



Protocole des bonnes pratiques de laboratoire pour l'enregistrement des engrais et des suppléments

Une partie du processus d'enregistrement des nouveaux engrais et suppléments par l'Agence canadienne d'inspection des aliments (ACIA) consiste en la présentation d'une méthode acceptable d'analyse du produit par le détenteur d'enregistrement. Un protocole vise à assurer que la méthode et les matériels d'analyse fournis par le détenteur d'enregistrement sont suffisants pour permettre une approbation expéditive de la méthodologie utilisée.

Chaque présentation doit comprendre une méthode réputée spécifique, sélective, fiable et exacte pour la matière active contenue dans les produits formulés. Les points suivants doivent faire partie de la présentation pour permettre une bonne évaluation de la(des) méthode(s).

1. La(les) méthode(s) doit(doivent) être actuelle(s) et utilisée(s) par le déposant. Les données suivantes doivent être fournies pour chaque méthode :
 - a) une description claire et concise de la méthode;
 - b) la détermination des normes de performance de la méthode, c'est-à-dire
 - 1) pourcentage de récupération acceptable
 - 2) intervalle d'analyse (minimum et maximum)
 - 3) limite de quantification
 - 4) limite de détection
 - 5) pourcentage de répétabilité du coefficient de variation (au laboratoire)
 - 6) pourcentage de reproductibilité du coefficient de variation (entre les laboratoires), s'il y a lieu

Définitions

Limite de détection = $x + 3\sigma$

Limite de quantification = $x + 10\sigma$

où x est le signe d'un essai à blanc et σ est l'écart-type (présupposé constant à des concentrations relativement faibles de X);

- c) la détermination des points critiques et des spécifications (p. ex., la température d'évaporation à l'étape 5.3 sera de $35^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$);
- d) la description du protocole expérimental utilisé pour l'évaluation des méthodes [l'évaluation devrait comprendre des études de récupération sur divers échantillons à blanc à la concentration voulue de la formulation, la méthode d'enrichissement étant également déterminée];
- e) les résultats de l'évaluation des méthodes figureront sous forme de tableau avec une analyse statistique;
- f) la preuve d'une étude d'interférence et l'identification de l'interférence;

- g) les chromatogrammes (en cas d'utilisation de la CLHP ou de la CPG) des étalons d'analyse, des produits techniques, des essais à blanc et du produit formulé utilisés dans l'évaluation des méthodes, assortis de tout commentaire pertinent;
 - h) les données brutes et les résultats calculés pour l'évaluation de l'exactitude et de la précision des diverses concentrations formulées du produit qui sera fabriqué.
2. Lorsque les exigences susmentionnées ont été respectées, l'Agence Canadienne d'inspection des aliments fera habituellement l'essai de la méthode jugée la plus acceptable. Pour l'essai de la méthode, les matériels suivants doivent être fournis :
- a) un minimum de cinq échantillons du(des) produit(s) formulé(s). La quantité de matière active contenue dans les échantillons présentés doit être vérifiée par voie d'analyse effectuée par le déposant (la méthode d'analyse utilisée doit être indiquée);
 - b) cinq (5) grammes de l'étalon d'analyse et dix (10) grammes de deux lots du produit technique, dont le pourcentage de pureté est indiqué sur les étiquettes.
3. Il est souhaitable qu'une autre méthode soit fournie pour confirmer les résultats (c.-à-d., spectrométrie de masse, chromatographie sur couches minces, etc.).

Une fois les méthodes évaluées, il est souhaitable d'étudier la méthode en collaboration.

La Section des engrais de la Division de la production des végétaux doit être informée de toute modification ou nouvelle méthodologie. Les méthodes nouvelles ou modifiées doivent être vérifiées, mais le niveau de vérification sera tributaire de son effet et des modifications apportées.

Canada