



Продовольственная и
сельскохозяйственная организация
Объединенных Наций

Контроль качества органических продуктов: забор образцов, оснащение лабораторий, аккредитация и расшифровка результатов

Профессор Уйгун Аской
Международный консультант
Продовольственной и сельскохозяйственной организации ООН (ФАО)
uygun.aksoy@gmail.com

Введение

- Потребители осознают, что органическая продукция питательна и безопасна для здоровья и окружающей среды.
- За счет чего система органического производства достигает таких результатов? На основании каких правил она работает? Как осуществляется контроль соответствия этим характеристикам?
- Предположения: (1) Система производства выполняет все условия, предписанные нормами и стандартами, кроме того (2) требования к качеству и безопасности органической продукции обусловлены соответствующим законодательством (в отношении продуктов питания и кормов, окружающей среды и пр.)

Примеры(1)

В законодательстве, регулирующем производство органической продукции отсутствуют максимальные допустимые значения по микробиологическому заражению, микотоксинам, тяжелым металлам, радионуклеотидам, веществам, загрязняющим окружающую среду и ГМО. При этом, продукция должна соответствовать нормам, действующим в стране-производителе и стране-импортере.

- В соответствии с органическими нормами и стандартами допустимо применение методов и удобрений в отношении которых возможно провести контроль качества и применить предупредительные меры во избежании заражения.
- Например, в ЕС запрещено применение ловушек с ДАФ для борьбы против маслинной и вишневой мухи, поскольку при утилизации ловушек не исключено попадание ДАФ в почву, что неизбежно ведет к заражению продукции этим синтетическим удобрением, использование которого в органическом сельском хозяйстве запрещено.
- Применение меди ограничено до 6 кг/га в год, поскольку этот тяжелый металл имеет свойство накапливаться в почве. Применение навоза ограничено до 170 кг/га в год для предотвращения выщелачивания.
- В США в соответствии с предписаниями Национальной программы натуральных продуктов для предотвращения риска микробного заражения, применение удобрений имеет временные ограничения, при котором последнее применение для видов, не имеющих контакта с почвой разрешено за 90 дней до сбора урожая, а для контактирующих с землей - за 120 дней.

Примеры (2)

Законодательство по защите окружающей среды имеет различия:

- **В Турции запрещено использование хозяйственных стоков на оливковых маслобойках ввиду их вредного воздействия на окружающую среду. При этом, в ЕС их разрешено использовать в качестве компоста в органическом производстве, при условии, что их доля в конечном составе не превышает 1/3.**
- Они имеют ценность для органического производства, но в Турции нет возможности их использовать ввиду норм, установленных общим законодательством по защите окружающей среды.
- **Использование мочи животных разрешено в Швейцарии, но запрещено в Нидерландах по причине её воздействия на окружающую среду.**
- Органические фермерские хозяйства Швейцарии могут использовать её в качестве удобрения, а в Нидерландах - нет.

Введение

- Параметры качества и безопасности продуктов должны соответствовать не только нормам и законам страны-производителя, но и нормам и законам страны-импортера в случае, если продукция идет на экспорт.
- К органической продукции применимы общие правила по торговле и экспорту (санитарные и фитосанитарные) в отношении карантина, маркировки, классификации качества, веса фасованной продукции.

Пирамида качества

Частные («Demeter», «Naturland», «Biosuisse») и дополнительные стандарты (стандарт Справедливой торговли, указание на географическое происхождения) применимы в дополнении к нормам и стандартам по органическому производству.. Кроме того, внутрикорпоративные требования могут налагать более широкий спектр ограничений.



Проведение тестов на соответствие

- В соответствии с законодательством ЕС до **5%** всех организаций, задействованных в производстве должны предоставлять образцы продукции для прохождения лабораторных тестов. Этот процесс происходит с участием сертифицирующих органов.
- Какие именно организации подлежат этой проверке? Само фермерское хозяйство, перерабатывающее производство или торговая компания? Каковы требования к образцам?
- **Четкие предписания отсутствуют. Все решения принимаются на собственное усмотрение СО и имеют долю риска.**
- **Образцы для тестов:** почва, листья, плоды (созревшие и нет).
- **Каковы риски?**
- Есть ли риск применением фермером синтетических удобрений? Для определения необходимо провести забор почвы и листьев.
- Есть ли риск применения пестицидов: гербицидов, фунгицидов или инсектицидов? Есть ли указание на наличие или распространение вредителей или серьезных заболеваний? Какие виды пестицидов распространены в регионе? Есть ли риск перекрестного заражения ввиду наличия соседствующих хозяйств традиционного типа? Используют ли такие хозяйства большие или малые объемы удобрений? Производит ли хозяйство одновременно органическую и традиционную продукцию? Как долго хозяйство ведет органическое производство?
- **Когда делать забор образцов?**
- В соответствии с возможным графиком применения удобрений и распыления пестицидов!

Забор образцов

- Инспектор осуществляет забор образцов лично. Производитель и его сотрудники не допускаются к забору образцов.
- В соответствии с предписанием стандарта ISO 17020 процедура забора образцов входит в Справочник по контролю качества проверяющего органа.
- Методы забора образцов должны соответствовать предписанному порядку в отношении конкретных пестицидов, микотоксинов, регуляторов роста, добавок и пр. Методы забора образцов входят в «Справочник по контролю качества» и удостоверяются в процессе аккредитации.
- Количество образцов зависит от объема партии/размера упаковки. Для проверки конечного продукта в качестве образца берется единица упаковки. При оптовой реализации количество образцов определяется объемом партии.

Лаборатории

- 1) Сертифицирующие органы не обязаны иметь собственную лабораторию.
- 2) В соответствии с правилами аккредитации сертифицирующие органы обязаны подписать договор подряда с лабораторией.
- 3) Сертифицирующий орган может прибегать к услугам нескольких лабораторий, в случае отсутствия всего спектра услуг в одной лаборатории. Анализу подлежат почва, питательные вещества растений, проверка на наличие пестицидов, регуляторов роста, ГМО, ветеринарных препаратов и антибиотиков.
- 4) Лаборатория обязана иметь аккредитацию в соответствии со стандартом ISO 17025 по соответствующему спектру анализов (например, список пестицидов может быть ограничен определенными типами) и соответствующее оборудование для определения в составе остаточных элементов в концентрации <0.01 мг/кг для подтверждения соответствия продукта органическим нормам.

Основные загрязняющие вещества в органических продуктах, негативно отражающиеся на сбыте

Намеренное и ненамеренное загрязнение органической продукции может произойти на любом этапе производственной цепочки, во время выращивания, переработки, хранения и транспортировки. Сама система направлена на предотвращение и минимизацию риска нежелательного заражения, а также фальсификации и нарушения правил.

Основные загрязняющие вещества в органических продуктах: ГМО

- В органическом сельском хозяйстве запрещено применять генную инженерию (*определения могут различаться в нормах и стандартах различных стран*), трансгенные семена и удобрения.
- Превышения максимально допустимой концентрации (0,9 % в ЕС, 5% в отношении восьми (8) культур в Японии) при заражении ГМО может привести к отзыву сертификата.
- В группу риска попадают такие, культуры, в отношении которых широко применяются ГМО, например, хлопок, кукуруза и соя. При этом, применение удобрений также может носить риск заражения ГМО, поскольку состав микробных веществ (бактериальные средства) может содержать ГМО (лимонная кислота из ГМО-кукурузы).

Пищевые добавки

К применению допустимы только разрешенные нормами для целевого использования.

- Медь допускается использовать в качестве защитного вещества и улучшителя почвы. При этом, в период после сбора урожая её использование запрещено.
- Карбонат кальция (E 170) допускается применять при производстве продукции растительного или животного происхождения.
- Лимонную кислоту (E 330) допускается применять при производстве растительной продукции, а цитрат натрия (E 331) - при производстве животной продукции.

Содержатся ли пестициды в органической продукции?

- Органическая природа продукции определяется применяемыми процессами производства и переработки, а именно отказом от применения синтетических химикатов для защиты растений и минеральных удобрений. Законодательные нормы в отношении органического сельского хозяйства также применимы к производственным процессам и процедурам проверки и сертификации.
- В определение органической продукции не входит утверждения о полном отсутствии пестицидов в её составе. Законодательные нормы в свою очередь не устанавливают максимально допустимых остаточных концентраций. При этом, результаты исследований утверждают, что по сравнению с продукцией традиционного сельского хозяйства уровень их концентрации в органической продукции значительно ниже.

Случайное заражение/отравление

Свидетельство наличия в органической продукции веществ, запрещенных к использованию в органическом сельском хозяйстве, может служить, как доказательством применения таких веществ, так и фактом **неправомерной маркировки** продукции в качестве органической. Однако, поскольку органическое сельское хозяйство нельзя обезопасить от взаимодействия с окружающей средой, заключив под непроницаемый купол, существует риск **неизбежного или случайного отравления пестицидами на фоне загрязнения окружающей среды**. Кроме того, вещества могут распространяться за пределы территории применения. Также, помимо исполнения функции активного ингредиента в составе пестицида, вещество может применяться в составе упаковки, чернил и дезинфицирующих средств.

Пестициды

Разрешенные в органическом сельском хозяйстве

Допускается применение с ограничениями:

Медь в ЕС в количестве до 6 кг/га в год.

Без ограничений в соответствии с нормами органического сельского хозяйства:

Действуют максимальные значения, допустимы в традиционном сельском хозяйстве, например, серу используют не в качестве добавки, а в качестве пестицида. Норма содержания серы в необработанных продуктах составляет 20 ч/млн, соответственно, в органических продуктах она должна быть ниже этого значения.

Запрещенные в органическом сельском хозяйстве

Широко применимый подход:

Допустимое значение пестицидов, не входящих в перечни измеряется в мг/кг.

Как рассчитать и на основании чего принимать решения?

На основании решений по частным случаям со стороны частных организаций «BNN» (Германия), «Bio Suisse» (Швейцария), США, а также Международной организации движений за органическое с/х («IFOAM») и Европейского совета органических сертифицирующих организаций («ЕОСС»).

**Определения
применимые при оценке результатов
лабораторных тестов**

Аналитическое отклонение (погрешность измерений)

- Лабораторные измерения всегда подразумевают некоторую погрешность, которую необходимо учитывать при работе с результатами лабораторных тестов и принятий решений на их основе. Каждый результат, полученный в результате анализа в лаборатории имеет поправку на выраженное значение погрешности измерений.
- Неточность, появляющаяся в процессе измерений может иметь **окказиональную или систематическую природу**.
Окказиональная погрешность может сильно влиять на результат при повторении замера.

Погрешность измерений

При многократном повторении замера выявленное стандартное отклонение возникает в основном в результате неспецифичной погрешности измерений, в отличие от системных погрешностей, которые можно устранить перед повторных замером. При этом, **совокупное значение стандартного отклонения при получении результата выражено в форме с учетом прогнозируемого стандартного отклонения, и включает в себя, как окказиональные, так и системные погрешности, и поэтому имеет тенденцию в сторону увеличения значения по сравнению со стандартным отклонением, фиксируемом при повторных замерах.** Т.о., если при проведении повторных замеров выявленное стандартное отклонение значительно выше совокупного значения стандартных отклонений всех результатов, можно сделать вывод о том, что значение погрешности было занижено.

Погрешность измерений

- При представлении результатов измерений необходимо указывать значение погрешности измерений. Лаборатория может как предоставлять информацию о совокупном значении стандартной погрешности $u_c(y)$, так и о расширенной погрешности U . Допускается следующий формат предоставления результатов измерений и расширенной погрешности U : $y \pm U$ или $y \pm U$.
- В ЕС погрешность измерений в отношении пестицидов составляет 50%.
- Т.о. если выявленная остаточная концентрация составляет 15 мг/кг, в отчет вносится $15 \pm 7,5$. При максимально допустимом уровне остатка равном 10 мг/кг, такой продукт не допускается в продажу в связи с превышением значения равным 15.

Восстановление (%)

- Восстановление известной добавки, максимума или анализируемого вещества в образце. Такой метод применяется для определения систематического сдвига аналитического сигнала анализируемого вещества в результате матричного эффекта. Для определения процентное содержания при восстановлении максимума, образец делят на две части и известную пропорцию стандартного раствора с анализируемым веществом смешивают с одной из этих частей.
- Концентрацию анализируемого вещества определяют, как в разведенном F, так и в чистом, I, составе в процентном соотношении.
- Процентное соотношение восстановления (% R), рассчитывается по формуле $\% R = (F-1)/A * 100$, где A - концентрация анализируемого вещества в размешанном составе.

Предел холостой пробы (SoB)

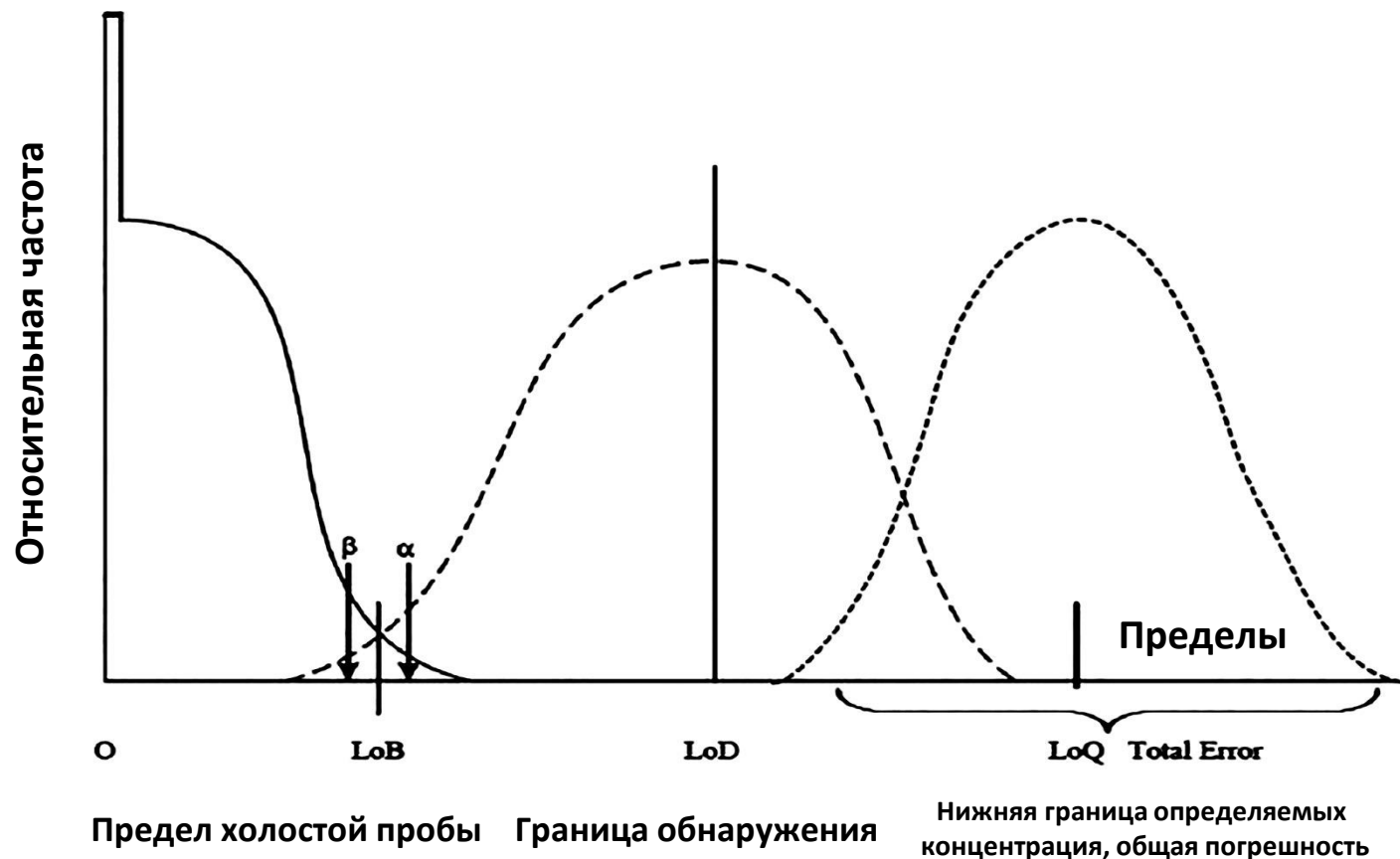
- Предел холостой пробы - это наибольшая *явная* концентрация анализируемого вещества, ожидаемая при получении результатов после воспроизведения процедуры оценки холостой пробы без анализируемого вещества.
- $\text{LoB (предел измерения)} = \text{mean (средняя)}_{\text{blank (холостое значение)}} + 1,645(\text{SD стандартное отклонение}_{\text{blank (холостое значение)}})$

Граница обнаружения (LoD)

- В аналитической химии **порог обнаружения** или граница обнаружения (LoD) - это низшее значение вещества статистически отличного от отсутствия такого вещества (холостая проба) с заявленной степенью достоверности (а именно 99%).
- Расчет границы обнаружения делается по формуле $LoD = t(n-1, 99\%)(s)$ s - стандартное отклонение в результате семи (7) и более воспроизводимых анализов, а $t(n-1, 99\%)$ - студентово значение степени достоверности равной 99% для хвоста единичного распределения, а $n-1$ - степени свободы.
- Граница обнаружения определяется при помощи применения границы обнаружения и воспроизведения тестов образца с подтвержденным содержанием анализируемого вещества в низкой концентрации.
- LoD (предел измерения) = LoB (предел холостой пробы) + $1,645(\text{стандартное отклонение})$
Образец с низкой концентрацией

Нижняя граница определяемых концентраций (LoQ)

Нижняя граница определяемых концентраций (LoQ) при которой анализируемое вещество поддается достоверному обнаружению с учетом соответствия предопределенных показателей отклонений и неточности. Нижняя граница определяемых концентраций (LoQ) может быть равна значению границы обнаружения (LoD), либо значительно превышать её при более высокой концентрации.



Нормативы, регулирующие процесс принятия решения и предпринимаемые меры (ЕС)

- Специальные нормативы или ограничения отсутствуют. При этом, можно ссылаться на статью 91 закона Европейской комиссии ЕС 889/2008 Madde 91 и статью 15 Европейской комиссии ЕС 1235/2007.
- При разрешении споров об остаточном содержании между органами Европейской комиссии и сертифицирующими органами, Европейская комиссия опирается на приложение «OFIS-INTC», информационную систему по органическому фермерству. При выявлении случае несоответствия страна-производитель получает уведомление по официальному каналу связи.
- В странах-лидерах рынка, в частности в Германии и во Франции, компетентные органы осуществляют надзор, при этом вынесение резолюции остается в сфере ведения сертифицирующих органов.
- В Италии для случаев обнаружения непреднамеренного загрязнения и отсутствия технической возможности избежать загрязнения установлен максимальный порог концентрации равный 0,01 мг/кг.
- В Бельгии допускается уровень остаточной максимально допустимой концентрации пестицидов в пределах границы обнаружения равный $> 1,5$. При этом, производитель обязан доказать, что наличие этого остатка спровоцировано внешними факторами.
- В соответствии с «Методической рекомендацией для надзорных органов по процедурам анализа европейской органической продукции на территории Великобритании» (вер.09.2012г.) В Великобритании, норм не установлено и принятие решения находится в зоне ответственности сертифицирующих органов.

США

- Директива 2613 Минсельхоза США предписывает нормативы по допустимым остаточным концентрациям пестицидов.
- **Действия.** В случае обнаружения концентрации, соответствующей верхнему пределу или превышающей его, Управление по санитарному надзору за качеством пищевых продуктов и лекарств предпринимает меры по его изъятию с рынка. Действия предпринимаются, когда воздействие ядовитых или вредных веществ неизбежно. Под них не попадает продукция с допустимых уровнем содержания нежелательных примесей, не имеющих вредного воздействия. Действия предпринимаются при концентрации равной 0,01 мг/кг.
- В случае выявления превышения допустимого уровня остаточной концентрации необходимо выявить источник заражения. Для продукции традиционного сельского хозяйства допустим остаточный уровень в объеме до 5 %.
- В открытом доступе находятся правила по проведению анализа на остаточную концентрацию (2610), выбор лаборатории (2611) и перечень пестицидов, на содержание которых делается анализ (2611-1).
- Случаи выявленного несоответствия, мошенничества и отзыва сертификата в открытом доступе публикуются на сайте.

Нормы немецкого союза натуральных продуктов и товаров «BNN» (Bundesverband Naturkost Naturwaren Herstellung und Handel e.V.),

- В 2001 году Союз переработчиков и торговцев органической продукцией Германии создал руководство по оценке содержания остаточных концентраций пестицидов.
- Установленное значение является гибким и практичным способом отличить случаи мошенничества от ненамеренной ошибки в производственном процессе или процессе переработки, случайное или неизбежное загрязнение.
- В соответствии с базовым принципом необходимо установить референтное значение ($=0,010$ мг/кг = на практически нулевом уровне). Это значение также учитывает аналитическую вариативность и поправку на коэффициент перевода.
- Даже если остаточная концентрация превышает установленное значение, сертификат не отзывают напрямую. Члены союза «BNN» допускают к продаже органические продукты с максимально допустимым остаточным значением равным $<0,01$ мг/кг.

Пример 1

- В выборке помидор был выявлен азоксистробин в концентрации 0,025 мг/кг.
- Такая концентрация не соответствует установленному союзом значению по содержанию азоксистробина с учетом аналитического отклонения равного 50%.
- [Фактическое содержание колеблется между 0,0125 (0,025 - 50%) и 0,0375 (0,025 + 50%) мг/кг с вероятностью наличия 95%, что явно превышает значение 0,010 мг/кг].
- Т.о. концентрация в выборке помидор не соответствует установленному союзом значению.

Пример 2

- В выборке лимонов обнаружено содержание дикофола в концентрации 0,017 мг/кг, ортофенилфенола в концентрации 0,013 мг/кг и имазалила в концентрации 0,007 мг/кг.
- **Дикофол:** С учетом аналитического отклонения равного 50% концентрация дикофола соответствует установленному союзом значению.
- [Фактического содержание колеблется между 0,0085 (0,017 - 50%) и 0,0255 (0,017 + 50%) мг/кг с вероятностью наличия равной 95%. Т.о. значение 0,010 мг/кг не превышено].
- **Ортофенилфенол:** С учетом аналитического отклонения равного 50% концентрация ортофенилфенола соответствует установленному союзом значению.
- [Фактического содержание колеблется между 0,0065 (0,013 - 50%) и 0,0195 (0,013 + 50%) мг/кг с вероятностью наличия равной 95%. Т.о. значение 0,010 мг/кг не превышено].
- **Имазалил:** Концентрация имазалила соответствует установленному союзом значению.
- **Норматив в отношении множественных остаточных концентраций:** Норматив в отношении множественных остаточных концентрация соблюден, поскольку были выявлены только два вещества со значением $\geq 0,010$ мг/кг.
- [Выявленное значение дикофола и ортофенилфенола превысило 0,010 мг/кг. Без поправки на аналитическое отклонение. Имазалил не берется в расчет ввиду выявленной концентрации равной $< 0,010$ мг/кг].
- В целом значения в выборке лимонов соответствуют установленному союзом значению.

Пример 3

- В выборке кураги выявлен каптан в концентрации равной 0,06 мг/кг, карбендазим - 0,08 мг/кг и додин - 0,05 мг/кг.
- Содержание **каптана** в концентрации 0,012 мг/кг применимо в отношении свежего продукта. (Коэффициент перевода для сухофруктов равен 5, т.о. $0,06 \text{ мг/кг каптана} / 5 = 0,012 \text{ мг/кг}$); С учетом аналитического отклонения равного 50% концентрация каптана соответствует установленному союзом значению.
- **[Фактическая концентрация варьируется между 0,006 (0,012 - 50%) и 0,018 (0,012 + 50%) мг/кг с вероятностью наличия равной 95%. Т.о. нет явного превышения значения 0,010 мг/кг].**
- Содержание **карбендазима** в концентрации 0,062 мг/кг применимо в отношении свежего продукта. (Коэффициент перевода для сухофруктов равен 5, т.о. $0,08 \text{ мг/кг карбендазима} / 5 = 0,016 \text{ мг/кг}$). С учетом аналитического отклонения равного 50% концентрация карбендазима соответствует установленному союзом значению. [Фактическая концентрация варьируется между 0,008 (0,016 - 50%) и 0,024 (0,016 + 50%) мг/кг с вероятностью наличия равной 95%. Т.о. нет явного превышения значения 0,010 мг/кг].
- Содержание додина в концентрации 0,010 мг/кг применимо в отношении свежего продукта. (Коэффициент перевода для сухофруктов равен 5, т.о. $0,05 \text{ мг/кг додина} / 5 = 0,010 \text{ мг/кг}$); установленное союзом значение по содержанию додина соблюдено.
- Норматив в отношении множественных остаточных концентраций.
- Выборка не соответствует нормативу в отношении множественных остаточных концентрация ввиду выявления трех концентраций, $\geq 0,010 \text{ мг/кг}$.
- [С учетом поправки на коэффициент перевода для сухофруктов выявлено три вещества, каптан, карбендазим и додим, в концентрации, превышающей значение равное 0,010 мг/кг. Без учета аналитического отклонения].
- **Выборка кураги не соответствует установленному союзом значению.**

Швейцарский стандарт «BIOUISSE»

Процесс принятия решений:

- «BioSuisse» - организация, объединяющая швейцарских фермеров, ведущих органическое хозяйство.
- Совместно с Исследовательским институтом с/х («FIBL») установлена панель для принятия решений (https://www.biosuisse.ch/media/VundH/Ruecksta/e_bio_suisse_entscheidungsraaster.pdf).
- Референтное значение равное 0,01 мг/кг учитывает поправку на аналитическое отклонение (неточность измерений) и коэффициент перевода (свежие плоды/сухофрукты; сырье/переработанная продукция).
- Применяется в отношении всей продукции, имеющей маркировку органической продукции «BioSuisse».

Международная организация движений за органическое сельское хозяйство («IFOAM»)

- «IFOAM» - международная организация, объединяющая органические предприятия.
- В 2012 году европейская группа организации выпустила руководство по остаточным концентрациям пестицидов в органической продукции в продаже на мировом рынке. В основном, организация занимается забором образцов.
- Для решения о принятии мер «IFOAM» ориентируется на то же значение, что и немецкий союз «BNN» равное 0,010 мг/кг.

Руководство по остаточным концентрациям пестицидов Европейского совета органических сертифицирующих организаций (ЕОСС)

- Европейский совет органических сертифицирующих организаций («ЕОСС») является ассоциацией европейских сертифицирующих органов;
- «ЕОСС» создал рабочую группу, которая в 2012 году подготовила руководство по остаточным концентрациям пестицидов;
- В качестве основания для принятия мер «ЕОСС» руководствуется значением равным 0,01 мг/кг, а в качестве ориентира для принятия решений - 0,02 мг/кг с поправкой на неточность измерений.
- В руководстве определены различные случаи случайного (неизбежного) загрязнения и случаи, в которых загрязнения можно было бы избежать.

Текущие нормативы

Страна	Установленный уровень (принятие мер)	Критический уровень (отзыв сертификата)
«BNN»	Есть	Есть
«Biosuisse»	Есть	Нет (на обсуждении)
«IFOAM»	Есть	Отсутствует
«EOCC»	Есть	На обсуждении
США	Отсутствует	Есть
Италия	Отсутствует	Есть
Валония (Бельгия)	Отсутствует	Есть
Великобритания	Отсутствует	Отсутствует

Выводы

- Необходимо проводить оценку риска по ключевым звеньям органической производственно-сбытовой цепочки с подготовкой перечней наиболее частотных случаев загрязнения.
- *На начальном этапе для выявления особенно редких веществ образцы можно отправлять на тесты за рубежом.*
- Необходимо, чтобы хотя бы одна или несколько лабораторий имели аккредитацию в соответствии со стандартом ISO17025 с низким порогом обнаружения для работы с органическим сектором для анализа образцов почвы, растений, нежелательных примесей, остаточных концентраций и запрещенных/условно разрешенных удобрений.
- Необходимо подготовить национальное руководство для сертифицирующих органов для повышения качества их работы и уровня безопасности органической производственно-сбытовой цепочки.
- При разработке подхода необходимо учитывать научную оценку вероятности погрешности замеров.
- **Необходимо разработать систему (пример «RAS») для быстрого доступа к информации и коммуникации со всеми участниками процесса. При поддержке законодательной базы в случае необходимости.**