui ac de seringă sau într-o configurație echivalentă. Analitul se transferă din probă sau din spațiul de deasupra ei în picătură.

Etape de lucru:

- Se alege solventul și se formează picătura la capătul seringii.
- Picătura se expune probei, cu sau fără agitare.
- Se menține timpul de extracție ales.
- Se retrage picătura și se injectează extractul în sistemul analitic compatibil.

Exemplu: Exemplu orientativ: extracția unor medicamente cu afinitate suficientă pentru solventul ales dintr-o probă apoasă, urmată de analiză cromatografică.

Avantaje: Consum minim de solvent; aparat simplu; poate fi ușor de miniaturizat.

Limitări: Picătura se poate desprinde; volumul extractat este mic; reproductibilitatea depinde de stabilitatea picăturii și de timpul de extracție.

Parametri de optimizat: Volumul și natura picăturii, viteza de agitare, temperatura, timpul, geometria acului și pH-ul probei.

4. SPE — Solid-Phase Extraction



Figura 4. Reprezentare ilustrativă pentru metoda SPE.

Denumire în română: Extracție în fază solidă

Principiu: Analitul este reținut pe un sorbent solid în timp ce proba trece prin acesta. După îndepărtarea interferenților prin spălare, analitul este recuperat prin eluție.

Etape de lucru:

- Se condiționează sorbentul și se echilibrează cu solvent compatibil.
- Se încarcă proba la un debit controlat.
- Se spală sorbentul pentru eliminarea interferenților.
- Se eluează analitul cu un solvent potrivit și se ajustează extractul pentru analiză.

Exemplu: Exemplu orientativ: reținerea și preconcentrarea carbamazepinei, diclofenacului sau a unor antibiotice din volume mari de apă folosind sorbenți C18, HLB sau schimbători de ioni, aleși după chimia analitului.

Avantaje: Bună curățare a probei; poate procesa volume mari; consum de solvent relativ redus față de LLE; multe sorbente comerciale.

Limitări: Cartușele se pot colmata; străpungerea sorbentului poate duce la pierderi; necesită optimizarea spălării și eluției.

Parametri de optimizat: Chimia sorbentului, pH, debit, volum de probă, solventul de spălare, solventul de eluție și capacitatea sorbentului.

5. MSPE — Magnetic Solid-Phase Extraction



Figura 5. Reprezentare ilustrativă pentru metoda MSPE.

Denumire în română: Extracție magnetică în fază solidă

Principiu: Analitul este captat de particule sorbante magnetice sau magnetizabile. Particulele sunt separate din probă cu un magnet, apoi spălate și desorbite pentru recuperarea analitului.

Etape de lucru:

- Se dispersează sorbentul magnetic în probă.
- Se amestecă pentru a permite adsorbția analitului.
- Se aplică un magnet și se separă particulele din matrice.
- Se spală, se desorb analitul și se colectează extractul.

Exemplu: Exemplu orientativ: nanoparticule magnetice funcționalizate cu un înveliș adsorbant pentru captarea unor antibiotice din apă uzată; apoi analitul se eluează și se determină prin LC–MS/MS.

Avantaje: Separare rapidă cu magnet; nu este obligatoriu un cartuș; poate fi aplicată la probe cu particule, dacă sorbentul și protocolul sunt adecvate.

Limitări: Sorbentul trebuie să fie selectiv și stabil; particulele pot aglomera; desorbția incompletă și pierderea/contaminarea sorbentului trebuie controlate.

Parametri de optimizat: Mărimea și funcționalizarea particulelor, cantitatea de sorbent, timpul de contact, pH, intensitatea separării magnetice și solventul de desorbție.

6. MEPS — Microextraction by Packed Sorbent



Figura 6. Reprezentare ilustrativă pentru metoda MEPS.

Denumire în română: Microextracție cu sorbent împachetat

Principiu: O cantitate mică de sorbent este integrată într-o seringă sau într-un dispozitiv miniaturizat. Proba este aspirată și evacuată prin sorbent în cicluri controlate, apoi analitul este eluat.

Etape de lucru:

- Se condiționează sorbentul miniaturizat.
- Se aspiră și se evacuează proba prin dispozitiv, în numărul de cicluri stabilit.
- Se spală pentru a îndepărta interferenții.
- Se eluează analitul într-un volum mic și se analizează.

Exemplu: Exemplu orientativ: preconcentrarea reziduurilor farmaceutice dintr-un volum mic de apă, atunci când sunt importante consumul redus de solvent și integrarea în fluxuri de lucru compacte.

Avantaje: Consum redus de probă și solvent; format compact; unele sisteme permit reutilizarea controlată a sorbentului.

Limitări: Capacitate mică; posibilă înfundare; performanța depinde puternic de sorbent și de reproducibilitatea ciclurilor.

Parametri de optimizat: Tipul sorbentului, numărul de cicluri, viteza de aspirare, volumul de probă și eluție, spălarea și reutilizarea.

7. SPME — Solid-Phase Microextraction



Figura 7. Reprezentare ilustrativă pentru metoda SPME.

Denumire în română: Microextracție în fază solidă

Principiu: Un suport, de obicei o fibră acoperită cu un strat extractant, este pus în contact direct cu proba (imersie directă) sau cu spațiul de deasupra probei (headspace). Analitul se distribuie în stratul de acoperire.

Etape de lucru:

- Se selectează tipul de fibră/acoperire și modul de expunere.
- Se expune fibra probei pentru un timp și la o temperatură definite.
- Se retrage fibra și analitul este desorbit termic sau cu solvent, după sistem.
- Se analizează extractul, de exemplu prin GC–MS sau printr-o configurație LC compatibilă.

Exemplu: Exemplu orientativ: extracția compușilor farmaceutici volatili/semi-volatili sau a unor compuși potriviți chimiei fibrei; pentru medicamente polare nevolatile se alege o configurație validată pentru LC.

Avantaje: Foarte puțin sau deloc solvent; combină eșantionarea și extracția; automatizare posibilă.

Limitări: Capacitate limitată; acoperirile pot fi fragile; există efecte de competiție și dependență de timp/temperatură; nu toate medicamentele sunt potrivite pentru aceeași fibră.

Parametri de optimizat: Tipul acoperirii, pH, temperatură, agitare, timp, volum de probă și modul de desorbție.

8. HF-LPME — Hollow-Fiber Liquid-Phase Microextraction



Figura 8. Reprezentare ilustrativă pentru metoda HF-LPME.

Denumire în română: Microextracție în fază lichidă cu fibră goală

Principiu: O fibră goală microporoasă susține o fază lichidă extractantă. În configurația potrivită, analitul trece din proba apoasă prin faza de membrană către un solvent acceptor din interiorul fibrei sau se acumulează în lichidul din pori.

Etape de lucru:

- Se impregnează porii fibrei cu solventul de membrană.
- Se introduce faza acceptoare, dacă metoda folosește configurație în două/trei faze.
- Se pune fibra în contact cu proba, cu pH-ul și agitarea optimizate.
- Se recuperează faza acceptoare și se analizează.

Exemplu: Exemplu orientativ: preconcentrarea unui medicament ionizabil, prin alegerea pH-ului probei și al fazei acceptoare astfel încât transferul și reținerea să fie favorizate.

Avantaje: Selectivitate și curățare a probei prin membrană; volume mici de solvent; poate limita transferul unor interferenți.

Limitări: Poate fi relativ lentă; membrana/fibra trebuie manipulată atent; solventul se poate pierde sau fibra se poate deteriora.

Parametri de optimizat: Solventul de membrană, tipul fibrei, pH-ul donor/acceptor, timpul, agitarea și configurația în două/trei faze.

9. SBSE — Stir-Bar Sorptive Extraction

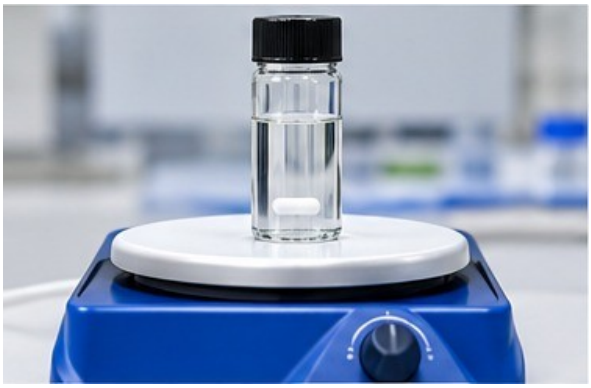


Figura 9. Reprezentare ilustrativă pentru metoda SBSE.

Denumire în română: Extracție sorptivă cu bară de agitare

Principiu: O bară magnetică acoperită cu un strat sorbant, frecvent PDMS pentru compuși hidrofobi, agită proba și acumulează analiții în stratul de acoperire.

Etape de lucru:

- Se introduce bara acoperită în probă.
- Se agită un timp stabilit, la temperatură controlată.
- Se recuperează bara și se îndepărtează apa de la suprafață, fără a contamina stratul.
- Analitul se desoarbe termic sau cu solvent, în funcție de sistemul analitic.

Exemplu: Exemplu orientativ: preconcentrarea unor medicamente cu afinitate pentru acoperirea sorbantă din apă de suprafață sau apă uzată, înainte de GC–MS ori LC cu o metodă de desorbție adecvată.

Avantaje: Volum de sorbent mai mare decât la multe fibre SPME; poate obține îmbogățire bună pentru analiți potriviți.

Limitări: Acoperirea PDMS favorizează mai ales compușii hidrofobi; desorbția/curățarea pot fi dificile pentru unele matrici; costul barelor poate fi ridicat.

Parametri de optimizat: Materialul și volumul acoperirii, viteza agitării, timpul, temperatura, pH și modul de desorbție.

10. UAE — Ultrasound-Assisted Extraction



Figura 10. Reprezentare ilustrativă pentru metoda UAE.

Denumire în română: Extracție asistată de ultrasunete

Principiu: Ultrasunetele produc cavitație și intensifică amestecarea și transferul de masă. În analiza mediului, sunt utile mai ales pentru eliberarea contaminanților adsorbiți pe particule, sedimente sau nămol, nu neapărat ca metodă autonomă pentru apă limpede.

Etape de lucru:

- Se combină proba solidă/suspensia cu solventul selectat.
- Se aplică ultrasunete în baie sau cu sondă, controlând încălzirea.
- Se separă particulele solide prin centrifugare sau filtrare.
- Extractul se curăță/preconcentrează dacă este necesar și apoi se analizează.

Exemplu: Exemplu orientativ: extracția antibioticelor sau antiinflamatoarelor adsorbite pe sedimente dintr-un curs de apă, urmată de curățare și LC–MS/MS.

Avantaje: Poate reduce timpul de extracție; echipamente relativ accesibile; potrivită pentru solide și particule.

Limitări: Se poate încălzi proba; pot apărea degradări pentru compuși sensibili; nu înlocuiește automat etapa de curățare.

Parametri de optimizat: Frecvența și puterea ultrasonică, durata, temperatura, solventul/raportul solid-lichid și dimensiunea particulelor.

11. MAE — Microwave-Assisted Extraction



Figura 11. Reprezentare ilustrativă pentru metoda MAE.

Denumire în română: Extracție asistată de microunde

Principiu: Energia microundelor încălzește rapid proba și solventul, ceea ce poate accelera desorbția și transferul analitului. Este utilizată mai ales pentru matrici solide sau semisolide; utilizarea în sisteme apoase trebuie făcută într-o configurație adecvată și sigură.

Etape de lucru:

- Se adaugă solventul potrivit la proba solidă/semisolidă.
- Se aplică un program controlat de temperatură, putere și timp.
- Se răcește sistemul conform instrucțiunilor aparatului.
- Se separă extractul și se aplică, dacă este necesar, curățare și preconcentrare.

Exemplu: Exemplu orientativ: eliberarea reziduurilor farmaceutice din nămol de epurare sau sediment, înaintea unei etape de purificare și determinare cromatografică.

Avantaje: Încălzire rapidă și posibil timp redus; poate îmbunătăți recuperarea din anumite solide.

Limitări: Necesită control strict al temperaturii și presiunii; nu toate solvenții/probele sunt adecvate; pot apărea degradări sau efecte de matrice.

Parametri de optimizat: Tipul și volumul solventului, puterea, temperatura, durata, presiunea, raportul solid-lichid și compatibilitatea recipientului.

12. EME — Electromembrane Extraction



Figura 12. Reprezentare ilustrativă pentru metoda EME.

Denumire în română: Extracție prin membrană asistată electric

Principiu: Un câmp electric favorizează migrarea speciilor ionizate printr-o membrană lichidă susținută într-un suport poros, către o fază acceptoare. Selectivitatea depinde de sarcina analitului și de condițiile de pH și tensiune.

Etape de lucru:

- Se pregătesc fazele donor și acceptor și membrana susținută.
- Se poziționează electrozii conform configurației validate.
- Se aplică tensiunea și timpul stabilite, cu monitorizarea condițiilor.
- Se colectează faza acceptoare pentru determinare.

Exemplu: Exemplu orientativ: preconcentrarea unui medicament ionizabil din apă sau dintr-o matrice apoasă complexă înaintea LC–MS/MS.

Avantaje: Selectivitate bazată pe sarcină; posibil consum mic de solvent; poate reduce transferul unor interferenți neutri.

Limitări: Nu se aplică uniform tuturor compușilor; necesită optimizarea membranei, electroliților și tensiunii; trebuie evitate încălzirea și electroliza excesivă.

Parametri de optimizat: Tensiune, timp, compoziția membranei, pH donor/acceptor, electroliți și geometria celulei.

13. SPE–DLLME — Solid-Phase Extraction followed by Dispersive Liquid–Liquid Microextraction

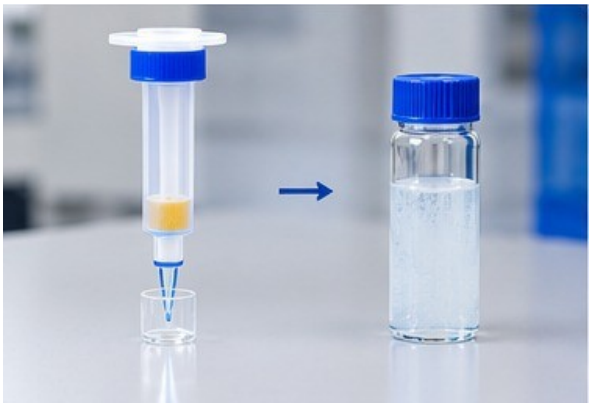


Figura 13. Reprezentare ilustrativă pentru metoda SPE–DLLME.

Denumire în română: SPE urmată de DLLME

Principiu: Se combină două etape cu funcții diferite: SPE reține analitul și reduce interferenții, apoi eluția sau un extract compatibil este supus DLLME pentru preconcentrare suplimentară într-un volum mic.

Etape de lucru:

- Se aplică SPE pentru captare și curățare.
- Se eluează analitul și se ajustează compoziția solventului, dacă este necesar.
- Se efectuează DLLME cu un sistem de solvenți compatibil.
- Se colectează faza finală și se analizează.

Exemplu: Exemplu orientativ: analiza unor reziduuri de medicamente prezente la niveluri foarte mici în apă de suprafață, când este necesară atât curățarea, cât și o preconcentrare suplimentară.

Avantaje: Poate combina curățarea eficientă cu un factor de îmbogățire ridicat; permite adaptarea separată a celor două etape.

Limitări: Procedură mai lungă; mai mulți parametri de optimizat; transferul între solvenți poate cauza pierderi dacă nu este controlat.

Parametri de optimizat: Sorbentul SPE, pH, spălare/eluție, compoziția extractului SPE și solvenții/volumele DLLME.

14. MSPE–DLLME — Magnetic Solid-Phase Extraction followed by Dispersive Liquid–Liquid Microextraction

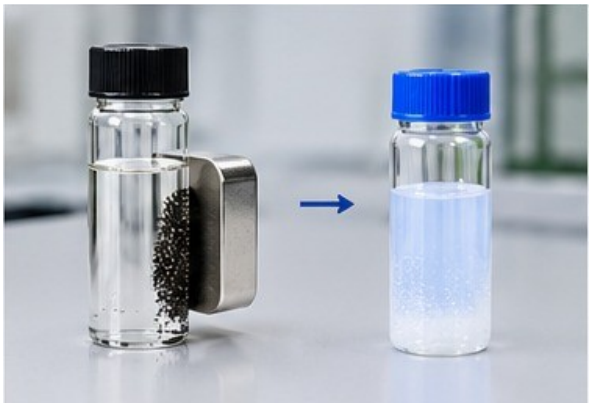


Figura 14. Reprezentare ilustrativă pentru metoda MSPE–DLLME.

Denumire în română: MSPE urmată de DLLME

Principiu: Analitul este captat întâi pe un sorbent magnetic, separat cu magnetul și eluat; extractul obținut este apoi supus DLLME pentru o preconcentrare suplimentară. Compatibilitatea dintre eluție și DLLME trebuie verificată.

Etape de lucru:

- Se contactează proba cu sorbentul magnetic.
- Se separă particulele magnetic și se îndepărtează matricea.
- Se desorb analitul într-un volum controlat.
- Se efectuează DLLME și se colectează faza finală pentru analiză.

Exemplu: Exemplu orientativ: captarea selectivă a unor antibiotice din apă uzată pe nanoparticule funcționalizate, urmată de DLLME pentru obținerea unui extract concentrat.

Avantaje: Separare magnetică simplă combinată cu micropreconcentrare; poate fi utilă pentru probe complexe.

Limitări: Necesită sorbent magnetic bine caracterizat; sunt două etape cu pierderi cumulative posibile; consumul total de timp și solvenți trebuie evaluat.

Parametri de optimizat: Funcționalizarea sorbentului, cantitate și timp de contact, solventul de desorbție și condițiile DLLME.

4. Sinteza metodelor hibride

4.1. SPE–DLLME

SPE realizează captarea și curățarea probei. Analitul se eluează, iar extractul este transferat într-un sistem compatibil cu DLLME. A doua etapă poate crește concentrația analitului în volumul final. Trebuie urmărite pierderile în eluție și compatibilitatea solvenților între cele două etape.

4.2. MSPE–DLLME

MSPE captează selectiv analitul pe particule magnetice, care se separă cu un magnet. După desorbție, extractul poate fi prelucrat prin DLLME. Strategia poate fi utilă în probe complexe, însă fiecare etapă suplimentară poate contribui la pierderi și la variația rezultatului.

5. Indicatori de performanță și calcule

5.1. Recuperarea extracției

Recuperarea exprimă proporția analitului recuperată după procesul de extracție. Pentru probe fortificate, se calculează de regulă pe baza cantității măsurate după corectarea contribuției probei nefortificate:

Recuperare (%) = (cantitatea recuperată / cantitatea adăugată) × 100

Exemplu: dacă se adaugă 100 ng de analit și se măsoară 82 ng atribuibili adaosului după extracție, recuperarea este 82%. O recuperare apropiată de 100% este de dorit, dar intervalul acceptabil depinde de metodă, nivelul de concentrație și criteriile de validare.

5.2. Factorul de îmbogățire

EF = C_extract / C_inițială

EF compară concentrația analitului în extractul final cu concentrația inițială din probă. De exemplu, trecerea de la 1 µg/L în probă la 20 µg/L în extract corespunde unui EF aparent de 20, cu condiția ca valorile să fie raportate pe baze comparabile. Factorul de îmbogățire nu este identic cu recuperarea: o preconcentrare mare poate coexista cu pierderi de analit.

5.3. Repetabilitatea

RSD (%) = (abaterea standard / media rezultatelor) × 100

RSD descrie dispersia rezultatelor repetate. Se raportează împreună cu recuperarea, limita de detecție/limita de cuantificare, intervalul de calibrare și, când este relevant, efectul de matrice.

6. Controlul calității și validarea

- Probă martor de procedură: identifică contaminarea introdusă de reactivi, recipiente și etapele de pregătire.
- Probe fortificate la niveluri relevante: permit evaluarea recuperării în matrice reală.
- Duplicate sau replici: evaluează repetabilitatea și precizia procedurii.
- Calibrare și verificări independente: confirmă răspunsul instrumental pe domeniul de concentrații utilizat.
- Efect de matrice: se verifică dacă substanțele coextrase modifică răspunsul detectorului, în special la LC–MS/MS.
- Controlul pH-ului, temperaturii, volumelor și timpilor: ajută la reproducerea procedurii.
- Limita de cuantificare: trebuie să fie suficient de joasă față de nivelurile urmărite în apă.

7. Ghid de selectare inițială

Situație analitică	Strategie inițială posibilă
Volum mare de apă și niveluri foarte mici	SPE; la nevoie, SPE–DLLME
Procedură rapidă cu puțin solvent	DLLME, dacă solventele și analitul sunt compatibile
Separare convenabilă cu magnet	MSPE sau MSPE–DLLME
Volum mic de probă și dispozitiv miniaturizat	MEPS sau SDME
Analit potrivit unei acoperiri de fibră/bară	SPME sau SBSE
Medicament ionizabil pentru care migrarea prin membrană este utilă	HF-LPME sau EME, după caracteristicile analitului
Reziduuri legate de sedimente/nămol	UAE sau MAE pentru extracția inițială, apoi curățare adecvată
Matrice complexă, cu nevoie de curățare și preconcentrare	SPE–DLLME ori MSPE–DLLME, după sorbentul disponibil

Acest ghid este un punct de pornire, nu o regulă universală. Selecția finală depinde de pKa, logKow, polaritate, stabilitate, cerințele metodei instrumentale, concentrația estimată și resursele laboratorului.

8. Tabel recapitulativ al prescurtărilor

Prescurtare	Denumire în engleză	Denumire în română
LLE	Liquid–Liquid Extraction	Extracție lichid–lichid
DLLME	Dispersive Liquid–Liquid Microextraction	Microextracție lichid–lichid dispersivă
SDME	Single-Drop Microextraction	Microextracție cu o singură picătură
SPE	Solid-Phase Extraction	Extracție în fază solidă
MSPE	Magnetic Solid-Phase Extraction	Extracție magnetică în fază solidă
MEPS	Microextraction by Packed Sorbent	Microextracție cu sorbent împachetat
SPME	Solid-Phase Microextraction	Microextracție în fază solidă
HF-LPME	Hollow-Fiber Liquid-Phase Microextraction	Microextracție în fază lichidă cu fibră goală
SBSE	Stir-Bar Sorptive Extraction	Extracție sorptivă cu bară de agitare
UAE	Ultrasound-Assisted Extraction	Extracție asistată de ultrasunete
MAE	Microwave-Assisted Extraction	Extracție asistată de microunde
EME	Electromembrane Extraction	Extracție prin membrană asistată electric
SPE–DLLME	Solid-Phase Extraction followed by Dispersive Liquid–Liquid Microextraction	SPE urmată de DLLME
MSPE–DLLME	Magnetic Solid-Phase Extraction followed by Dispersive Liquid–Liquid Microextraction	MSPE urmată de DLLME

9. Concluzii

Nu există o singură metodă optimă pentru toate reziduurile farmaceutice și toate tipurile de apă. SPE este versatilă pentru curățare și procesarea unor volume mari; DLLME este utilă pentru micropreconcentrare rapidă; MSPE simplifică separarea sorbentului; SPME și SBSE reduc folosirea solvenților; HF-LPME și EME pot favoriza selectivitatea pentru anumite specii; UAE și MAE sunt deosebit de relevante pentru matrici solide sau contaminanți adsorbiți. Metodele hibride pot crește performanța, dar adaugă pași și surse de variabilitate. Orice procedură trebuie optimizată și validată înaintea utilizării cantitative.

Bibliografie orientativă

- Arthur, C. L.; Pawliszyn, J. Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers. Analytical Chemistry, 1990, 62(19), 2145–2148.
- Rezaee, M.; Assadi, Y.; Milani Hosseini, M. R.; Aghaee, E.; Ahmadi, F.; Berijani, S. Determination of organic compounds in water using dispersive liquid–liquid microextraction. Journal of Chromatography A, 2006, 1116, 1–9.
- Hennion, M.-C. Solid-phase extraction: method development, sorbents, and coupling with liquid chromatography. Journal of Chromatography A, 1999, 856, 3–54.
- Pawliszyn, J. (ed.). Handbook of Solid Phase Microextraction. Elsevier, 2012.

Notă: exemplele din material sunt ilustrative, nu reprezintă protocoale validate pentru un medicament anume. Înaintea utilizării într-un laborator, se consultă literatura primară relevantă și se validează procedura în matricea analizată.