

Directives techniques concernant l'étude de stabilité pour l'enregistrement des poudres de lait infantiles (proposition)

(Version pour consultation)

1. Aperçu général

Conformément aux « Documents et exigences pour la candidature à l'enregistrement des poudres de lait infantiles (proposition) » (Annonce n°175 de la Chinese Food and Drug Administration, CFDA, en 2016), le rapport de recherche et développement sur la formule du produit doit inclure « une étude de stabilité des produits avec emballage réglementaire et les conditions de certitude ».

L'étude de stabilité d'une formule pour l'enregistrement repose sur une étude systémique et sur la compréhension de la formule. A travers des tests conçus, on étudie les changements dans le temps de la qualité du produit sous certaines conditions de température et d'humidité, ce qui apporte des informations concernant la fiabilité scientifique et la sécurité de la formule. Les méthodes de recherche s'appuient généralement sur l'influence des facteurs, sur des tests accélérés et sur des tests longue durée.

2. Champ d'application

Les présentes directives s'appliquent à l'étude de stabilité des produits évoquée dans les « Documents et exigences pour la candidature à l'enregistrement des poudres de lait infantiles (proposition) ».

3. Exigences relatives à l'étude

(1) Conception de l'étude

1. Échantillon (produit)

Les échantillons pour le test de stabilité doivent être représentatifs, prélevés sur des produits fabriqués sur une chaîne de production satisfaisant aux exigences de la norme GB 23790 « Norme nationale de sécurité alimentaire relative aux bonnes pratiques de production des poudres de lait infantiles ». La formule des produits et les procédés de production doivent être cohérents avec les informations fournies dans la candidature à l'enregistrement ; les contenants et les spécifications d'emballage doivent être adaptés aux produits lancés sur le marché.

Les tests accélérés et les tests longue durée sont conduits sur trois lots d'échantillons, tandis que les tests d'influence des facteurs sont conduits sur un lot d'échantillons.

2. Moments dans le temps et durée de l'étude

Il est nécessaire de fixer plusieurs moments dans le temps pour conduire l'étude de stabilité ; ces moments doivent être fixés en

fonction de la compréhension et de la stabilité des propriétés physicochimiques des matières premières et additifs alimentaires dans la formule. Dans le cas d'un test longue durée, la durée totale du test doit au moins couvrir la durée de consommation escomptée, le moment de prélèvement est fixé à mi-parcours pour évaluer la stabilité du produit. Dans le cas d'un test accéléré, la durée totale du test doit couvrir au moins un quart de la durée de consommation, et ne doit pas être inférieure à trois mois.

3. Programme de test

Le programme de test de l'étude de stabilité doit mettre en évidence les changements de qualité du produit, en fonction des changements susceptibles de se produire au cours du stockage, et pouvant avoir des répercussions sur la valeur nutritive et sur la sécurité du produit, ainsi que sur ses caractéristiques physiques, chimiques et microbiologiques. Par exemple : critères sensoriels, humidité, limites microbiologiques, vitamines, autres facteurs sensibles à l'environnement etc. Il est possible d'obtenir des résultats en considérant la décomposition des nutriments au cours de la période de consommation.

Tous les éléments doivent être testés, du mois 0 à la fin des tests de stabilité, conformément aux lois et normes associées.

4. Méthodes de test

Les méthodes de test doivent satisfaire aux exigences associées du Rapport de test sur les produits décrit dans les « Documents et exigences pour la candidature à l'enregistrement des poudres de lait

infantiles (proposition) ».

(2) Méthode d'étude

1. Tests d'influence des facteurs

Les tests d'influence des facteurs consistent à tester dans des conditions extrêmes la sensibilité du produit à la lumière, l'humidité, la chaleur etc., et à fixer en conséquence les conditions des tests accélérés et les choix de matériaux et de contenants d'emballage. Ils comprennent généralement un test à haute température, un test à haute humidité et un test à la lumière à fort rayonnement ; les conditions des tests sont fixées en fonction des caractéristiques du produit, du matériau d'emballage, des conditions de stockage et des différentes conditions climatiques.

(1) Test à haute température : l'échantillon est placé dans un contenant scellé et propre, généralement chauffé pendant 10 jours à 60 °C, un prélèvement est effectué le 5^{ème} et le 10^{ème} jour pour conduire le test associé. Dans le cas où un changement significatif de l'échantillon se produit, un test est conduit à 40 °C.

(2) Test à haute humidité : l'échantillon est placé dans un contenant scellé d'humidité constante, généralement pendant 10 jours à une température de 25 °C et à un taux d'humidité relative de 90 % ± 5 %, un prélèvement est effectué le 5^{ème} et le 10^{ème} jour pour conduire le test associé, y compris un test du gain en poids d'humidité. Si le gain en poids d'humidité est supérieur à 5 %, le test est reconduit à une température de 25 °C et à un taux d'humidité relative de 75 % ± 5 %.

(3) Test à la lumière : l'échantillon est placé dans un bac à lumière ou dans un contenant lumineux pendant 10 jours, généralement sous un éclairage de $4.500 \text{ Lx} \pm 500 \text{ Lx}$, un prélèvement est effectué le 5^{ème} et le 10^{ème} jour pour conduire le test associé.

Dans le cas où les conditions et la durée des tests d'influence des facteurs ne correspondent pas entièrement aux conditions ci-dessus, les conditions et durées de test fixées doivent être fournies, ainsi que les données de test et la littérature scientifique associées.

Il est décidé de conduire ou non les tests d'influence des facteurs en fonction de la connaissance de la stabilité des matières premières et des additifs alimentaires de la formule.

2. Tests accélérés

Les tests accélérés consistent à tester la stabilité des produits sous des conditions de température et d'humidité supérieures à celles d'un stockage de longue durée. On étudie la stabilité du produit, c'est à dire que l'on évalue si la qualité de la formule et des procédés de fabrication du produit est maintenue dans des conditions de stockage différentes des conditions de stockage réelles. On prédit également la stabilité sur le long terme du produit dans des conditions de stockage prédéfinies. Les conditions des tests accélérés doivent être fixées en fonction des caractéristiques du produit, des matériaux d'emballage etc.

Par exemple, pour un test accéléré d'une durée de six mois,

des échantillons doivent être prélevés pour analyse au mois 0, 1, 2, 3 et 6. Les données relevées au mois 0 servent de témoin pour analyser la qualité des échantillons.

Les tests se déroulent généralement à une température d'au moins 40 °C et un taux d'humidité relative d'au moins 75 %.

Dans le cas où les conditions et la durée des tests accélérés ne correspondent pas entièrement aux conditions ci-dessus, les conditions et durées de test fixées doivent être fournies, ainsi que les données de test et la littérature scientifique associées.

3. Tests longue durée

Les tests longue durée consistent en l'étude de la stabilité des produits dans les conditions de stockage proposées, afin de confirmer les conditions de stockage et la date limite de consommation. Les conditions des tests longue durée doivent être fixées en fonction des caractéristiques du produit, des matériaux d'emballage etc. ; les conditions environnementales du stockage et de la circulation des produits doivent également être pleinement étudiées.

La durée des tests longue durée doit être au moins la durée de consommation, des échantillons sont prélevés tous les trois mois lors de la première année puis tous les six mois lors de la deuxième année. Par exemple, si la durée de consommation est de 24 mois, des échantillons doivent être prélevés pour être testés aux mois 0, 3, 6, 9, 12, 18 et 24. Les données relevées au mois 0 servent de témoin pour analyser la qualité des échantillons.

Les tests longue durée et les tests accélérés peuvent être commencés en même temps, le demandeur peut déposer sa candidature à l'enregistrement à la fin des tests accélérés, en s'engageant à terminer les tests sur le long terme conformément à la réglementation.

Dans le cas où les conditions et la durée des tests sur le long terme ne correspondent pas entièrement aux conditions ci-dessus, les conditions et durées de test fixées doivent être fournies, ainsi que les données de test et la littérature scientifique associées.

(3) Analyse des résultats

Selon les données des tests, les résultats de l'étude de stabilité sont analysés et évalués de manière exhaustive afin de fixer la date limite de consommation, l'emballage et les conditions de stockage.

4. Exigences relatives aux documents de candidature

(1) Catégories de formule et exigences

1. Formule de produit déjà lancée sur le marché

(1) la formule est cohérente avec la formule présentée dans la candidature à l'enregistrement (matières premières inchangées, ordre de la liste des ingrédients et valeurs nutritives cohérents), la date de mise sur le marché est postérieure à la date limite de consommation :

Il est possible de fournir les données de tests sur des échantillons à température ambiante d'un produit déjà mis sur le marché n'ayant pas dépassé la date limite de consommation

(échantillons pris sur au moins trois lots ; au moins 4 moments de prélèvements d'échantillons sont prévus, répartis rationnellement pendant la période de consommation ; on étudie au moins les facteurs sensibles à l'environnement tels que les critères sensoriels, les limites microbiologiques, les vitamines etc. ; les méthodes de tests sont conformes à la réglementation et aux normes associées).

Il est également possible de fournir les rapports de tests complets en sortie d'usine sur trois lots de produits ainsi que les rapports de tests complets sur des lots de produits équivalents dont la durée de consommation restante est proche de 1 mois.

(2) la formule est cohérente avec la formule présentée dans la candidature à l'enregistrement, mais la date de mise sur le marché est antérieure à la date limite de consommation, ou aucune donnée de test sur des échantillons à température ambiante n'a été fournie, ou aucun rapport de test associé n'a été transmis : il faut conduire une étude de stabilité prévue par le système normatif conformément aux présentes directives.

2. Formule de produit pas encore lancée sur le marché

Une étude de stabilité prévue par le système normatif doit être conduite conformément aux présentes directives.

(2) Exigences relatives aux documents de candidature

Les documents de l'étude de stabilité doivent inclure les éléments suivants :

1. Le nom du produit, les spécifications, la date de fabrication, les lots de production, la date limite de consommation et la date de démarrage des tests.

2. Les conditions de tests de la stabilité, par exemple la température, l'humidité relative etc.

3. Les éléments testés dans le cadre de l'étude de stabilité, les méthodes de tests et les exigences relatives aux limites.

4. Un tableau rassemblant toutes les données analytiques obtenues lors de l'étude.

5. Les résultats de tests des indicateurs présentés en valeurs numériques, parmi eux, les résultats de tests des valeurs nutritives doivent également être présentés en pourcentage des résultats des premiers tests.

6. Le rapport d'analyse des résultats de l'étude.

7. Les engagements associés à l'étude de stabilité.

5. Engagements associés à l'étude de stabilité

(1) Dans le cas où les données de stabilité sur le long terme pour les trois lots de produits présentés dans les documents de candidature couvrent la durée de consommation recommandée, aucun engagement de stabilité n'est requis.

(2) Dans le cas où les tests longue durée présentés dans les documents de candidature n'ont pas été menés jusqu'à la date limite de consommation, le demandeur doit s'engager à poursuivre l'étude jusqu'à la date limite de consommation.

(3) Les résultats de tests sur les échantillons à température ambiante ou les rapports de tests associés présentés dans les documents de candidature concernant des formules déjà lancées

sur le marché permettent de confirmer la stabilité des produits, le demandeur doit s'engager à conduire une étude de stabilité sur le long terme.

(4) Selon les résultats de l'étude de stabilité, l'engagement porte également sur la formule du produit, l'emballage, les conditions de stockage et la date limite de consommation. Si les engagements pris ne sont pas cohérents avec les informations fournies dans les documents de candidature, des modifications de la candidature et/ou du dossier doivent être effectuées.

(5) Le rapport de l'étude de stabilité engagée doit être soumis dans les trois ans qui suivent la soumission des documents de candidature à l'enregistrement.

6. Autres

(1) L'établissement demandeur doit conduire une étude de stabilité raisonnable, conformément aux exigences de la réglementation et des normes nationales, selon les caractéristiques spécifiques des matières premières et additifs alimentaires de la formule.

(2) Une étude de stabilité doit être conduite conformément aux exigences pour chacun des produits avec emballage réglementaire destinés à être mis sur le marché et candidats à l'enregistrement.

(3) Les exigences relatives aux formules de produits déjà mis sur le marché dans le paragraphe « 4. Exigences relatives aux

documents d'enregistrement » ne s'appliquent qu'aux formules pour lesquelles une demande d'enregistrement est soumise avant le 01/01/2018.

(4) Les résultats de l'étude de stabilité peuvent servir à poursuivre l'étude sur d'autres aspects, par exemple l'oxydation des produits.