



**NIBIO**

NORSK INSTITUTT FOR  
BIOØKONOMI

# Nedbryting av klopyralid under norske forhold i jord og planterest

NIBIO RAPPORT | VOL. 10 | NR. 112 | 2024



Marit Almvik<sup>1</sup>, Kathinka Lang<sup>1</sup>, Mohammad Alsbirij<sup>1</sup>, Sigurd Enger<sup>2</sup>, Kirsty McKinnon<sup>3</sup>

<sup>1</sup>NIBIO Avdeling for pesticider og naturstoffkjemi, <sup>2</sup>NLR Øst, <sup>3</sup>NORSØK

**TITTEL/TITLE**

Nedbryting av klopyralid under norske forhold i jord og planterest

**FORFATTER(E)/AUTHOR(S)**

Marit Almvik (NIBIO), Kathinka Lang (NIBIO), Mohammad Alsbirij (NIBIO), Sigurd Enger (NLR Øst), Kirsty McKinnon (NORSØK)

<b>DATO/DATE:</b>	<b>RAPPORT NR./ REPORT NO.:</b>	<b>TILGJENGELIGHET/AVAILABILITY:</b>	<b>PROSJEKT NR./PROJECT NO.:</b>	<b>SAKSNR./ARCHIVE NO.:</b>
16.10.2024	10/112/2024	Åpen	53407	22/01310
<b>ISBN:</b>	<b>ISSN:</b>	<b>ANTALL SIDER/ NO. OF PAGES:</b>	<b>ANTALL VEDLEGG/ NO. OF APPENDICES:</b>	
978-82-17-03582-4	2464-1162	38	2	

**OPPDRAUGSGIVER/EMPLOYER:**

Landbruksdirektoratet

**KONTAKTPERSON/CONTACT PERSON:**

Kristin Nymoen Paulsen

**STIKKORD/KEYWORDS:**

Plantevernmidler, klopyralid, jord, nedbryting, DT50, PECsoil

Plant protection products, clopyralid, soil, degradation, DT50, PECsoil

**FAGOMRÅDE/FIELD OF WORK:**

Skjebne av plantevernmidler i jordbruksjord

Fate of pesticides/plant protection products in agricultural soils

**SAMMENDRAG/SUMMARY:**

I lab. ved 20 °C er nedbrytingen av klopyralid i jord fra Steinkjer, Apelsvoll og Særheim innenfor spennet på halveringstider som EU har satt som referanseverdier, men halveringstidene er i snitt langsommere enn i jord fra EU. I felt viser predikerte toppjordkonsentrasjoner å være betydelig høyere i våre tre lokaliteter, særskilt i feltet på Steinkjer som hadde et lavt innhold av organisk materiale, enn tilsvarende predikert i en EU-lokalitet. Årsaken er trolig et kjøligere klima i Norge, med langsom/lite nedbryting gjennom vinteren.

Den beregningen av predikert toppjordkonsentrasjon av klopyralid som ble utført da klopyralid ble godkjent som aktivt stoff i EU, overestimerer forsvinningshastigheten av klopyralid i forhold til det vi har predikert for jord i norsk klima. Klopyralidkonsentrasjonen i toppjorda ble i godkjenningforsøkene predikert å være 6 µg/kg 100 dager etter sprøyting, men våre beregninger for de norske feltene predikerer at det tar fra 342 til 532 dager å oppnå det samme i norsk klima.

Klopyralidrester på halm brytes effektivt ned ved innblanding i jord, viser våre nedbrytingsforsøk. Klopyralid kan imidlertid ha mer persistens i halmrester og stubb enn det som tidligere er kjent. Vi målte et klopyralidinnhold i tørr halm fra åkeren på 61.2 µg/kg, 98 dager etter sprøyting. Forbud mot høstpløying gjør det vanskelig å få pløyd halmstubb ned i jorda, og hvis klopyralidrestene ligger i toppjorda om våren kan det føre til skade på sensitive vekster som tomat, erter mm. Hvis det skal dyrkes klopyralidsensitive arter året etter så anbefaler vi at stubben harves inn i jorda om høsten.

**NIBIO**NORSK INSTITUTT FOR  
BIOØKONOMI

Dersom halm fra klopyralidbehandlet åker blir brukt til dyrefôr kan klopyralid opphopes i husdyrgjødsel. Advarsel om bruk av behandlet halm til fôr bør angis på etiketten til klopyralidpreparatene som er tillatt i korn i Norge i dag.

LAND/COUNTRY: Norge  
FYLKE/COUNTY: Akershus  
KOMMUNE/MUNICIPALITY: Ås  
STED/LOKALITET: Høgskoleveien 7

GODKJENT /APPROVED

Tore Bonge Hansen

NAVN/NAME

PROSJEKTLEDER /PROJECT LEADER

Marit Almvik

NAVN/NAME



**NIBIO**

NORSK INSTITUTT FOR  
BIOØKONOMI

# Forord

Denne rapporten er et produkt av prosjektet «Bedre kunnskap om persistens av klopyralid i norsk jord og planterest» (2022-2024) som har vært finansiert av Landbruksdirektoratets Handlingsplan for bærekraftig bruk av plantevernmidler. Prosjektleder har vært Marit Almvik ved NIBIO Avdeling for pesticider og naturstoffkjemi.

Prosjektet har vært et samarbeid mellom NIBIO, NORSØK og NLR Øst med mål om å skaffe mer kunnskap om nedbryting av klopyralid i jord og planterest av halm/raps i jord fra ulike klimasoner i Norge for å kunne vurdere tiltak for å redusere omfanget av rester i jord.

Plan for prosjektet ble utarbeidet av Marit Almvik og Kathinka Lang. Mohammad Alsbirij og Kathinka har fulgt opp nedbrytingsforsøkene og prøveopparbeidelse, mens Marit har etablert analysemetoder og gjennomført de kjemiske analysene. Kathinka har utført modellering av nedbrytingskinetikk, predikering av toppjordkonsentrasjoner. Rapporten er utarbeidet av Marit, Kathinka og Kirsty McKinnon (NORSØK). Sigurd Enger ved NLR Øst har samlet halm til forsøkene og bidratt med faglige råd og gjennomsyn av rapporten. Avdelingsleder Tore Bonge-Hansen (NIBIO) har kvalitetssikret rapporten.

Takk til NIBIO Steinkjer, NIBIO Apelsvoll og NIBIO Særheim som har levert prøver av representativ jord til prosjektet og for informasjon om skiftene.

Ås, 16.10.24

Marit Almvik

# Innhold

1	Introduksjon .....	6
1.1	Om klopyralid .....	7
2	Materiale og metoder .....	9
2.1	Jordprøver og jordkarakterisering .....	9
2.2	Planterestprøver: halm .....	14
2.3	Klima ved jordprøvelokalitetene .....	15
2.3.1	Steinkjer .....	15
2.3.2	Apelsvoll .....	16
2.3.3	Særheim .....	17
2.4	Vanninnholdet i jordprøvene ved pF2 .....	18
2.5	Nedbrytingsforsøk med klopyralid i tre jordtyper .....	18
2.5.1	Preinkubering av jord .....	18
2.5.2	Nedbrytingsforsøk: klopyralid i jord .....	18
2.5.3	Nedbrytingsforsøk: klopyralid på planterester i jord .....	19
2.6	Prøveopparbeiding og analyse .....	20
2.7	Modellering av halveringstid ved hjelp av CAKE .....	20
2.8	Modellering av toppjordkonsentrasjon (PECsoil) .....	20
3	Resultater .....	22
3.1	Halveringstid for klopyralid i jord og på planterest (halm) i jord .....	22
3.2	Halveringstider for klopyralid rapportert av EFSA .....	23
3.3	Predikert toppjordkonsentrasjon (PECsoil) i felt .....	25
3.3.1	PECsoil i rapsfelt .....	25
3.3.2	PECsoil i havrefelt .....	25
3.3.3	PECsoil i norsk jord sammenlignet med PECsoil fra godkjenningen av klopyralid i EU .....	26
4	Diskusjon .....	28
4.1	Nedbryting av klopyralid i jord (DT50 <sub>LAB</sub> ) .....	28
4.2	Nedbryting av klopyralid på halmrester i jord (DT50 <sub>LAB</sub> ) .....	28
4.3	Nedbrytingskinetikk og dannelsen av klopyralidkonjugater .....	29
4.4	Predikert jordkonsentrasjon i feltene 1, 2 og 3 år etter sprøyting .....	30
5	Konklusjoner og anbefalinger .....	32
5.1	Kunnskapshull og behov for mer kunnskap .....	33
6	Litteraturreferanser .....	34
	Vedlegg 1: PECsoil beregnet med 25% plantedekke .....	36
	Vedlegg 2: Klopyralid-konjugater i planter .....	37

# 1 Introduksjon

Ugrasmiddelet klopyralid (aktivt stoff i Ariane S, Kinvara og Matrigon) er over mange år brukt i bekjemping av tofrøbladet ugras i bl.a. korn, raps, hodekål, mais, fôrraps og gras i Norge. Klopyralid overvåkes i bekkevann i jordbruksområder gjennom JOVA-programmet og påvises der relativt sjelden og kun i lave konsentrasjoner (Bechmann et al., 2021). Tilsvarende har klopyralid vært undersøkt i mer kontrollerte ruteforsøk ved Kjelle vgs. gjennom perioden 2019-2022 og her påvises midlet i en rekke prøver av avrennings- og dreinsvann, men i lave konsentrasjoner som ikke forventes å ha noen effekt i vannmiljø (Bechmann et al., 2023). På bakgrunn av dette, og at midlet er klassifisert som mobilt og lite persistent i jord, har det vært satt lite fokus på å avdekke mulige uønskede miljøeffekter av dette midlet. Det er imidlertid en rekke studier som peker mot et behov for å undersøke om klopyralid kan være mer persistent i norsk jord og planterester enn tidligere antatt. Rester av klopyralid er påvist i både kompostjord, pelletert ku-, hest- og hønsegjødsel og flytende plantenæring (NIBIO metode M125, Almvik et al. (2024)), som viser en persistens av klopyralid i jord og fôr/planterest/halm. Klopyralid er også påvist i rapsnektar, pollen og honning i undersøkelser i Danmark (Hansted et al., 2022) og i Norge (Bitarafan et al., 2024). Etiketten til Matrigon 72 SG opplyser at «*Matrigon 72 SG blir i begrenset omfang nedbrutt i plantemateriale, men etter innarbeiding i jord skjer det en rask mikrobiell nedbryting. For å unngå skade på etterfølgende, følsomme kulturvekster må rester av behandlet plantemateriale på åkeren kuttes opp, spres og pløyes ned om høsten. Følsomme kulturvekster er ert, bønne, kløver og andre belgvekster, potet, gulrot og andre planter fra skjermplantefamilien, samt salat og andre fra korgplantefamilien*» (Mattilsynet, 2024a). Klopyralid er en hormonhermer for plantehormonet auxin og en jordkonsentrasjon på 1 µg klopyralid per kg kan medføre vekstforstyrrelser på sensitive vekster. Vi har imidlertid ikke tilstrekkelig kunnskap om nedbrytingshastigheten av klopyralid i jord og i planterest i jord under norske forhold til å være sikre på at stoffet er brutt ned til < 1 µg/kg i jorda året etter sprøyting.

I Norge har Norsk Landbruksrådgiving anbefalt å unngå etablering av pyralidsensitive arter året etter behandling med klopyralid. Dette er i tråd med nye råd fra EFSA (2021): «*risk managers should consider setting specific risk mitigation measures (e.g. not to use clopyralid on the same field for 125 days after the initial application regardless of the crop grown) to avoid the presence of clopyralid residues in rotational crops [until further data are submitted]*». EFSA mangler data på området, og det er ikke kjent om et sprøyteintervall på f.eks. 125 dager er tilstrekkelig i områder med kalde vintre. Gjennomgående lavere jordtemperaturer i Norge kan bidra til en langsommere nedbryting av klopyralid enn i tilsvarende nedbrytingsforsøk i varmere klima. Rapporterte nedbrytingsstudier med klopyralid i jord lenger sør i Europa og i USA viser en rask til moderat nedbryting av klopyralid, med typiske halveringstider i jord på 23 dager i lab (fra 5 til 65 dager) og 50 dager i felt (Lewis et al., 2016). I Norge er det tidligere kun utført én studie; i sandig siltjord fra et kornfelt med grunne elvesletteforsenkninger i Grue i Innlandet. Klopyralid viste en halveringstid fra 46 dager og inntil 187 dager (ved 20°C) avhengig av om jorda var hentet ut fra topp-, helling- eller bunnsone av forsøkningsfeltet (VKM, 2015). Innholdet av organisk karbon var lavt i denne jorda (0,8-1,0 %). Det kan være betydelige gradienter i nedbrytingshastigheten av klopyralid i norske jordarter, avhengig av klimasone, jordas sammensetning og innhold av organisk materiale og mikrobiell aktivitet.

Anbefalingen fra plantevernmiddelprodusenten Corteva for å unngå skade på etterfølgende klopyralidsensitive kulturvekster, er at rester av pyralidbehandlet plantemateriale på åkeren kuttes opp, spres og pløyes ned om høsten. Det er ikke gjort undersøkelser på effektiviteten av en slik behandling i norsk jord. En slik behandling kan bli vanskelig i områder hvor det innføres forbud mot høstpløying. Klopyralid har høy vannløselighet og er karakterisert som svært mobilt og med høyt potensiale for utlekking til grunnvann (EFSA, 2018), men i praksis har undersøkelser i Sverige og Norge vist at klopyralid bindes til toppjordlaget og viser lite utlekking (Bergström et al., 1991; Eklo et

al., 2019). Imidlertid viser nylig utførte forsøk i Ås at utlekkingen av klopyralid til dren går raskt i jord med god makroporestruktur, slik som i leirholdige buffersoner (Holten et al., 2024). I Alaska er det synliggjort en bifasisk nedbryting av klopyralid i jord, dvs. en rask initial nedbryting av løst klopyralid etterfulgt av en langsom nedbryting av partikkelbundet klopyralid (Tomco et al., 2016). Sorpsjonen av klopyralid til jord er positivt korrelert med jordas innhold av organisk karbon, leire og silt (Bukun et al., 2010). En bifasisk nedbryting av klopyralid kunne forklare persistensen av klopyralid som vi observerer i kompostjord og opptak i kulturene.

Økt persistens medfører økt tidsvindu for opptak i etterfølgende kultur, eller opptak i raps og videre kontaminering av honning. Det trengs bedre kunnskap om hvor raskt klopyralid i jord og planterester brytes ned når planterestene innblandes i typiske norske jordtyper for korn og rapsproduksjon. Dette vil gi nyttig kunnskap for næring, rådgiving og forvaltning om behov for evt. lokale tilpasninger ved bruk av klopyralid i Norge. Dette vil også gi et bedre kunnskapsgrunnlag for å vurdere miljørisikoen der klopyralid benyttes i ugrasbekjempingen i Norge.

## 1.1 Om klopyralid

I Norge er klopyralid godkjent til bruk mot ugras i høst- og vårkorn, grasgjenlegg, raigras, grasfrøeng, samt gras i grøntanlegg. Klopyralid er også godkjent i bekjemping av ugras i oljeraps, oljerybs, fôrraps, formargkål, kålrot, rosenkål, hodekål og mais. Tre plantevernmidler med klopyralid som aktivt stoff er godkjent i Norge i 2024; Ariane S, Kinvara og Matrigon 72 SG (Mattilsynet, 2024b). Matrigon 75 SG er i tillegg godkjent på *off-label* (i perioden 2015-2026) mot ugras i grasmark, kepaløk, jordbær, solbær, rips og stikkelsbær, gran og juletreproduksjon.

Klopyralid er et systemisk ugrasmiddel som etterligner planteveksthormonet auxin. Planter tar opp klopyralid enten gjennom røttene eller bladene. Translokasjonen gjennom hele planten er rask og klopyralid akkumulerer i plantens vekstpunkter der det har sin primære effekt. Lave konsentrasjoner av klopyralid kan stimulere RNA-, DNA- og proteinsyntese som fører til ukontrollert celledeling og uorganisert vekst, og til slutt ødeleggelse av vaskulært vev. Høye konsentrasjoner av klopyralid kan hemme celledeling og vekst (BLV, 2015). Typiske forgiftningssymptomer for klopyralid er buede og vridde stilker og blader, krølling av blader, og herdet vekst på stilker og blader (Pittenger & Downer, 2003). Slike forgiftningssymptomer er dokumentert ved bioassays (dyrkingsforsøk), se eksempelvis undersøkelser utført av Fritidsodlingens Riksorganisation (Nilsson, 2021) i Sverige.

Særsomt sensitive planter mot klopyralid finnes i fire plantefamilier: *Asteraceae* (kurvplantefamilien); *Solanaceae* (søtvierfamilien); *Fabaceae* (erteblomstfamilien); og *Polygonaceae* (slireknefamilien). En tabell over ulike plantearters toleransegrenser (i ppm (mg/kg) eller ppb (µg/kg)) er å finne i rapporten til Recycled Organics Unit (ROU, 2006). De mest sensitive artene er bønner, linser, kløver, salat, erter, tomater og solsikker (tåler maks. 1 µg/kg i jorda), mens potet kan tåle 10 µg/kg. Gulrot er oppgitt som sensitiv, men ingen toleranseverdi er oppgitt.

Klopyralid er vannløselig og binder seg ikke sterkt til jord og fordamper ikke lett (Tabell 1). Men stoffet kan danne konjugater i plantemateriale ved å bindes til glukarsyre og aminosakkarider (EFSA, 2024). Klopyralid brytes nesten utelukkende ned av mikroorganismer i jordsmonn eller akvatiske sedimenter, men ikke av sollys eller i kontakt med vann (Pittenger & Downer, 2003).

Tabell 1. Fysisk/kjemiske egenskaper ved klopyralid. Data hentet fra Pesticide Properties Database i 2024 (Lewis et al., 2016). DT50<sub>LAB</sub> = halveringstid (dager) ved 20°C.

Aktivt stoff	Formel	Jord DT50 <sub>LAB</sub> (EU)	Persistens i jord	Mobilitet i jord	Vannløselighet
Klopyralid	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub>	4.9-64.6 dager	Ikke persistent	Svært mobil	Høy

Dersom storfe og hest spiser halm fra kornplanter som under sesongen er sprøytet med klopyralid, vil klopyralid skilles ut med urin og møkk (EFSA, 2018). Almvik et al. (2024) rapporterte funn av klopyralid i organiske gjødselvarer basert på husdyrgjødsel i Norge i 2023.

## 2 Materiale og metoder

### 2.1 Jordprøver og jordkarakterisering

Jordprøver fra representative jordtyper for dyrking av korn og raps ble innhentet fra NIBIO Steinkjer, NIBIO Apelsvoll og NIBIO Særheim (Tabell 2). Fra hver lokalitet ble det tatt ut 10 kg toppjord (0-10 cm dybde) før såing, gjødsling og sprøyting i 2023. De utvalgte skiftene var ikke behandlet med klopyralid året før (i 2022).

Tabell 2. Beskrivelse av lokaliteten for jordprøvene.

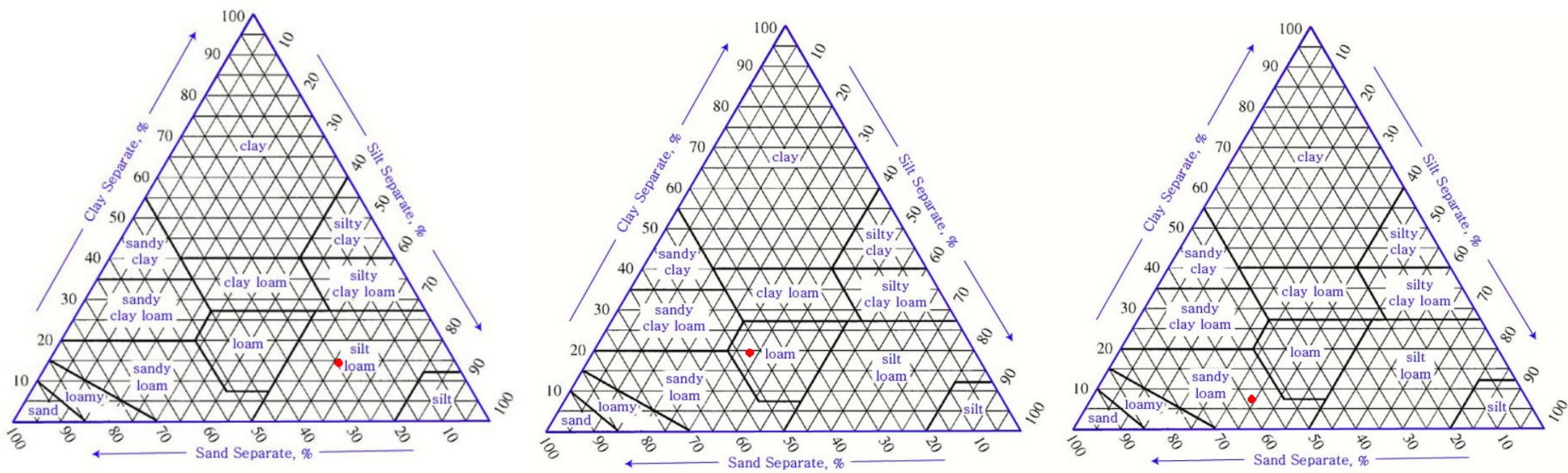
Dato	Lokalitet	Stasjon	Skiftenavn	Kilden.nibio.no
08.05.2023	Steinkjer	NIBIO Tuv forsøksgård	Kornareal sør	<a href="#">Link</a>
05.05.2023	Apelsvoll	NIBIO Apelsvoll	Skifte 6	<a href="#">Link</a>
18.04.2023	Særheim	NIBIO Særheim	Steinhaus	<a href="#">Link</a>

Jordprøvene ble sendt til Ås på uttaksdagen. Prøvene ble lagret på kjølerom og siktet senest 3 dager etter uttaksdato. Plantemateriale og steiner ble fjernet med grov sikt. Videre ble jorda finsiktet gjennom 2 eller 4 mm stålsikt. Våt leirholdig jord er vanskelig å få gjennom 2 mm, og jord fra Apelsvoll og Steinkjer ble siktet gjennom 4 mm stålsikt. Siktet jord ble oppbevart fryst ved - 20°C til nedbrytingsforsøkene startet. Jorda ble karakterisert for et utvalg parametere av Eurofins i Moss (Tabell 3). Jordartsklassifisering iht. jordartsklasser definert av USDA er vist i Figur 1.

Tabell 3. Jordkarakterisering av siktet jord fra 0-10 cm dybde. TOC = totalt organisk karbon (%).

Lokalitet	Jordart	TOC (%)	Partikkelfordeling %			pH	Jordart (eng.)	Volumvekt (kg/L)
			Sand	Silt	Leir			
Steinkjer	Siltig lettleire	1,6	25	60	15	6,0	Silt loam	1,33
Apelsvoll	Lettleire	3,2	48	32	20	6,2	Loam	1,37
Særheim	Siltig sand	2,3	59	33	8	5,4	Sandy loam	1,34

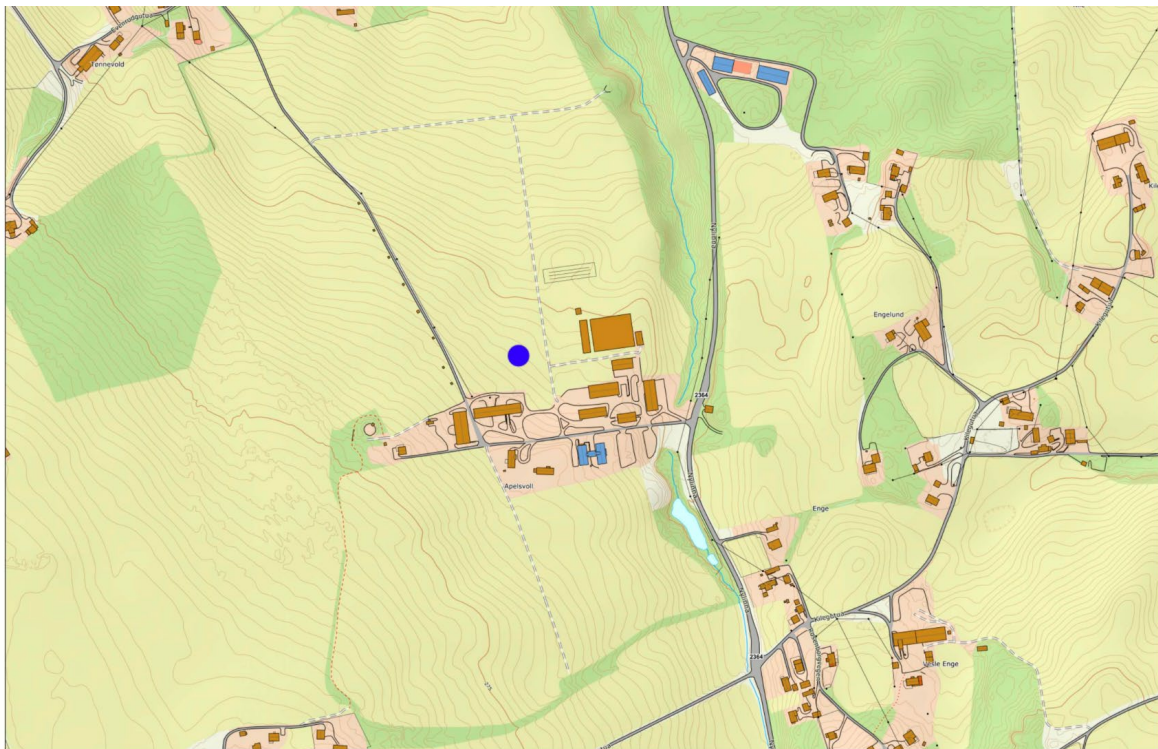
Lokalitet	Klassenavn	Beskrivelse (fra nibio.kilden.no)
Steinkjer	Stagnosol	Jordsmonn som er periodevis vannmettet av overflatevann
Apelsvoll	Cambisol	Selvdrenert jordsmonn med jordstruktur
Særheim	Umbrisol	Selvdrenert jordsmonn med et overflatesjikt som har mer enn 6 % organisk materiale, næringsfattig opphavsmateriale



Figur 1. Jordart for jord fra Steinkjer (venstre), Apelsvoll (midt) og Særheim (høyre). Grafer hentet fra kalkulatoren til Agricultural Technology Centre Pvt. Ltd. og er i samsvar med jordartsklasser definert av USDA ([Link](#)).



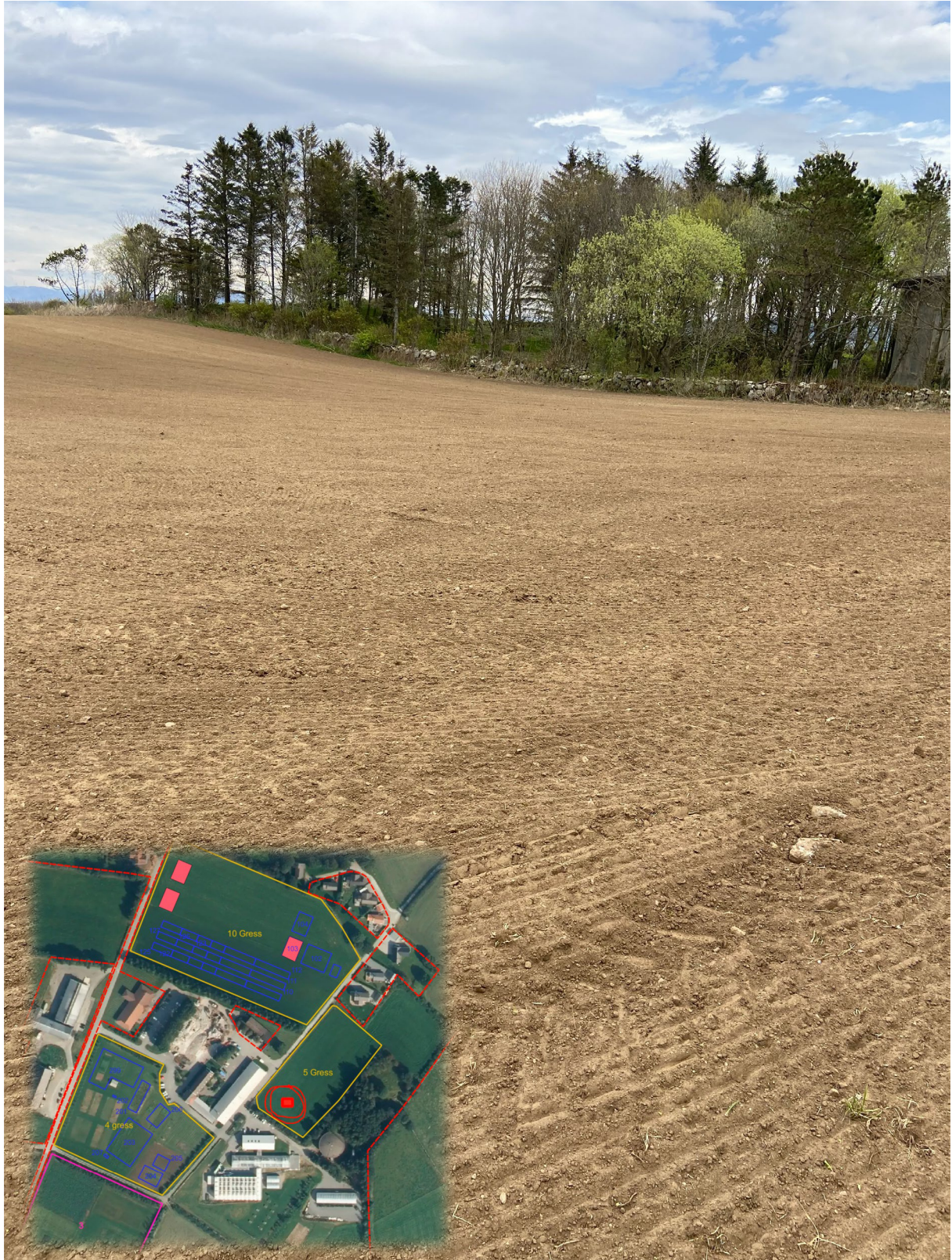
Figur 2. Jordprøvelokalitet på Steinkjer ved Tuv forsøksgård, skifte «Kornareal sør» (Foto: Tonje Westerhus, NIBIO).



Senterposisjon: 274621.17, 6736615.58  
Koordinatsystem: EPSG:25833  
Utskriftsdato: 31.01.2024



Figur 3. Jordprøvelokalitet på Apelsvoll, skifte 6, 5. mai 2023 (Foto: Mikkel Johannes Bakkegard, NIBIO).



Figur 4. Jordprøvelokalitet på Særheim, skifte Steinhaug (Foto: Tommy Høines, NIBIO).

## 2.2 Planterestprøver: halm

I 2023 ble det dyrket lite raps i området til NRL Øst og det var vanskelig å finne en rapsåker som var sprøytet med klopyralid. Det ble derfor valgt å bruke planterester av halm fra havre til forsøkene. Halm ble samlet fra en havreåker i Aurskog-Høland i Akershus 19. september 2023 av Sigurd Enger ved NRL Øst. Havren var sprøytet med klopyralid-preparatet Ariane S (225 ml/daa) den 13. juni 2023. Havren var ved vekststadium BBCH13-14 ved sprøyting (Figur 5). Havrehalmen ble samlet inn 98 dager etter sprøyting. Halmen ble lagret fryst ved  $-20^{\circ}\text{C}$  inntil oppstart av nedbrytningsforsøket med jord og halm.

Mengde halm som måtte blandes inn i jorda i nedbrytningsforsøket ble beregnet med utgangspunkt i en anslått normal mengde halm på jordet på 500 kg halm per dekar. Dersom denne halmmengden harves ned i jorda i 0-10 cm dybde, vil det gi 5 kg halm/ $\text{m}^3$  jord, som omregnes til 5 mg halm per gram jord.

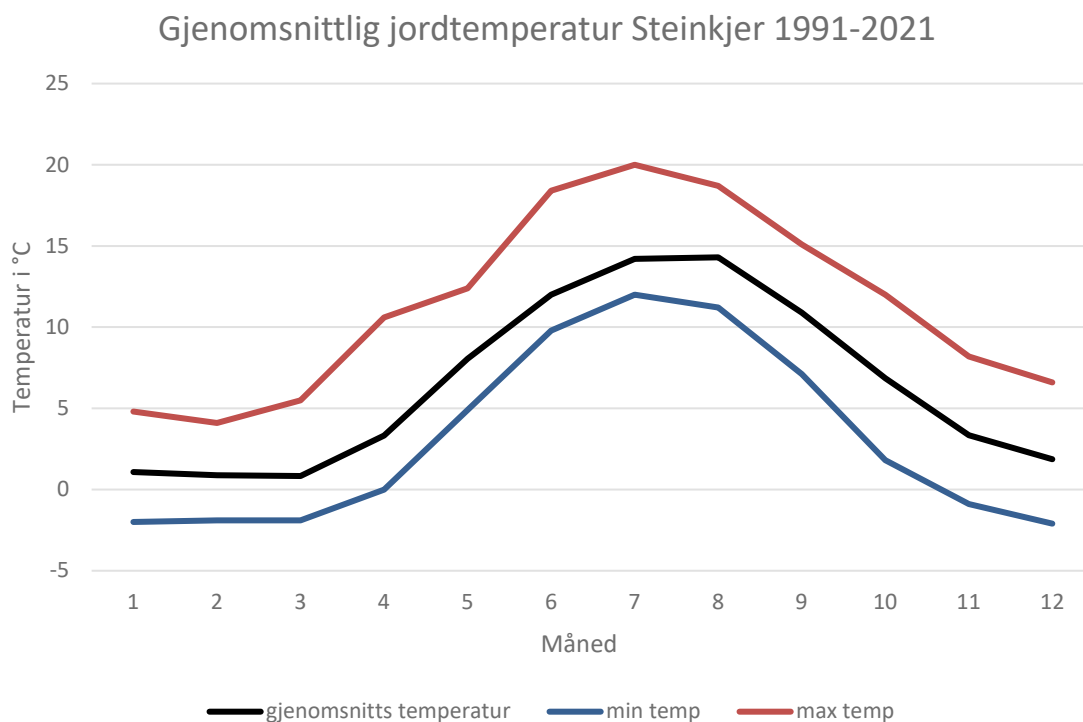


Figur 5. Havreåker i juni ved sprøytetidspunktet (Foto: Sigurd Enger, NRL Øst).

## 2.3 Klima ved jordprøvelokalitetene

### 2.3.1 Steinkjer

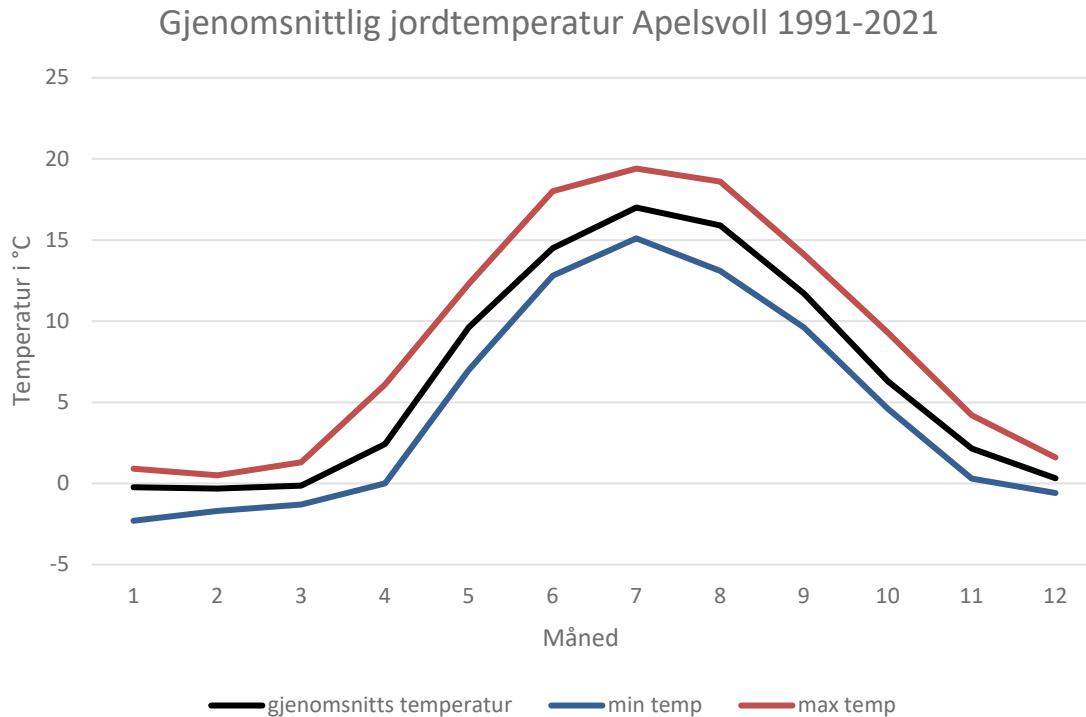
Steinkjer kommune ligger i Trøndelag og om lag 8,5% av kommunes areal brukes til jordbruk ([Arealbarometer, Steinkjer](#)). Grovfôr og korn er dominerende, og utgjør til sammen 92,5% av jordbruksarealet. Klimaet er typisk innlandsklima med lave temperaturer om vinteren og lav årsnedbør ([Klimaservicesenter, Nord-Trøndelag](#)). Figur 6 viser gjennomsnittlig temperatur i jord i 10 cm dybde per måned i perioden 1991 – 2021 for Steinkjer. Jordtemperaturen er i gjennomsnitt under 5 °C fra november – april med maksimal jordtemperatur i juli og august (ca. 14,3 °C). Gjennomsnittlig jordtemperaturer er 6,5 °C.



Figur 6: Gjennomsnittlig jordtemperatur i 10 cm dybde per måned i perioden 1991 – 2021 for Steinkjer, med min. og maks. verdier. Data er hentet fra LMT (<https://lmt.nibio.no/>).

### 2.3.2 Apelsvoll

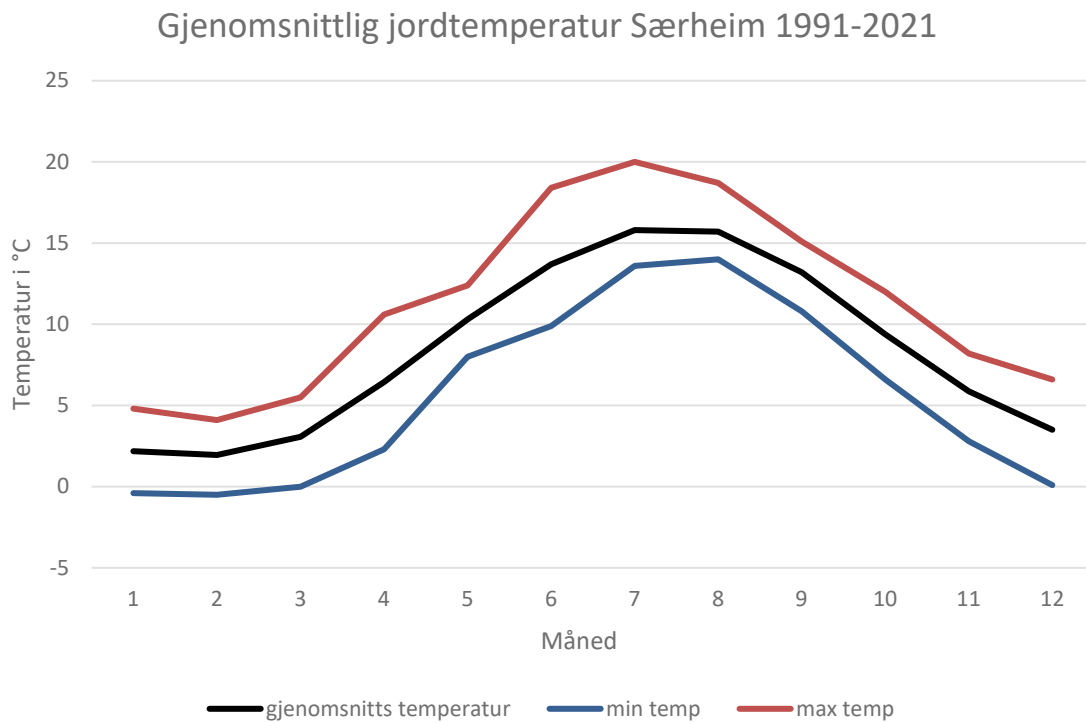
Apelsvoll ligger i Østre Toten kommune i Innlandet. Om lag 20,9 % av arealet brukes til jordbruk. Korn er dominerende med 53,3 % ([Arealbarometer, Østre Toten](#)). Klimaet er kontinentalt klima med lave temperaturer om vinteren, varme somre og relativt lite nedbør ([Klimaservicesenter, Oppland](#)). Gjennomsnittlig jordtemperatur i 10 cm dybde for perioden 1991 – 2021 er 6,6 °C, med temperaturer under 0 °C i januar – mars og høyest temperatur i juli (17 °C) (Figur 7).



Figur 7: Gjennomsnittlig jordtemperaturen i 10 cm dybde per måned i perioden 1991 – 2021 for Apelsvoll, med min. og maks. verdier. Data er hentet fra LMT (<https://lmt.nibio.no/>).

### 2.3.3 Særheim

Særheim ligger i Klepp kommune i Rogaland og om lag 66,4 % av arealet brukes til jordbruk ([Arealbarometer, Klepp](#)). Jordbruksarealet er dominert av grovfôr med ca. 68%. Klimaet på Særheim er mild og fuktig (maritimt klima) ([Klimaservicesenter, Rogaland](#)). Gjennomsnittlig jordtemperatur i 10 cm dybde er 8,4 °C, med temperaturer under 5 °C i desember-mars og med høyeste temperaturer i juli og august (ca. 15,8 °C) for perioden 1991 – 2021 (Figur 8).



Figur 8: Gjennomsnittlig jordtemperatur i 10 cm dybde per måned i perioden 1991 – 2021 for Særheim, med min. og maks. verdier. Data er hentet fra LMT (<https://lmt.nibio.no/>).

## 2.4 Vanninnholdet i jordprøvene ved pF2

Nedbrytingsforsøket ble utført i jordprøver med et vanninnhold tilsvarende pF2 (normalt gravitasjonssug). Jordas vannholdingskapasitet (WHC; water holding capacity) ved pF2 ble bestemt av Attila Nemes ved NIBIO Divisjon for Miljø og Naturressurser. Ved 100% WHC er jorden mettet med vann. 150 g jord ble veid inn i stålrør (3 replikater) og ble vannmettet i vannbad i noen timer, før den ble utsatt for et jordsug som tilsvarende pF2. Vanninnholdet i jorda både ved vannmetning og etter avrenning av vann under et sug på pF2 ble målt, før vanninnholdet ved pF2 (vekt %) ble beregnet (Tabell 4). Jorda fra Apelsvoll og Særheim hadde det ønskede vanninnholdet, mens jorda fra Steinkjer ble tilsatt noe vann etter preinkuberingen for å oppnå ønsket vanninnhold.

Tabell 4. Vanninnhold ved pF2 (normalt gravitasjonssug) i jordtypene.

Jord	Vanninnhold ved pF2
Steinkjer	31 %
Apelsvoll	25 %
Særheim	25 %

## 2.5 Nedbrytingsforsøk med klopyralid i tre jordtyper

### 2.5.1 Preinkubering av jord

Etter opptining fra fryseren ble jorden preinkubert i begerglass dekket med aluminiumsfolie i to uker ved 20°C for at jordens mikrobielle aktivitet skulle tilpasse seg den temperatur nedbrytingsforsøket skulle utføres ved, samt for å fjerne eventuelle sporer. Vanninnholdet ble holdt jevnt ved justering hver fjerde dag.

### 2.5.2 Nedbrytingsforsøk: klopyralid i jord

Preinkubert fuktig jord som tilsvarte 30 g tørr jord ble veid opp i 250 ml teflonrør. Det ble veid opp i totalt 32 teflonrør per jordtype, fordelt på 8 uttakspunkt og 3 replikater per uttakspunkt, samt 8 blanke jordprøver uten tilsatt klopyralid. Matrignon 72 SG (50,16 mg) ble løst i 500 ml MilliQ-vann og 0,5 ml av denne løsningen ble tilsatt hver jordprøve. Dosen tilsvarte normal arealdose (NAD); 35,6 µg klopyralid per rør (tilsvarende 0,93 µg/g frisk jord eller 1,19 µg/gram tørr jord). Jorda ble blandet godt.

Ugrasmiddelet Matrignon 72 SG (Corteva) er et vannløselig granulat med klopyralid som aktivt stoff. Ugrasmiddelet brukes mot tofrøblada frøgras i oljeraps, oljerybs, fôrraps, formargkål, kålrot, rosenkål, hodekål og mais. Normal arealdose (NAD) er 16,5 g/da (165 g/ha). Matrignon 72 SG er ikke tillatt brukt i havre og annet korn. Til korn kan Ariane S (Corteva) eller Kinvara (Barclay) benyttes. Vi valgte å bruke Matrignon 72 SG til forsøkene fordi det er det eneste preparatet som har klopyralid som eneste aktive stoff. De andre preparatene inneholder mye mer av MCPA og fluroksypyr-meptyl enn av klopyralid. Normal arealdose av klopyralid er noe høyere i Matrignon enn i Ariane S og sikret at det var målbare nivåer av klopyralid i prøvene også ved inkuberingslutt etter 98 dager.

Etter tilsetning av klopyralid ble jorden blandet og totalvekten målt. Jordprøvene ble plassert mørkt ved 20 °C i inkubatorskap, med uttak etter 0, 3, 7, 14, 28, 56, 84 og 98 dager. Rørene hadde lokk som ikke var tett tilsluttet for jorda skulle ha tilgang på luft (aerob nedbryting). Vanninnholdet i prøvene ble kontrollert og justert minst 1 gang i uken. Ved uttak ble rørene lagret fryst ved -20 °C inntil analyse.

### 2.5.3 Nedbrytingsforsøk: klopyralid på planterester i jord

Forholdet mellom planterester (havrehalm) og jord i nedbrytingsforsøket ble beregnet ved å ta utgangspunkt i en anslått normal mengde halm på jordet på 500 kg halm per dekar. Når denne halmmengden harves ned i jorda i 0-10 cm dybde, gir det 5 kg halm/m<sup>3</sup> jord, omregnet til 5 mg halm per gram jord.

Havrehalmen ble kuttet i 5-10 mm store biter og 0,2 gram veid inn i 250 ml teflonsentrifugerør. Klopyralid i form av Matrigon 72 SG (eller MilliQ-vann for de blanke prøvene) ble tilsatt halmbitene med pipette (36,54 µg klopyralid per rør). Halmen sugde godt til seg løsningen. Deretter ble frisk jord av de tre jordtypene tilsatt (ca. 38 gram) og blandet med den klopyralidholdige halmen. 0,5 ml Milli-Q vann per rør ble tilsatt til Steinkjerjorda for å oppnå et vanninnhold tilsvarende pF2.

Jordprøvene ble inkubert ved 20 °C med uttak av triplikate prøver etter 0, 3, 7, 14, 28, 57, 84 og 98 dager (Figur 9). Rørene hadde lokk som ikke var tett tilsluttet for at jorda skulle ha tilgang på luft (aerob nedbryting). Vanninnholdet i prøvene ble kontrollert og justert minst 1 gang i uken. Ved uttak ble rørene lagret fryst ved -20 °C inntil analyse.



Figur 9: Jord og halm med tilsatt klopyralid ble inkubert ved 20 °C i inntil 98 dager for å undersøke den mikrobielle nedbrytingshastigheten av klopyralid i jorda (Foto: Kathinka Lang, NIBIO).

## 2.6 Prøveopparbeiding og analyse

Jordprøve (10 gram frisk jord, med et kjent tørrvektinnhold) ble veid inn i 50 ml sentrifugerør i plast og ekstrahert med 10 ml MilliQ-vann, etterfulgt av 10 ml aceton med 0,1% maursyre på ristebord i 30 min. Prøvene ble sentrifugert (3000 rpm, 10 min) og ekstrakt filtrert (VWR PFTE 0,2 µm, 13 mm) til LC-vial.

6 replikate prøver av halmen som skulle brukes i nedbrytingsforsøket ble på forhånd målt for klopyralidrester ved å ekstrahere 5 gram halm med 30 ml vann etterfulgt av 20 ml aceton med 0,1% maursyre. Ekstraktet ble filtrert til vial.

Test av ekstraksjon av eventuelt konjugert klopyralid i jordprøve fra Apelsvoll fra nedbrytingsforsøket dag 84 ble utført ved å ekstrahere 5 gram jordprøve med 10 ml vann og 0.5 ml NaOH (5mM) på ristebord. Etter 30 min. ble 0.5 ml HCl (4M) tilsatt og prøven ristet opp, for å stanse hydrolysen. Deretter ble 10 ml acetonitril med 1% maursyre tilsatt, etterfulgt av innholdet av et rør citratbuffer for å føre klopyralid over fra vannfasen til acetonitrilfasen. Prøven ble ristet i 2 minutt, med åpning og lukking av lokk underveis pga. varmgang. Prøvene ble sentrifugert (4000 rpm, 5 min.) og 1 ml av acetonitrilfasen ble filtrert (VWR PFTE 0,2 µm, 13 mm) til LC-vial.

Ekstraktene ble analysert med høytoppløselig massespektrometri med væskrokromatografi ved bruk av Thermo Fisher Scientific Q-Exactiv HRMS med Ultimate XRS 3000 UHPLC. 1 µl ekstrakt ble separert på en Thermo aQ (C18) analysekolonne (150 cm) og etter positiv elektropray ionisering ble klopyralid detektert ved et masseavvik < 5 ppm fra forventet masse (m/z) av morstoff og fragmenter (m/z), samt riktig retensjonstid. Klopyralid ble kvantifisert ved hjelp av ekstern standard metode med kalibreringsstandarder av klopyralid i området 1-500 ng/ml. Eventuell matrikseffekt på responsen av klopyralid ble undersøkt ved å tilsette kjent konsentrasjon klopyralid til blanke ekstrakt i vial. Ingen matrikseffekt ble påvist. Kontrollprøver med et klopyralidnivå på 60 ng/ml ble opparbeidet sammen med prøvene og gav et mål på metodens gjenfinning av klopyralid; metodens gjenfinning var  $86 \pm 5 \%$ . Konsentrasjonen av klopyralid i prøvene ble uttrykt som µg klopyralid per kg tørr jord (µg/kg).

## 2.7 Modellering av halveringstid ved hjelp av CAKE

Halveringstiden (DT<sub>50</sub>) av klopyralid i jorda, dvs. den tiden det tar å redusere startkonsentrasjonen av klopyralid til det halve, samt DT<sub>90</sub> (den tiden det tar å redusere konsentrasjonen 90%), ble beregnet ved hjelp av verktøyet CAKE 3.7 (Computer Assisted Kinetic Evaluation). CAKE implementerer FOCUS kinetics guidances (FOCUS, 2006) som brukes i godkjenningsprosessen av plantevernmidler i EU (EFSA, 2014). CAKE versjon 3.7 ble publisert 24.03.2023 og ble utviklet av Hybrid Intelligence, part of Capgemini Engineering (tidligere Tessella).

Den kinetikkmodellen som best beskriver den målte nedbrytningen av klopyralid ble funnet ved hjelp av retningslinjene beskrevet i FOCUS guideline (FOCUS, 2006). Kort oppsummert ble først en enkel første-ordens nedbrytingskinetikk (Single First-Order kinetics; SFO) tilpasset til nedbrytingsdataene og det ble evaluert om denne kinetikken beskriver dataene tilstrekkelig. Det er ønskelig med en chi-square ( $\chi^2$ ) test feilverdi lavere enn 15 % og en kurvetilpasning som beskriver dataene godt, med lave avvik for residualene. Chi-square er et uttrykk for avviket mellom de målte verdier og verdiene estimert med modellen. Dersom SFO ikke beskriver nedbrytingsforløpet godt nok, testes andre modeller (eksempelvis FOMC, DFOP og HS). DT<sub>50</sub> og DT<sub>90</sub> (i dager) for klopyralid i de tre jordtypene med og uten planterest (halm) ble bestemt.

## 2.8 Modellering av toppjordkonsentrasjon (PECsoil)

Halveringstid for klopyralid beregnet ved nedbrytingsforsøk i lab. ved 20°C ble brukt som inputverdi for å beregne toppjordkonsentrasjonen i felt på de tre lokalitetene. Jordkonsentrasjonen (PECsoil; predicted environmental concentration) av klopyralid i kornfelt på de tre lokalitetene i ulike antall år

etter sprøyting ble beregnet ved bruk av Nordic PECsoil calculator (versjon 1.3, august 2018). Dette er et verktøy som brukes i godkjenning av plantevernmidler i den nordiske sonen (<https://www.kemi.se/download/18.164ad6b3172927a928968221/1598103941987/nordicpecsoilcalculator.xlsm>). Gjeldende temperaturscenarier for perioden 2001-2021 for hver av de tre lokalitetene ble brukt i modellen, samt de beregnede DT50-verdier for klopyralid fra nedbrytingsstudiene (uten halm). Tabell 5 angir parametere benyttet i modellering av predikert jordkonsentrasjon.

Tabell 5: Parametere brukt i modellering av predikert jordkonsentrasjon (PEC soil, topp 5 cm) av klopyralid.

Parameter	Verdi	Kilde
Soil temperature	Ved 10 cm dyp i perioden 2001-2021	LMT for Apelsvoll, Særheim og Mære (Steinkjer)
Bulk density	1,3	Tabell 3
Molecular weight	192	PPDB (Lewis <i>et al.</i> , 2016)
Interception (plantedekke)	0% ved BBCH 13	Godkjenning klopyralid Appendix A (EFSA, 2018)
	25% ved BBCH 13	FOCUS (2000)
Application rate (klopyralid)	(jord) Matrigon 72 SG: 165 g/ha (NAD) som tilsvarer 118,8 g klopyralid/ha	<a href="#">Plantevernguiden</a>
	(halm) Ariane S: 300 ml/daa (NAD) som tilsvarer 60 g klopyralid/ha	<a href="#">Plantevernguiden</a>
	80 g/ha (brukt i EFSA)	Godkjenning klopyralid Appendix A (EFSA, 2018)
Pesticide application date	13. juni	Representativ dato for sprøyting i korn i Norge, i samsvar med Seehusen <i>et al.</i> (2017)
DT50 dissipation rate	51,2 dager (Steinkjer)	Tabell 6
	26,3 dager (Apelsvoll)	
	30,6 dager (Særheim)	

## 3 Resultater

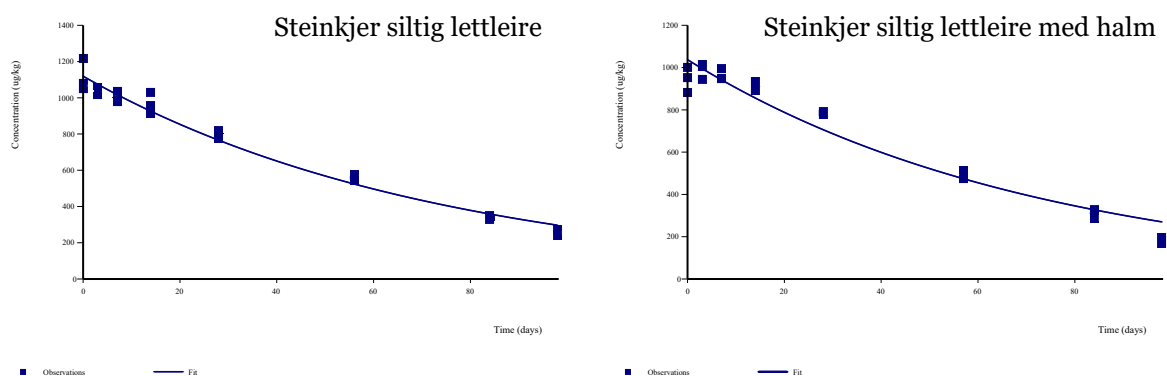
### 3.1 Halveringstid for klopyralid i jord og på planterest (halm) i jord

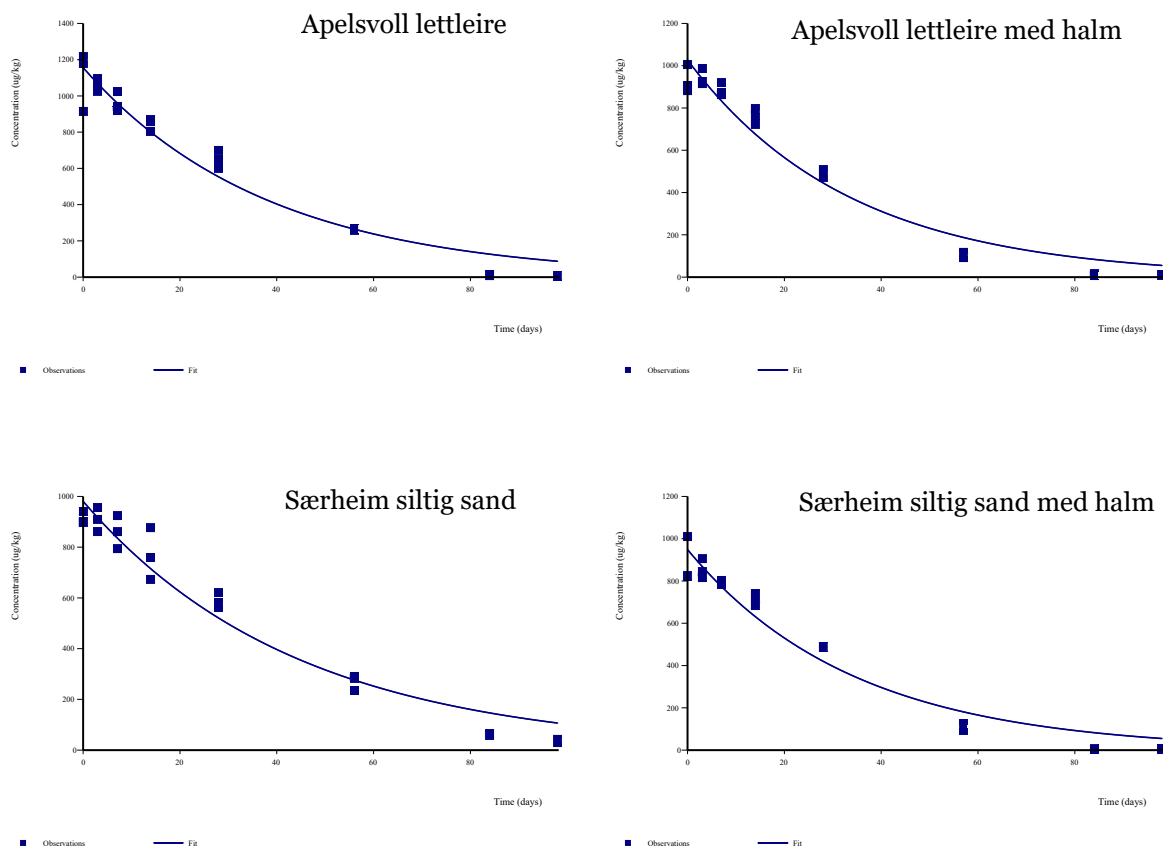
Den mikrobielle nedbrytingen av klopyralid var raskest i lettleira fra Apelsvoll ( $DT_{50}$  26,3 dager), tett etterfulgt av den siltige sandjorda fra Særheim ( $DT_{50}$  30,6 dager). Nedbrytingen var langsamst i den siltige lettleira fra Steinkjer ( $DT_{50}$  51,2 dager) (Tabell 6). I alle jordtypene var halveringstiden litt raskere når klopyralid ble tilsatt til halmrester i jorda enn til ren jord, men forskjellene var ikke store. Geometrisk gjennomsnitt (geomean) for klopyralid i jorda ved de tre lokalitetene er 34,5 dager.

Tabell 6: Nedbryting av klopyralid i jord fra Steinkjer, Særheim og Apelsvoll, og av klopyralid på halmrest i jord ( $20^{\circ}\text{C}$ , pF2). Angitt er  $DT_{50}$ ,  $DT_{90}$  og  $\chi^2$  etter modellering med CAKE 3.7, samt nedbrytningskinetikk.

Lokalitet	Jordtype	Kinetikk	$DT_{50}$ (dager)	$DT_{90}$	$\chi^2$
Steinkjer	Siltig lettleire (silt loam)	SFO	51,2	170	3,18
Steinkjer	Siltig lettleire (silt loam)/halm	SFO	50,5	168	6,59
Apelsvoll	Lettleire (loam)	SFO	26,3	87,4	8,49
Apelsvoll	Lettleire (loam)/halm	SFO	23,2	77,2	10,3
Særheim	Siltig sand (sandy loam)	SFO	30,6	102	8,13
Særheim	Siltig sand (sandy loam)/halm	SFO	23,8	79,2	10,1

Nedbrytingen fulgte enkel førsteordens kinetikk (SFO) i alle jordtypene, med chi-square ( $\chi^2$ ) feilverdier fra 3,18 til 10,1 %. Det ble imidlertid observert noe større avvik i kurvetilpasningen for de siste målepunktene (dag 84 og dag 98) i Apelsvoll og Særheim (Figur 10). Andre modeller for nedbrytningskinetikk ble også testet for dataene for jorda fra Apelsvoll og Særheim, men de viste ikke bedre kurvetilpasning. Gjenfinningen av klopyralid i jorda (konsentrasjon målt i  $T_0$ -prøvene (dag 0) vs. teoretisk tilsatt konsentrasjon) var 94 % i siltig lettleire (Steinkjer), 93 % i lettleire (Apelsvoll) og 77 % i siltig sand (Særheim).





Figur 10. Nedbrytningskurver for Steinkjer, Apelsvoll og Særheim beregnet med CAKE 3.7.

Havrehalmen som ble tilsatt jordprøvene var høstet 98 dager etter sprøyting av småplanter av havre på feltet. 6 delprøver av den innsamlede halmen ble analysert for innhold av klorpyralid og det ble påvist 61,2 µg klorpyralid per kilo halm ( $61,2 \pm 12,5$  µg/kg). Dette tilsvarer 12,2 ng klorpyralid i 0,2 gram halm, som var den mengden halm som ble tilsatt hvert rør med jord i nedbrytningsforsøket. Dette bidraget av klorpyralid til prøvene i forsøket er minimalt og har ingen påvirkning på den målte nedbrytingen.

### 3.2 Halveringstider for klorpyralid rapportert av EFSA

Plantevernmiddelprodusenten Dow Agrosciences har produsert nedbrytningsdata for klorpyralid i 10 ulike jordtyper fra lokaliteter i Tyskland, Storbritannia, Frankrike og USA, og disse dataene er brukt i vurderingen for godkjenning av klorpyralid som aktivt stoff i plantevernmidler i EU og er hentet ut fra EFSA rapport (EFSA, 2018). Dataene stammer fra nedbrytningsforsøk fra tidlig 1990- og 2000-tall og er presentert i Tabell 7. Geometrisk gjennomsnittlig DT50 for jord fra alle ti lokaliteter (geomean) var 19,1 dager. Det ble målt en DT50 for klorpyralid i siltig lettire (silt loam) på 11,6 og 34,2 dager, DT50 for klorpyralid i siltig sand (sandy loam) på 16,5 og 26,3 dager, og DT50 for klorpyralid i lettire (loam) på 9,8 dager.

Tabell 7. Data fra nedbrytingsstudier levert av plantevernmiddelprodusenten Dow AgroSciences til bruk ved vurdering av godkjenning av klopyralid i EU (EFSA, 2018). Jord «A» er fra Warwickshire (UK), jord «B» er fra Chapel Farm (UK), jord «C» er fra Farditch Farm (UK), jord «D» er fra Pas de Calais (Frankrike) (ref. BLV, 2015).

**Rate of degradation in soil (aerobic) laboratory studies active substance (Regulation (EU) N° 283/2013, Annex Part A, point 7.1.2.1.1 and Regulation (EU) N° 284/2013, Annex Part A, point 9.1.1.1)**

Parent  Soil type	Dark aerobic conditions						
	Biomass mgC/100 g	pH <sup>a)</sup>	t. °C / % MWHC	DT <sub>50</sub> /DT <sub>90</sub> (d)	DT <sub>50</sub> (d) 20 °C pF2/10kPa <sup>b)</sup>	St. ( $\chi^2$ )	Method of calculation
Parabraunerde (silt loam)	47	7.7	20 / 18.63 <sup>c</sup>	44.4 / 147.3	34.2	6.796	SFO
Marcham (sandy clay loam)	170	8.3	20 / 20.19 <sup>c</sup>	34.5 / 114.7	32.4	5.478	SFO
Castle Rising (sandy loam)	313	8	20 / 65.13 <sup>c</sup>	26.3 / 87.3	26.3	8.284	SFO
Speyer 2.1 (sand)	NA	6.5	20 / 12.58 <sup>c</sup>	64.6 / 214.6	64.6	5.466	SFO
Speyer 2.2 (sand)	110	6.3	20 / 18.56 <sup>c</sup>	16.2 / 53.8	16.2	7.78	SFO
Marshall county (silt loam)	11.92	6	25 / 23.42 <sup>d</sup>	8.6 / 28.5	11.6	6.49	SFO
A (sandy loam)	33.2	6.2	20 / 24.28 <sup>e</sup>	16.5 / 54.8	16.5	4.856	SFO
B (clay loam)	78.2	7.6	20 / 28.05 <sup>e</sup>	23 / 76.4	23.0	6.767	SFO
C (clay loam)	48.5	5.6	20 / 48.17 <sup>e</sup>	4.9 / 16.2	4.9	12.73	SFO
D (loam)	70.9	7.5	20 / 35.30 <sup>e</sup>	9.8 / 32.4	9.8	10.17	SFO
Geometric mean (if not pH dependent)						19.1	
pH dependence					No		

<sup>a)</sup> Measured in water

<sup>b)</sup> Normalised using a Q10 of 2.58 and Walker equation coefficient of 0.7

<sup>c)</sup> Reported soil moisture: 40% of maximum WHC

<sup>d)</sup> Reported soil moisture: 75% of 1/3 bar WHC

<sup>e)</sup> Reported soil moisture: 45% WHC

### 3.3 Predikert toppjordkonsentrasjon (PECsoil) i felt

Predikert konsentrasjon av klopyralid i topp 5 cm i felt på de tre lokalitetene Steinkjer, Særheim og Apelsvoll er modellert ved bruk av Nordic PECsoil calculator med et scenario med bruk av klopyralid-preparatet Matrigrion 72 SG i raps og et scenario med bruk av Ariane S i havre. I tråd med EFSA's praksis for PECsoil er det brukt et plantedekke på 0% ved sprøytetidspunktet i disse beregningene. Det betyr at alt klopyralid treffer jordoverflaten. I realiteten vil det være nærmere 25% plantedekke i åkeren dersom det sprøytes når plantene er ved utviklingstrinn BBCH13. Da vil mer klopyralid fanges opp av plantedekket og mindre nå jordoverflaten. Predikert toppjordkonsentrasjon ved et plantedekke på 25% er beregnet og vist i Vedlegg 1.

#### 3.3.1 PECsoil i rapsfelt

I henhold til etikett sprøytes det i høstraps med Matrigrion 72 SG så snart som veksten har startet om våren og jorda er kjørbare og i vårraps når kulturen har etablert 2-6 blader (BBCH 10-19). Predikert toppjordkonsentrasjon av klopyralid i rapsfelt på de tre lokalitetene Steinkjer, Apelsvoll og Særheim er vist i Tabell 8.

Tabell 8. Predikert toppjordkonsentrasjon (PECsoil topp 5 cm) av klopyralid i rapsåker hhv. år 0, 1, 2, 3 og år 19, dersom åkeren sprøytes med klopyralid hvert 3. år. Sprøytetidspunkt er 13. juni, plantedekket er 0 % og dose 118,8 g klopyralid/ha (sprøyting med normal arealdose av Matrigrion på 165 g/ha; 720 g klopyralid/kg).

	PECsoil rett etter sprøyting	PECsoil 1 år etter sprøyting	PECsoil 2 år etter sprøyting	PECsoil 3 år etter sprøyting	PECsoil etter 19 år (etter totalt 7 sprøytinger)
	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Steinkjer	183	26,3	4,29	0,757	185
Apelsvoll	183	6,33	0,19	0,0069	183
Særheim	183	6,47	0,24	0,0087	183

#### 3.3.2 PECsoil i havrefelt

I henhold til etikett brukes Ariane S om våren når kornet har nådd vekststadium BBCH 13-14 (vårkorn) eller BBCH 13-21 (høstkorn) med 300 ml/daa (NAD). Predikert toppjordkonsentrasjon av klopyralid i rapsfelt på de tre lokalitetene Steinkjer, Apelsvoll og Særheim er vist i Tabell 9.

Tabell 9: Predikert toppjordkonsentrasjon (PECsoil topp 5 cm) av klopyralid i havreåker hhv. år 0, 1, 2, 3 og år 19, dersom åkeren sprøytes med klopyralid hvert 3. år. Sprøytetidspunkt er 13. juni, plantedekket er 0 % og dose 60 g klopyralid/ha (sprøyting med normal arealdose av Ariane S på 3 L/ha; 20 g klopyralid/L).

	PECsoil etter sprøyting	PECsoil 1 år etter sprøyting	PECsoil 2 år etter sprøyting	PECsoil 3 år etter sprøyting	PECsoil etter 19 år (etter totalt 7 sprøytinger)
	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Steinkjer	92	13	2,2	0,38	94
Apelsvoll	92	3,2	0,094	0,0035	92
Særheim	92	3,3	0,12	0,0044	92

Dersom det dyrkes korn etterfulgt av raps kan åkeren i prinsippet bli sprøytet med klopyralid flere år på rad. PECsoil er brukt til å beregne toppjordkonsentrasjonen av klopyralid i et slikt scenario; med dyrking av korn i 3 år, etterfulgt av ett år med raps og deretter 1 år med en klopyralidsensitiv art, eksempelvis kløvereng (Tabell 10).

Tabell 10: Predikert toppjordkonsentrasjon (PECsoil, topp 5 cm) av klopyralid i et vekstskifte med havre over 3 år etterfulgt av raps i år 4, med sprøyting av klopyralid hvert år (totalt 4 sprøytinger). PECsoil i år 5 er predikert konsentrasjon av klopyralid i toppjorden etter fire år med sprøyting. Sprøytetidspunkt brukt er 13. juni, plantedekke 0 % ved sprøytetidspunktet og en dose på 60 g klopyralid/ ha (sprøyting med normal arealdose av Ariane S på 3 L/ha; 20 g klopyralid/L). I praksis ville det blitt sprøytet med Matrigon i raps i det 4. året, dvs. en høyere klopyralid-dose, men det lot seg ikke implementere i PEC-modellen, så det er beregnet for bruk av Ariane S i samtlige 4 år.

	PEC soil første års sprøyting i havre	PEC soil 2. års sprøyting i havre	PEC soil 3. års sprøyting i havre	PEC soil 4. års sprøyting i raps	PEC soil i år 5 (ingen sprøyting) Kløvereng
	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Steinkjer	92	105,5	109,4	111,3	16,8
Apelsvoll	92	95,4	95	95,6	5,3
Særheim	92	95,4	95,6	95,5	3,7

### 3.3.3 PECsoil i norsk jord sammenlignet med PECsoil fra godkjenningen av klopyralid i EU

PECsoil er her modellert ved å ta utgangspunkt i de parameterne som Dow AgroSciences benyttet i sin PECsoil-beregning levert til EFSA. Dette gjør det mulig å sammenligne PECsoil i jorda på våre tre lokaliteter med lokaliteten som er brukt av Dow AgroSciences (Tabell 11).

Tabell 11: Predikert jordkonsentrasjon (PECsoil) for data levert av Dow AgroScience ved vurdering av godkjenning av klopyralid (EFSA, 2018) sammenlignet med data generert i våre undersøkelser ved Steinkjer, siltig lettleire, Apelsvoll lettleire og Særheim, siltig sand. Inputparametere var bl.a. en dose på 80 g klopyralid/ha, jorddybde 5 cm, 0% intersepsjon av plantedekket og sprøyting ved BBCH 13. At startkonsentrasjonen av klopyralid ikke er lik i toppjorda skyldes ulik jordtetthet.

PECsoil (µg/kg)	Winter cereals (DowAgroSciences) (Lokalitet ikke kjent)	Steinkjer: siltig lettleire (µg/kg)	Apelsvoll: lettleire (µg/kg)	Særheim: siltig sand (µg/kg)
start	107	123	123	123
24 h	104	122,5	121,5	122
2 d	101	122	120	121
4 d	95	120	116	118
7 d	87	118	111	114
28 d	47	97	73	82
50 d	25	80	48	57
100 d	6	54	23	28
125 d		47	18	21

Tabell 11 viser at etter 100 dager var klopyralidkonsentrasjonen predikert til å være 6 µg/kg i feltet som Dow AgroSciences brukte som scenario, mens Tabell 12 viser at det tar mye lengre tid før klopyralidkonsentrasjonen er predikert til å være ≤ 6 µg/kg i våre norske felt.

Tabell 12: Antall dager etter sprøyting når klopyralid-konsentrasjoner er  $<6 \mu\text{g}/\text{kg}$  og  $<1 \mu\text{g}/\text{kg}$  i Steinkjer, Apelsvoll og Særheim. Inputparametere var bl.a. en dose på 80 g klopyralid/ha, jorddybde 5 cm, 0% intersepsjon av plantedekket og sprøyting ved BBCH 13 som er det samme som i godkjenningssdokumentet fra EFSA (2018).

PECsoil	Steinkjer: siltig lettleire	Apelsvoll: lettleire	Særheim: siltig sand
$\leq 6 \mu\text{g}/\text{kg}$	532 d	342 d	344 d
$\leq 1 \mu\text{g}/\text{kg}$	917 d	436 d	452 d

## 4 Diskusjon

### 4.1 Nedbryting av klopyralid i jord (DT50<sub>LAB</sub>)

Halveringstiden (DT50<sub>LAB</sub> ved 20 °C) av klopyralid i de norske undersøkelsene varierte fra 26,3 dager i lettleire fra Apelsvoll (Innlandet), 30,6 dager i siltig sandjord fra Særheim (Rogaland) og 51,2 dager i siltig lettleire fra Steinkjer (Trøndelag). Halveringstidene korrelerte med innholdet av totalt organisk karbon i jorda, med langsamst nedbryting i jorda med minst organisk karbon. Jorda fra Apelsvoll, Særheim og Steinkjer inneholdt hhv. 3,2, 2,3 og 1,6 % totalt organisk karbon. Dette har sannsynligvis sammenheng med en lavere mikrobiell aktivitet i jorda med lavest totalt organisk karbon, og størst mikrobiell aktivitet i jorda med høyest innhold av organisk karbon. Det er kjent at nedbrytingen av klopyralid hovedsakelig er mikrobiell, og ikke er påvirket av f.eks. fotolyse eller hydrolyse.

Nedbrytingsforsøk med klopyralid utført av DowAgroSciences (nå: Corteva) i jord fra Tyskland, Storbritannia, Frankrike og USA demonstrerte en rask til moderat nedbryting av klopyralid, med halveringstider (DT50) i jord fra 4,9 – 64,6 dager (ved 20°C og pF2). Dette er de regulære *endpoints* (referanseverdier) satt ved godkjenning av klopyralid som aktivt stoff i plantevernmidler i EU og Norge (EFSA, 2018). Uavhengige nedbrytingsforsøk har vist halveringstider for klopyralid på 21-27 dager i en stiv leire (clay) i Japan (Kucharski & Kalitowska, 2015).

De norske DT50-verdiene er innenfor spennet på 4,9 – 64,6 dager fra godkjenningen i EU, men det geometriske gjennomsnittet er høyere i våre undersøkelser; på 34,5 dager ( $n = 3$ ) mot EUs endpoint på 19,1 dager ( $n = 10$ ). Bioforsk (nå: NIBIO) har tidligere undersøkt nedbrytingen av klopyralid i en sandig siltjord fra Grue i Innlandet. DT50-verdiene varierte fra 46, 187 og 57 dager i jord hentet fra hhv. topp, midt og bunn av en grunn forsøknings på jordet (VKM, 2015). Innholdet av organisk karbon var lavt i denne jorda (0,8-1,0 %), noe som kan forklare den langsomme mikrobielle nedbrytingen. Det norske geometriske gjennomsnittet for klopyralid øker til 52 dager dersom DT50-verdiene fra siltig sandjord på Grue inkluderes i beregningen av det norske snittet.

Sammenlagt viser alle de norske studiene at norsk jord med et lavt innhold av organisk karbon ( $\leq 1,6$  % TOC) kan ha en nedbryting av klopyralid som er i den langsomme enden i skalaen av EUs DT50 endpoints, eller også kan være langsommere enn EUs endpoints. Langsom nedbryting kan føre til mer utlekking av klopyralid, til dels til grunnvann. Det bør følges opp med mer undersøkelser av nedbryting og utlekking av klopyralid i jord i Norge med lavt innhold av organisk karbon.

### 4.2 Nedbryting av klopyralid på halmrester i jord (DT50<sub>LAB</sub>)

Nedbrytingen av klopyralid på finkuttet havrehalm innblandet i jorda ble undersøkt (i lab. ved 20 °C) for å simulere nedbryting av klopyralid i halm etter høstpløying av halmstubb i åker. I alle jordtypene var halveringstiden litt raskere når klopyralid ble tilsatt havrehalmrester i jorda enn dersom klopyralid ble tilsatt direkte til jord uten halm, men forskjellene var ikke store. Resultatene med og uten halmrester er så like at de kan nærmest regnes som replikater. Halveringstiden (DT50<sub>LAB</sub>) av klopyralid på halmrester i jord varierte fra 23,2 dager i lettleire fra Apelsvoll, 23,8 dager i siltig sandjord fra Særheim til 50,5 dager i siltig lettleire fra Steinkjer. Igjen var nedbrytingen langsamst i jorda fra Steinkjer som hadde det laveste innholdet av organisk karbon og dermed sannsynligvis den laveste mikrobielle aktiviteten. Mikroorganismene bruker organisk materiale, slik som halmrester og organiske plantevernmidler som klopyralid, som næringskilder, og bryter ned både halmrester og klopyralid. Resultatet bekrefter det Corteva skriver på etiketten til preparatet Matrignon 72 SG; at «klopyralid blir i begrenset omfang nedbrutt i plantemateriale, *men etter innarbeiding i jord skjer det en rask mikrobiell nedbryting*». Våre forsøk har demonstrert at nedbrytingen av klopyralid på halmrester i jord er like rask – eller noe raskere – enn nedbrytingen av klopyralid i jord.

Iht. anbefaling på etikett må rester av klopyralidbehandlet plantemateriale på åkeren kuttes opp, spres og pløyes ned om høsten for å unngå skade på etterfølgende, følsomme kulturvekster. Med innføring av forbud mot høstpløying blir det vanskelig å følge denne anbefalingen. Alternativet blir at rapsstrå og halm blir liggende oppå jorda frem til våren og deretter harva ned eller dyrka opp. Det kan da være økt risiko for utlekking av klopyralid fra planterestene gjennom vinteren.

Forsøkene er gjennomført ved en temperatur på 20 °C og sier ikke direkte noe om nedbrytingshastigheten i felt med varierende temperaturer gjennom sesongen og vinteren. Vi har brukt den nordiske PECsoil-kalkulatoren for å predikere nedbryting/forsvinning av klopyralid i toppjord, se avsnitt 4.4 nedenfor.

Vi har ikke undersøkt nedbrytingen av klopyralid i planter eller i plantemateriale (havre), men vårt funn av 61,2 µg klopyralid per kilo havrehalm, 98 dager etter sprøyting av havreplantene på åkeren, demonstrerer en viss persistens av klopyralid i havreplantene gjennom sesongen. Klopyralid er systemisk og tas opp både av bladene og av røttene og translokteres og akkumuleres i vekstpunktene. Rester av klopyralid i halm er årsaken til at klopyralid gjenfinnes i husdyrgjødsel og frass (larveavføring) når storfe, hest, kylling og larver spiser kornbasert fôr basert på klopyralidsprøytet korn (se funndata i organisk gjødsel i Almvik et al. (2024)). Anbefalingen på etiketten til noen av klopyralidpreparatene som er i bruk i Norge er at gras fra grøntanleggsarealer behandlet med klopyralid ikke skal benyttes til fôr, og at det frarås å bruke plantemateriale behandlet med klopyralidpreparat i veksthus eller til kompost. Men etikettene mangler fraråding av bruk av halm til fôr.

### 4.3 Nedbrytingskinetikk og dannelse av klopyralidkonjugater

Nedbrytingen fulgte enkel første ordens kinetikk (SFO) i alle jordtypene, både ved tilsetting av klopyralid til jorda og ved tilsetting av klopyralid til havrehalmen i jorda. Chi-square ( $\chi^2$ ) feilverdiene, som angir hvor godt den modellerte nedbrytingskurven passer til de reelle måleverdiene, var fra 3,18 til 10,1 % og dermed innenfor akseptabel grense (<15%). Det ble imidlertid observert noe større avvik i kurvetilpasningen for de siste målepunktene; dag 84 og dag 98, i jordtypene fra Apelsvoll og Særheim (Figur 10), som var de to jordtypene med høyest innhold av totalt organisk karbon. Måleverdiene ved slutten av inkuberingen var lavere enn de modellerte verdiene i disse to jordtypene. Det ble først undersøkt om det lave klopyralidnivået ift. modellert verdi kunne skyldes matrikssuppresjon av klopyralid under analysen i disse to jordtypene. Matrikssuppresjon ble ikke påvist, dvs. målt klopyralid var det samme uavhengig av om klopyralid var løst i rent ekstraksjonsmiddel eller løst i jordprøveekstrakt. Ekstraksjonsmiddelet vi har brukt – vann etterfulgt av aceton – viste tilstrekkelig ekstrahering av klopyralid fra jordprøvene fra dag 0, med en gjenfinning på 77-94 % av teoretisk tilsatt konsentrasjon. Den raske forsvinningen av klopyralid på slutten av inkuberingen kan se ut som en effekt av økende mikrobiell aktiviteten i disse jordtypene. Men dette strider med etablert kunnskap; den mikrobielle aktiviteten er forventet å avta med tiden, og det er anbefalt å ikke la et nedbrytingsforsøk vare ut over 120 dager for å unngå reduksjon i mikrobiell aktivitet under forsøket (OECD, 2002).

Det er kjent at klopyralid kan danne bindinger og konjugater i planter, men det har i lang tid vært mindre kjent hva slags konjugater dette består av. Hvorvidt klopyralid kan danne konjugater til organisk materiale i jord er det ingen informasjon om.

Klopyralidkonjugater i matplanter har tradisjonelt vært observert som mer/mindre polare forbindelser i kromatogrammene etter HPLC-analyse av ekstrakter av klopyralidbehandlet plantemateriale. Disse forbindelsene er nylig dokumentert med HRMS-analyse å danne MS/MS fragmenter som er spesifikke for klopyralid. Ved ekstraksjon med et sterkt basisk løsemiddel dissosierer disse forbindelsene og frigir fritt klopyralid. Konjugert klopyralid i planter kan altså frigis som fritt klopyralid etter en basisk hydrolyse ved høy pH (pH >12). Klopyralid-konjugatene er identifisert som konjugater av glukarsyre

(*glucaric acid*), metylert glukarsyre, aminosukker (aminosakkarid), metylert aminosukker, bis-metylert glukarsyre og bis-metylert aminosukker (EFSA, 2024), se Vedlegg 2 for ytterligere beskrivelse av konjugatene. For å teste om basisk hydrolyse kunne frigjøre mer klopyralid fra jorda fra de siste uttakene fra nedbrytingsforsøket, ble Apelsvolljord fra nedbrytingsforsøkets dag 84 ekstrahert med natriumhydroksid i 30 minutter, iht. en protokoll for plantemateriale, og klopyralidkonsentrasjonen i ekstraktet ble sammenlignet med den konsentrasjonen av klopyralid som ble påvist med vann-aceton som ekstraksjonsmiddel. Konsentrasjonen av klopyralid var den samme med begge metoder. Dette indikerer at klopyralid ikke forelå i konjugert form i jordprøvene fra Apelsvoll ved slutten av nedbrytingsforsøket. Et forbehold settes da det er ukjent hvor godt hydrolysemetoden for plantemateriale er tilstrekkelig for å frigi eventuelt konjugert klopyralid i jord, og det trengs mer undersøkelser om dette. En førsteordens (SFO) nedbrytingskinetikk for klopyralid i de norske jordtypene samsvarer imidlertid godt med dataene fra de 10 nedbrytingsforsøkene som er utført av DowAgrosiences for godkjenning av klopyralid i EU; SFO-kinetikk gav best kurvetilpassning i alle jordtypene (BLV, 2015).

Dannelsen av klopyralidkonjugater kan være en del av en prosess kalt *aged sorption*, der sorpsjonen (bindingen) av klopyralid til materialet øker med tiden. Nedbrytingskurvene vil da ikke følge første ordens kinetikk ved slutten av nedbrytingsstudien. Tomco et al. (2016) undersøkte nedbrytingen av klopyralid og aminopyralid i siltig lettleire gjennom en sommer i to jordbruksfelt i Alaska. De målte en rask nedbryting av pyralidene frem til dag 28, med halveringstider mellom 9-23 dager ( $DT_{50_{Field}}$ ). Men i perioden 29-90 dager gikk nedbrytingen langsommere. Etter 90 dager var klopyralidnivået fortsatt godt målbart (46 µg/kg) i jorda med det laveste innholdet av organisk materiale (2,1%), mens klopyralidnivået var under bestemmelsesgrensen (<20 µg/kg) i jorda med det høyeste innholdet av organisk materiale (5,4%). Dette indikerte en bifasisk nedbryting av klopyralid og aminopyralid i felter med sammenlignbare klimatiske forhold som i deler av Norge. Det trengs å gjennomføres nedbrytingsforsøk i felt i Norge for å av/bekreftede hvorvidt bifasisk nedbryting av klopyralid er vanlig eller ikke ute i norske åkere.

#### 4.4 Predikert jordkonsentrasjon i feltene 1, 2 og 3 år etter sprøyting

Konsentrasjonen av klopyralid i 0-5 cm-sjiktet på de tre lokalitetene ble beregnet ved hjelp av  $PEC_{soil}$ -kalkulatoren. Input-parametere i modellen var blant annet jordtemperaturene (snitt) gjennom året på hver lokalitet, samt  $DT_{50_{LAB}}$ -verdiene som var beregnet fra våre nedbrytingsforsøk med klopyralid i lab. Beregningen er utført med en estimert planteintersepsjon (plantedekkeskjerming) på 0% ved sprøytetidspunktet, dvs. at hele den utsprøytete klopyralidmengden når jordoverflaten. Dette er i henhold til EFSA's rutine. Predikert toppjordkonsentrasjon ett år etter sprøyting med Matrigon i raps var høyere enn 1 µg/kg på alle lokalitetene, med konsentrasjoner 26,3 µg/kg i Steinkjer, og 6,3 og 6,5 µg/kg på Apelsvoll og Særheim. 1 µg/kg er terskelverdien for skade på en rekke klopyralidsensitive planter. Bare i Steinkjer var predikert toppjordkonsentrasjon fortsatt over 1 µg/kg to år etter sprøyting. Dette har sammenheng med lavere jordtemperaturer gjennom året i åkeren i Steinkjer og en langsommere mikrobiell nedbryting av klopyralid. Tre år etter sprøyting var predikert toppjordkonsentrasjon < 1 µg/kg på alle tre lokaliteter.

Toppjordkonsentrasjonen av klopyralid ble også predikert etter sprøyting med Ariane S i havre på de samme lokalitetene. Klopyralidkonsentrasjonene i jord med havre ble noe lavere på grunn av lavere dose sprøytet, men viste akkurat samme trend som i raps. Korn sprøytes hyppigere med klopyralid enn raps. Det er alltid flere år mellom rapsproduksjonen på åkeren, så en åker med vekstskifte med raps sprøytes sjeldnere – unntaket er dersom det er vekstskifte med korn. I prinsippet kan kornåkeren behandles med Ariane S hvert år. Klopyralid kan da akkumulere i toppjorda i kornåker, viser de predikerte verdiene for et slikt scenario med sprøyting av korn/rapsåker med Ariane S hvert år i fire år (Tabell 10). Konsentrasjonen i jorda det 5. året er predikert til 3-16 µg/kg avhengig av lokalitet, en

konsentrasjon som kan skade vekster som er sensitive for klopyralid. I praksis prøver bonden å sprøyte mindre hyppig i korn av den grunn at Ariane S er et svært dyrt plantevernmiddel.

Vi har brukt PEC<sub>soil</sub>-kalkulatoren til å beregne toppjordkonsentrasjonen av klopyralid på samme måte som DowAgroSciences gjorde for godkjenningen. Beregningen viser at 100 dager etter sprøyting er predikert toppjordkonsentrasjon av klopyralid 3,8 til 9 ganger høyere i de norske jordtypene enn i jorda som DowAgrosciences brukte. Mens det etter beregningen til Dow tar 100 dager å få klopyralidkonsentrasjonen ned til 6 µg/kg, tar det fra 342 til 532 dager å oppnå det samme i de norske feltene. Dette tilsier at PEC<sub>soil</sub>-beregningen som er brukt da klopyralid ble godkjent som aktivt stoff i EU overestimerer forsvinningshastigheten av klopyralid i norsk klima. Særsilt kan norsk jord med lite organisk karbon og lav mikrobiell aktivitet, slik som den siltige lettleira i Steinkjer, ha langsommere nedbryting av klopyralid - og har større risiko for utlekking av klopyralid.

PEC-modellen tar høyde for temperaturvariasjonene i jorda på de ulike lokalitetene gjennom året, men tar ikke høyde for tap av klopyralid ved utlekking eller avrenning fra feltet underveis. En planteintersepsjon på 0 % ved sprøytetidspunktet er heller ikke helt reelt (se f.eks. plantedekket ved representativt sprøytetidspunkt i havre i Figur 5). Vi har predikert toppjordkonsentrasjonen med et plantedekke på 25% ved sprøytetidspunktet (Vedlegg 1), og de viser lavere toppjordkonsentrasjoner enn ved bruk av 0% plantedekke i beregningen. Men trendene er de samme; 2 år etter sprøyting er predikert toppjordkonsentrasjon < 1 µg/kg i feltene i Apelsvoll og Særheim, mens det tar 3 år å oppnå det samme i feltet i Steinkjer. PEC<sub>soil</sub>-beregningen reflekterer nødvendigvis ikke den reelle persistensen av klopyralid på norske lokaliteter, men viser at vi trenger mer kunnskap om forsvinning av klopyralid gjennom feltforsøk i Norge. Modellen tar ikke høyde for planteopptak via røttene etter sprøyting. Opptak av løst klopyralid gjennom planterøttene kan øke persistensen av klopyralid i åkeren. Eksempelvis kan pyralidsprøytet halm som brukes til jorddekke mellom radene i åkeren føre til remobilisering av pyralider med regnvann og opptak av løst pyralid i jordbærplanter. Dette er demonstrert for halm med rester av aminopyralid (Koudela et al., 2023). Remobilisering av klopyralid fra planterester i åker kan øke risikoen for utlekking og avrenning av klopyralid til grøfter, grunnvann og bekkevann.

I havrehalm fra en åker i Akershus påviste vi en klopyralidkonsentrasjon på 61,5 µg/kg 98 dager etter sprøyting. Dersom stubben ikke pløyes ned om høsten kan klopyralid i halmrester vaskes av med regnvann, havne i toppjorda og evt. lekke ut gjennom vinteren. Disse prosessene i norsk jord som styrer skjebne av klopyralid i åker i Norge trengs det mer kunnskap om.

## 5 Konklusjoner og anbefalinger

Nedbrytingen av klopyralid var raskest i jorda med høyest innhold av organisk karbon (halveringstid DT<sub>50</sub><sub>LAB</sub> 26,3 dager i lettleire fra Apelsvoll (Innlandet), 30,6 dager i siltig sandjord fra Særheim (Rogaland)) og langsamst i jorda med lavest innhold av organisk karbon (51,2 dager i siltig lettleire fra Steinkjer (Trøndelag)). Halveringstiden til klopyralid i disse jordtypene var innenfor spennet på 4,9-64,6 dager som ble etablert ved godkjenning av klopyralid som aktivt stoff i EU-sonen. Det geometriske gjennomsnittet i norsk jord (Geomean DT<sub>50</sub> 34,5 dager) er imidlertid høyere enn i jord fra EU og USA (Geomean DT<sub>50</sub> 19,1 dager), og indikerer en langsommere nedbryting i jord i Norge. Norge har et kaldtemperert klima og en jordsmonnutvikling som går langsommere enn på sørligere breddegrader (Sperstad & Nyborg, 2008).

Nedbrytingen av klopyralid i de tre norske jordtypene viste god tilpasning til førsteordens nedbrytingskinetikk («SFO»), men med noe mer avvik mellom modellert verdi og målt verdi ved slutten av forsøksperioden i jord med et høyere innhold av organisk karbon. Det er uklart om dette avviket kan skyldes binding av klopyralid til organiske komponenter i jorda på slutten av inkuberingen. Klopyralid kan danne konjugater til f.eks. glukarsyre og aminosukker i planter, men det er ikke kjent om det samme skjer i jord.

Nedbrytingen av klopyralid på halmrester i jord er like rask – eller noe raskere – enn nedbrytingen av klopyralid i jord. Dette bekrefter det Corteva (tidligere Dow AgroSciences) skriver på etiketten til preparatet Matrigrin 72 SG; at «klopyralid blir i begrenset omfang nedbrutt i plantemateriale, *men etter innarbeiding i jord skjer det en rask mikrobiell nedbryting*» (Mattilsynet, 2024a).

Havrehalm og stubb i åker om høsten kan inneholde rester av klopyralid; vi fant at tørr havrehalm høstet 98 dager etter sprøyting hadde en klopyralidkonsentrasjon på 61,2 µg/kg. Etiketten til Matrigrin 72 SG (Corteva) anbefaler at «*for å unngå skade på etterfølgende, følsomme kulturvekster må rester av behandlet plantemateriale på åkeren kuttes opp, spres og pløyes ned om høsten*». Tilsvarende beskrives på etiketten til Ariane S (Corteva). En beregning av predikert toppjordkonsentrasjon i felt - basert på halveringstidene fra nedbrytingsforsøkene, samt gjennomsnitt jordtemperatur på de tre lokalitetene – indikerer at det kan ta 1,2 - 3 år før klopyralidkonsentrasjonen i jorda på de tre lokalitetene er lavere enn 1 µg/kg, som er toleransegrensen for skade i mange ulike planter. Forsvinningen av klopyralid er predikert å være langsamst i feltet i Steinkjer, på grunn av lavere jordtemperaturer og lavere mikrobiell aktivitet i jorda sammenlignet med lokalitetene på Apelsvoll og Særheim.

Med innskrenking og forbud mot høstpløying i sentrale kornområder i Norge blir det vanskelig å følge anbefalingen om å pløye ned rester av klopyralidbehandlet plantemateriale på åkeren om høsten. Alternativet blir da at rapsstrå og halm blir liggende oppå jorda frem til våren og deretter harva ned eller dyrka opp. Men dette kan føre til mer klopyralidrester i jorda. Hvis det skal dyrkes klopyralidsensitive arter året etter så anbefaler vi at halmen harves inn i jorda om høsten.

Den beregningen av predikert toppjordkonsentrasjon av klopyralid som ble utført da klopyralid ble godkjent som aktivt stoff i EU overestimerer forsvinningshastigheten av klopyralid i forhold til det vi har predikert for jord i norsk klima. Det er ikke oppgitt hvilken jord/land beregningen er utført for i godkjenningssammenheng. Klopyralidkonsentrasjonen i toppjorda ble i godkjenningsforsøkene predikert å være 6 µg/kg 100 dager etter sprøyting, men våre beregninger for de norske feltene predikerer at det tar fra 342 til 532 dager å oppnå det samme under norske forhold.

Rester av klopyralid i halm og halmbasert fôr er årsaken til at klopyralid gjenfinnes i husdyrgjødsel og i organiske gjødselvarer som inneholder husdyrgjødsel (se rapport Almvik et al. (2024)). Dette gjør det problematisk å bruke halm fra klopyralidbehandlet åker til fôr eller plantedekke. Etiketten til Ariane S

(Corteva) frarår å bruke plantemateriale behandlet med Ariane S i veksthus eller til kompost, og påpeker at gras fra grøntanleggsarealer behandlet med Ariane S ikke skal benyttes til fôr. Etiketten mangler imidlertid en anbefaling om at halm fra korn behandlet med middelet ikke skal brukes til fôr. Det samme gjelder middelet Kinvara (Barclay), som også inneholder klopyralid og er tillatt brukt i korn.

## 5.1 Kunnskapshull og behov for mer kunnskap

- Vi har undersøkt nedbryting av klopyralid i lab. ved 20 °C, men studiene bør suppleres med utvikling av kunnskap om nedbryting og utlekking av klopyralid i reelle kornfelt i Norge der jorda har lavt innhold av organisk materiale. I slik jord vil den mikrobielle nedbrytingen være langsommere og utlekkingen og avrenningen av klopyralid være større – særskilt i jord med foretrukne strømningsveier for vann og lite forstyrning av jorda med høstpløying.
- Langsommere nedbryting kan føre til mer utlekking av klopyralid, til dels til grunnvann. Det bør følges opp med ytterligere undersøkelser av nedbryting og utlekking av klopyralid til grunnvann i felt i Norge.
- I hvilken grad danner klopyralid konjugater til organisk materiale i jord, særskilt i jord med et høyt innhold av organisk materiale? Kan konjugatene frigjøres ved mikrobiell nedbryting i det hele tatt? Viser klopyralid bifasisk nedbrytingskinetikk i felt?
- Dersom stubben ikke pløyes ned om høsten kan klopyralid i halmrester vaskes av med regnvann, havne i toppjorda og evt. lekke ut gjennom vinteren. Vi anbefaler harving av planterester om høsten for å øke nedbrytingen av klopyralid. Disse prosessene i norsk jord som styrer skjebne av klopyralid i åker i Norge trengs det imidlertid mer kunnskap om.

## 6 Litteraturreferanser

- Almvik, M., Stuveseth, K., Berg, H. E., Senneset, G. V., Vartdal, E. A., Alsbirij, M., & Odenmarck, S. R. (2024). Funn av rester av plantevernmidler i organiske gjødselvarer i 2023. *NIBIO Rapport*, 10(67).
- Bechmann, M., Bøe, F., Havranek, I., Stenrød, M., & Tveiti, G. (2023). Kjelle avrenningsforsøk. Årsrapport 2021–2022 for jordarbeidingsforsøk på lav erosjonsrisiko. *NIBIO Rapport* 9(9).
- Bechmann, M., Stenrød, M., Kværnø, S. H., & Eggestad, H. O. (2021). Erosjon og tap av næringsstoffer og plantevernmidler fra jordbruksdominerte nedbørfelt - Sammendragsrapport fra Program for jord- og vannovervåking i landbruket (JOVA) for 1992–2019. *NIBIO Rapport*, 7(135).
- Bergström, L., McGibbon, A., Day, S., & Snel, M. (1991). Leaching potential and decomposition of clopyralid in Swedish soils under field conditions. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 10(5), 563-571. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/etc.5620100502>
- Bitarafan, Z., Almvik, M., Dahle, B., Crocoll, C., & Andreasen, C. (2024). Contamination of Norwegian honey by pyrrolizidine alkaloids from plants and the active ingredient clopyralid in herbicides [in prep.].
- BLV. (2015). Registration report risk management clopyralid (GF-2895). [https://www.bvl.bund.de/SharedDocs/Downloads/04\\_Pflanzenschutzmittel/01\\_zulassungsb\\_ericte/007865-00-00.pdf?\\_\\_blob=publicationFile&v=4](https://www.bvl.bund.de/SharedDocs/Downloads/04_Pflanzenschutzmittel/01_zulassungsb_ericte/007865-00-00.pdf?__blob=publicationFile&v=4)
- Bukun, B., Shaner, D. L., Nissen, S. J., Westra, P., & Brunk, G. (2010). Comparison of the interactions of aminopyralid vs. clopyralid with soil. *Weed Science*, 58(4), 473-477. <https://doi.org/10.1614/WS-D-09-00087.1>
- EFSA. (2014). EFSA Guidance Document for evaluating laboratory and field dissipation studies to obtain DegT50 values of active substances of plant protection products and transformation products of these active substances in soil. *EFSA J.*, 12(5). <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2014.3662>
- EFSA. (2018). Peer review of the pesticide risk assessment of the active substance clopyralid. *EFSA Journal*, 16(8). <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2018.5389>
- EFSA. (2021). Modification of the existing maximum residue levels for clopyralid in various commodities. *EFSA Journal*. <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2021.6389>
- EFSA. (2024). Modification of the existing maximum residue level for clopyralid in honey. *EFSA Journal*. <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2024.8546>
- Eklo, O. M., Kværner, J., Solbakken, E., Lågbu, R., Odenmarck, S. R., Bolli, R., Almvik, M., & Solberg, I. (2019). Plantevernmidler i grunnvann og verktøy for tiltak. Rapport fra et prosjekt finansiert av Landbruksdirektoratets Klima- og miljøprogram. *NIBIO Rapport*, 5(92).
- FOCUS. (2000). FOCUS groundwater scenarios in the EU review of active substances Report of the FOCUS Groundwater Scenarios Workgroup, EC Document Reference Sanco/321/2000 rev.2.
- FOCUS. (2006). Guidance Document on Estimating Persistence and Degradation Kinetics from Environmental Fate Studies on Pesticides in EU Registration. *Report of the FOCUS Work Group on Degradation Kinetics*, 434.
- Hansted, L., Crocoll, C., Bitarafan, Z., & Andreasen, C. (2022). Clopyralid applied to winter oilseed rape (*Brassica napus* L.) contaminates the food products nectar, honey and pollen. *Food Control*, 140, 109124. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2022.109124>
- Holten, R., Bolli, R., Lang, K., Havranek, I., Krzeminska, D., Pauer, M., & Nemes, A. (2024). Transport av plantevernmidler i vegetasjonssoner med makroporestruktur. *NIBIO Rapport*, 10(64).
- Koudela, M., Kurhan, S., Soukupová, M., Klouček, P., & Novotný, Č. (2023). Translocation of Aminopyralid from Straw Mulch to Plants in Perennial Strawberry Plantations: Case Study. *Horticulturae*, 9(11), 1192. <https://doi.org/10.3390/horticulturae9111192>
- Kucharski, M., & Kalitowska, O. (2015). Clopyralid dissipation in the soil contaminated with heavy metals. *Journal of Ecological Engineering*, 16(1). <https://doi.org/10.12911/22998993/584>
- Lewis, K., Tzilivakis, J., Warner, D. J., & Green, A. (2016). An international database for pesticide risk assessments and management. *Human and Ecological Risk Assessment*, 22(4), 1050-1064. <https://doi.org/10.1080/10807039.2015.1133242>
- Mattilsynet. (2024a). *Etikett til Matrigon 72 SG*. <https://plantevernmidler.mattilsynet.no/api/etikett/2014.46.17>
- Mattilsynet. (2024b). *Godkjente kjemiske og mikrobiologiske preparater*. [https://plantevernmidler.mattilsynet.no/godkjente\\_kjemiske\\_mikrobiologiske\\_preparater](https://plantevernmidler.mattilsynet.no/godkjente_kjemiske_mikrobiologiske_preparater)
- Nilsson, U. (2021). Rester av bekämpningsmedel i växtnäring. Sluttrapport om skador på växter orsakade av växtnäring *Fritidsodlingens Riksorganisation*. [https://for.se/wp-content/uploads/2021/07/Sluttrapport\\_klopyralid\\_FOR\\_2021\\_webb-1.pdf](https://for.se/wp-content/uploads/2021/07/Sluttrapport_klopyralid_FOR_2021_webb-1.pdf)

- OECD. (2002). Test No. 307: Aerobic and anaerobic transformation in soil, OECD guideline for the testing of chemicals *OECD Publishing*. <https://doi.org/10.1787/9789264070509-en>
- Pittenger, D., & Downer, J. (2003). The Herbicide Contaminat The Herbicide Contaminated Compost Issue post Issue. *Cooperative Extension University of California*, 5.1. [https://celosangeles.ucanr.edu/newsletters/Spring\\_200334802.pdf](https://celosangeles.ucanr.edu/newsletters/Spring_200334802.pdf)
- ROU. (2006). *Risk Management Tools for the Recycled Organics Industry* T. U. o. N. S. W. Department of Environment and Conservation NSW. <https://www.epa.nsw.gov.au/-/media/epa/corporate-site/resources/warrlocal/060397-risk-mgt-tools-organics.pdf?la=en&hash=F35E1CDDD4DDB9E73E616356B13B2CD9F4305FE8>
- Seehusen, T., Hofgaard, I. S., Tørresen, K. S., & Riley, H. (2017). Residue cover, soil structure, weed infestation and spring cereal yields as affected by tillage and straw management on three soils in Norway. *Acta Agriculturae Scandinavica, Section B – Soil & Plant Science*, 67(2), 93-109. <https://doi.org/10.1080/09064710.2016.1221987>
- Sperstad, R., & Nyborg, Å. (2008). Beskrivelse av jordsmonngrupper og jordsmonneneheter på dyrka mark i Norge. Karakteristikk, egenskaper og utbredelse. Norsk institutt for skog og landskap. 05/2008.
- Tomco, P. L., Duddleston, K. N., Schultz, E. J., Hagedorn, B., Stevenson, T. J., & Seefeldt, S. S. (2016). Field degradation of aminopyralid and clopyralid and microbial community response to application in Alaskan soils [Article]. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 35(2), 485-493. <https://doi.org/10.1002/etc.3222>
- TUKES. 2023. Evaluation report on the modification of MRLs for clopyralid in honey. March 2023, revised in September 2023, 218 pp. <https://open.efsa.europa.eu/questions/EFSA-Q-2022-00622?search=clopyralid>
- VKM. (2015). Degradation and mobility of pesticides in Norwegian soils. Opinion of the Panel on Plant Protection Products of the Norwegian Scientific Committee for Food Safety. *VKM Report*, 34.

# Vedlegg 1: PECsoil beregnet med 25% plantedekke

Tabell 13. Predikert toppjordkonsentrasjon (PECsoil topp 5 cm) av klopyralid i rapsåker hhv. år 0, 1, 2, 3 og år 19, dersom åkeren sprøytes med klopyralid hvert 3. år. Sprøytetidspunkt er 13. juni, plantedekket er 25 % og dose 118,8 g klopyralid/ha (sprøyting med normal arealdose av Matrigon på 165 g/ha; 720 g klopyralid/kg).

	PECsoil etter sprøyting	PECsoil 1 år etter sprøyting	PECsoil 2 år etter sprøyting	PECsoil 3 år etter sprøyting	PECsoil etter 19 år (etter totalt 7 sprøytinger)
	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Steinkjer	137	19,7	3,22	0,568	139
Apelsvoll	137	4,75	0,14	0,0051	137
Særheim	137	4,85	0,18	0,0065	137

Tabell 14: Predikert toppjordkonsentrasjon (topp 5 cm) av klopyralid (PECsoil) i havre hhv. år 0, 1, 2, 3 og år 19, dersom åkeren sprøytes med klopyralid hvert 3. år. Sprøytetidspunkt er 13. juni, plantedekket er 25 % og dose 60 g klopyralid/ha (sprøyting med normal arealdose av Ariane S på 3 L/ha; 20 g klopyralid/L).

	PECsoil etter sprøyting	PECsoil 1 år etter sprøyting	PECsoil 2 år etter sprøyting	PECsoil 3 år etter sprøyting	PECsoil etter 19 år (etter totalt 7 sprøytinger)
	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Steinkjer	69	10	1,6	0,29	70
Apelsvoll	69	2,4	0,07	0,0026	69
Særheim	69	2,5	0,091	0,0033	69

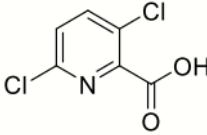
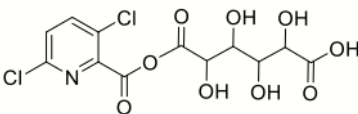
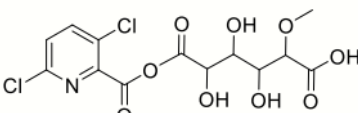
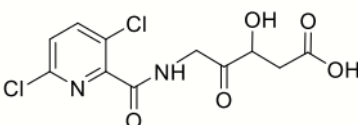
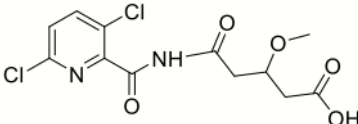
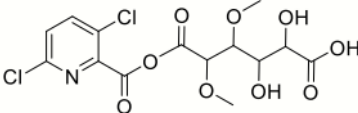
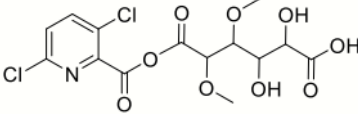
Tabell 15: Modellering av PECsoil etter sprøyting med Ariane S med 25% plantedekke/intersepsjon og 0% plantedekke/intersepsjon. Det ble modellert sprøyting i 20 år med en sprøyting per år.

	25% plantedekke		0% plantedekke	
	PEC soil første sprøyting	PECsoil etter 20 sprøytinger	PEC soil første sprøyting	PECsoil etter 20 sprøytinger
Steinkjer	69	88	92	118
Apelsvoll	69	73	92	97
Særheim	69	73	92	97

## Vedlegg 2: Klopyralid-konjugater i planter

Tabell 16. Identifiserte klopyralid-konjugater i sukkerbete (TUKES, 2023)

**Table C.3.1.1.2-6: Identification of compounds from metabolism study**

Component	Chemical name	Chemical structure
1	Clopyralid	
2	clopyralid + C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> (e.g., glucaric acid conjugate of clopyralid or isomer)	
3	clopyralid + C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>7</sub> (e.g., methylated glucaric acid conjugate of clopyralid or isomer)	
4	clopyralid + C <sub>5</sub> H <sub>7</sub> O <sub>3</sub> N (e.g., amino sugar conjugate of clopyralid or isomer)	
5	clopyralid + C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> O <sub>3</sub> N (e.g., methylated amino sugar conjugate of clopyralid or isomer)	
6	clopyralid + C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O <sub>7</sub> (e.g., bis-methylated glucaric acid conjugate of clopyralid or isomer)	
7	clopyralid + C <sub>7</sub> H <sub>11</sub> O <sub>3</sub> N (e.g., bis-methylated amino sugar conjugate of clopyralid)	

Norsk institutt for bioøkonomi (NIBIO) ble opprettet 1. juli 2015 som en fusjon av Bioforsk, Norsk institutt for landbruksøkonomisk forskning (NILF) og Norsk institutt for skog og landskap.

Bioøkonomi baserer seg på utnyttelse og forvaltning av biologiske ressurser fra jord og hav, fremfor en fossil økonomi som er basert på kull, olje og gass. NIBIO skal være nasjonalt ledende for utvikling av kunnskap om bioøkonomi.

Gjennom forskning og kunnskapsproduksjon skal instituttet bidra til matsikkerhet, bærekraftig ressursforvaltning, innovasjon og verdiskaping innenfor verdikjedene for mat, skog og andre biobaserte næringer. Instituttet skal levere forskning, forvaltningsstøtte og kunnskap til anvendelse i nasjonal beredskap, forvaltning, næringsliv og samfunnet for øvrig.

NIBIO er eid av Landbruks- og matdepartementet som et forvaltningsorgan med særskilte fullmakter og eget styre. Hovedkontoret er på Ås. Instituttet har flere regionale enheter.

