



Identifizierung von Matrixeffekten mittels Standardaddition

Diese Methode eignet sich besonders für Proben, deren Analytgehalt in der unteren Hälfte des Messbereichs des entsprechenden Testsatzes liegt.

Hintergrund

In der Regel liegen in einer Probe neben dem zu analysierenden Stoff (Analyt) noch weitere Inhaltsstoffe (Fremdstoffe, Begleitstoffe) vor. Deren störender Einfluss (Interferenz) kann u. U. so groß sein, dass die Wiederfindung des Analyten signifikant von 100 % abweicht. Aus diesem Grund wurde für verschiedene Fremdstoffe ermittelt, bis zu welcher Konzentration sie noch keinen störenden Einfluss auf die betreffende Bestimmung ausüben. Diese Grenzwerte sind - meist in Form einer Tabelle - in den Packungsbeilagen der betreffenden Reflectoquant®-Testsätze angegeben.

Bei Proben von komplexer, häufig nicht genau bekannter Zusammensetzung (Matrix) wie z.B. Lebensmitteln lässt sich der mögliche Einfluss der Fremdstoffe auf die Analyse (Matrixeffekt) nur schwer abschätzen. Die folgende Anleitung beschreibt deshalb eine Methode, mit deren Hilfe geprüft werden kann, ob ein Matrixeffekt vorliegt.

Standardadditions-Methode (Aufstockung)

Hierbei werden schrittweise um den gleichen Betrag abnehmende Volumina der Probelösung mit entsprechend zunehmenden Volumina einer reinen Standardlösung des Analyten (Additionslösung) gemischt. Anschließend wird für jede mit Additionslösung versetzte (dotierte) Probe die Wiederfindungsrate der zugegebenen, definierten Menge Analyt mittels reflektometrischer Analyse bestimmt und berechnet:

Schritt 1: Messung der Probe (Messwert **A**)

Schritt 2: Messung der dotierten Probe (Probe + Additionslösung) (Messwert **B**)

Schritt 3: Berechnung der Wiederfindungsrate:

$$\text{Wiederfindungsrate} = \frac{\text{Messwert B} - \text{Messwert A}}{\text{Sollwert B} - \text{Messwert A}} \cdot 100 \%$$

Der Sollwert B (= c_3) wird wie folgt ermittelt:

$$V_1 \cdot C_1 + V_2 \cdot C_2 = V_3 \cdot C_3 \rightarrow C_3 = \frac{V_1 \cdot C_1 + V_2 \cdot C_2}{V_3}$$

hier: v_1 = Volumen der Probelösung [ml]

c_1 = Konzentration der Probelösung [mg/l] (Messwert **A**)

v_2 = Volumen der Additionslösung [ml]

c_2 = Konzentration der Additionslösung [mg/l]

v_3 = Volumen der Mischlösung, $v_3 = v_1 + v_2$ [ml]

c_3 = Konzentration der Mischlösung [mg/l] (Sollwert **B**)

Applikation

Um Matrixeffekte durch Aufstocken sicher erkennen zu können, ist Folgendes zu beachten:

1. Es sollten mindestens vier Mischungen hergestellt werden.
2. Die für die dotierten Lösungen erwarteten Messwerte müssen innerhalb - und zwar möglichst in der Mitte - des Messbereichs des betreffenden Testsatzes liegen.
3. Die Additionslösung sollte relativ hochkonzentriert sein, damit sich die resultierenden Messwerte A und B möglichst stark voneinander unterscheiden. Außerdem wird damit erreicht, dass nur geringe Mengen an Additionslösung zugegeben werden müssen, so dass sich die Matrix der Probe beim Aufstocken kaum verändert.

Beispiel

Messbereich des Testsatzes: 10 - 150 mg/l

Konzentration der Additionslösung: 1000 mg/l (d.h. 1 mg/ml)

Um jeweils 100 ml an dotierten Lösungen zu erhalten, werden die in nachfolgender Tabelle angegebenen Volumina an Probelösung und Additionslösung gemischt.

Probe- lösung [ml]	Additions- lösung [ml]	Messwert B bzw. A [mg/l]	Sollwert B [mg/l]	Sollwert B – Messwert A [mg/l]	Messwert B – Messwert A [mg/l]	Wieder- findungs- rate
100,0	0	50,0 (= A)	-	-	-	-
99,8	0,2	52,5 (= B)	52,0	2,0	2,5	125 %
99,6	0,4	54,3 (= B)	54,0	4,0	4,3	108 %
99,4	0,6	56,1 (= B)	56,0	6,0	6,1	102 %
99,2	0,8	58,0 (= B)	58,0	8,0	8,0	100 %
99,0	1,0	59,6 (= B)	60,0	10,0	9,6	96 %

Bewertung der Ergebnisse

Ein Matrixeffekt liegt vor, wenn die Wiederfindungsrate deutlich unter 80 % oder deutlich über 120 % liegt. Bei sehr geringen Dotierungen (siehe Zeile 2 der Tabelle) kann die Schwankungsbreite der Messergebnisse zu einer Unter- oder Überschreitung dieser Grenzwerte führen! Ausschlaggebend ist immer die Beurteilung der Messreihe insgesamt. Daher kann im obigen Beispiel ein Matrixeffekt ausgeschlossen werden.

Beim Vorliegen eines Matrixeffekts kann die betreffende Probe ohne entsprechende Vorbereitung nicht sinnvoll untersucht werden. Ob für die jeweilige Probe/Analyt-Kombination schon eine Applikation existiert, kann mit Hilfe des Anwendungs-Finders geprüft werden:
www.analytical-test-kits.com „Application Finder“