



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 im
biologischen Material

Autoren: K. Schulz, Dresden; R. Aderjan, Heidelberg; A. Alt, Ulm; V. Auwärter, Freiburg; J. Becker, Mainz; T. Daldrup, Düsseldorf; T. Gilg, München; G. Kauert, Frankfurt; T. Kaufmann, Mainz; D. W. Lachenmeier, Karlsruhe; W. Römhild, Magdeburg; G. Schmitt, Heidelberg; J. Teske, Hannover; R. Werner, Jena

Seite 1 von 7

Version 01

Änderungshinweise:

Keine – erste Fassung

Datum

11.05.2010

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	3
6.1	Personal.....	3
6.2	Räume.....	4
7	Analytik	4
7.1	Probenvorbereitung	4
7.2	Chromatographische Voraussetzungen.....	4
7.3	Kalibration	5
7.4	Durchführung.....	5
7.5	Qualitätskontrolle.....	5
7.6	Auswertung	6
7.7	Störsubstanzen bei der Begleitstoffanalyse mittels HS-GC-FID.....	6
8	Literatur und mitgeltende Unterlagen	6
9	Inkrafttreten.....	7

1 Allgemeines

Die meisten alkoholhaltigen Getränke, insbesondere die Gärungsalkoholika, enthalten neben Ethanol auch Methanol und aliphatische Alkohole mit mehr, z.B. drei bis fünf Kohlenstoffatomen, die im forensischen Sprachgebrauch als Begleitstoffe bezeichnet werden. Es gibt aber auch hochprozentige Alkoholika ohne praxisrelevante Begleitstoffgehalte. Nach dem Konsum zirkulieren die Begleitstoffe neben Ethanol im Blut entsprechend ihrem Gehalt in den Getränken. Ihre Konzentrationsprofile hängen von der aufgenommenen Begleitstoff-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 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 gegebenenfalls eine deutliche nachträgliche Erhöhung der Blutalkoholkonzentration erklärt werden kann. Der Vergleich zu erwartender und festgestellter Konzentrationsprofile wird durch einen kurzen Zeitrahmen mit geringer Abbauzeit begünstigt.

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 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 Dosierungstechniken eingesetzt werden (z.B. Kryofokussierung, Adsorptionsfalle).

5 Untersuchungsmaterial

5.1 Allgemein

Die forensische Untersuchung auf Begleitalkohole 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 in Deutschland dieses als Untersuchungsmaterial zu verwenden.

5.2 Lagerung

Die Lagerungsbedingungen entsprechen denen, die in den Richtlinien für die Blutalkoholbestimmung vorgesehen sind [5].

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- und 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 Probengefäß. 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, tertiär-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 keinen die Bestimmung verfälschenden nicht-deuterierten Anteil enthalten.

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

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. Die Kapillarsäulen sollten ausreichend lang sein, um die erforderliche Auftrennung des Analysengemisches zu gewährleisten.

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 (sofern nicht der Summenwert erfasst wird) und Ethylacetat/2-Butanol ist zu achten. Eine Liste an potentiellen Störsubstanzen ist unter Kapitel 7.7 aufgeführt.

Unsymmetrische Peaks, Diskriminierungen, schlechte Trennleistungen und Koelution mit Störsubstanzen sind zu vermeiden.

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

7.3 Kalibration

Zur Kalibration können wässrige Standardlösungen und Standardlösungen aus Serum verwendet werden, deren Gehalt garantiert sein muss. 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.

7.4 Durchführung

Die zur Anwendung gelangende Analysenmethode zur Begleitstoffbestimmung muss gemäß den Richtlinien der GTFCh validiert sein. Eine Doppelbestimmung aus getrennt vorbereiteten Ansätzen ist anzustreben. Doppelbestimmungen aus einem Ansatz sind zu vermeiden. Zum Ausschluss einer Verschleppung ist jeweils eine Leerprobe (Wasser) zwischen den Untersuchungsfällen zu platzieren.

7.5 Qualitätskontrolle

Zur internen Qualitätskontrolle sind in jeder Analysenserie mindestens zwei unterschiedliche Qualitätskontrollproben mitzuführen und wie Proben zu behandeln. 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 Konzentrationsseinheit 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 im Prüfbericht dem Auftraggeber mitzuteilen.

7.7 Störsubstanzen bei der Begleitstoffanalyse mittels HS-GC-FID

Die angeführte Substanzliste ist ohne Anspruch auf Vollständigkeit. Mindestens folgende Substanzen sind im Hinblick auf mögliche Querempfindlichkeiten (Selektivität, Spezifität) im Rahmen einer Säulencharakterisierung zu testen und ggf. zu kalibrieren:

Ethanol (z.B. als Simultankontrolle/Vergleich)

Acetaldehyd, Ethylacetat, Methylacetat (z.B. in Obstbranntweinen, je nach Säule z.B. als Isopropanol kalibriert), Propylacetat, Isopropanol, Aceton, Propionaldehyd, Isobutyraldehyd, Isovaleraldehyd

Ferner ist mit Retentionszeiten im Bereich einer Begleitstoffanalyse zu rechnen bei:

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.

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 44 (2007): 273-282, zurzeit in Bearbeitung

9 Inkrafttreten

Diese Anlage wurde gemäß Beschluss des Vorstandes der GTFCh vom 04.06.2010 verabschiedet und tritt mit der Publikation im Toxichem + Krimtech in Kraft.

Es gelten Übergangsfristen bis 31.03.2011.