



Gesellschaft für Toxikologische und Forensische Chemie

Arbeitskreis
Alkoholkonsum und
Nachtrunk

Anhang E
zur Richtlinie der GTFCh
zur Qualitätssicherung bei
forensisch-toxikologischen Untersuchungen

Begleitstoffuntersuchungen mit
Dampfraum-Gaschromatographie in
biologischem Material und Getränke-
proben

Autoren: J. Teske, Hannover ; A. Alt, Ulm; V. Auwärter, Freiburg; J. Becker, Mainz; T. Daldrup, Düsseldorf; T. Gilg, München; M. Jübner, Köln ; T. Kaufmann, Mainz; G. Schmitt, Heidelberg; J. Schürenkamp, Münster ; R. Werner, Jena; C. Wunder, Frankfurt/Main; K. Schulz, Dresden

Seite 1 von 7

Version 02

Änderungshinweise:

Erweiterung um Untersuchung von Getränkeproben;
Anpassung an allgemeine Richtlinie

Datum

30.06.2015

Seite

--

Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeines	2
2	Zweck und Anwendungsbereich	2
3	Untersuchungsumfang	3
4	Apparative Voraussetzungen	3
5	Untersuchungsmaterial	3
5.1	Allgemein	3
5.2	Lagerung	3
6	Personelle und räumliche Voraussetzungen	4
6.1	Personal	4
6.2	Räume	4
7	Analytik	4
7.1	Probenvorbereitung	4
7.2	Chromatographische Voraussetzungen	5
7.3	Kalibration	5
7.4	Durchführung	5
7.5	Qualitätssicherung	6
7.6	Auswertung	6
8	Literatur und mitgeltende Unterlagen	7
9	Inkrafttreten	7

1 Allgemeines

Die meisten alkoholhaltigen Getränke, insbesondere die Gärungsalkoholika, enthalten neben Ethanol auch Methanol und höhere aliphatische Alkohole, die im forensischen Sprachgebrauch als Begleitstoffe bezeichnet werden. Es gibt aber auch hochprozentige Alkoholika ohne praxisrelevante Begleitstoffgehalte. Die Konzentrationsprofile der Begleitstoffe im Blut hängen von der aufgenommenen Dosis und von der Zeit ab, die seit der Aufnahme vergangen ist. Bei Kenntnis der Konzentrationsverläufe lässt sich das Konzentrationsprofil in einer mit Dampfraum-Gaschromatographie untersuchten Probe auf Übereinstimmung mit Erwartungswerten überprüfen. Als Nachtrunk wird nicht selten die Aufnahme hochprozentiger Alkoholika nach der Tat in einer kurzen Zeitspanne und relativ kurze Zeit vor der Blutentnahme angegeben, wodurch eine Blutalkoholkonzentration vollständig, überwiegend oder teilweise erklärt werden kann. Die Dampfraum-Gaschromatographie für Alkohole und Begleitalkohole wurde von MACHATA [1] entwickelt. Begleitstoffuntersuchungen wurden 1979 erstmals von BONTE vor Gericht eingeführt und 1983 von der obergerichtlichen Rechtsprechung (OLG Celle) als objektive Methode zur qualitativen und quantitativen Überprüfung von Nachtrunkangaben anerkannt [2].

Im Rahmen einer Bestandsaufnahme [3] wurden die Vorgaben für die forensische Begleitstoffanalyse in Blut/Serum/Plasma harmonisiert.

Die vorliegende Richtlinie bezieht sich nicht auf die sachverständige Begutachtung analytisch festgestellter Konzentrationen an Begleitstoffen in einer zu untersuchenden Probe. Unabhängig davon und um Fehlinterpretationen vorzubeugen, kann eine Beurteilung des Ergebnisses einer Begleitstoffanalyse ohne umfassende Kenntnis und Berücksichtigung ihrer analytischen Grundlage nicht empfohlen werden.

Grundsätzlich gelten die Richtlinien der GTFCh [4].

2 Zweck und Anwendungsbereich

Zweck der forensischen Begleitstoffuntersuchung in Blut/Serum/Plasma oder in Getränkeproben ist es, Analysenwerte in einem Prüfbericht zur Verfügung zu stellen, die in rechtsrelevanten Verfahren als Beweismittel verwertbar sind. Den Auftrag zur Bestimmung von Begleitstoffen erteilt in der Regel die Behörde oder Institution, in deren Auftrag das Blut nach § 81 a StPO entnommen wurde.

Für die forensische Bestimmung von Ethanol im Blut gelten eigene Richtlinien [5].

3 Untersuchungsumfang

Im Untersuchungsumfang sollten folgende Begleitstoffe enthalten sein:

Methanol, 1-Propanol, 2-Butanon (Methylethylketon), 2-Butanol, 2-Methyl-1-propanol (Isobutanol), 1-Butanol sowie 2-Methyl-1-butanol und 3-Methyl-1-butanol (ggf. auch als Summenwert). Bei Bedarf können weitere Analyten aufgenommen werden.

4 Apparative Voraussetzungen

Die Begleitstoffanalyse wird üblicherweise mit Dampfraum-Gaschromatographie (HS-GC) und einem Flammenionisationsdetektor (FID) oder massenspektrometrischen Detektor (MS) durchgeführt. Es können Untersuchungen an zwei Säulen unterschiedlicher Polarität durchgeführt werden. Als Probengeber kommen Dampfraum-Probengeber mit Spritzendosierung, Schleifendosierung oder Gleichdruckdosierung in Betracht. Zur Anreicherung können geeignete Dosiertechniken eingesetzt werden (z.B. Kryofokussierung, Adsorptionsfalle).

5 Untersuchungsmaterial

5.1 Allgemein

Die forensische Untersuchung auf Begleitalkohole in biologischem Material findet in der Regel längere Zeit nach der forensischen Blutethanolbestimmung statt. Es ist daher vorab zu prüfen, ob die Probe zur Untersuchung geeignet ist (Probenmenge, lagerungsbedingte Veränderungen).

Liegt Serum oder Plasma vor, so ist dieses als Untersuchungsmaterial zu verwenden.

Als Grundlage für die Beurteilung von Messwerten in Serum/Plasma/Vollblut müssen die Begleitstoffgehalte der in Rede stehenden alkoholischen Getränke bekannt sein. Hierfür können entweder geeignete Vergleichsdaten [2,6] oder aktuelle Messwerte der Getränkeproben herangezogen werden. Bei der Untersuchung von Getränkeproben, deren Ergebnis Eingang in entsprechende Datensammlungen finden sollen, ist auf eine Dokumentation aller verfügbaren relevanten Informationen (z. B. Name, Hersteller, Charge, Alter, Zustand – original oder geöffnet) zu achten.

5.2 Lagerung

Die Lagerungsbedingungen entsprechen den Vorgaben zur Probenaufbewahrung, die in den Richtlinien für die Blutalkoholbestimmung vorgesehen sind [5]. Die Lagerung alkoholischer Getränke kann bei Raumtemperatur erfolgen.

6 Personelle und räumliche Voraussetzungen

6.1 Personal

Die personellen Voraussetzungen entsprechen denen der allgemeinen Richtlinie der GTFCh [4].

6.2 Räume

Die Durchführung von forensischen Begleitstoffanalysen darf nur in speziell hierfür ausgewiesenen Laborräumlichkeiten durchgeführt werden; z. B. in einem Blutalkohollabor. Jegliche Kontamination der Blutproben/Seren/Plasmen, Standards, Reagenzien und Laborgeräte mit flüchtigen, insbesondere ethanol- bzw. begleitstoffhaltigen Stoffen, muss vermieden werden.

7 Analytik

7.1 Probenvorbereitung

Das Probenvolumen richtet sich nach der Größe der zur Untersuchung erforderlichen Probengefäße. Bei Verwendung von 20 mL Dampfraum-Gläsern wird der Einsatz von mindestens 200 µL Serum empfohlen. Zur Erhöhung des Dampfdrucks ist der Zusatz von wasserfreiem Natriumsulfat erforderlich. Die Menge richtet sich nach dem Flüssigkeitsvolumen im Probengefaß. Bei einem Gesamtvolumen von 400 µL Flüssigkeit (Serumprobe + interner Standard) werden mindestens 0,3 g Na₂SO₄ als sinnvoll erachtet.

Alternative Probenvorbereitungen wie Eiweißfällung oder Ultrafiltration sind möglich.

Als interner Standard kann analog dem GC-Verfahren zur Blutalkoholbestimmung tertär-Butanol (tert-Butanol) verwendet werden, z.B. 1 mg/L. Geeignete Alternativen sind möglich. Werden massenspektrometrische Verfahren angewandt, können auch deuterierte Analoga verwendet werden, sofern diese eine ausreichende Isotopenreinheit aufweisen.

Eine Glukuronidspaltung kann zusätzlich durchgeführt werden; sie ist zu dokumentieren und getrennt zu berücksichtigen.

Getränkeproben sind entsprechend ihrem Begleitstoffgehalt in geeigneter wässriger Verdünnung zu untersuchen, so dass die Messsignale innerhalb des verwendeten Kalibrationsbereiches liegen. Um auch geringe Begleitstoffkonzentrationen sicher zu erfassen, sollte in jedem Fall eine 1:10 (oder weniger) verdünnte Lösung gemessen werden.

7.2 Chromatographische Voraussetzungen

Als Trennsäulen können Kapillarsäulen mittlerer und hoher Polarität verwendet werden. Bei herkömmlichen Injektionstechniken sind aufgrund der großen Gasvolumina Widebore- und Dickfilmkapillaren vorzuziehen. Bei zusätzlichen Anreicherungstechniken (Kryofokussierung und Trap) sind diese Kapillartypen nicht erforderlich.

In der Regel erfolgt die gaschromatographische Trennung mit einem Temperaturprogramm bei niedriger Starttemperatur (ca. 40°C). Auf eine ausreichende Trennung der Einzelsubstanzen, insbesondere die eindeutige Trennung von Methanol/Acetaldehyd, 2-Methyl-1-propanol (Isobutanol)/3-Methylbutanal (Isovaleraldehyd), 2-Methyl-1-butanol/3-Methyl-1-butanol (einzeln oder als Summe) und Ethylacetat/2-Butanol ist zu achten.

Bezüglich der massenspektrometrischen Detektion gelten die Richtlinien der GTFCh [4].

7.3 Kalibration

Zur Kalibration bei der Bestimmung von Begleitstoffen in Körperflüssigkeiten können wässrige Standardlösungen oder Standardlösungen aus Serum verwendet werden, deren Gehalt garantiert sein muss.

Bei Verwendung einer wässrigen Kalibration muss gemäß den allgemeinen Richtlinien im Rahmen der Validierung die Äquivalenz zu einer Kalibration mit Matrix gezeigt werden.

Für Methanol wird der Bereich zwischen 1,0 und 20 mg/L und für die übrigen Begleitalkohole der Bereich zwischen 0,1 und 2,0 mg/L empfohlen.

Die Bestimmungsgrenzen müssen für Methanol $\leq 1,0$ mg/L und für die übrigen Begleitstoffe $\leq 0,1$ mg/L betragen.

Für die Bestimmung von Begleitstoffen in Getränkeproben sind wässrige Standardlösungen zu verwenden; es gelten die Vorgaben der Richtlinien der GTFCh [4].

7.4 Durchführung

Ist es zu einer Doppelblutentnahme gekommen, sind beide Proben zu untersuchen. Eine Doppelbestimmung aus getrennt vorbereiteten Ansätzen ist anzustreben. Zum Ausschluss einer Verschleppung ist jeweils eine Leerprobe (Wasser) zwischen den Untersuchungsfällen zu platzieren.

7.5 Qualitätssicherung

Die Analysenmethode zur Begleitstoffbestimmung muss gemäß den Richtlinien der GTFCH validiert sein.

Mindestens folgende Substanzen sind im Hinblick auf mögliche Interferenzen im Rahmen einer Überprüfung der Selektivität und Spezifität zu berücksichtigen: Ethanol, Acetaldehyd, Ethylacetat, Methylacetat, Propylacetat, Isopropanol, Aceton, Propionaldehyd, Isobutyraldehyd, Isovaleraldehyd.

Ferner ist im Retentionszeitbereich der Begleitstoffanalyse mit anderen flüchtigen Substanzen zu rechnen (z.B. Cyanwasserstoff, Ether, Chloroform, Halothan, Benzol, o-, m-, und p-Xylol, Toluol, Hexan, Heptan, Dichlormethan, Cyclohexan, Trichlorethan, Trichlorethylen, Tetrachlorkohlenstoffe, Trichloressigsäure, Benzylalkohol, Methanthiol).

Auf mögliche Einflüsse über Butylgummistopfen, ggf. auch Enzymzusätze ist zu achten. Zuvor nicht bekannt gewordene Störeinflüsse bei der Begleitstoffanalyse sind zu dokumentieren und sollen der diese Richtlinie begleitenden Arbeitsgruppe der GTFCh mitgeteilt werden.

Zur internen Qualitätskontrolle sind in jeder Analysenserie mindestens zwei unterschiedliche Qualitätskontrollproben mitzuführen und wie Proben zu behandeln. Es muss mindestens eine zertifizierte Kontrolle verwendet werden, die der zu untersuchenden Probenmatrix entspricht.

Die Ergebnisse (Messwert, Datum, Operator) müssen in einer Kontrollkarte mit Vorgaben zur Qualitätskontrolle (Sollwert, Vertrauensbereich, Herstellername, Charge) dokumentiert werden. Die einzuhaltenden Grenzen errechnen sich entsprechend der Richtlinie der GTFCh zur Qualitätssicherung bei forensisch-toxikologischen Untersuchungen.

Die Qualitätskriterien müssen mit der gewählten Analysenmethode regelmäßig erfüllt werden. Abweichungen sind zu dokumentieren, kommentieren und geeignete Korrekturmaßnahmen zu ergreifen. An Ringversuchen ist regelmäßig teilzunehmen, sofern diese angeboten werden.

7.6 Auswertung

Im Prüfbericht können die Analysengehalte einzeln in mg/L und/oder das arithmetische Mittel der Einzelwerte mitgeteilt werden.

Die Messwert-Angabe erfolgt nach Schneiden. Unabhängig von der verwendeten Konzentrationseinheit sollten maximal zwei signifikante Stellen (d.h. eine weitere Stelle nach der ersten von Null verschiedenen Stelle) angegeben werden, soweit keine anderen Anforderungen gestellt werden.

Für 2- und 3- Methyl-1-butanol kann auch ein Summenwert angegeben werden. Abweichungen von der Richtlinie sind zu kommentieren und dem Auftraggeber im Prüfbericht mitzuteilen.

8 Literatur und mitgeltende Unterlagen

- [1] Machata G. Über die gaschromatographische Blutalkoholbestimmung. Blutalkohol 4 (1967): 252-260
- [2] Bonte W (1987) Begleitstoffe alkoholischer Getränke. Verlag Max Schmidt-Römhild Lübeck
- [3] Schulz K, Teske J, Gilg T, Aderjan R, Herbold M, Bestandsaufnahme der Begleitstoffanalyse und Ergebnisse erster Ringversuche. Blutalkohol 43 (2006): 269-276
- [4] Richtlinie der GTFCh zur Qualitätssicherung bei forensisch-toxikologischen Untersuchungen. Toxichem + Krimtech 76 (2009): 142-176
- [5] Richtlinien zur Bestimmung der Blutalkoholkonzentration im Blut (BAK) für forensische Zwecke. Blutalkohol 48 (2011): 137-143
- [6] Arbeitskreis „Alkoholkonsum und Nachtrunk“,
<http://www.gtfch.org/php/index.php/alkohol-und-nachtrunk>
- [7] Richtlinie der GTFCh zur Qualitätssicherung bei forensisch-toxikologischen Untersuchungen. Anhang E - Begleitstoffuntersuchungen mit Dampfraum-Gaschromatographie im biologischen Material. Toxichem + Krimtech 78 (2011): 16-22

9 Inkrafttreten

Diese Anlage wurde gemäß Beschluss des Vorstandes der GTFCh vom 08.12.2015 verabschiedet und tritt mit der Publikation im Toxichem + Krimtech in Kraft. Sie ersetzt damit die vorhergehende Richtlinie [7].