



**Fachrechtskontrollen im
Pflanzenschutz ein Beitrag zum
Verbraucher- und Umweltschutz**

Pflanzenschutzmittel- anwendungskontrolle

**Landesanstalt für Landwirtschaft, Forsten
und Gartenbau Sachsen-Anhalt**

Dezernat Pflanzenschutz
Abteilung Landwirtschaftliches Untersuchungswesen

Bernburg / Halle-Lettin, Juni 2010

Durchführung von Anwendungskontrollen gem. Pflanzenschutzgesetz

Indikationszulassung

Genehmigungen

Sachkunde des Anwenders

Gültigkeit der Geräteprüfplakette

Gute fachliche Praxis

Anzeigepflicht bei Dienstleistung

Einhalt von PSM-spezifischen
Auflagen mittels

-Bodenproben

-Pflanzenproben

-Fassproben



Was wird überwacht ?

- Sind die angewendeten Präparate / Wirkstoffe noch zugelassen ?
- Werden die Mittel ausschließlich in den Kulturen eingesetzt, für die sie zugelassen sind ?
- Werden Anwendungsbeschränkungen eingehalten ?
z.B. Anwendung von bienengefährlichen Stoffen nicht in der Blütezeit; Einhaltung von Abständen zu Gewässern und zu Saumbiotopen bei der Anwendung

Welche Proben werden gezogen?

- **Spritzbrühen** (Tankproben), ermöglichen die direkte Kontrolle was gerade ausgebracht wird
- **Pflanzenproben**, z.B. bei Obst, Gemüse und Kräutern - was wird in oberirdischen Pflanzenteilen gefunden?
- **Bodenproben**
 - einfache Art der Kontrolle bei großen Anbauflächen, z.B. in Getreide oder Raps
 - Kenntnis der Kultur, die zuvor auf dieser Fläche angebaut wurde ist notwendig, da manchmal „Altlasten“ vorliegen



Messkoffer

Messung von
Witterungsdaten
für die gute fachliche
Praxis im
Pflanzenschutz





Brüheentnahmegerät

Analytische Bestimmung der Rückstände von Pflanzenschutzmitteln

Nach:

ASU § 64 LFGB

VDLUFA Methodenbuch Band VII

Hausmethoden

Mit den Bearbeitungsstufen:

- **Aufbereitung** der Proben (Trocknen, Mahlen)
- **Extraktion** der Proben (Abtrennen der Pflanzenschutzmittel von der Probenmatrix und Aufkonzentrieren)
- **Konzentrationsbestimmung** der Pflanzenschutzmittel im Probenextrakt bezogen auf die Trockensubstanz
- **Analytische Bewertung** des Untersuchungsergebnisses

Methodische Voraussetzungen für die Durchführung der Analysen

- Für jede Probe müssen Kalibrierstandards hergestellt sowie Wiederfindung und Blindwert ermittelt werden
- Methoden müssen vorher validiert werden, d.h. wiederholte Messung desselben Standards (Gerätevalidierung), Kalibrierreihen in betreffender Matrix sowie Wiederfindungen an der Bestimmungsgrenze und im Bereich des Grenzwertes (Methodenvalidierung)
- Meist müssen für Pestizidspektrum pro Probe mehrere Messgeräte eingesetzt werden

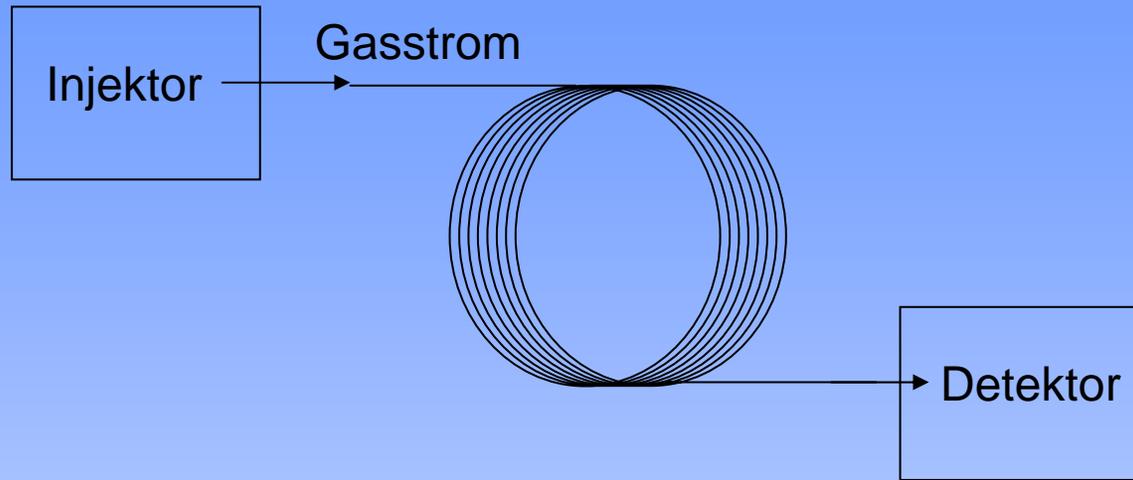


Analysengerät **GC-MSD**

**Gas
Chromatograph
mit
**Massenselektivem
Detektor****

Zur Analytik von unpolaren bis
mittelpolaren verdampfbaren
organischen Verbindungen

Analytisches Messprinzip der GC-MSD



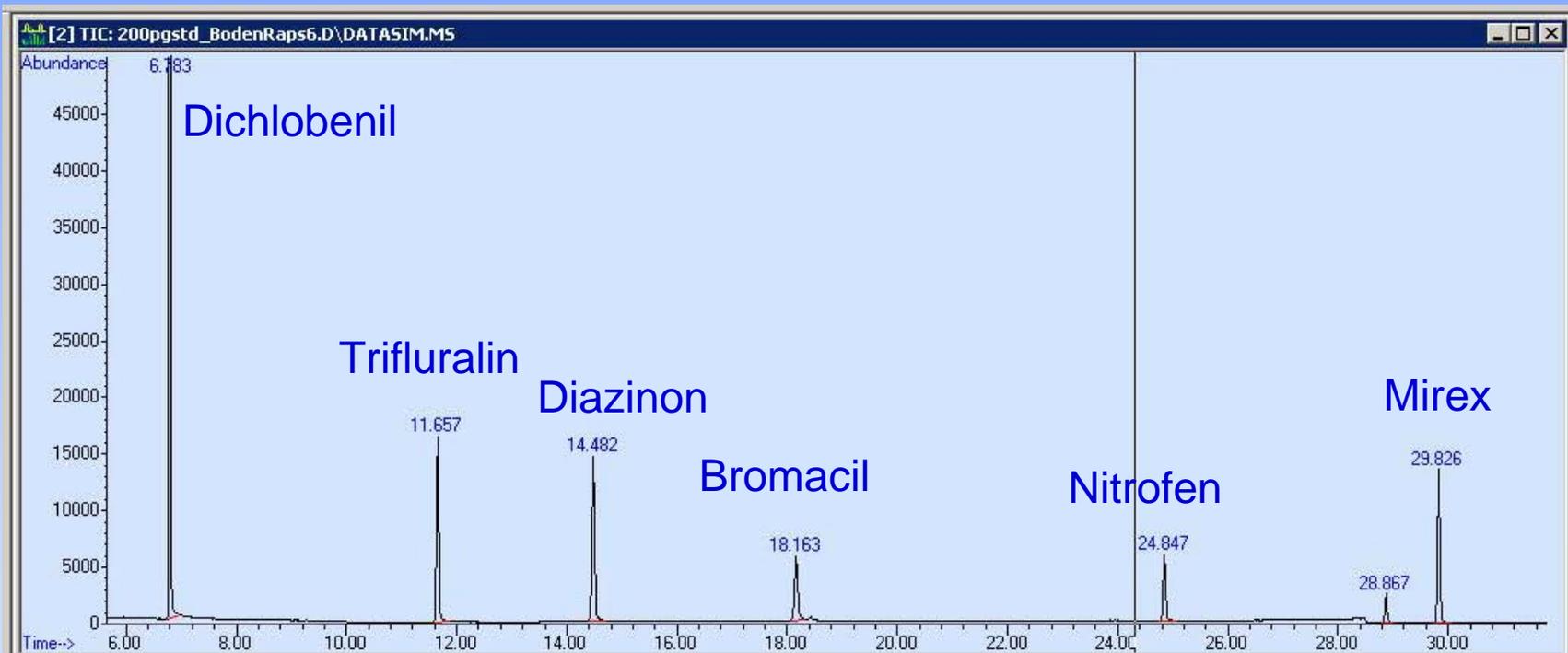
Probe (z.B. Bodenextrakt) wird von Helium-Trägergas durch die Kapillarsäule transportiert.

Die Säule wird im Verlauf der Analyse von 70 °C auf 290 °C aufgeheizt, Verbindungen werden aufgrund ihrer unterschiedlichen Siedepunkte und Wechselwirkungen mit der GC-Säule getrennt und verlassen die Säule zu verschiedenen Zeitpunkten nacheinander (Retentionszeit).

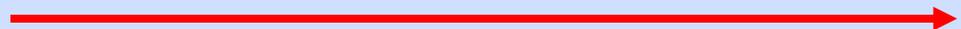
Mit GC werden flüchtige und relativ unpolare Verbindungen untersucht.

Messergebnis: Chromatogramm

Das Analyseergebnis ist ein Chromatogramm, in dem das Detektorsignal über die Zeit dargestellt wird. Jede Verbindung, die die Trennsäule verlässt, erzeugt einen Peak (Schritt 1).



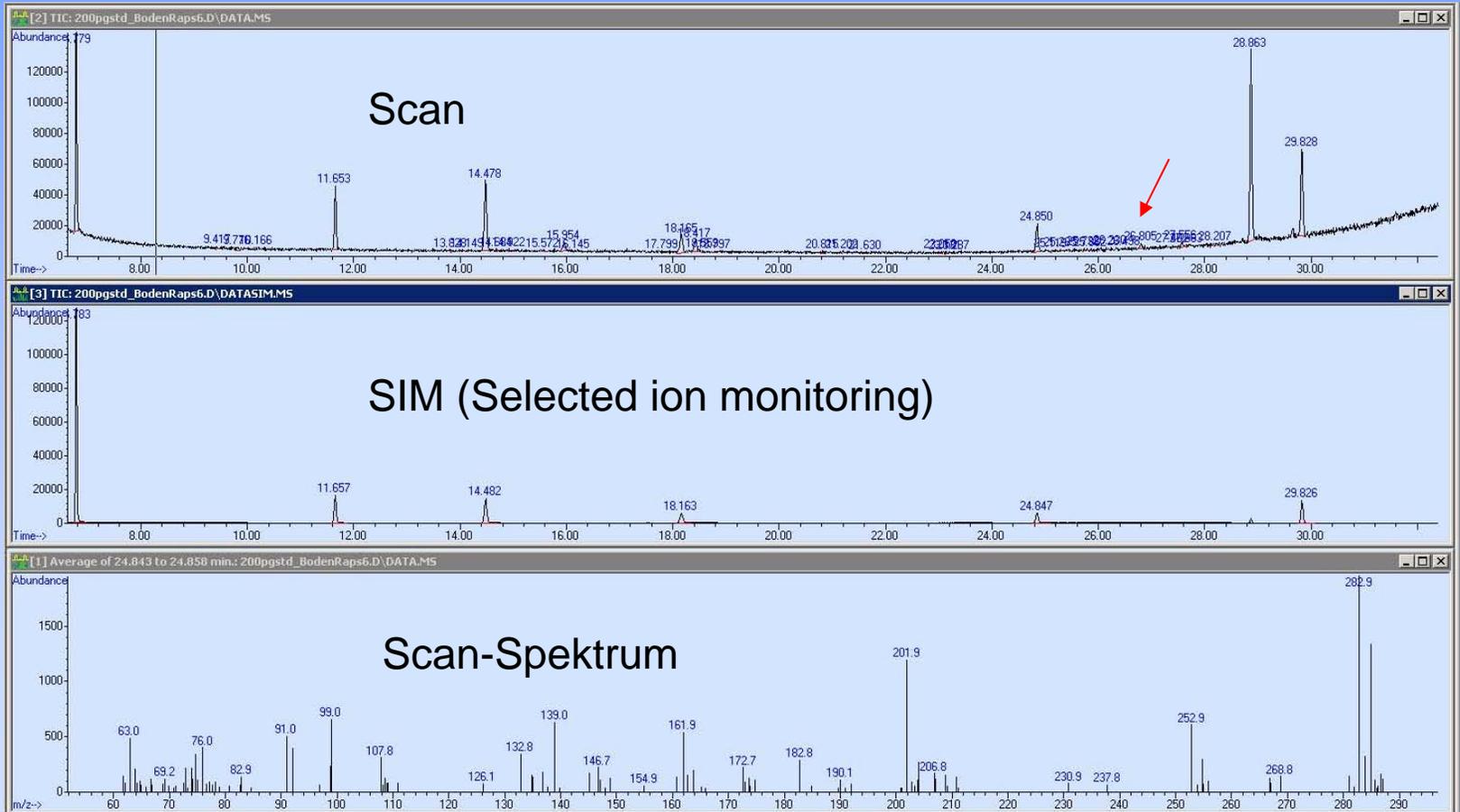
Im Massenspektrometer zerfällt jede Verbindung in charakteristische Bruchstücke (Schritt 2).



Qualitative Auswertung

Messmodus Scan:

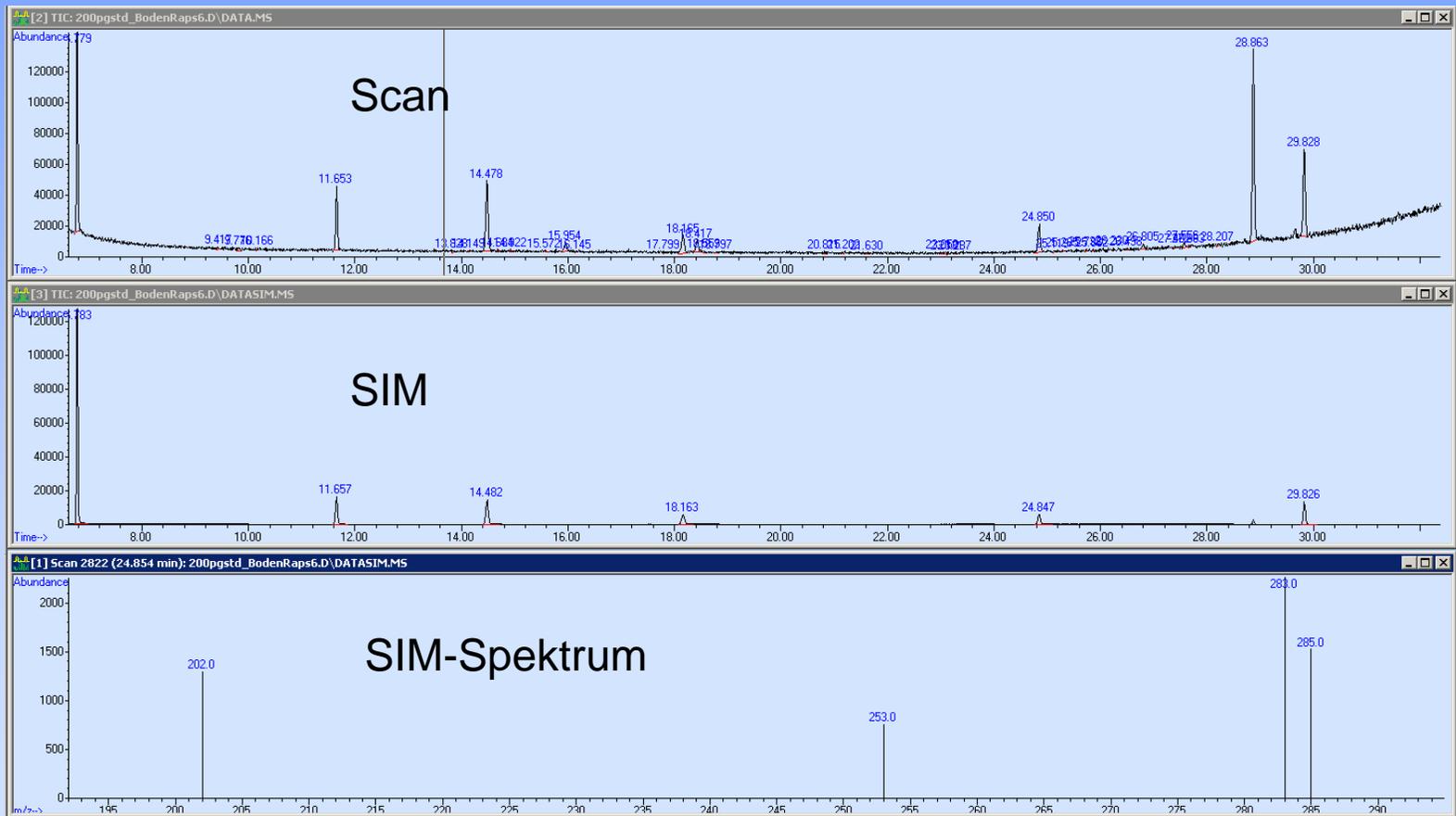
ein komplettes Massenspektrum wird zu jeder Retentionszeit aufgenommen



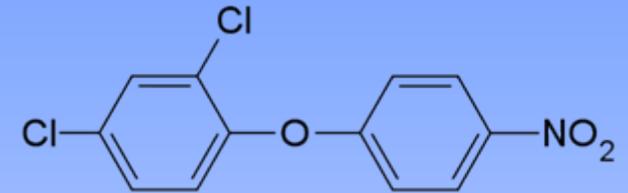
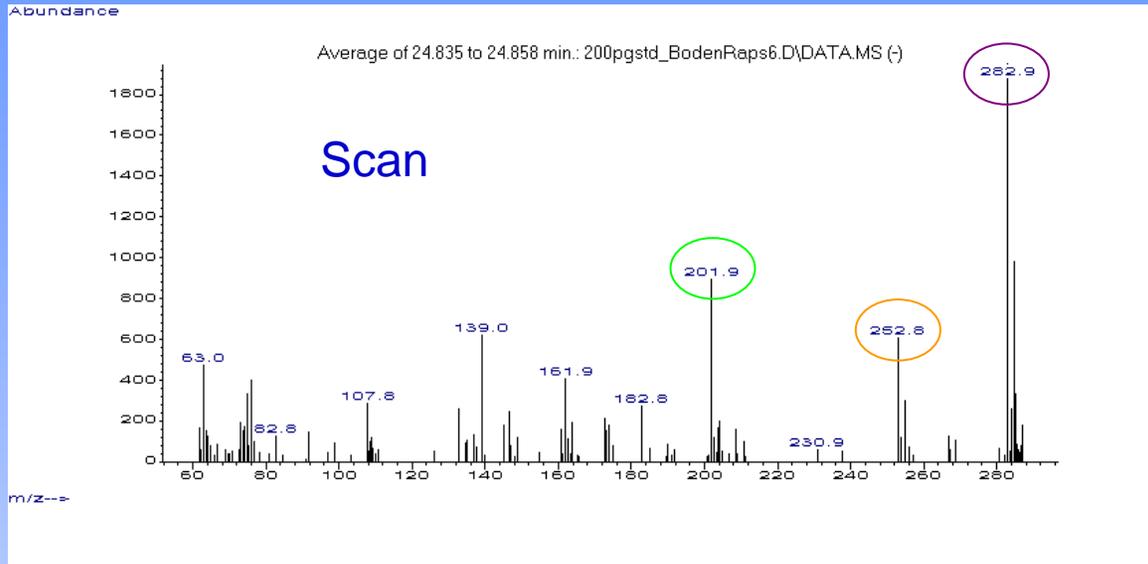
Qualitative Auswertung

Messmodus SIM:

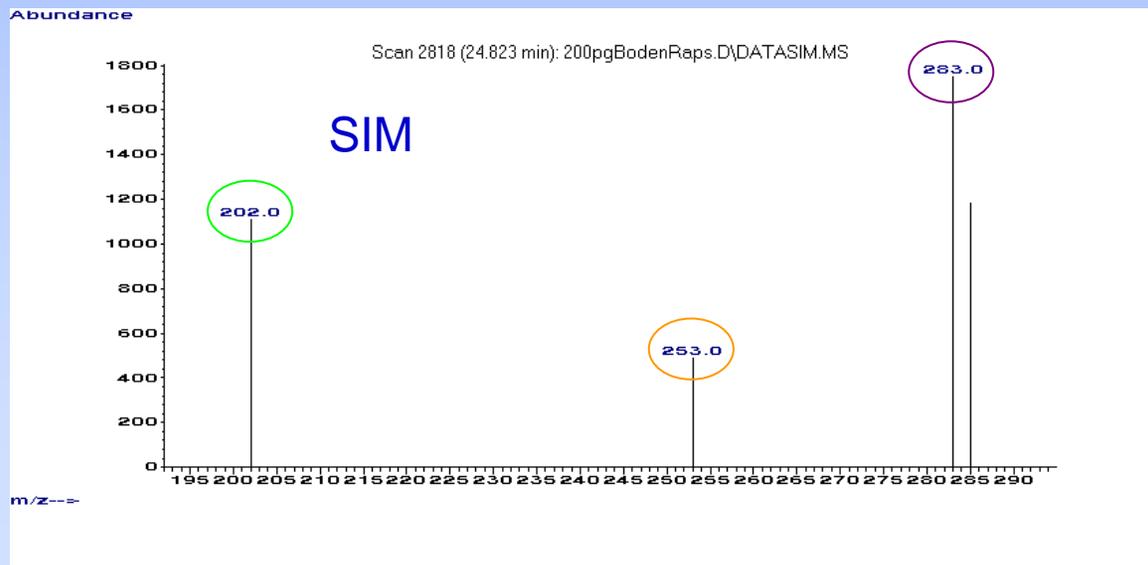
charakteristische Ionen werden selektiv erfasst



Vergleich Scan- und SIM-Spektrum von Nitrofen



Nitrofen



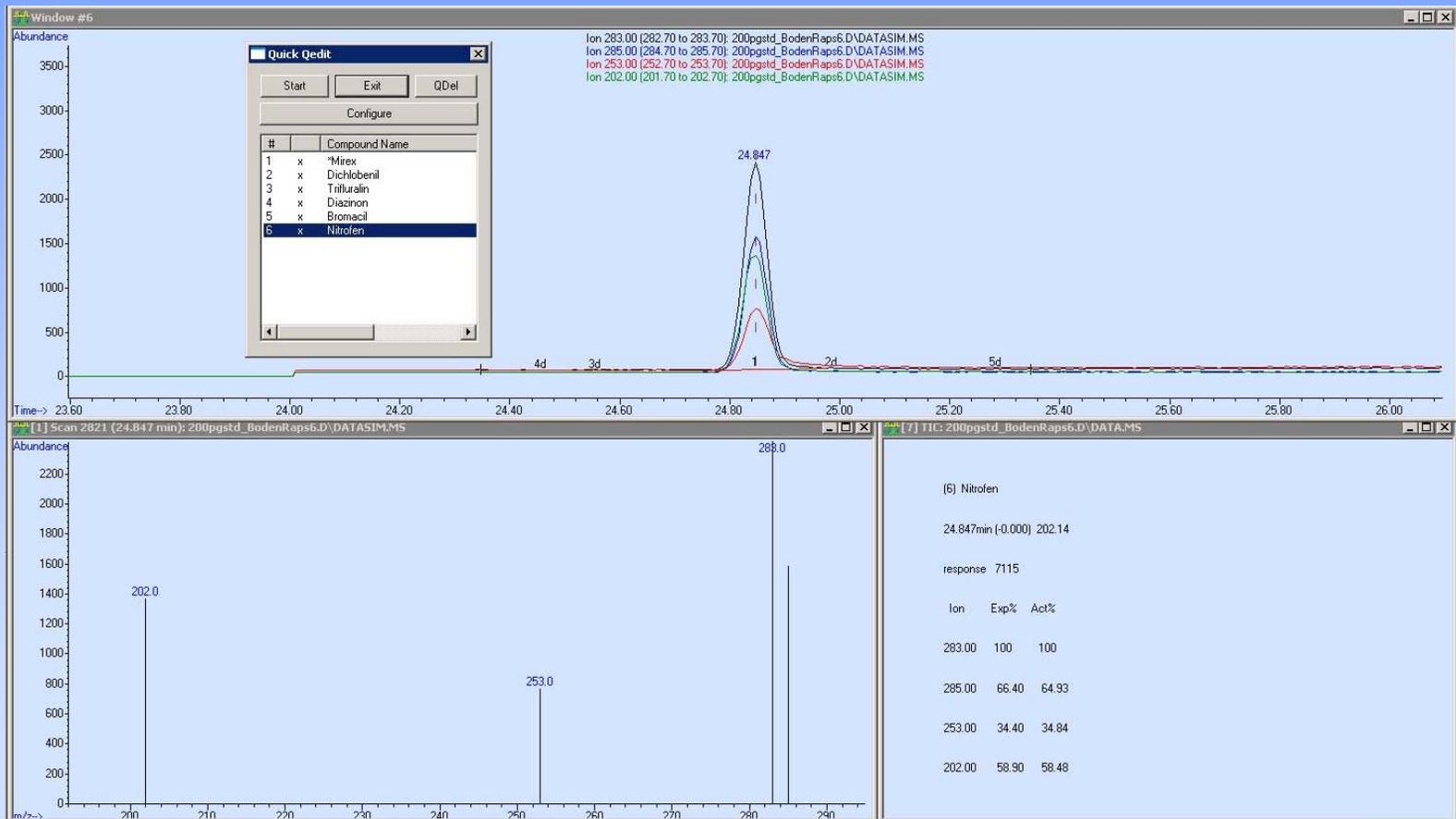
Summenformel $C_{12}H_7Cl_2NO_3$

Molekulargewicht:

$$12 \times 12 + 7 \times 1 + 2 \times 35 + 14 + 3 \times 16 = 283$$

Quantitative Auswertung

Relative Intensitäten von charakteristischen Ionen werden verglichen, die Fläche der Peaks wird bestimmt

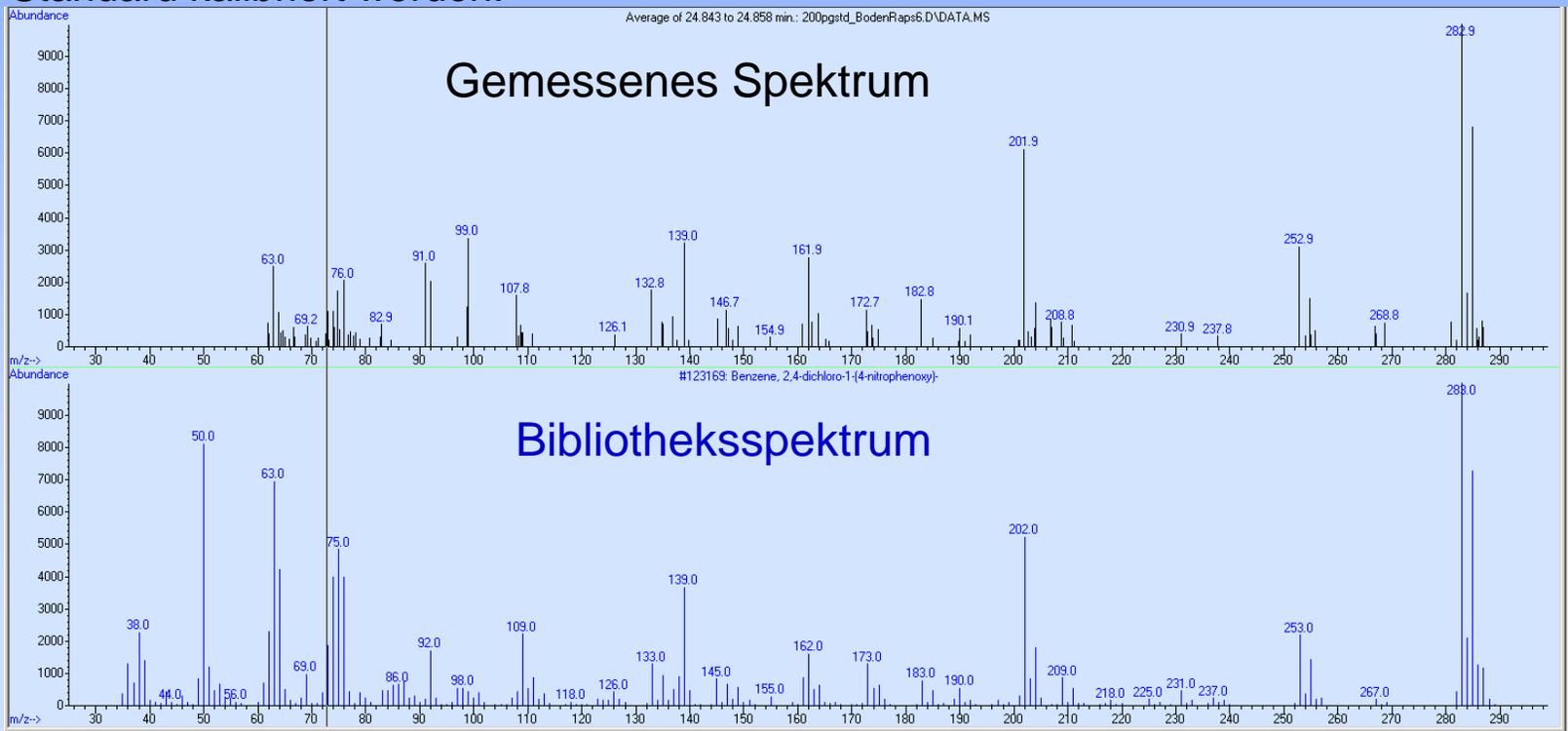


Bibliothekssuche (RTL = Retention Time Locking)

Spektren-Bibliothek enthält 927 Substanzen (Pflanzenschutzmittel und Chlororganische Verbindungen) mit ihren charakteristischen Massen und Retentionszeiten.
= Sichere **qualitative** Identifizierung

Bibliotheks-Chromatogramme wurden mit einem festgelegten Temperaturprogramm und einer festgelegten Trennsäule aufgenommen.

Wenn **quantitative** Bestimmung erfolgen soll, muss in der jeweiligen Matrix mit einem Standard kalibriert werden.



Ergebnisse der Kontrollen 2009 (Teil I)

Kultur	Kontrollziel	Substanzen (Beispiele)	Befund	Maßnahmen
Raps	Bienengefährliche Mittel	Chlorpyriphos-ethyl, Deltamethrin, zeta-Cypermethrin, beta-Cyfluthrin, Methidathion	negativ	keine
Erdbeere	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Dichlofluanid, a-Endosulfan, b-Endosulfan, Endosulfansulfat, Fenpropathrin, Vinclozolin, Tolyfluanid	negativ	keine
Apfel	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Tolyfluanid	negativ	keine
Zwiebel	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Diazinon, Dimethoat, Parathion, Paraoxon, Deltamethrin	positiv Dimethoat	keine da Zulassung in Lauchzwiebeln
Kohl	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Diazinon, Dimethoat, Parathion, Paraoxon, Deltamethrin	negativ	keine
Möhre	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Diazinon, Dimethoat, Parathion, Paraoxon, Deltamethrin	negativ	keine

Ergebnisse der Kontrollen 2009 (Teil II)

Kultur	Kontrollziel	Substanzen (Beispiele)	Befund	Maßnahmen
Getreide	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Nitrofen	positiv Nitrofen als Rückstand	keine da Eingreifwert nicht überschritten
Kartoffel	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Bentazon	negativ	keine
Mais	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Atrazin, Simazin, Diuron	negativ	keine
Raps	Nicht-zugelassene oder verbotene Wirkstoffe	Trifluralin, Dichlobenil, Diazinon, Bromacil, Nitrofen	positiv Trifluralin als Rückstand	keine da Eingreifwert nicht überschritten
Nicht-kulturland	Anwendungsverbot oder Ausnahme-genehmigung	Glyphosat	positiv Glyphosat	keine Ausnahmegenehmigung
Nicht-kulturland	Anwendungsverbot	Diuron	positiv Diuron	keine Ursache nicht aufklärbar