



Bundesamt für
Verbraucherschutz und
Lebensmittelsicherheit

Untersuchung von Pflanzenschutz- mittelproben

Jahresbericht 2020



Zusammenfassung

Im Labor für Formulierungschemie des Referats 206 „Produktchemie und Analytik“ wurden im Jahr 2020 Pflanzenschutzmittel auf folgende Aufgabenstellungen analytisch untersucht:

- Überwachung der Zusammensetzung sowie physikalischen, chemischen und technischen Eigenschaften im Handel befindlicher Pflanzenschutzmittel sowie Klärung von Fragestellungen bei Einfuhrkontrollen im Rahmen des Pflanzenschutz-Kontrollprogramms des Bundes und der Länder (Untersuchung von Planproben, Verdachtsproben und Sonstigen Kontrollproben)
- Überprüfung der Wirkstoffgehalte sowie der physikalischen, chemischen und technischen Eigenschaften von Pflanzenschutzmitteln im Rahmen des Zulassungsverfahrens für Pflanzenschutzmittel gemäß der Verordnung (EG) Nr. 1107/2009
- Überprüfung der Zusammensetzung sowie physikalischen, chemischen und technischen Eigenschaften von Pflanzenschutzmitteln im Genehmigungsverfahren für den Parallelhandel gemäß Artikel 52 der Verordnung (EG) Nr. 1107/2009 und § 46 Pflanzenschutzgesetz
- Teilnahme an Ringversuchen zur Methodenentwicklung und internationaler Standardisierung sowie an Laborvergleichsuntersuchungen zur Überprüfung der Qualität der ermittelten Analyseergebnisse

Kontaktanschrift

Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit
Dienststelle Braunschweig
Messeweg 11/12
38104 Braunschweig

Labor für Formulierungschemie
Telefon: +49 531 299-3540
E-Mail: 200@bvl.bund.de

www.bvl.bund.de

Bildnachweis Titel: © BVL/Gloger

Inhaltsverzeichnis

1	Überwachung der Zusammensetzung und der physikalischen, chemischen und technischen Eigenschaften von Pflanzenschutzmitteln im Rahmen des Pflanzenschutz-Kontrollprogramms	4
1.1	Pflanzenschutzmittel, die bestimmte Wirkstoffe enthalten (Planproben)	4
	Ergebnis der Untersuchungen.....	4
1.2	Verdachtsproben	5
	Ergebnis der Untersuchungen.....	5
1.3	Sonstige Kontrollproben	7
	Ergebnis der Untersuchungen.....	8
1.4	Tabellarische Übersicht der Analysen und Ergebnisse	8
2	Überprüfung der Eigenschaften von Pflanzenschutzmitteln im Rahmen des Zulassungsverfahrens für Pflanzenschutzmittel.....	10
	Ergebnis der Untersuchungen.....	11
3	Überprüfung der Identität im Genehmigungsverfahren für den Parallelhandel mit Pflanzenschutzmitteln	Fehler! Textmarke nicht definiert.
4	Ringversuche, Laborvergleichsuntersuchungen	11
5	Zusammenfassung.....	12

1 Überwachung der Zusammensetzung und der physikalischen, chemischen und technischen Eigenschaften von Pflanzenschutzmitteln im Rahmen des Pflanzenschutz-Kontrollprogramms

Die Pflanzenschutzdienste der Bundesländer entnehmen Pflanzenschutzmittelproben im Handel, beim Import, Transport sowie in der Herstellung, die im BVL-Labor für Formulierungschemie analysiert werden. Untersucht wird, ob Wirkstoffgehalt, Gehalte an Beistoffen, Verunreinigungen und Fremdstoffen sowie physikalische, chemische und technische Eigenschaften den bei der Zulassung bzw. bei der Genehmigung für den Parallelhandel zugrunde gelegten Angaben zur Zusammensetzung und den einzuhaltenden Bedingungen entsprechen. Dadurch soll zum einen geprüft werden, ob die im Handel befindlichen Pflanzenschutzmittel zulassungskonform sind, bzw. von der Genehmigung für den Parallelhandel abgedeckt sind, und zum anderen, ob produktionsbedingte oder lagerungsbedingte Qualitätsmängel auftreten.

1.1 Pflanzenschutzmittel, die bestimmte Wirkstoffe enthalten (Planproben)

Im Bereich der Verkehrskontrollen wurde für das Jahr 2020 festgelegt, dass stichprobenartig die Zusammensetzung von Pflanzenschutzmitteln im Handel untersucht wird, die den Wirkstoff Clopyralid enthalten. Aufgrund absehbarer personeller Engpässe wurde sowohl die Anzahl der Proben als auch die Anzahl der Prüfparameter für das Jahr 2020 halbiert, so dass statt der üblichen zwei bzw. drei Wirkstoffe nur Pflanzenschutzmittel eines Wirkstoffs als Planproben zur Untersuchung vorgesehen waren.

Es wurden dabei sowohl zugelassene Originalmittel als auch parallel gehandelte Pflanzenschutzmittel überprüft. Für diese Kontrollen wurden von den Bundesländern Pflanzenschutzmittelpackungen im Groß- und Einzelhandel entnommen, an das Referat „Produktchemie und Analytik“ des BVL gesandt und im dortigen Labor für Formulierungschemie untersucht. Die Planproben wurden je nach Formulierung auf die folgenden Prüfparameter untersucht:

- Wirkstoffgehalt
- Gehalt an Beistoffen wie z. B. Frostschutzmittel
- Dichte als aussagekräftiges Identitätskriterium
- Aussehen/Farbe
- Homogenisierbarkeit
- Schaumbeständigkeit
- Emulsionsstabilität
- Suspendierbarkeit
- Nasssieb Test
- Staub

Von den insgesamt 100 untersuchten Planproben stammten vier Proben aus dem Parallelhandel (4,0 %). Die Tabelle 1 gibt eine Übersicht über die als Planproben untersuchten Pflanzenschutzmittel.

Ergebnis der Untersuchungen

Bei zwei der 100 untersuchten Clopyralid-haltigen Pflanzenschutzmittel wurde ein Wirkstoffgehalt ermittelt, der unterhalb des festgelegten FAO/WHO-Toleranzbereichs lag.

Außerdem wurde in drei der 100 untersuchten Pflanzenschutzmittel eine Farbe bestimmt, die deutlich von den im Rahmen der Zulassung bzw. der Erteilung der Genehmigung vorgelegten Daten und Informationen abweicht. In diesen drei Fällen wurde zusätzlich zum festgelegten Untersuchungsumfang eine Screeningmethode unter Einsatz von Gaschromatographie und eines massenselektiven Detektors eingesetzt, um die Proben auf das Vorliegen flüchtiger Fremdstoffe zu untersuchen. Für alle drei Proben wurden keine Hinweise auf das Vorliegen von Fremdstoffen identifiziert.

Zu allen oben aufgeführten Abweichungen und sonstigen Auffälligkeiten wurden Anhörungsverfahren gestartet, deren Ergebnisse zum Zeitpunkt der Erstellung dieses Berichtes noch nicht vorlagen.

Die Zusammensetzung von 95 der untersuchten 100 Planproben entsprach auf Basis der analysierten Prüfparameter den gesetzlichen Vorgaben (siehe Tabelle 1 und 2). Daraus ergibt sich eine Mängelquote von 5,0 % (siehe Tabelle 1).

Die in Tabelle 1 genannten Quoten haben aufgrund der zugrunde gelegten geringen Probenzahlen keine statistische Aussagekraft, sondern geben nur einen Trend wieder.

1.2 Verdachtsproben

Werden von den Bundesländern im Rahmen von Anlasskontrollen im Großhandel, im Einzelhandel, auf der Erzeugerstufe, beim Import oder auch bei der Prüfung von Beschwerden Auffälligkeiten oder Unregelmäßigkeiten festgestellt, können im Zusammenhang mit der amtlichen Überwachung Verdachtsproben genommen und zur Untersuchung an das BVL geschickt werden. Dabei kann es sich um Proben handeln, die für den deutschen Markt oder für den Vertrieb in anderen Mitgliedstaaten oder Drittstaaten vorgesehen sind. Im Jahr 2020 wurden von den 40 eingesandten insgesamt 37 Verdachtsproben im Labor für Formulierungsschemie analysiert, von denen eine Verdachtsprobe an ein externes Labor zur Untersuchung geschickt wurde. Die Pflanzenschutzmittel enthielten 23 verschiedene Wirkstoffe bzw. Wirkstoffvarianten, die untersucht wurden: Azoxystrobin, Calciumphosphid, Chlormequatchlorid, Chlorpyrifos, Clopyralid, lambda-Cyhalothrin, Deltamethrin, Dicamba, Difenocozol, Dimethenamid-P, Flumioxazin, Glyphosat, MCPA, Mecoprop, Mesotrione, Pendimethalin, Pethoxamid, Pirimicarb, Propyzamid, Terbutylazin, Thiocloprid, Thiamethoxam und Thiram.

Im Einzelfall wurde entschieden, welche Parameter zur Klärung des Sachverhaltes zu untersuchen waren. In den meisten Fällen waren dies Wirkstoffgehalte, Wirkstoffverunreinigungen und Fremdstoffe sowie bei flüssigen Formulierungen die Homogenisierbarkeit und die Dichte. Je nach Fragestellung wurden als weitere Parameter der Gehalt an ausgesuchten Beistoffen wie Lösungsmittel und physikalische, chemische und technische Eigenschaften wie Farbe, Dichte, Emulsionsstabilität, Suspendierbarkeit, Dispersionsstabilität, Staubbildung, Nasssiebttest oder Schaumbeständigkeit untersucht. Weiterhin wurde ein Teil der Proben mittels einer GC/MS-Screeningmethode auf das Vorliegen weiterer Substanzen untersucht.

Ergebnis der Untersuchungen

Aufgrund von aufgetretenen Schäden an Kulturpflanzen wurde im Jahr 2020 nur eine Verdachtsprobe untersucht. Es konnten keine Hinweise identifiziert werden, mit denen die aufgetretenen Schäden erklärt werden können.

Bei der Anwendung zweier verschiedener Pflanzenschutzmittel klagte eine Anwohnerin über Schleimhautreizungen. Daher wurden Proben der Pflanzenschutzmittel zur Untersuchung geschickt. Bei einer

Probe konnte eine Beistoffsubstanz, die enthalten sein musste, nicht nachgewiesen werden. Bei der zweiten Probe konnten keine Hinweise auf eine unzulässige Zusammensetzung identifiziert werden.

Bei zwei Pflanzenschutzmittelproben wurden vom Anwender Auffälligkeiten festgestellt. Eine Probe wies eine gänzlich andere Farbe auf, so dass mit dieser auch ein Vergleichsmittel mit der richtigen Farbe zur vergleichenden Untersuchung eingeschickt wurde. Bei dem Vergleichsmittel konnten keine unzulässigen Abweichungen festgestellt werden. Die auffällige Probe wies zusätzlich zur falschen Farbe weitere Abweichungen auf: der Wirkstoff konnte nicht nachgewiesen werden und es konnten Fremdstoffe nachgewiesen werden, von denen einer üblicherweise als Frostschutzmittel eingesetzt wird. Bei der zweiten im Rahmen der Anwendung auffälligen Probe, einem parallel gehandelten Pflanzenschutzmittel, fiel dem Landwirt beim Ansetzen der Anwendungslösung ein Verklumpen auf, welches zur Verstopfung der Spritzdüsen geführt hat. Ein Verklumpen konnte bei den durchgeführten Untersuchungen nicht beobachtet werden. Allerdings wurde eine zu hohe Schaumbeständigkeit festgestellt, so dass die Probe aufgrund dieses Befundes als nicht-verkehrsfähig eingestuft wurde.

Im Rahmen von Importkontrollen wurden dem BVL-Labor insgesamt 23 Verdachtsproben zur Untersuchung geschickt. Davon wurden 21 Proben vom Zoll bei einem Online-Händler vor der Aufgabe bei der Post sichergestellt. Diese Proben stammen aus Polen, 18 von ihnen verfügen über keine Zulassung in Deutschland, bei zehn dieser Proben existiert der auf dem Etikett angegebene Zulassungsinhaber nicht. Für drei Proben wurde vom Auftraggeber der Untersuchungsauftrag zurückgenommen. Die verbliebenen 18 Proben sind allein aufgrund der Kennzeichnung bzw. fehlenden Zulassung nicht verkehrsfähig. Trotzdem wurden Untersuchungen durchgeführt und die Ergebnisse entweder mit den Angaben auf dem Etikett oder, sofern vorhanden, mit Angaben aus der Zulassung gleichnamiger Pflanzenschutzmittel in Deutschland verglichen. Für eine Probe wurde die Untersuchung an ein externes Labor weitergeben. Bei 12 der 18 Proben wurden weitere unzulässige Abweichungen festgestellt, vor allem im Bereich Wirkstoffgehalt und Dichte, aber auch beim physikalischen Zustand (zwei Proben waren fest, müssten laut Zulassung gleichnamiger Pflanzenschutzmittel aber flüssig sein). Bei den anderen vier Proben konnte keine Interpretation der Ergebnisse vorgenommen werden, da keine Vergleichswerte aus Zulassungen vorliegen. In Bezug auf die Angaben auf dem Etikett wurden bei diesen vier Proben keine Abweichungen festgestellt. Bei den zwei weiteren dieser 18 Proben handelt es sich scheinbar um dasselbe Pflanzenschutzmittel, von denen eine Probe über eine polnische und eine über eine rumänische Zulassung verfügt. Für die Probe mit der rumänischen Zulassung konnten keine Bewertung der Ergebnisse vorgenommen werden, da von Rumänien keine Zusammensetzung zur Verfügung gestellt wurde. Bei der anderen Probe hat der Vergleich mit der polnischen Zusammensetzung keine unzulässige Abweichung ergeben. Da jedoch auf dem Etikett keine GP-Nummer angegeben ist, ist auch diese Probe nicht verkehrsfähig. Bei einem Privatkunden wurden im Rahmen einer Zollkontrolle zwei Proben von Glyphosat-haltigen Pflanzenschutzmitteln entnommen. Es handelte sich um Pflanzenschutzmittel mit polnischer Zulassung, die jedoch beide bereits abgelaufen und durch eine Folgezulassung ersetzt worden waren. Die Pflanzenschutzmittel waren allein aufgrund der fehlenden Zulassung in Deutschland nicht verkehrsfähig. Weiterhin wurde festgestellt, dass der Gehalt an Glyphosat bei beiden Proben nicht der ausgewiesenen Menge entsprach.

Es wurden fünf weitere Proben von parallel gehandelten Pflanzenschutzmitteln eingeschickt, bei denen der Verdacht auf eine fehlerhafte Zusammensetzung bestand. Bei einer dieser Proben war die Zulassung im Herkunftsland bereits weit vor dem Herstellungsdatum der Probe abgelaufen, so dass die Probe nicht durch die GP-Genehmigung abgedeckt und somit nicht verkehrsfähig ist. Im Rahmen der Untersuchung und des Vergleichs mit der Zulassung des deutschen Referenzmittels konnten keine unzulässigen Abweichungen festgestellt werden. Bei einer weiteren Probe konnte nachgewiesen werden, dass ein unzulässiges Frostschutzmittel eingesetzt wurde, so dass diese Probe als nicht-verkehrsfähig zu beurteilen ist. Bei den weiteren drei Proben konnte der Verdacht auf mangelnde Verkehrsfähigkeit nicht bestätigt werden.

Aufgrund von Notifizierungen aus Österreich wurden vier Proben zur Untersuchung eingesandt. Bei drei Proben konnten keine Auffälligkeiten identifiziert werden. Bei der vierten Probe konnte zwar nicht die in Österreich nachgewiesene Abweichung nachvollzogen werden, allerdings wurden zwei Fremdstoffe mit Konzentrationen oberhalb des Grenzwerts nachgewiesen, so dass die Probe als nicht-verkehrsfähig eingestuft wurde.

Im Rahmen der Kontrolle eines Gefahrgutlagers wurde eine Probe eines zugelassenen Pflanzenschutzmittels entnommen, damit diese auf Verkehrsfähigkeit untersucht wird. Es konnten keine unzulässigen Abweichungen von den Sollwerten gemäß Zulassungsunterlagen festgestellt werden.

Weiterhin wurde eine Probe eines zugelassenen Pflanzenschutzmittels zur Untersuchung eingesandt, da im Rahmen des Planprobenprogramms bei diesem Mittel eine von den Vorgaben abweichende Farbe identifiziert wurde und der betroffene Händler dieses Ergebnis bezweifelte. Es wurde dieselbe unzulässige Abweichung bei der Verdachtsprobe festgestellt, so dass die Probe als nicht verkehrsfähig beurteilt wurde.

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse ist den Tabellen 1 und 2 zu entnehmen. Die in Tabelle 2 genannten Quoten haben aufgrund der zugrunde gelegten geringen Probenzahlen keine statistische Aussagekraft, sondern geben nur einen Trend wieder.

1.3 Sonstige Kontrollproben

Diese Probenkategorie wurde erstmals 2019 eingeführt. Unter diese Kategorie fallen alle Proben, die sich nicht ohne weiteres in die Kategorien „Planproben“ und „Verdachtsproben“ einordnen lassen. Das können z. B. Proben aus der Hersteller- oder Importkontrolle sein, die ohne einen speziellen Anlass entnommen werden. Dabei kann es sich um Proben handeln, die für den deutschen Markt oder für den Vertrieb in anderen Mitgliedstaaten oder Drittstaaten vorgesehen sind. Zunächst wurden auch Proben, die z. B. aufgrund einer Notifizierung aus einem anderen Mitgliedstaat genommen wurden und nicht für den deutschen Markt bestimmt waren, in diese Kategorie eingeordnet. Diese Zuordnung wurde im Laufe des Jahres aufgrund der Erfahrungen im Labor angepasst. Proben, die aufgrund von Notifizierungen aus anderen Mitgliedsstaaten genommen wurden, werden seit August 2020 als Verdachtsproben eingestuft, unabhängig davon, für welchen Markt sie bestimmt sind. Im vorliegenden Bericht sind daher Proben, die aufgrund von Notifizierungen entnommen wurden, zum Teil unter Sonstigen Kontrollproben und zum Teil unter Verdachtsproben dargestellt.

Im Jahr 2020 wurden insgesamt vier Sonstige Kontrollproben im Labor für Formulierungsschemie analysiert. Drei der vier Sonstigen Kontrollproben wurden aufgrund einer Notifizierung aus Frankreich an das Labor für Formulierungsschemie geschickt. Eine der vier Sonstigen Kontrollproben war für einen anderen Mitgliedstaat bestimmt und wurde in einem Gefahrgutlager im Rahmen einer nicht anlassbezogenen Kontrolle entnommen. Die Pflanzenschutzmittel enthielten zwei verschiedene Wirkstoffe, die untersucht wurden: Lenacil und Tebuconazol.

Im Einzelfall wurde entschieden, welche Parameter zur Klärung des Sachverhaltes bzw. zur Überprüfung der Zulassungskonformität zu untersuchen waren. Dazu wurde für eine Probe die Zusammensetzungen in den Mitgliedsstaaten angefordert, für deren Markt das Pflanzenschutzmittel bestimmt war. In den meisten Fällen wurden Wirkstoffgehalt und bestimmte Verunreinigungen untersucht. In Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Pflanzenschutzmittel wurden als weitere Parameter der Gehalt an ausgesuchten Beistoffen, wie z. B. Lösungsmittel, das Vorliegen von Fremdstoffen sowie physikalische, chemische und technische Eigenschaften wie Farbe, Emulsionsstabilität oder Schaumbestän-

digkeit untersucht. Bei flüssigen Proben wurden außerdem die Homogenität und die Dichte des Pflanzenschutzmittels getestet. Weiterhin wurde ein Teil der Proben mittels einer GC/MS-Screeningmethode auf das Vorliegen weiterer Substanzen untersucht.

Ergebnis der Untersuchungen

Bei den drei Proben eines Pflanzenschutzmittels, die aufgrund einer Notifizierung entnommen wurden, bestand der Verdacht, dass der Höchstgehalt des Fremdstoffes 2-Cyclopentylidencyclopentanon überschritten wurde. Dieser Verdacht konnte in keiner der drei Proben bestätigt werden.

Für die Probe, die wurde im Rahmen einer nicht-anlassbezogenen Kontrolle eines Gefahrgutlagers genommen, wurde die Zusammensetzung in dem entsprechenden Mitgliedstaat angefordert und für die Überprüfung der Zulassungskonformität herangezogen. Es konnte eine Abweichung im Gehalt einer Beistoffsubstanz ermittelt werden, so dass die Probe beanstandet wurde.

1.4 Tabellarische Übersicht der Analysen und Ergebnisse

In Tabelle 1 ist aufgeschlüsselt, wie sich die 141 kontrollierten Pflanzenschutzmittelgebinde auf die unterschiedlichen Probenarten verteilen. Den größeren Anteil bilden die Planproben, die den Wirkstoff Clopyralid enthielten. Aufgrund eines Verdachts oder konkreten Anlasses wurden 40 Proben eingesandt, von denen 37 Proben untersucht wurden. Weiterhin kamen vier Proben zur Untersuchung ins Labor, die im Rahmen einer nicht-anlassbezogenen Kontrolle eines Gefahrgutlagers bzw. aufgrund von Notifizierungen entnommen wurden. Tabelle 2 gibt einen Überblick über durchgeführte Analysen und beanstandete Parameter. Als Analyse wird hierbei die Konzentrationsbestimmung eines bestimmten Stoffs (Analyten) bzw. die Ermittlung einer bestimmten physikalischen, chemischen oder technischen Eigenschaft verstanden. Jede Bestimmung wird dabei als eine durchgeführte Analyse gezählt.

Tabelle 1: Prüfung auf Produktqualität im Jahr 2020 – Übersicht der Proben mit Mängeln in der Zusammensetzung und Beschaffenheit

	Kontrollen (Anzahl)	Mängel (Anzahl, prozentual)
Anzahl kontrollierter Pflanzenschutzmittel, Summe	141	33 (23,4 %)
davon systematische Kontrollen (Planproben)	100	5 (5,0 %)
- davon zugelassene Mittel	96	4 (4,3 %)
- davon parallel gehandelte Mittel	4	1 (25,0 %)
davon Anlasskontrollen (Verdachtsproben)	37	27 (73,0 %) ¹
- aufgrund von Schäden/Auffälligkeiten bei der Anwendung/Be- lästigung	6	3 (14,3 %)
- Verdacht auf fehlerhafte Zusammensetzung zugelassener Mittel	2	1 (50,0 %)
- Verdacht auf illegalen (Parallel-)Handel	5	2 (40,0 %) ¹
- aufgrund von Notifizierungen anderer Mitgliedstaaten	4	1 (25,0 %)
- Importkontrolle	20	20 (100 %) ¹
davon nicht Anlass-bezogene Kontrollen (Sonstige Kontrollproben)	4	1 (25,0 %)
- Kontrolle der Herstellung	0	
- Importkontrolle	0	
- Transportkontrolle	0	
- Kontrolle von (Um-) Verpackungs- oder Kennzeichnungs- betrieben	0	
- Kontrolle eines Gefahrgutlagers	1	1 (100 %)
- aufgrund von Notifizierungen anderer Mitgliedstaaten	3	0 (0,0 %)

¹ inklusive Proben, die eine fehlende/fehlerhafte Kennzeichnung aufwiesen, so dass bei drei Proben eine Interpretation der Prüfergebnisse nicht möglich war.

Tabelle 2: Durchgeführte Analysen und festgestellte Abweichungen von den Zulassungsdaten bei Proben aus dem Pflanzenschutz-Kontrollprogramm im Jahr 2020

Analysenparameter	Planproben		Sonstige Kontrollproben		Verdachtsproben	
	Analysen	Mängel	Analysen	Mängel	Analysen	Mängel
Art des Wirkstoffs ¹	100	0	4	0	51	1
Gehalt des Wirkstoffs ¹	100	2	4	0	51	12
Verunreinigungen/ Fremdstoffe	0	0	27	1	665	7
Beistoffe	24	0	0	0	25	1
phys., chem., techn. Ei- genschaften	241	3	7	0	83	6
Homogenisierbarkeit	92	0	1	0	29	0
Screening (GC/MS)	3	0	1	0	31	0
Sonstiges	0	0	0	0	5	2 ²
insgesamt ¹	460	5	40	1	889	27 ³

¹ qualitative und quantitative Bestimmung des Wirkstoffs gilt als eine Bestimmung pro Probe

² Proben wiesen anderen Aggregatzustand auf: fest statt flüssig

³ einzelne Proben wiesen Abweichungen in zwei Prüfparametern auf

2 Überprüfung der Eigenschaften von Pflanzenschutzmitteln im Rahmen des Zulassungsverfahrens für Pflanzenschutzmittel

Die Bearbeitung von Zulassungsanträgen nach dem Pflanzenschutzgesetz bzw. der Verordnung (EG) Nr. 1107/2009 beinhaltet auch die Prüfung der Wirkstoffgehalte sowie der physikalischen, chemischen und technischen Eigenschaften von Pflanzenschutzmitteln.

Bei Zulassungsanträgen für neue Formulierungen, bei denen Deutschland der berichterstattende Mitgliedstaat ist, werden vom BVL Proben angefordert, um die Bewertung durch eine experimentelle Untersuchung zu ergänzen. Auch bei umformulierten Pflanzenschutzmitteln oder bei Anträgen auf Wiederzulassung werden Proben angefordert, wenn die letzte Untersuchung im Labor für Formulierungschemie schon sehr lange zurückliegt.

Die durchgeführten Untersuchungen dienen verschiedenen Zielen:

- Überprüfung der Angaben des Antragstellers. Hier sind gewisse Abweichungen zwischen den im Labor des BVL gemessenen Werten und den vom Antragsteller in den eingereichten Studien angegebenen Werten tolerierbar.
- Überprüfung der Lagerstabilität sowie der sicheren Anwendbarkeit der Formulierungen.
- Überprüfung, inwieweit die Formulierungen den allgemeinen FAO/WHO-Kriterien bzw. den existierenden Spezifikationen entsprechen.

Im Jahr 2020 gingen 28 Proben zum Zulassungsverfahren nach Artikel 28 Verordnung (EG) Nr. 1107/2009 ein, davon konnten 22 Proben bis zum Jahresende untersucht werden. Außerdem wurden drei Proben von Anträgen aus dem Jahr 2019 bearbeitet. Insgesamt wurden 541 Analysen durchgeführt.

Untersucht wurden neben dem Wirkstoffgehalt – in Abhängigkeit vom Formulierungstyp – eine Auswahl folgender formulierungstypischer physikalischer, chemischer und technischer Eigenschaften:

- Oberflächenspannung (OECD Test 115, 1995)
- pH-Wert (CIPAC MT 75.3, 2000)
- Dichte (OECD Test 109,2012)
- Emulsionsstabilität (CIPAC MT 36.3, 2003)
- Schaumbeständigkeit (CIPAC MT 47.2, 1995)
- Partikelgrößenverteilung (Lasergrenulometer)
- Ausgießbarkeit (CIPAC MT 148)
- Suspendierbarkeit (CIPAC MT 184, 2003)
- Schütt-/Stampfdichte (CIPAC MT 169, 186)
- Staubanteil (CIPAC MT 171)
- Fließfähigkeit (CIPAC MT 172)
- Benetzbarkeit (CIPAC MT 53.3)

- Grad der Auflösung und Lösungsstabilität (CIPAC MT 41 bzw. MT 179)
- Abrieb (CIPAC MT 178.2)
- Dispersionsstabilität (CIPAC MT 180)
- Flammpunkt (EG 9)
- Farbe (BVL_P-IN01)
- Haftfähigkeit (CIPAC MT 194)
- Verteilung Saatgut (CIPAC MT 175)

Bei den meisten untersuchten Proben wurde eine Auswahl der genannten Parameter vor und nach einem Lagertest bei erhöhten Temperaturen (CIPAC MT 46.3) bestimmt. Bei flüssigen Proben wurde auch ein Lagertest bei niedrigen Temperaturen (in Anlehnung an CIPAC MT 39.3) durchgeführt und anschließend physikalische, chemische und technische Parameter bestimmt.

Ergebnis der Untersuchungen

Die Ergebnisse der Untersuchungen werden an interne Auftraggeber bzw. Auftraggeberinnen gegeben, welche im Rahmen des Zulassungsverfahrens für Pflanzenschutzmittel eine Bewertung vornehmen. Über die Ergebnisse der Bewertung wird das Labor für Formulierungsschemie nicht im Einzelnen informiert, weshalb diese nicht berichtet werden.

3 Sonderproben

Im Jahr 2020 wurden dem Labor für Formulierungsschemie zusätzlich vier weitere Proben zur Untersuchung eingesandt, die sich nicht in die oben aufgeführten Kategorien einordnen lassen und daher als Sonderproben untersucht wurden. Bei allen Proben war eine Interpretation der Ergebnisse nicht erforderlich.

Zum einen handelte es sich um eine Probe eines Pflanzenstärkungsmittels, welches für eine interne Auftraggeberin untersucht wurde. Zum anderen wurden von Überwachungsbehörden anderer Mitgliedsstaaten insgesamt drei Proben aus deren Marktkontrolle zur Untersuchung eingesandt: eine Probe aus Slowenien und zwei Proben aus Litauen. In Abhängigkeit vom jeweiligen Untersuchungsauftrag wurden die Proben auf den Gehalt an Wirkstoff, Homogenität sowie verschiedener physikalischer, chemischer und technischer Eigenschaften untersucht.

4 Ringversuche, Laborvergleichsuntersuchungen

Zur Kontrolle der eigenen Leistungsfähigkeit nahm das Labor 2020 an einer Laborvergleichsuntersuchung der FASFC (Belgien) teil, in dessen Rahmen eine Probe auf die Wirkstoffgehalte (Boscalid und Dimoxystrobin) sowie auf acht physikalische, chemische und technische Eigenschaften untersucht wurde. Das Labor lag für alle Parameter mit z-Scores zwischen -1,09 und 0,54 im Bereich der einwandfreien Qualität. Weiterhin wurde eine Laborvergleichsuntersuchung durch die ISS (Italien) angeboten. Es wurden zwei Pflanzenschutzmittelproben auf den Gehalt an fünf Wirkstoffen untersucht. Die erreichten z-Scores zwischen -0,80 und 0,56 befanden sich auch hier im Bereich der einwandfreien

Qualität. Zudem nahm das Labor an einer von der AAPCO (USA) angebotenen Laborvergleichsuntersuchung teil. Hier waren drei Proben auf den Gehalt von vier unterschiedlichen Wirkstoffen zu untersuchen. Auch in dieser Untersuchung wurde mit z-Scores zwischen -1,58 und 0,68 eine einwandfreie Qualität erreicht. Weiterhin wurde von der AGES (Österreich) eine Laborvergleichsuntersuchung mit drei Proben zum Screening auf Fremdstoffe mit Identifizierung und anschließender Quantifizierung sowie zur Quantifizierung der relevanten Verunreinigung Toluol mittels Headspace GC/MS und des Beistoffes Propylenglykol zur Quantifizierung mittels GC/FID angeboten. Die Auswertung der Laborvergleichsuntersuchung steht noch aus.

Das Labor für Formulierungsschemie organisierte 2020 Laborvergleichsuntersuchungen für 5 physikalische, chemische und technische Parameter mit insgesamt zehn Proben, an denen Labore aus Österreich und der Schweiz teilnahmen. Aufgrund der geringen Anzahl an teilnehmenden Laboren konnten keine z-Scores berechnet werden. Außer für den Parameter Staub waren die ermittelten Ergebnisse in den teilnehmenden Laboren vergleichbar. Bei der Bestimmung des Staubes mussten jedoch zu viele Ergebnisse als nicht valide eingestuft werden, so dass eine Auswertung nicht möglich war. Für diesen Parameter ist in 2021 eine weitere Laborvergleichsuntersuchung geplant.

Weiterhin nahm das Labor an einem Ringversuch zur Entwicklung von Methoden im Rahmen vom CIPAC (Collaborative International Pesticides Analytical Council) teil. In den neun zugesandten Proben wurden die Gehalte an Metribuzin ermittelt.

5 Zusammenfassung

In Tabelle 3 ist aufgeschlüsselt, wie sich die Untersuchungen der im Jahr 2020 kontrollierten Pflanzenschutzmittelgebilde auf die unterschiedlichen Aufgabenstellungen verteilen. Außerdem ist, wo möglich, die Mängelquote angegeben.

Tabelle 3: Untersuchung von Pflanzenschutzmittelproben durch das Labor für Formulierungsschemie des Referates 206 (BVL) im Jahr 2020

Aufgabenstellung	Probenzahl	Mängel (probenbezogen)	Analysen
Planproben (Pflanzenschutz-Kontrollprogramm)	100	5	460
Verdachtsproben (Pflanzenschutz-Kontrollprogramm)	37	27	889
Sonstige Kontrollproben (Pflanzenschutzkontrollprogramm)	4	1	40
Zulassungsverfahren für Pflanzenschutzmittel	25	nicht relevant	541
Sonderproben	4	nicht relevant	20
Ringversuche, Laborvergleichsuntersuchungen	29	nicht relevant	53
Insgesamt	199	33	2003