



Rapport rédigé pour le compte de :

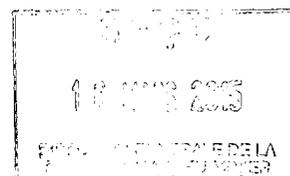
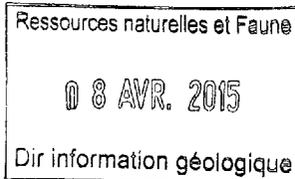
ARGILE EAU MER Inc
164, rue de la Baie St-Ludger
Pointe-aux-Outardes (Qc)

**Rapport d'étape des travaux 2013 sur
la supervision d'études techniques
dans le cadre d'une étude de pré-
faisabilité globale menant à la
qualification commerciale de l'argile
marine de la société Argile Eau Mer,
dans le secteur de Baie St-Ludger**

Par :

Services Géoscientifiques Eric Hurtubise inc
Eric Hurtubise
Pgeo (# 912 OGQ)
Forestville, Décembre 2014

GM 6 8 9 2 6



1483911

TABLE DES MATIÈRES

1.0	Introduction, but et mandat	1
2.0	Mise en garde	2
3.0	Localisation de la source du matériel	4
4.0	Historique des interventions géologiques	8
5.0	Contexte géologique	10
6.0	Travaux réalisés (rapports / détails 6.1 à 6.9)	13
7.0	Conclusion / Recommandation	16
8.0	Bibliographie	17

1.0- INTRODUCTION, BUT ET MANDAT

Le présent rapport fait état d'une supervision et contrôle, en collaboration avec Mme Denise Saulnier, présidente d'*Argile Eau Mer* et accrédité par le CNRC comme coordonnatrice de recherche, pour divers travaux d'analyses, de forages d'explorations, études techniques et essais semi-industriels menés au cours de l'année 2013 par la société *Argile Eau Mer*. La ressource en cause est une argile marine du quaternaire que l'on retrouve sur divers titres miniers de la société dans la région de Baie Saint-Ludger, municipalité de Pointe-aux-Outardes, Côte-Nord.

L'argile utilisée pour les besoins des études, tests et essais provient d'un échantillonnage en vrac extrait sur le claim CDC 2372649, propriété à 100% de *Argile eau mer*, au cours de l'hiver 2011.

Tel qu'indiqué dans le titre du présent rapport, l'ensemble des différentes études, présenté en annexe de ce rapport, ne représente qu'une étape dans la faisabilité globale que mène la société dont le but ultime et final; est d'amener celle-ci vers une qualification commerciale avec l'argile marine et de son exploitation (ou «extraction») sur une base récurrente et standardisé de Baie-Saint-Ludger. À la fin de ces études, une décision pourra être prise en vue d'une exploitation commerciale régulière pour des produits à valeur ajoutée dans les domaines : thérapeutique, cosmétique, pharmacologique, de santé animale et de fertilisation.

L'auteur du présent rapport a exécuté la supervision et le contrôle global des travaux dans le cadre d'un mandat confié à son entreprise Services Géoscientifiques Eric Hurtubise de Forestville. Ce travail de supervision a été fait dans le respect des articles 66, 68, 69, 72 et 85 du Règlement sur les substances minérales autres que le pétrole, le gaz et la saumure (M-13.1, r.2) de la Loi sur les mines (L.R.Q.,c. M-13.1).

2.0- MISE EN GARDE

Ce rapport est accompagné en annexe de rapports certifiés, pour la plupart, par des non-géoscientifiques ayant toutes les qualifications requises, dans leur champ d'expertise respectif, pour mener à bien chacune des différentes études techniques nécessaire à la qualification commerciale de l'argile marine de la société *Argile Eau Mer*. Finalement, ces études ont été sous le contrôle et la supervision globale de l'auteur toujours en collaboration étroite avec Denise Saulnier reconnu par le CNRC comme coordonnatrice de recherche, afin de compléter une étape supplémentaire vers la qualification commerciale des produits et de l'exploitation récurrente standardisé de la ressource.

Voici la liste des travaux déposés en annexe :

- **Rapport des analyses de laboratoires et interprétation des résultats pour enrayer les bactéries aérobies.** Laboratoire Exova pour les analyses microbiologiques par Gabrielle Aubé, microbiologiste. Interprétation des résultats par Marie-Anne Boucher, Chimiste. 7 pages, Juillet et août 2013.
- **Rapport des analyses par Québec Biodiversité pour obtenir les numéros CAS enregistré aux USA.** Laboratoire de la faculté d'Agriculture et de Chimie de MC Gill . Analyse par rayon infrarouge pour étudier la structure chimique de la résonance magnétique nucléaire au C^{14} et l'analyse du squelette carbone. 8 pages, Juin 2013 par Cherif Aidara, Ph.D Consultant en Biotechnologie marine.
- **Analyses chimiques sur la stabilité des produits et tests de stabilité.** Laboratoire Oleotek, 9 pages, Juin 2013 par Juliette Garcia, MSc., chimiste.
- **Études sur les résultats des analyses et recommandations. Résultats des analyses sur l'asbestos.** 5 pages, Mai 2013. Rapport du professeur Josée Duchesne, PhD en géologie, Ingénieur, Université Laval.
- **Certificat d'analyses. Synthèse des analyses physiques, chimiques, organiques, minérales et éléments traces. Recommandations pour la santé-sécurité. Comparaison.** Laboratoire interne : Fiches Techniques et fiches de sécurité (MSDS). 7 pages. Juillet 2013 par Marie-Anne Boucher, MSc, Chimiste.
- **Rapport sur la conception d'une unité pilote d'un procédé de fabrication industrielle ingénierie et essais des équipements sur de nouveaux échantillons d'argile marine.** (Suite du programme UP7)

Programme UP8. 32 pages. Année 2013 par Denise Saulnier. Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

- **Rapport sur la conception d'un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sensible et échantillonnage.** (Suite du programme ECH8PPE4) Programme ECH8PPE5. 30 pages. Année 2013 par Denise Saulnier. Année 2013 par Denise Saulnier. Maîtrise Phi.sc, PDG, directrice des programmes.
- **Rapport sur le développement de gammes de produits et homologation des produits de santé naturels par Santé-Canada. Suite des applications des échantillons pour le développement de produit.** Programme DGP5.60 pages. Année 2013 par Denise Saulnier. Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.
- **Rapport sur la prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives.** (Suite du programme PCMIC4) PCMIC5. Année 2013 par Denise Saulnier. Année 2013 par Denise Saulnier. Maîtrise Phi.sc, PDG, directrice des programmes.

3.0- LOCALISATION DE LA SOURCE DU MATÉRIEL

Le titre minier d'où provient la ressource est situé dans le secteur Baie Saint-Ludger de la Municipalité de Pointe-aux-Outardes, localisé dans la MRC Manicouagan sur la Côte-Nord (figure 1). Il s'agit du claim CDC 2372649 On y accède facilement via les routes municipales asphaltées depuis la route provinciale 138.



Figure 1 : Localisation régionale



Figure 2 : Localisation régionale sur fond d'image extrait de Google earth



Figure 3 : Localisation régionale sur fond topo du feuillet SNRC fédéral 22F/01

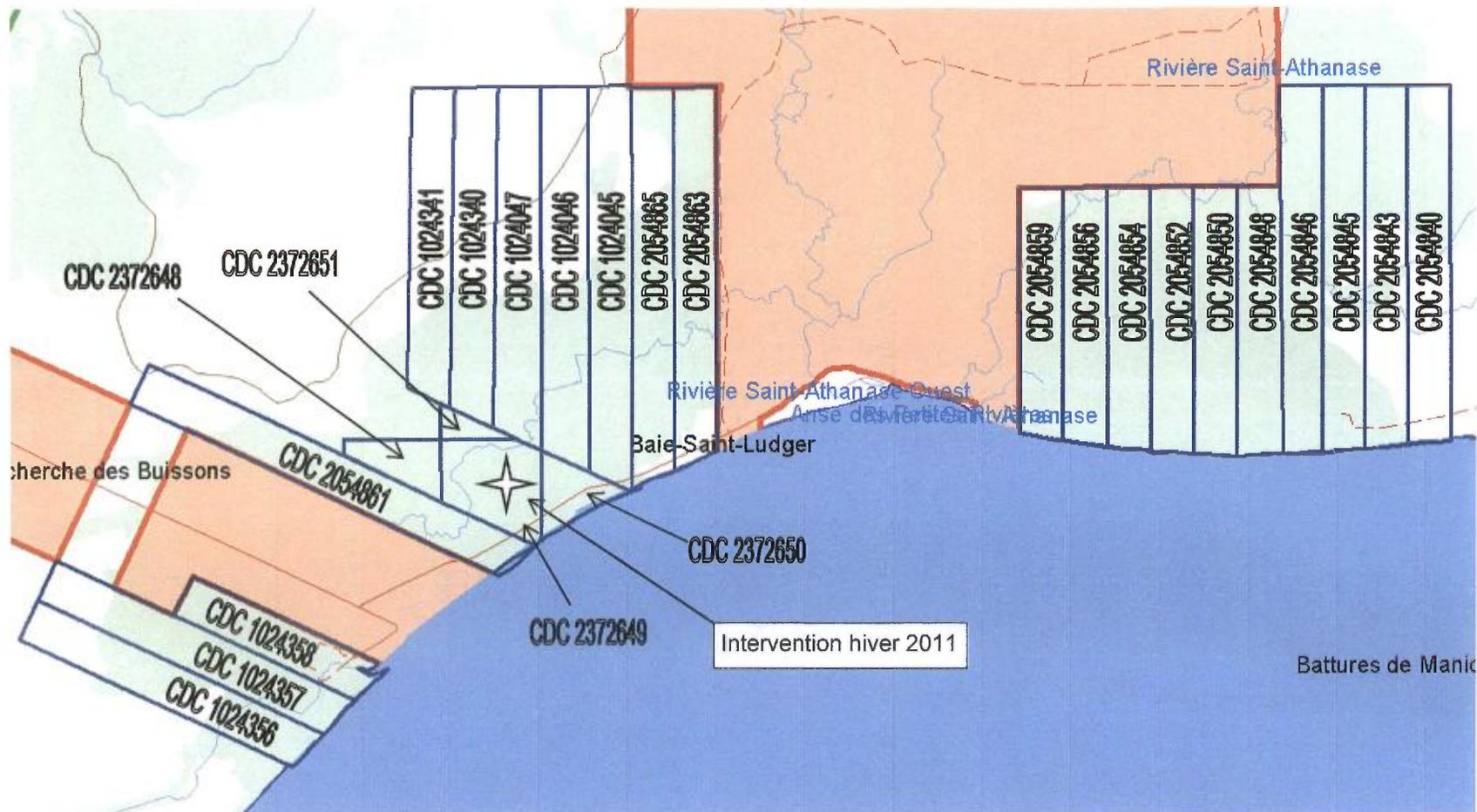


Figure 4 : Propriété minière de Argile eau mer, dans le secteur de Baie-St-Ludger, municipalité de Pointes-aux-Outardes, MRC de Manicouagan.

4.0- HISTORIQUE DES ÉTUDES GÉOLOGIQUES

Dans la banque de données SIGEOM-EXAMINE du MRN-Mines, il n'y a pas d'autres travaux rapportés avant ceux d'*Argile Eau Mer* concernant la caractérisation géoscientifique de l'argile marine et du gisement et qualification commerciale de cette l'argile.

Les seules études rapportées concernant l'argile sont celles du gouvernement. Il s'agit de travaux de cartographie des dépôts de surface ou d'études sur la côte du Saint-Laurent, sur la période glaciaire, sur la stabilité des terrains dans le but de diverses utilisations. Voici une liste partielle de ces études.

MB 96-11 - **INVENTAIRE DES RESSOURCES EN GRANULATS DE LA REGION DE BAIE-COMEAU**. 1996, Par BRAZEAU, A. 37 pages. 4 CARTES (ECHELLE 1/50 000). 1 microfiche.

SIF 022F/01 - **CARTE DES DEPOTS DE SURFACE 022F/01 - DOCUMENT DE TRAVAIL**. 1990, Par SERVICE DE L'INVENTAIRE FORESTIER. 1 CARTE (ECHELLE 1/50 000). 1 microfiche.

DV 83-01 - **ZONES EXPOSEES AUX MOUVEMENTS DE TERRAIN DANS LA REGION DE CHUTE-AUX-OUTARDES**. 1984, Par ALLARD, J D. 42 pages. 4 CARTES (ECHELLES 1X 1/5 000, 1X 1/20 000, 2X 1/50 000). 2 microfiches.

Dubois, J. M. M., 1980, **GÉOMORPHOLOGIE DU LITTORAL DE LA Côte-Nord du St-Laurent : analyse sommaire**; in *The Coastline of Canada*, S.B. McCann, editor; Geological Survey of Canada, paper 80-10, p. 215-238

Dionne, J.C., 1977. **LA MER DE GOLDTHWAIT**. Géographie physique et Quaternaire, vol 21, no 1-2, p. 229-246.

C'est en 1994 que la présidente d'*Argile Eau Mer*, Mme Denise Saulnier, avec l'aide des membres de sa famille, a décidé de s'intéresser à l'argile marine du secteur de Baie Saint-Ludger dans le but d'en faire la commercialisation dans les domaines thérapeutiques, cosmétiques et pharmacologiques. Jusqu'à l'hiver 2000 les diverses études réalisées étaient basées sur de petits échantillons pris à divers endroits le long de la rive où l'argile affleure naturellement.

À l'hiver 2000, la société a décidé de faire le prélèvement d'un échantillon géologique en vrac volumineux (environ 40 tonnes) qui serait entreposé pour des expérimentations et études subséquentes. Par la suite il y eu une deuxième extraction à l'hiver 2002 (40 tonnes), une troisième à l'hiver 2003 (100 tonnes) et une quatrième lors de l'hiver 2007 (49 tonnes). Pour accompagner celles-ci et pour mieux connaître les possibilités de l'ensemble des propriétés de la société,

des échantillonnages manuels ont été réalisés au cours de l'été 2001 et à l'automne 2006. La toute dernière intervention majeure sur le terrain est celle de l'hiver 2011, soit l'une des tâches qui font l'objet du présent rapport.



Figure 5 : Extraction de l'hiver 2011

5.0- CONTEXTE GÉOLOGIQUE ET PHYSIOGRAPHIQUE DU MILIEU HÔTE

Pour le présent rapport, le contexte géologique concerne uniquement des dépôts quaternaires puisque c'est avec ce domaine géologique que la ressource se rattache. De plus, aucun affleurement n'est visible dans toute la péninsule.

Selon la cartographie des dépôts de surface, le secteur est constitué d'un mélange de silt-sable-gravier dans certains secteurs (numéro 5S et 6 sur la carte) et de dépôts organiques dans les autres secteurs (figure 6). En dessous d'eux, sous plus ou moins une grande épaisseur, l'argile marine constitue le substratum (figure 7). Il est important de mentionner que l'argile affleure en bordure de la côte par l'entremise d'une micro-falaise d'une hauteur d'environ 10 m (figure 8). C'est grâce à cette disposition que la ressource est disponible pour des échantillonnages ainsi que facilement observable pour estimer le volume de matériel exploitable. Selon les observations faites sur la bordure; l'épaisseur de l'argile varie entre 5 et 8 m. C'est surtout le recouvrement sablonneux qui peut varier entre 4 et 0.5 m. L'argile est observée partout le long de la côte mais peut différer.

La campagne de forage géotechnique qui s'est déroulée en mars 2009, et confirmé par la suite avec les «puits de sondages temporaires» menés lors des travaux de l'hiver 2011, nous ont permis d'en connaître un peu plus sur le dépôt à l'intérieur du territoire. La première constatation, comme le démontre les coupes sur la berge, est que le dépôt n'est pas homogène. En plus de l'argile deux autres faciès de sédiment peuvent y être intercalés avec l'argile; soit des niveaux de silt sableux et de sable fin silteux. Deuxième constatation est que l'épaisseur des trois faciès (le troisième étant l'argile) peut varier sur au moins une distance de 200 m (distance entre les forages). Troisième constatation est que à part l'argile les deux autres faciès peuvent être totalement absent. Quatrième et dernière constatation est que la profondeur à laquelle peut se rencontrer les faciès est également variable sur au moins 200 m.

Pour le milieu physiographique en général il faut mentionner premièrement que le terrain est parfaitement plat. Son altitude par rapport au niveau de la mer est d'environ 10 m. Le milieu naturel où se trouve le matériel visé est celui d'une tourbière mais elle n'est pas exploitée comme la plupart dans la péninsule. Dans les années 60 des tranchés de drainage ont été aménagés dans le but d'une exploitation mais elle ne s'est jamais concrétisée. La tourbière est classée identifiée comme du type ombrotrophe. C'est-à-dire composé de sphaigne. C'est ce type de tourbière qui est recherché par les exploitants. Contrairement aux autres types de tourbière de la région aucun plan d'eau (marelles, lagon) ne s'y trouve. L'absence d'eau combinée aux types de tourbière confère à ce milieu un potentiel écologique très faible. Les arbres entourant la tourbière sont presque tous des résineux.

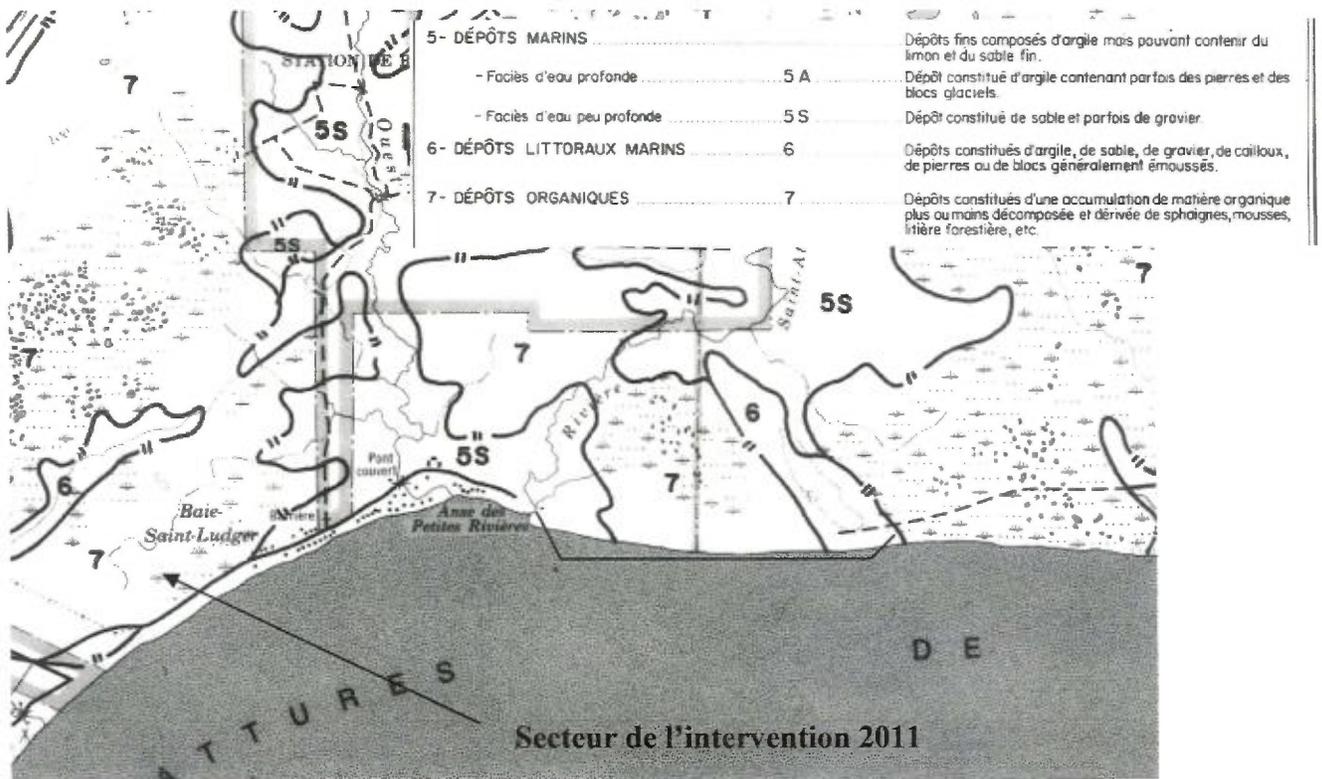


Figure 6 : Extrait de la carte des dépôts de surface SIF 022F/01 produit par le MRN

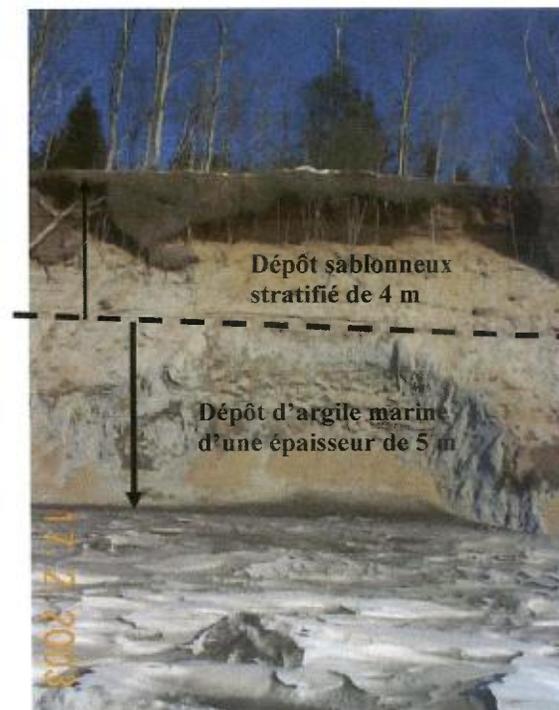


Figure 7 : Exemple typique des dépôts quaternaire dans le secteur



Figure 8 : Exemple de micro-falaise dénudée, d'environ 10 m de haut, qui couvre presque toute la façade maritime des titres miniers de la société

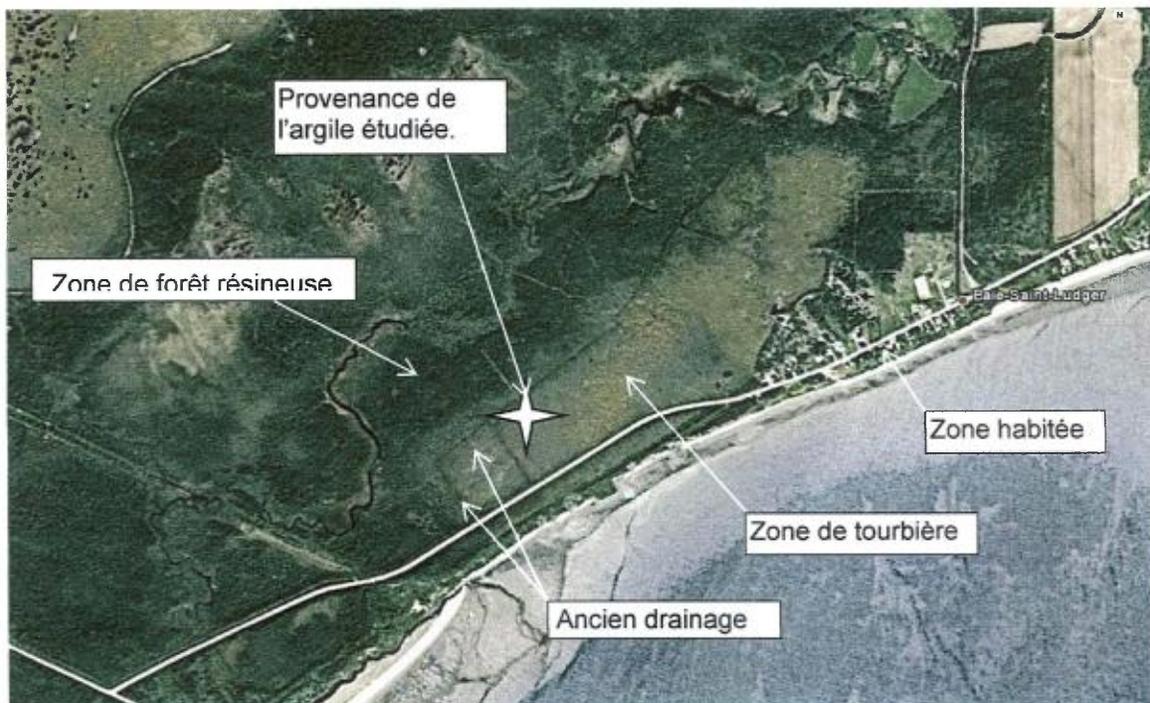


Figure 9 : Milieu naturel du site d'intervention hiver 2011. Extrait de Google earth

6.0- TRAVAUX RÉALISÉS EN 2013

Cette section fait état des travaux réalisés sur la matière par la société durant l'année 2013 pour bonifier son étude de préfaisabilité qui est en cours de réalisation. Les travaux ont été réalisés par différents spécialistes contactés pour mener, dans le cadre de leur spécialité respective, diverses études qui mèneront à la qualification commerciale de l'argile. Tel que spécifié par les articles 66, 68, 69, 72 et 85 du Règlement sur les substances minérales autres que le pétrole, le gaz et la saumure (M-13.1, r.2) ces travaux ont été sous le contrôle et la supervision globale de l'auteur ainsi qu'en étroite collaboration avec Denise Saulnier, présidente d'*Argile Eau Mer* et reconnu par le CNRC comme coordonnatrice de recherche.

La seule intervention de terrain à proprement dit en 2013 ne concerne pas une intervention géologique mais concerne des essais de pompage de l'eau (voir 6.7) dans des puits installés il y a quelques années dans le terrain hôte de l'argile. La société souhaiterait y extraire de façon séparé l'eau contenu spécifiquement dans le dépôt d'argile de celle aquifère, soit celle circulant dans les niveaux de plus granulaire (sable et/ou silt). Les deux types d'eau sont reconnus pour leur vertu thérapeutique.

Pour le reste des interventions leurs énumérations suivent ci-dessous. Par contre, pour ne pas alourdir inutilement le texte et pour démontrer le caractère indépendant qu'il y a entre certain rapport ils sont simplement énumérés ici et le lecteur est invité à les consulter pour en connaître les détails.

6.1- Rapport des analyses de laboratoires et interprétation des résultats pour enrayer les bactéries aérobies. Laboratoire Exova pour les analyses microbiologiques par Gabrielle Aubé, microbiologiste. Interprétation des résultats par Marie-Anne Boucher, Chimiste. 7 pages, Juillet et août 2013.

Voir le rapport en annexe pour les détails.

6.2- Rapport des analyses par Québec Biodiversité pour obtenir les numéros CAS enregistré aux USA. Laboratoire de la faculté d'Agriculture et de Chimie de MC Gill . Analyse par rayon infrarouge pour étudier la structure chimique de la résonance magnétique nucléaire au C14 et l'analyse du squelette carbone.8 pages, Juin 2013 par Cherif Aidara, Ph.D Consultant en Biotechnologie marine.

Voir le rapport en annexe pour les détails.

6.3- Analyses chimiques sur la stabilité des produits et tests de stabilité. Laboratoire Oleotek, 10 pages, Juin 2013 par Juliette Garcia, MSc., chimiste.

Voir le rapport en annexe pour les détails.

6.4- Études sur les résultats des analyses et recommandations. Résultats des analyses sur l'asbestos. 5 pages, Mai 2013. Rapport du professeur Josée Duchesne, PhD en géologie, Ingénieur, Université Laval.

Voir le rapport en annexe pour les détails.

6.5- Certificat d'analyses. Synthèse des analyses physiques, chimiques, organiques, minérales et éléments traces. Recommandations pour la santé-sécurité. Comparaison. Laboratoire interne : Fiches Techniques et fiches de sécurité (MSDS). 7 pages. Juillet 2013 par Marie-Anne Boucher, MSc, Chimiste.

Voir le rapport en annexe pour les détails.

6.6- Rapport sur la conception d'une unité pilote d'un procédé de fabrication industrielle ingénierie et essais des équipements sur de nouveaux échantillons d'argile marine. (Suite du programme UP7) Programme UP8. 32 pages. Année 2013 par Denise Saulnier. Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

Voir le rapport en annexe pour les détails

6.7- Rapport sur la conception d'un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sensible et échantillonnage. (Suite du programme ECH8PPE4) Programme ECH8PPE5. 30 pages. Année 2013 par Denise Saulnier. Année 2013 par Denise Saulnier. Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

Voir le rapport en annexe pour les détails

6.8- Rapport sur le développement de gammes de produits et homologation des produits de santé naturels par Santé-Canada. Suite des applications des échantillons pour le développement de produit. Programme DGP5. 60 pages. Année 2013 par Denise Saulnier. Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

Voir le rapport en annexe pour les détails

6.9- Rapport sur la prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives. (Suite du programme PCMIC4) PCMIC5. 29 pages. Année 2013 par Denise Saulnier, Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

Voir le rapport en annexe pour les détails.

7.0- CONCLUSION / DISCUSSION / RECOMMANDATION

Tout comme les travaux déposés lors des étapes précédentes ceux de l'étape 2013 démontrent très bien la complexité et les particularités de la matière que la société *Argile Eau Mer* s'efforce d'emmener à un stade commercial.

Chacune des 9 interventions/études qu'a réalisées la société pendant cette étape ont permis de faire avancer adéquatement le développement de la matière et du site envisagé pour une exploitation régulière commerciale.

Ce qui se dégage de ces travaux est que la société *Argile Eau Mer* doit toujours connaître de mieux en mieux la nature et les propriétés de la matière et les caractéristiques du site source pour que les difficultés et problèmes qui surviennent tout au long du processus de mise en valeur de l'argile soit réglés définitivement. Par exemple, les travaux de type analyse et expertise sur la matière (voir 6.1 à 6.5) de 2013 qui ont principalement portées sur l'innocuité et sur sa pureté en regard de toute contamination de toute provenance, et ce tout au long des étapes de transformations et conditionnements, ont permis de faire avancer positivement les efforts de commercialisation de l'argile.

Finalement, malgré la multitude d'étape qui demande d'être encore résolus avant d'être au stade opérationnel régulier, les interventions réalisées jusqu'à maintenant démontrent un avancement positif des démarches de développement. Donc, ceux-ci peuvent continuer avec confiance jusqu'à l'objectif ultime qu'est l'opération sur une base commerciale régulière répétitive, homogène et standardisé.



Eric Hurtubise, P. géo (#912 OGQ)

8.0- BIBLIOGRAPHIE

1. Landslide on Touloustuc River, Quebec. Canadian Geotechnic 3, 111-144. Conlon, R.J. 1966.
2. Les coulées d'argile dans la Province de Québec, Jean-Y. Chagnon. Services des Gîtes minéraux, Ministère des Richesses Naturelles, 1620, Boulevard de l'Entente, Québec 6, Québec. Naturiste canadien, 95, 1327-1343 (1968).
3. Quick clays of Eastern Canada. Engenering Geotechnic, 2 (4) :239-265, Crawford, C.B., 1961.
4. An ancient landslide along the Saguenay River, Québec, Can. J. Earth Science. 5 (3):548-549. Lasalle P. and J.Y. Chagnon.
5. Études des dépôts instables de l'est du Canada. Thèse de maîtrise ès Sc.A, École Polytechnique de Montréal, Rochette F.A. 1956. 1-4.
6. Chemicals aspects of Quick-clay formation, Engenering Geological., 1 (6) 1966. 415-431. Söderblom, R
7. Preliminary Report, Semi-quantitative Clay mineralogical and Particle Size Analyses, Geological Survey of Canada, Catherine burton and Jeanne Percival, novembre 1997
8. Mineralogical investigation of a clay deposit for cosmetic and therapeutic purposes, Baie Saint-Ludger, Québec. Geological Survey of Canada, Catherine Burton, Jeanne Percival and Denise Saulnier, Mineral Resources division, Ottawa. In current Research 1999-E p.161-168.
9. Travaux d'investigation et essais d'extraction in situ d'argile grise non consolidée du Quaternaire dans le secteur de Baie Saint-Ludger hiver 2011, Pointe-aux-Outardes, MRC de Manicouagan, Côte-Nord, Québec. Éric Hurtubise, Pgeo, (No.912 OGQ) Corporation du Développement Minéral de la Côte-Nord. 17 pages. Rapport interne.

Argile eau mer

6.1 Rapport des analyses de laboratoires et interprétation des résultats pour enrayer les bactéries aérobies.

Laboratoire Exova pour les analyses microbiologiques par Gabrielle Aubé, microbiologiste, Interprétation des résultats par Marie-Anne Bouc, Chimiste, 7 pages, Juillet et août 2013

Exova
237 rue de Liverpool
Saint-Augustin-de-Desmaures
Québec
Canada
G3A 2C8

Sans Frais: +1 (866) 365-2310
T : +1 (418) 878-4927
F : +1 (418) 878-7185
E : ventes@exova.com
W : www.exova.com

Exova
121 Boulevard Hymus
Pointe-Claire
Québec
Canada
H9R 1E6

T : +1 (514) 697-3273
F : +1 (514) 697-2090
E : ventes@exova.com
W : www.exova.com



Certificate of Analysis

Request number: 13-532555



Date Received: 2013-04-09

Date Certificate Issued: 2013-04-15

Certificate Version: 1

- Official Certificate of Analysis
 Preliminary Certificate of Analysis

Client

Argile eau mer Inc.

35, Principale
Pointe-aux-Outardes, Québec, Canada
G0H 1M0
Telephone : (418) 567-9620
Fax : (418) 593-4261

P.O. Number	Your project ID.	Project Manager
NA	NA	M. Philippe Mimeault

Comments

This version replaces and cancels all earlier version.

NA : Information Not Available

AVIS DE CONFIDENTIALITÉ : Ce document est à l'usage exclusif du requérant ci-dessus et est confidentiel. Si vous n'êtes pas le destinataire, soyez avisé que tout usage, reproduction, ou distribution de ce document est strictement interdit. Si vous avez reçu ce document par erreur, veuillez nous en informer immédiatement. / **CONFIDENTIALITY NOTICE :** This document is intended for the addressee only and is considered confidential. If you are not the addressee, you are hereby notified that any use, reproduction or distribution of this document is strictly prohibited. If you have received this document by error, please notify us immediately.



Exova
237 rue de Liverpool
Saint-Augustin-de-Desmaures
Québec
Canada
G3A 2C8

Sans Frais: +1 (866) 365-2310
T: +1 (418) 878-4927
F: +1 (418) 878-7185
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com

Exova
121 Boulevard Hymus
Pointe-Claire
Québec
Canada
H9R 1E4

T: +1 (514) 697-3273
F: +1 (514) 697-2090
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com



Certificate of Analysis

Client: **Argile eau mer Inc.**

Request Number: **13-532555**

P.O. Number	Your Project ID.	Project Manager
NA	NA	M. Philippe Mimeault

Sample(s)

Lab. No. **2323527**
Your Reference **I10P6AEM22**
Matrix **Solid**
Sampled by **M. Philippe Mimeault**
Site sampled **Argile eau mer**
Date sampled **2013-04-08**
Date received **2013-04-09**
Rec. temp. °C **13**

Parameter(s)

Method
Reference

Aerobic count plate (35°C)

MFHPB-18 / Total plate count (HPC 35°C) (Non-Accredited)

Preparation -
Analysis 2013-04-09
Sequential No. 419824
CFU/g <5

Aerobic plate count (35°C)

Mold counts

MFHPB-22 modified / Mold (Non-Accredited)

Preparation -
Analysis 2013-04-09
Sequential No. 419824
CFU/g <50

Mold count

Yeast count

MFHPB-22 modified / Yeast (Non-Accredited)

Preparation -
Analysis 2013-04-09
Sequential No. 419824
CFU/g <50

Yeast count

Comments:

2323527 I10P6AEM22 CFU: Colony-forming unit

Note 1: Results and comments, if any, relate only to samples submitted for analysis at the Saint-Augustin-de-Desmaures laboratory.

Gabrielle Aubé, microbiologist

Terms and conditions: <http://www.exova.ca/terms&conditions>

Certificate of Analysis No. 532106 - Revision 1 - Page 2 of 2



This certificate must not be reproduced, except in its entirety, without written consent from the laboratory. The official version of this certificate is protected and cannot be modified. The above-mentioned samples will be retained for a period of 90 days following the issue of this certificate with the exception of microbiology samples or as instructed by the client. Results pertain only to the samples submitted for analysis.

Exova
237 rue de Liverpool
Saint-Augustin-de-Desmaures
Québec
Canada
G3A 2C8

Sans Frais: +1 (866) 365-2310
T: +1 (418) 878-4927
F: +1 (418) 878-7185
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com

EXOVA
121 Boulevard Hymus
Pointe-Claire
Québec
Canada
H9R 1E6

T: +1 (514) 697-3272
F: +1 (514) 697-2090
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com



Certificat d'analyses

Numéro de demande d'analyse: **13-553174**



Demande d'analyse reçue le: 2013-08-05

Date d'émission du certificat: 2013-08-13

Numéro de version du certificat: 1

- Certificat d'analyse officiel
 Certificat d'analyse préliminaire

Requérant

Argile eau mer Inc.

35, Principale
Pointe-aux-Outardes, Québec, Canada
G0H 1M0
Téléphone : (418) 567-9620
Télécopieur : (418) 593-4261

Bon de commande	Votre Projet	Chargé de Projet
NA	NA	M. Philippe Mimeault

Commentaires

Cette version remplace et annule toute version antérieure, le cas échéant.

NA : Information non-fournie et/ou non-applicable

AVIS DE CONFIDENTIALITÉ : Ce document est à l'usage exclusif du requérant ci-dessus et est confidentiel. Si vous n'êtes pas le destinataire, soyez avisé que tout usage, reproduction, ou distribution de ce document est strictement interdit. Si vous avez reçu ce document par erreur, veuillez nous en informer immédiatement. / **CONFIDENTIALITY NOTICE** : This document is intended for the addressee only and is considered confidential. If you are not the addressee, you are hereby notified that any use, reproduction or distribution of this document is strictly prohibited. If you have received this document by error, please notify us immediately.



Exova
237 rue de Liverpool
Saint-Augustin-de-Desmaures
Québec
Canada
G3A 2C8

Sans Frais: +1 (866) 355-2310
T: +1 (418) 878-4927
F: +1 (418) 878-7185
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com

Exova
121 Boulevard Hymus
Pointe-Claire
Québec
Canada
H9R 1E6

T: +1 (514) 497-3273
F: +1 (514) 497-2090
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com



Certificat d'analyses

Client: **Argile eau mer Inc.** Numéro de demande: **13-553174**

Bon de commande	Votre Projet	Chargé de Projet
NA	NA	M. Philippe Mimeault

Échantillon(s)

No Labo.	2405847	2405848	2405849	2405850
Votre Référence	AEM1	AEM2	AEM3	AEM4
Matrice	Solide	Solide	Solide	Solide
Prélevé par	Mme Marie-Anne Boucher	Mme Marie-Anne Boucher	Mme Marie-Anne Boucher	Mme Marie-Anne Boucher
Lieu de prélèvement	Argile eau mer inc.			
Prélevé le	2013-07-29	2013-07-29	2013-07-29	2013-07-29
Reçu Labo	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05

Paramètre(s)

Méthode	Préparation	-	-	-	-
Dénombrement de levures	Analyse	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05
MFHPB-22 modifié / Levures (Non-Accrédité)	No. séquence	433209	433209	433209	433209
Dénombrement de levures	UFC/g	<50	<50	<50	<50
Dénombrement de moisissures	Préparation	-	-	-	-
MFHPB-22 modifié / Moisissures (Non-Accrédité)	Analyse	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05
Dénombrement de moisissures	No. séquence	433209	433209	433209	433209
Dénombrement de moisissures	UFC/g	<50	<50	120	<50
Dénombrement total aérobie (35°C)	Préparation	-	-	-	-
MFHPB-18 / Compte total (BHAA à 35°C) (Non-Accrédité)	Analyse	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05	2013-08-05
Dénombrement total aérobie (35°C)	No. séquence	433209	433209	433209	433209
Dénombrement total aérobie (35°C)	UFC/g	70	35	8000000	6000



Exova
237 rue de Liverpool
Saint-Augustin-de-Desmaures
Québec
Canada
G3A 2C8

Sans Frais: +1 (866) 365-2310
T: +1 (418) 878-4927
F: +1 (418) 878-7185
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com

Exova
121 Boulevard Hymus
Pointe-Clair
Québec
Canada
H9R 1E6

T: +1 (514) 697-3273
F: +1 (514) 697-2090
E: ventes@exova.com
W: www.exova.com



Certificat d'analyses

Client: **Argile eau mer Inc.** Numéro de demande: **13-553174**

Bon de commande	Votre Projet	Chargé de Projet
NA	NA	M. Philippe Mimeault

Échantillon(s)

No Labo.	2405851	2405852
Votre Référence	AEM5	AEM6
Matrice	Solide	Solide
Prélevé par	Mme Marie-Anne Boucher	Mme Marie-Anne Boucher
Lieu de prélèvement	Argile eau mer inc.	Argile eau mer inc.
Prélevé le	2013-07-29	2013-07-29
Reçu Labo	2013-08-05	2013-08-05

Paramètre(s)

Méthode
Référence

Dénombrement de levures

MFHPB-22 modifié / Levures (Non-Accrédité)

Préparation	-	-
Analyse	2013-08-05	2013-08-05
No. séquence	433209	433209

Dénombrement de levures

UFC/g <50 <50

Dénombrement de moisissures

MFHPB-22 modifié / Moisissures (Non-Accrédité)

Préparation	-	-
Analyse	2013-08-05	2013-08-05
No. séquence	433209	433209

Dénombrement de moisissures

UFC/g 250 <50

Dénombrement total aérobie (35°C)

MFHPB-18 / Compte total (BHAA à 35°C) (Non-Accrédité)

Préparation	-	-
Analyse	2013-08-05	2013-08-05
No. séquence	433209	433209

Dénombrement total aérobie (35°C)

UFC/g 4600000 35

Note 1 : Ces résultats et commentaires, le cas échéant, ne se rapportent qu'aux échantillons soumis pour les analyses réalisées au site de Saint-Augustin-de-Desmaures.

Gabrielle Aubé

Gabrielle Aubé, microbiologiste



Rapport sur les analyses microbiennes

Argile eau mer

Présenté à Madame Denise Saunier

Par Marie-Anne Boucher, M. Sc., Chimiste

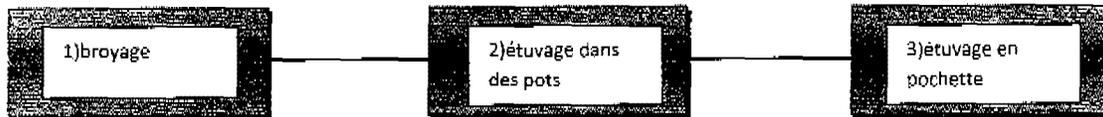
août 2013

Mise en contexte

L'entreprise argile eau mer souhaite s'assurer de la stérilité de ses produits. Dans cette voie plusieurs manutentions sont effectuées par les employés. Dans le but de sauver temps et argent, les étapes de production effectuées sont analysées dans ce présent rapport.

Stérilisation des poudres

Pour le moment, la poudre est traitée selon le processus de fabrication d'écrit ci-dessous.



- 1) La poudre qui sort des broyeurs a été analysée en début d'été. Celle-ci n'était malheureusement pas stérilisée par la chaleur de l'appareillage.
 - 2) La poudre qui a été chauffée dans les pots est en effet stérile (AEM1)
 - 3) La poudre qui a été étuvée en pot et en pochette est en effet stérile (AEM2)
- La poudre qui a été seulement étuvée en pochette est stérile. (AEM6)

Suite aux analyses microbiennes effectuées par la compagnie Exova sur les poudres, Argile eau mer a plusieurs options de stérilisation.

- Resté avec le même procédé (étuvé 2X)
- Étuvé en pot seulement
- Étuvé en pochette seulement

L'étuvage en pochette semble par contre la meilleure option puisqu'il y aurait beaucoup moins de manutention donc plus de profit sur la vente d'une pochette de poudre.

Note hors champ : La mise en sac des poudres serait une option plus qu'intéressante pour la compagnie. La mise en pochette des poudres est très longue (donc couteuse) et difficile physiquement.

Argile eau mer

6.2 Rapport des analyses pour obtenir les numéros CAS enregistrés aux USA par Québec Biodiversité.

Laboratoire de la faculté d'Agriculture et de Chimie de MC Gill. Analyse par infrarouge pour étudier la structure chimique de la résonance magnétique nucléaire au C14 et l'analyse du squelette carbone. 8 pages, Juin 2013 par Chérif Aidara, Ph.D Consultant en Biotechnologie marine.



*Technical Report for the assignment of a CAS registry number for the
Manicouagan Clay*

Submitted to

*Mrs. Denise Saulnier
Chief Executive Officer
Argile eau mer*

By:

*Chérif Aidara Ph.D
Consultant in
Marine Biology and Biotechnology*

June, 2013

Confidential



General Information of Argile eau mer

Company: ArgileEauMer
Address : 164, Chemin de la Baie Saint-Ludger
Pointe-aux-Outardes, Quebec G0H 1H0
Phone : (418)567-9620
Fax: (418) 567-1244

General Information of Québec Biodiversité

Company: Québec Biodiversité
Adresse : 508, Rue des Arbrisseaux
Pincourt (Quebec) J7V 0M1
Phone : (438) 257-0635



Preamble: The submission of a proposal for the assignment of a registry number to CAS®, a division of the American Chemical Society, requires a strong knowledge of the chemical structure, the physical attributes and biotechnological parameters of the said product or the chemical substance. Despite the technical factsheet that gives a snapshot (summary) of the physical, chemical, and microbiological data and the composition of elements of the Manicouagan clay, additional data based on the ATR-FTIR characterization was fundamental for a better identification of the Manicouagan clay. This characterization was realized in collaboration with researchers of McGill University.

RESEARCH INSTITUTIONS AND RESEARCHERS



McGill

Ismail Ashraf, Ph.D

Associate Professor
Department of Food Sciences
Infra Red Group— McGill University
Faculty of Agriculture and Environmental Sciences
21,111. Lakeshore Rd. Ste-Anne de Bellevue
Quebec, Canada H9X 3V9



McGill

Mark P. Andrews, Ph.D

Professor
Department of Chemistry
MAASS Chemistry Building
801, Sherbrooke Str. West
Montreal Quebec, Canada, H3A 2K6



I - Methodology: For a better identification of the Manicouagan clay, an Infra Red analysis was performed by the IR Group of McGill University. Two samples of the Manicouagan clay (raw material: liquid form and finished product: powder form) were used. The raw material was used as is to run a first ATR-FTIR analysis (E1). The raw material was then dried in an oven during one (1) hour at 85°C to obtain an air dried powder (E2). An ATR-FTIR analysis was also done using the air dried powder. A comparative study was carried out between the finished product (FP) and the air dried product in order to evaluate the drying effect on the integrity (chemical structure and physical attributes) of the Manicouagan clay.

Besides, two samples of clay KSF (Aldrich) and K10 (Aldrich) commercially available were used as control.

Moreover, additional technical information related to the chemical composition and the elements was provided to CAS[®] for the assignment of the registry number:

Chemical composition

Compound	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O
Quantity(%)	59,80	16,20	6,25	3,34	3,92	3,80	2,81
Compound	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	Cr ₂ O ₃	PAF	C _{total}	Others
Quantity(%)	0,66	0,21	0,09	0,02	1,78	0,22	0,9

Elements

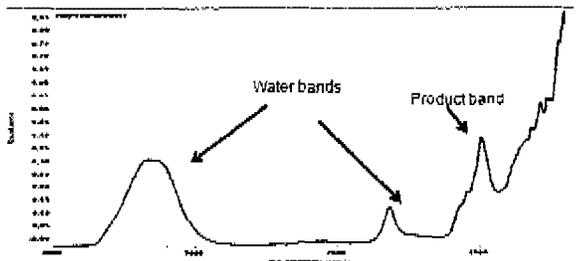
Elements	Quartz	Albite	Illite	Homblende	Chlorite	Apatite
Proportions (%)	21,36	29,0	31,16	15,06	1,6	0,5
SiO ₂	100,00	68,0	34,00	51,00	30,0	-
Al ₂ O ₃	-	20,0	30,0	5,0	20,0	-
Fe ₂ O ₃	-	-	18,0	3,0	16,0	-
MgO	-	-	2,0	16,0	22,0	-
CaO	-	-	-	24,0	1,0	58,0
Na ₂ O	-	12,0	1,0	-	-	-
K ₂ O	-	-	9,0	-	-	-
TiO ₂	-	-	2,0	-	-	-
P ₂ O ₅	-	-	-	-	-	42,0
PAF	-	-	4,0	2,0	11,0	-



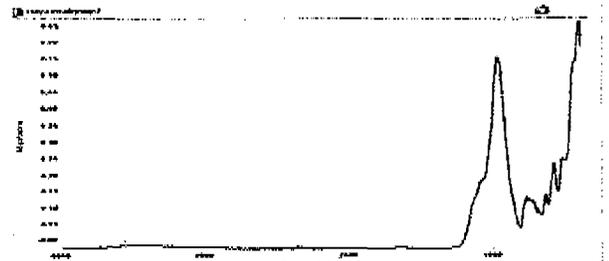
II – Results and CAS® registry numbers

The ATR-FTIR spectrum of the raw material clearly shows the water bands. After the drying process, the air dried raw product shows an identical spectrum as the finished product. Therefore, the drying does not modified the physical and chemical integrity of the Manicouagan clay.

ATR-FTIR spectrum of raw product



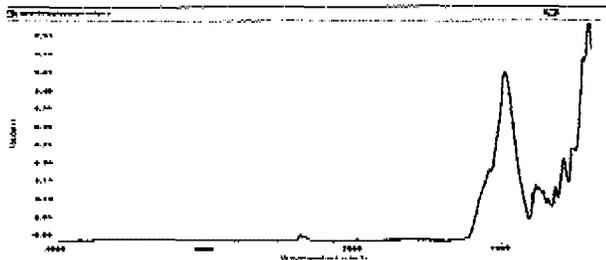
ATR-FTIR spectrum of air dried raw product



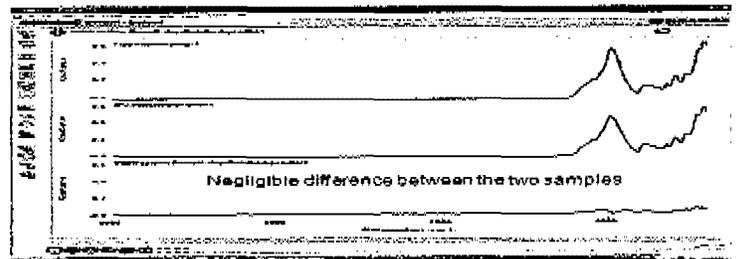
Drying process

Negligible difference between the two samples E2 and FP

ATR-FTIR spectrum of dried finished product

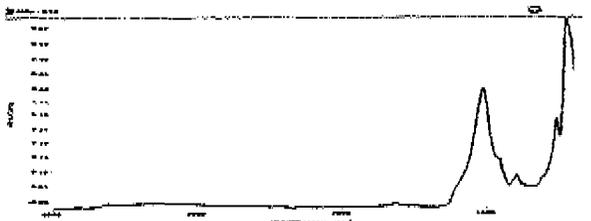


Difference spectra of finished product – air dried raw product

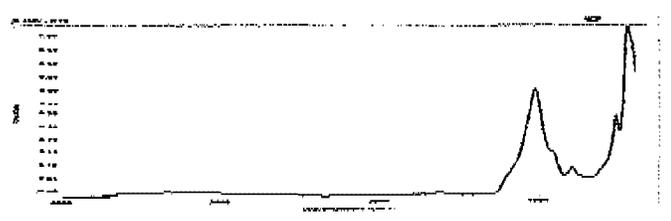


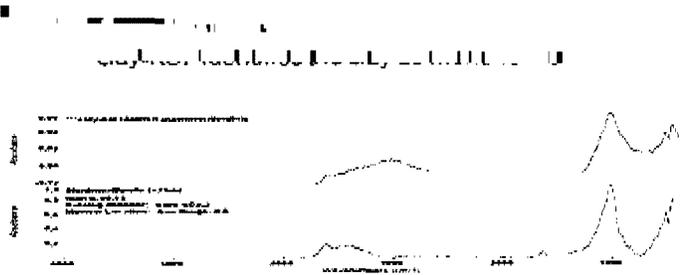
Analysis of the commercial clays (Aldrich)

ATR-FTIR spectrum of Clay- K10 (Aldrich)



ATR-FTIR spectrum of Clay- K10 (Aldrich)





After a search in the infrared spectral library, the finished product (FP) was identified as : 1) Nepheline Seyenite and 2) Feldspar.

Search of the infrared spectral library of the finished product tentatively identifies the clay as Minex 4 or nepheline Seyenite

The second match in the infrared spectral library of the finished product is minspar 4 (Feldspar)





III – CAS® Registry numbers

The Manicouagan clay is a geological form with several chemical substances. Each chemical substance was assigned a CAS® number. Besides, CAS® numbers were assigned to the Feldspar and the Nepheline Seyenite.



A division of the American Chemical Society

ClientServices

Phone: 800-631-1884, 614-447-3870

Fax: 614-447-3747

E-mail: answers@cas.org

Web: www.cas.org/products/other-cas-products/client-services

CAS Client Services
Order Number 342308

Customer Request: Quartz
CAS Registry Number® (CAS RN): 14808-60-7

Customer Request: Albite
CAS Registry Number® (CAS RN): 12244-10-9

Customer Request: Illite
CAS Registry Number® (CAS RN): 12173-60-3

Customer Request: Hornblende
CAS Registry Number® (CAS RN): 12178-42-6

Customer Request: Apatite
CAS Registry Number® (CAS RN): 1306-04-3

Customer Request: Feldspar
CAS Registry Number® (CAS RN): 68476-25-5

Customer Request: Nepheline
CAS Registry Number® (CAS RN): 12251-27-3

Performed by Québec Biodiversité
for Argile eau mer Inc.

Cherif Ouessou Aidara, Ph.D
Consultant in Marine Biology and Biotechnology

Phone : (438) 257-0635
aidara@netcourrier.com

Argile eau & mer

6.3 Analyses chimiques sur la stabilité des produits et tests de stabilité.



Certificat d'Analyse Officiel

Date du certificat: 2013-06-17
Certificat d'analyses : 651

Projet : 11015
Revision: 1

Client : Denise Savinier
Argile eau mer inc
35 principale,
Pointe-aux-outardes, Qc
G0H 1M0, Canada
Téléphone : (418) 567-9620
Téfacopieur : (514) 593-4261

Échantillon #:	SL46 (STA-05-179)		
Nature :	Savon à la lavande		
Date de fabrication:	10 avril 2013		
Tests de stabilité accélérée:	Date d'analyse	Cahier de laboratoire	Résultat
Gel/dégel (3 cycles)	2013-05-08	STA-05-200	Stable
Centrifugeuse (3000 RPM pendant 30 minutes)	2013-04-16	MD-02-157	Stable
Test au four (45°C pendant 1 mois)	2013-05-22	STA-05-201	Stable
Tests de stabilité réelle:	Date d'analyse	Résultat	
1 mois	2013-05-10	Stable	
2 mois	2013-06-10	Stable	
6 mois	Non déterminé	Non déterminé	

Juliette Garcia, M. Sc. Chimiste





Certificat d'Analyse Officiel

Date du certificat: 2013-06-17
Certificat d'analyses : 652

Projet : 11015
Revision: 1

Client : Denise Saulnier
Argile eau mer inc
35 principale,
Pointe-aux-outardes, Qc
G0H 1M0, Canada
Téléphone : (418) 567-9620
Telecopieur : (514) 593-4261

Échantillon #:	SL47 (STA-05-191)		
Nature :	Savon à la lavande		
Date de fabrication:	24 avril 2013		
Tests de stabilité accélérée:	Date d'analyse	Cahier de laboratoire	Résultat
Gel/dégel (3 cycles)	2013-05-08	STA-05-200	Stable
Centrifugeuse (3000 RPM pendant 30 minutes)	2013-05-01	STA-05-203	Stable
Test au four (45°C pendant 1 mois)	2013-05-29	STA-05-201	Stable
Tests de stabilité réelle:	Date d'analyse	Résultat	
1 mois	2013-05-24	Stable	
2 mois	Non déterminé	Non déterminé	
6 mois	Non déterminé	Non déterminé	

Juliette Garcia, M. Sc. Chimiste





Certificat d'Analyse Officiel

Date du certificat: 2013-06-17
Certificat d'analyses: 653

Projet : 11015
Revision: 1

Client : Denise Saulnier
Argile eau mer inc
35 principale,
Pointe-aux-outardes, Qc
G0H 1M0, Canada
Téléphone : (418) 567-9620
Telecopieur : (514) 593-4261

Échantillon #:	CA47 (MD-02-174)		
Nature :	Crème aux agrumes		
Date de fabrication:	17 avril 2013		
Tests de stabilité accélérée:	Date d'analyse	Cahier de laboratoire	Résultat
Gel/dégel (3 cycles)	2013-05-08	STA-05-200	Stable
Centrifugeuse (3000 RPM pendant 30 minutes)	2013-05-01	STA-05-203	Stable
Test au four (45°C pendant 1 mois)	2013-05-29	STA-05-201	Stable
Tests de stabilité réelle:	Date d'analyse	Résultat	
1 mois	2013-05-17	Stable	
2 mois	2013-06-17	Stable	
6 mois	Non déterminé	Non déterminé	

Juliette Garcia, M. Sc. Chimiste



TESTS DE CONTRÔLE FAISANT SUITE AUX ANALYSES

Formulation pH pH final

Viscosité B

RPM 1

En cP

Date de fabrication 1 jour 1 sem 1 m 2 m 3 m 4 m

SL initial 6,10 6,10 70220 (RV=6) 23/01/13 S S S S ?
SL11 4,78 6,51 259100 (RV=7) 04/02/13 S S S S S S
SL13 5,52 6,53 131000 (RV=7)? 06/02/13 S S S S S S
SL14 5,68 6,60 69600 (RV=6) 06/02/13 S S S S S S
SL15 5,24 5,56 112100 (RV=7) 11/02/13 S S S S S S
SL16 5,57 6,34 62250 (RV=6) 11/02/13 S S S S ?
SL42 5,00 6,53 97100 (RV=7) 03/04/13 S S S S
SL43 4,81 6,61 126800 (RV=7)? 08/04/13 S S S S
SL12 4,33 6,53 153000 (RV=7) 04/02/13 S S S S S S
SL17 5,22 6,56 33380 (RV=6) 13/02/13 S S I
SL19 5,38 6,57 53500 (RV=6) 18/02/13 S S S S S
SL41 4,67 6,51 54800 (RV=7) 03/04/13 S S ?
SL45 4,72 6,65 51800 (RV=7) 10/04/13 S S S S
SL34 7,54 7,34 88100 (RV=7) 13/03/13 S S S S S
SL36 6,25 6,74 143300 (RV=7)? 18/03/13 S S S S
SL37 4,80 6,53 21090 (RV=6) 25/03/13 S ? ?
SL38 4,50 6,50 n.d 25/03/13 I
SL39 4,27 6,49 124900 (RV=7)? 27/03/13 S S S S
SL40 4,15 6,49 94900 (RV=7) 27/03/13 SOLÉOTEK-2013

Formulation pH pH

final

Viscosité B

RPM 1

En cP

Date de fabrication 1 jour 1 sem 1 m 2 m 3 m 4 m

SL initial 6,10 6,10 70220 (RV=6) 23/01/13 S S S S
SL18 8,11 8,11 n.d. 13/02/13 I
SL20 5,64 6,70 129400 (RV=7) 18/02/13 S S S S S
SL21 6,24 7,70 n.d. 20/02/13 I
SL22 4,79 6,86 45190 (RV=6) 20/02/13 S S I
SL23 4,85 6,61 153400 (RV=7) 25/02/13 S S S S S
SL24 8,20 6,75 32910 (RV=6) 25/02/13 S S I
SL25 8,84 6,23 n.d. 27/02/13 I

SL26 9,15 6,33 n.d. 27/02/13 I
 SL27 8 8 63840 (RV=6) 04/03/13 S S S S S
 SL29 8,17 7,93 60000 (RV=6) 06/03/13 S S S S S
 SL44 8,05 8,05 109100 (RV=7) 08/04/13 S S S S
 SL46 8,29 7,54 62440 (RV=6) 10/04/13 S S S S
 SL47 8,15 8,15 66380 (RV=6) 24/04/13 S S S
 SL28 8,0 6,55 n.d. 04/03/13 I
 SL30 8,13 7,46 n.d. 06/03/13 I
 SL31 8,61 7,54 n.d. 11/03/13 I
 SL32 8,86 7,65 n.d. 11/03/13 I
 SL33 9,08 7,19 n.d. 13/03/13 I
 SL35 9,24 7,18 22690 (RV=6) 18/03/13 S
 SL12 S S S
 SL13 S S Un peu d'eau en surface
 SL14 S S Un peu d'eau en surface
 SL15 S S Un peu d'eau en surface
 SL16 S Eau en surface (1 mm) Un peu d'eau en surface
 SL19 S Eau en surface (<1 mm) Un peu d'eau en surface
 SL20 S S Un peu d'eau en surface, argile au fond
 SL23 S S Décantation (4 mm argile au fond)
 SL27 S S S
 SL29 S S S
 SL34 S S S
 SL36 S S 1 mm d'eau en surface
 SL37 S Un peu d'eau en surface ? très fluide
 SL39 S S S
 SL40 S S ? léger dépôt d'argile
 SL42 S Un peu d'eau en surface 1 mm d'eau en surface
 SL43 S S Eau en surface_ 1 mm
 SL44 S S S
 SL45 S S S
 SL46 S S S
 SL47 S S S
 S Table :Dec 13

Formulation Test gel/dégel Test centrifugeuse Test au four 1 mois

CA initial 2 S Décantation (50%) n.d.
 CA2 S S S
 CA6 S S S
 CA7 S S S
 CA8 S S Eau en surface

CA10 S S Eau en surface
CA14 S S Un peu d'eau en surface
CA15 S S S
CA16 S S S
CA19 S S Eau en surface, sédimentation argile
CA21 S S Eau en surface _ 1mm
CA22 S S Eau en surface _ 1mm
CA17 S S Un peu d'eau en surface
CA17 S S Un peu d'eau en surface
CA27 S S Eau en surface _ 1mm
CA28 S S Eau en surface 1mm
CA42 S S Stable

Formulation pH pH final

Viscosité B

RPM 1 En cP

Date de fabrication 1 jour 1 sem 1 m 2 m 3 m

CA initial 2 4,15 4,13 10600 (RV=6) 08/04/13 S I
CA18 7,45 7,95 n.d. 13/03/13 I
CA20 7,95 7,95 19410 (RV=6) 14/03/13 S S? S?
CA23 6,70 6,70 52130 (RV=6) 06/03/13 S S S ?
CA24 6,63 6,63 51490 (RV=6) 06/03/13 S S ? M
CA25 6,71 6,71 48660 (RV=6) 14/03/13 S S S ?
CA26 6,64 6,64 55700 (RV=6) 14/03/13 S S M
CA29 6,75 6,75 36280 (RV=6) 20/03/13 S S S S
CA30 6,89 6,89 56690 (RV=6) 20/03/13 S S S S
CA43 7,02 7,02 40030 (RV=6) 17/04/13 S S S S
CA44 7,06 7,06 42840 (RV=6) 17/04/13 S S S S

CA45 7,01 7,01 48380 (RV=6) 22/04/13 S S S
CA46 7,05 7,05 45840 (RV=6)? 22/04/13 S S S
CA51 6,71 6,71 46130 (RV=6) 24/04/13 S S S
CA34 4,38 6,75 145100 (RV=7) 28/03/13 S S S S
CA40 4,41 6,64 47060 (RV=6) 09/04/13 S S S S
CA41 4,45 6,58 75000 (RV=6) 11/04/13 S S S S
CA52 4,58 7,10 56810 (RV=6) 29/04/13 S I
CA53 4,55 6,68 55100 (RV=7) 29/04/13 S I
CA31 4,66 6,53 10130 (RV=6) 26/03/13 S S I
CA35 4,40 6,94 48000 (RV=6) 02/04/13 S S S S
CA36 4,63 6,88 12000 (RV=6) 02/04/13 S S S I
CA37 4,11 6,48 124900 (RV=7) 4/04/13 S S S S
CA38 4,00 6,54 248300 (RV=7) 5/04/13 S S S S
CA39 4,44 6,75 45940 (RV=6) 09/04/13 S S I
CA32 4,42 6,59 n.d. 26/03/13 I
CA33 4,30 6,69 177400 (RV=7) 28/03/13 S S S S
CA47 4,39 6,47 92160 (RV=6)? 17/04/13 S S S S
CA48 4,50 6,44 74530 (RV=6)? 17/04/13 S S S S
CA49 4,71 6,55 47720 (RV=6)? 18/04/13 S S S
CA50 4,78 6,60 57200 (RV=6)? 18/04/13 S S S

Formulation Test gel/dégel Test centrifugeuse Test au four 1 mois

CA initial 2 S Décantation (50%) n.d.

CA29 S Argile au fond S
CA30 S Argile au fond S
CA43 S Argile au fond S
CA44 S Argile au fond S
CA45 S Argile au fond S
CA46 S Argile au fond S
CA51 S Argile au fond S
CA34 S S S
CA40 S Début décantation ?
CA41 S S ?
CA35 S S S
CA37 S S S
CA38 S S S
CA33 S S S
CA47 S S S
CA48 S S Eau en surface/début décantation
CA49 S S Eau en surface (1 mm)/ début décantation
CA50 Eau en surface S Eau en surface/début décantation

Viscosité

En cP

Pompe : 5 mm de diamètre

Pompe : 6 mm de diamètre Observations

SL39 124900? M M Rentre vite dans la peau Mousse moins que SL44
SL43 126800? F n.d. Mousse bien
SL44 109100 F F Mousse plus que SL43
SL45 51800 F F Mousse bien
SL46 62440 F F Mousse plus que SL46
Plus apprécié que SL45

DFormulation Viscosité En cP

Pompe : 5 mm de diamètre Observations

CA14 115900 F Un peu collant

CA23 52130 F Huileux, collant, Mousse beaucoup

CA34 145100 M Un peu collant, odeur fraîche

CA41 75000 n.d. Mousse peu, frais, un peu collant

CA47 92160 n.d. Mousse peu colle moins que SL41, sèche mal

CA48 74530? n.d. Ressemble à CA47

CA49 47720? n.d. Plus exfoliant que CA48, ressemble beaucoup à CA47

CA50 57200? n.d. Ne colle pas, ressemble à CA49

Amélioration possible :

Pour SL47 et SL46, la quantité d'huile essentielle de lavande pourra être augmentée (exemple 0,12 % voire 0,16 % dans la formulation totale au lieu de 0,08%) si le client désire obtenir une odeur plus prononcée.

Suggestion : Le test de stabilité réelle est très simple à réaliser. Il suffit de prendre une certaine quantité de formulation (exemple 200 g) et de la transvider dans un pot masson. Fermer le pot et le stocker à l'obscurité dans un endroit sec. Puis, vérifier la stabilité tous les mois. Les tests de stabilité accélérée sont également assez simple (voir Annexe pour procédures). Le test du gel/dégel pourrait être effectué chez Argile eau mer et ceux de la centrifugeuse et du four pourraient se faire au centre de recherche «Les Buissons» du CEDFOB.

Les tests de centrifugation ont été faits sur 2 échantillons. On a eu un très léger dépôt d'argile, rien de majeur. Assurez-vous de bien incorporer l'argile pendant la fabrication des savons dans votre mélangeur de 10 litres.

Nov.11

Nous venons de faire notre rencontre de terminaison à l'interne sur votre projet. Il y a des points que j'aimerais discuter :

Pourriez-vous nous envoyer **un échantillon de 100 ml des 2 savons (batch les plus récentes)**. Nous voulons vérifier la stabilité accélérée.

Argile eau mer va fabriquer les savons à la lavande et la crème aux agrumes dans son propremélangeur de 10 kilos. Elle vérifiera si elle le désire, la stabilité réelle de ces formulations avant leur commercialisation. Il est important de souligner que tant que la stabilité réelle n'aura pas été validée, il reste une part d'incertitude sur la stabilité des formulations à moyen et long terme. Néanmoins, les formulations sélectionnées (CA47, SL47 et SL46) sont de loin beaucoup plus stables que celles commercialisées en 2011 par Argile eau mer.

Argile eau & mer

6.4 Études sur les résultats des analyses et recommandations. Résultats des analyses sur l'asbestos

Rapport du professeur Josée Duchesne, Phd en minéralogie et ingénieur minier, Université Laval, Département de géologie, 5 pages, Mai 2013



Opinion technique

**Présence d'amiante et identification de la nature de l'amphibole
dans de l'argile de l'entreprise Argile eau mer inc.**

Étude préparée pour Denise Saulnier, Argile eau mer inc.

par

**Josée Duchesne, ing. Ph.D.
Université Laval**

3 mai 2013

Présence d'amiante et identification de la nature de l'amphibole dans de l'argile de l'entreprise Argile eau mer inc.

Introduction

Le mandat que m'a confié Madame Denise Saulnier de l'entreprise Argile eau mer inc. était d'étudier différents documents et de présenter un avis relatif à la présence d'amiante et à la nature des amphiboles dans des échantillons d'argile de l'entreprise. Pour émettre cette opinion, j'ai consulté les rapports suivants :

- Rapport de monsieur Jean-François Wilhemy, COREM 44593 (oct. 2011) qui présente une analyse suite à une revue sommaire des informations basée sur des résultats obtenus par des tierces parties ;
- Interprétation modale de deux échantillons (#2042 et 2043) effectuée par madame Sylvie Lévesque, CRM (juin 1998);
- Quatre diffractogrammes (diffraction des rayons-X), effectués par l'Université Laval (février 2010) sur les échantillons OB15KC01, OB15LK01, OB15OF01 et OB15JA01;
- Rapport de résultats de micro-diffraction électronique effectué sur deux échantillons par monsieur Yvon Jacques du Laboratoire Environnement et Minéralurgie (LEM) (novembre 2009);
- Certificat d'analyse émis par Exova (10-0098, 10-0099 et 10-0100) (janvier 2010);
- Rapport de madame Djouhra Messad de Nano Technologies Consulting (mars 2002) présentant des résultats d'analyse par microscopie électronique à transmission et microscopie optique.

Dans un premier temps, il est important de bien définir termes 'amiante' et 'amphibole'. Voici quelques définitions tirées de la littérature.

Définitions

Selon Santé Canada (1), "l'amiante est le nom générique de divers minéraux fibreux qu'on retrouve à l'état naturel dans les formations rocheuses un peu partout dans le monde". Dans le dictionnaire de géologie (2), les auteurs définissent amiante comme : "Terme sans signification minéralogique précise, qui désigne des minéraux silicatés fibreux textiles, résistant au feu, soit des amphiboles (anthophyllite, riébeckite, ...), soit des serpentines (chrysotile,...). Pour les minéralogistes, le terme 'amiante' ou en anglais 'asbestos', est un terme commercial et non un

terme minéralogique pour décrire les minéraux présentant un habitus asbestiforme (en fibres) (3). Les fibres d'amiante appartiennent à deux groupes de minéraux, les serpentines (chrysotile) et les amphiboles (trémolite, amosite, crocidolite, actinolite,...). Les amphiboles sont définies comme des "inosilicates en chaîne double, en général du système monoclinique, hydroxylés (ion OH⁻), et ferromagnésiens. Les amphiboles constituent une famille de minéraux en prismes plus ou moins allongés, en aiguilles ou en fibres, à section transversale losangique, à angles tronqués, montrant 2 clivages à 124°" (1).

Analyse des documents et avis personnel

Le rapport de monsieur Jean-François Wilhemy de COREM (rapport 44593) daté d'octobre 2011 présente une description détaillée des amphiboles et fait une revue critique des documents étudiés. Je considère les informations justes et suis tout à fait en accord avec les faits décrits.

La famille des amphiboles comprend plusieurs minéraux dont les formules chimiques ne sont pas fixes comprenant plusieurs substitutions possibles. Les amphiboles présentent des structures cristallines semblables ce qui rend leur identification difficile par diffraction des rayons-x (DRX). Finalement, l'interprétation modale est un calcul qui permet d'évaluer les proportions de minéraux dans un mélange basé sur plusieurs hypothèses dont la simplification de la composition chimique des minéraux par l'utilisation des formules chimiques générales qui n'incluent pas les substitutions chimiques pourtant si répandues dans les minéraux. Ce calcul répartit les éléments chimiques obtenus par analyse élémentaire d'un échantillon en vrac aux différents minéraux identifiés par diffraction des rayons-x ou par pétrographie. Il est important de noter que la diffraction des rayons-x permet de déterminer la structure cristalline des phases et ne tient pas compte des substitutions chimiques. Pour ma part, lorsque j'utilise l'interprétation modale, je préfère faire des analyses à la microsonde électronique afin de confirmer la composition chimique des phases.

Dans le cas qui nous intéresse, l'interprétation modale présentée par le CRM (1998) avait été réalisée en considérant 6 minéraux (quartz, albite, biotite, actinolite, chlorite et apatite) principalement identifiés par la diffraction des rayons-x. En fait, la diffraction des rayons-x avait permis d'identifier le quartz, l'albite (feldspath plagioclase), la phlogopite (mica), l'actinolite (amphibole) et le clinocllore (chlorite) dans l'échantillon 2043 alors que le mica identifié dans l'échantillon 2042 était désigné comme la biotite. Pourtant, dans l'interprétation modale, seule la biotite est considérée. Ce point démontre bien les limites de l'interprétation modale basée sur des formules chimiques générales. Ici, plusieurs choix ont été faits :

- 1) l'apatite a été ajoutée à la liste des minéraux de l'interprétation modale sûrement pour y attribuer le phosphore présent dans l'analyse ;
- 2) On a considéré le feldspath plagioclase comme étant de l'albite pure, or il est probable que le minéral contienne aussi du CaO, cet élément a été entièrement distribué dans l'amphibole, la chlorite et l'apatite;

- 3) L'amphibole a été décrite comme actinolite par la diffraction des rayons-x, la hornblende aurait pu tout aussi bien être sélectionnée. C'est d'ailleurs la hornblende qui a été choisie pour décrire l'amphibole dans les diffractogrammes réalisés à l'Université Laval (2010) pour des échantillons similaires. De plus, la teneur utilisée de 5% Al₂O₃ pour boucler les analyses est anormalement élevée pour ce minéral (4).
- 4) Même si un diffractogramme a montré la présence d'un mica phlogopite, l'interprétation modale intègre plutôt la biotite.

Les résultats de l'interprétation modale ne permettent pas de mettre en évidence la présence d'actinolite dans les échantillons. En fait, pour y inclure l'actinolite, les auteurs ont dû augmenter la contribution en Al₂O₃ du minéral. L'amphibole hornblende aurait pu être sélectionnée mais cette dernière peut présenter plusieurs substitutions chimiques ce qui rend son utilisation plus complexe dans le calcul normatif.

Dans son rapport, monsieur Yvon Jacques du Laboratoire Environnement et Minéralurgie (LEM) a identifié la matière analysée comme des amphiboles de la famille des anthophyllites (contenant du Mg, Fe, Al, Si) et d'autres de la famille des ferroactinotes-ferrotrémolites (Mg, Fe, Al, Ca et Si). Les valeurs mesurées du paramètre c_0 de la maille élémentaire étaient de 5,2 et 5,4Å, ce qui confirme la nature d'amphibole bien que non diagnostique des espèces. Les auteurs décrivent les observations de la façon suivante : *les spécimen que nous avons observés sont des baguettes et ne présentent pas les facies usuels de fibres d'amiantes, ni leur débit; de même leurs diffractogrammes d'électrons ne montrent pas de caractéristiques de fibres*. Les certificats d'analyse d'Exova (2010) vont dans le même sens à savoir qu'il n'y a pas de fibres d'amiante détectées. Seules des traces de fibres organiques naturelles (cellulose) ont été observées. Finalement, le rapport de madame Djouhra Messad de Nano Technologies Consulting (mars 2002) présente des résultats d'analyse par microscopie électronique à transmission et microscopie optique et conclue qu'aucune fibre d'amiante n'a été observée.

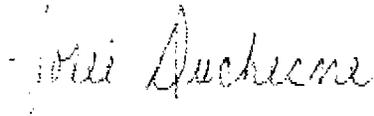
Conclusion

L'analyse des documents fournis par Madame Saulnier ne permet pas l'identification d'amiante dans les échantillons d'argile. La nature précise de l'amphibole présente n'a pas été confirmée par aucune étude. Le CRM a utilisé l'amphibole actinolite dans l'interprétation modale suite à une identification par diffraction des rayons-x. Cette technique permet l'identification des amphiboles dans un mélange mais ne permet pas de routine de distinguer les différentes espèces d'amphiboles.

- 1- Site de Santé Canada : <http://www.hc-sc.gc.ca/hl-vs/iyh-vsv/environ/asbestos-amiante-fra.php> (consulté le 19 avril 2013).
- 2- Foucault, A. et Raoult, J.-F. (1984) : Dictionnaire de géologie, 2^e édition, Masson, Paris,

347 p.

- 3- Klein, C. and Dutrow, B. (2008): The manual of Mineral Science, 23rd ed., John Wiley & sons, US, 675 p.
- 4- Deer, W.A., Howie, R.A. and Zussman, J. (1963): Rock forming minerals, volume two Chain silicates, Longmans, Great Britain, 379 p.



Josée Duchesne, ing., Ph. D.
Professeur titulaire, Université Laval
Département de géologie et de génie géologique
1065 ave de la médecine
Québec, Qc
G1V 0A6
Téléphone: (418) 656-2177
Télécopieur: (418) 656-7339

Argile eau mer

6.5 Certificat d'analyses. Synthèse des analyses physiques, chimiques, organiques, minérales et éléments traces. Recommandations pour la santé-sécurité. Comparaison

Laboratoire interne : Fiche technique et fiche de sécurité (MSDS)
7 pages. Juillet 2013 par Marie-Anne Boucher, Msc, Chimiste



TECHNICAL FACTSHEET/ FICHE TECHNIQUE

SECTION 1 : COMPANY IDENTIFICATION

ARGILE EAU MER

Website: www.argileeaumer.ca

Email: infos@argileeaumer.ca

Address: **Plant & Sales Office**
Argile eau mer inc.
35, Principal road
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1M0

Phone: (418)567-9620

Fax : (514) 593-4261

Headquarter & Deposit
Argile eau mer
164, Bay Saint Ludger Road
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1H0

SECTION 2 : PRODUCT IDENTIFICATION

MANICOUAGAN MARINE MUD/MARINE CLAY

Category: Natural marine product

Code: CNF39406-0

Lot: I10P6AEM22

Production date: Exemple : 2013-01-21

Expire Date: Exemple : 2015-01-21 (gel)

2016-01-21 (podwer)

2014-07-21(liquid)-

County of Origin: Canada

Considered as similar:
Montmorillonite

CAS Registry Number

Quartz	14808-60-7
Albite	12244-10-9
Illite	12173-60-3
Hornblende	12178-42-6
Apatite	1306-04-3
Feldspar	68476-25-5
Nepheline	12251-27-3

Product usage: Skin therapeutic treatment and prevention, animal nutrition and health, fertiliser and soil improvement

Notice to buyer/user: The information contained in the sheet concern the product, available in powder and mud form, and diluted in accordance with the recommendations of the manufacturer.

SECTION 3 : PHYSICAL PROPERTIES

Moisture : 25-30%

Liquid limit: 23%

Appearance/ Color: grey - green

Index of plasticity: 6%

Ash : 73.5%

Granulometry (5 μ) : 50%

Odor threshold (ppm): Not available

Physical form: mud & powder

Plastic limit: 18%

Viscosity: ND

pH (water): 7.94 à 22-23°C

Specific density: ND

Water solubility: complete

SECTION 4 : COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

ORGANIC MATTER COMPOSITION

Compounds	Concentration (mg.kg ⁻¹)
Carbohydrates (415nm)	0,31
Carbohydrates (380nm)	0,49
Proteins	ND
Humic acid	149*10 ⁻⁶
Chlorophyll	84,6±3,6
Carotenoids	0,97± 0,2
Phycocerythrin	0,5±0,1
Phycocyanine	0,13±0

The organic matter content has been determined by following the *Association of Analytical Communities (AOAC)* and the *International Humic Substances Society (IHSS)* procedures.

CHEMICAL COMPOSITION

Compound	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO
Quantity(%)	59,80	16,20	6,25	3,34	3,92
Compound	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO
Quantity(%)	3,80	2,81	0,66	0,21	0,09
Compound	Cr ₂ O ₃	PAF	C _{total}	Others	
Quantity(%)	0,02	1,78	0,22	0,9	

One of the particular characteristics of the Manicouagan clay is its high content of silicates, iron oxide and alumina. The marked availability of iron oxide confers to this muddy clay a unique color.

CHEMICAL ELEMENTS

Elements	Quantity (x10 ⁻⁶)	Elements	Quantity (x10 ⁻⁶)	Elements	Quantity (x10 ⁻⁶)
Al	-	Hf	4,84	Sb	0,03
Ag	-	Hg	-	Sc	13
As	0,39	Ho	0,7	Se	-
Au	-	Ir	-	Sm	5,16
Ba	766	K	18000	Sr	468
Br	0,72	La	34,9	Ta	0,46
Ca	30600	Lu	0,28	Tb	0,62
Cd	-	Mg	-	Th	6,98
Co	17,52	Mn	-	Tm	0,24
Cr	108,6	Mo	-	U	1,19
Cs	1,75	Na	28200	W	0,61
Cu	-	Nd	29,4	Yb	1,57
Eu	1,31	Ni	52,5	Zn	66,2
Fe	39100	Rb	85,4		

The neutron activation analysis of Manicouagan mud clay shows a diversity of chemical elements and values of their concentration higher than those quantified in Dead Sea marine mud (*referential mud*). Some of these elements are important for their dermatological and nutritional properties.

Ingredients of dermatological importance - Manicouagan clay contains high content of micronutrients such as sodium, calcium, iron, potassium and zinc. These are very important elements for body care and treatments. For example, no conventional treatment of acne by zinc, skin softening with calcium.

Ingredients of nutritional importance - Manicouagan muddy clay brings mineral supplement to animals suffering from calcium, sodium and other essential micronutrients deficiency. For example, mineral supplementation with marine mud increases dairy production and fights various microbial infections such as bovine viral diarrhea.

MINERAL COMPOSITION

Mineral	Quartz	Albite	Illite	Hornblende	Chlorite	Apatite
Proportions (%)	21,36	29	31,16	15,06	1,5	0,5
SiO ₂	100	68	34	51	30	-
Al ₂ O ₃	-	20	30	5	20	-
Fe ₂ O ₃	-	-	18	3	16	-
MgO	-	-	2	15	22	-
CaO	-	-	-	24	1	58
Na ₂ O	-	12	1	-	-	-
K ₂ O	-	-	9	-	-	-
TiO ₂	-	-	2	-	-	-
P ₂ O ₅	-	-	-	-	-	42
PAF	-	-	4	2	11	-

The muddy clay from St-Ludger Bay (Manicouagan) is mainly made up of illite and feldspar plagioclase. This type of mud is rich in potassium, magnesium, sodium and particularly in iron and calcium.

MICROBIAL DATA

Aerobic germs	< 10 UFC
Yeast	< 10 UFC
Moulds	< 10 UFC
Pathogenic bacteria	Nil

The microbial analysis reveals the presence of a normal flora comparable with that observed in all marine muddy clays. Bacterial content is relatively low with none pathogenic bacteria.

SECTION 5 : HAZARDS IDENTIFICATION

Exposition data:	Skin, lungs, eyes and mouth
Effect:	Not Determined (ND)
Signs and symptoms:	ND
Targeted organ:	ND
Time of exposition:	ND
Exposition:	Any deleterious effect
Over exposition:	In accordance with the directives of your employer
Resulting harmful effect to an exposition to the product or its ingredients:	None
Other known toxicological effect:	None

SECTION 6 : FIRST AID MEASURES

Skin:	In case of skin irritation, rinse immediately with a great volume of water.
Inhalation:	Leave the working place and breathe fresh air, clean and rest.
Eyes:	Rinse immediately the eyes with clear water.

SECTION 7: STORAGE AND HANDLING

Eyes protection:	Protective eyewear
Respiratory tracts protection:	Not necessary if working area is well ventilated
Gloves:	Waterproof gloves
Other protection :	In accordance with the directives of your employer

Keep out of the range of the children

Store at ambient temperature and far from incompatible matters

Preserve at ambient temperature (~20°C)

SECTION 8 : EXEMPTION CLAUSE OF RESPONSIBILITY

The technical information provided in this sheet was prepared from research work carried out with the scientific collaboration of our partners. Consequently, they are exact and reliable from the technical point of view. Moreover, all the information on risks was clearly specified. Non available information was also clearly shown. No guarantee was emitted and the supplier will not be



MATERIAL SAFETY DATA SHEET (MSDS)

SECTION 1: PRODUCT IDENTITY

Manicouagan marine mud/Argile marine sensible de Manicouagan

INCI Name: Manicouagan Clay

Code: CNF39406-0

CAS Registry Number

Quartz	14808-60-7
Albite	12244-10-9
Illite	12173-60-3
Hornblende	12178-42-6
Apatite	1306-04-3
Feldspar	68476-25-5
Nepheline	12251-27-3

SECTION 2 : COMPANY IDENTIFICATION

Argile eau mer

Website: www.argileeaumer.ca

Email: infos@argileeaumer.ca

Address: **Plant & Sales Office**
Argile eau mer inc.
35, Principal road
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1M0

Phone: (418)567-9620

Fax : (514) 593-4261

Headquarter & Deposit
Argile eau mer
164, Bay Saint Ludger Road
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1H0

SECTION 3 : PHYSICAL & CHEMICAL CHARACTERISTICS

Density:	ND	Ash:	73,5%
Color:	Gray and green	Carbohydrate content:	0,49mg.kg ⁻¹
pH:	7,9 (23°C)	Protein content:	ND
Moisture:	25-30%	Organic matter - Humic Acid:	149mg.kg ⁻¹
Water solubility:	complete	Microalgea markers:	detected
Viscosity:	ND	Mineral composition:	Quartz, Illite and Albite
Physical form:	Mud, powder	Chemical elements:	Al, Ca, Na, Fe, K, Mg, Zn
Granulometry (5µ) :	50%	Microbial content:	Free of pathogenic bacteria

SECTION 4: HAZARDOUS INGREDIENTS

Marine natural product without any harmful ingredient -None

SECTION 5: EXPOSITION HAZARD DATA

Possible exposition	Deleterious effect
Skin:	None
Lungs:	None
Mouth:	None
Eyes:	None
Deleterious effect:	None
Other unknown toxicological effect:	Any

SECTION 6 : FIRST AID MEASURES

Skin:	In case of skin irritation, rinse immediately with a great volume of water.
Inhalation:	Leave the working place and breathe fresh air, clean and rest.
Eyes:	Rinse immediately the eyes with clear water.

SECTION 7: STORAGE AND HANDLING

Eyes protection:	Protective eyewear
Respiratory tracts protection:	Not necessary if working area is well ventilated
Gloves:	Waterproof gloves
Other protection :	In accordance with the directives of your employer

Keep out of the range of the children
Store at ambient temperature and far from incompatible matters
Preserve at ambient temperature (~20°C)

SECTION 8: DISCLAIMER

These technical informations come from scientific data and publication. They are not to be considered as guaranteed.



6.6 (SUITE DU PROGRAMME UP7) PROGRAMME UP8 : CONCEPTION D'UNE UNITÉ PILOTE D'UN PROCÉDÉ DE FABRICATION INDUSTRIEL, INGÉNIERIE ET ESSAIS DES ÉQUIPEMENTS SUR DE NOUVEAUX ÉCHANTILLONS D'ARGILE MARINE. PAGES EXCLUANT L'ANNEXE : 1 SAULNIER, DENISE, ANNÉE 2013

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2013 AU 31 DÉCEMBRE 2013

PAR : DENISE SAULNIER, PRÉSIDENTE

TABLE DES MATIÈRES

1. DESCRIPTION TECHNIQUE	P.4
1.1 OBJECTIFS SCIENTIFIQUES ET TECHNOLOGIQUES	
1.2 DÉMARCHES ET ACTIONS INITIALES	
1.3 DESCRIPTION DES UNITÉS	
1.4. INTENTION DE RÉSOUDRE UN PROBLÈME TECHNOLOGIQUE : SAVOIR TECHNOLOGIQUE OU CONNAISSANCE DE BASE INEXISTANTE OU LIMITES DE LA TECHNOLOGIE OU DES CONNAISSANCES DISPONIBLES	
1.5 AVANCEMENT SCIENTIFIQUE OU TECHNOLOGIQUE	
1.5.1 PROBLÈMES / INCERTITUDES	
1.6 INCERTITUDES TECHNOLOGIQUES	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX.....	.P.8
2.1 DESCRIPTION DES TRAVAUX DU 1 JANVIER 2009 AU 31 DÉCEMBRE 2009 :	
2.2 DESCRIPTION DES TRAVAUX AVEC FEUILLES DE TEMPS	
3. RÉSULTATS.....	P.20
3.1. RÉSULTATS DES TESTS : VOIR 3.1.1 À 3.1.12	
3.2. RÉSULTATS QUANT À LA QUALITÉ DES PRODUITS	
3.3. RÉSULTATS QUANT À L'AVANCEMENT TECHNOLOGIQUE OBTENU	
3.4. RÉSULTATS QUANT AUX OBJECTIFS	
4. RECOMMANDATIONS.....	p.28
4.1 POUR LA PHASE SÈCHE ET HUMIDE DU PROCÉDÉ	
4.2 POUR LES PRODUITS	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE.....	P.31

RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX SUR LE PROJET

CODE DE PROJET : **UP8**

Nom du projet : Conception et mise en place d'une unité pilote d'un procédé de fabrication industrielle : Phase d'ajustement technologique

Nom des chargés de projet :

- Philippe Mimeault et Denise Saulnier pour Argile eau mer
- Réal Dugas, ingénieur et Groupe Conseil d'ingénieurs de TDA
- Robert Beaulieu, Ingénieur Forestier
- Firme d'ingénierie conseil Fransi (fabrication de pièces et machines/outils)

Date de début du projet: 20 janvier 2006

Date de fin du projet prévue : Janvier 2020

Tél. : 418.567.9620

Fax : 514.5934261

Courriel : infos@argileeaume.ca

1. DESCRIPTION TECHNIQUE

1.1 OBJECTIFS SCIENTIFIQUES OU TECHNOLOGIQUES

L'objectif de ce projet est de développer une unité pilote de traitement mécanisé avec production en continue dont l'efficacité consiste à conserver les propriétés thérapeutiques de l'argile contenues dans la phase liquide et la phase solide. Les opérations de mélange se font dans un laboratoire ainsi que la stérilisation des produits et le conditionnement.

L'obtention et le deuxième renouvellement de la licence d'exploitation par Santé-Canada confirme que notre site correspond aux bonnes pratiques de fabrication quant au grade de soins de santé naturels. On met en pratique quotidiennement les PONS (procédures opératoires normalisés) et les fiches techniques sont remplies ainsi que le cahier des registres et de laboratoire dans toutes les phases du procédé. Des procédures opératoires normalisées-PONS sont rédigées pour indiquer les changements. Des fiches sont refaites pour faciliter l'entrée des données dans le cahier des charges assurant ainsi la traçabilité. Ces PONS et fiches contiennent l'entrée des données de l'entreposage, aux aires de fabrication de la phase sèche, de la phase humide et liquide, de l'aire des produits nettoyants, du laboratoire avec ou sans phase de stérilisation, du conditionnement, de l'étiquetage et de la livraison.

L'avancement de cette année a été de procéder à des ajustements technologiques sur diverses machines, de concevoir des pièces pour prolonger leur durée de vie et leur productivité. Nous travaillons avec des firmes d'ingénierie pour la fabrication des pièces quand nous n'avons pas le matériel et les équipements requis. Souvent, les pièces sont fabriquées et mis à l'essais à l'interne avec des matériaux de récupération.

Pour éviter les contaminations croisées, chaque aire de fabrication doit être séparées des autres et le procédé s'effectue en continue sans retour en arrière. Aussi, des ajustements techniques doivent aussi être effectués dans les liaisons entre les machines et le passage d'une aire de fabrication à l'autre. Le principe de séparation des aires de fabrication est essentiel pour le renouvellement de la licence d'exploitation qui fait état des mentions des changements et des nouvelles procédures. Le rapport de l'audit avec l'ensemble des fiches et procédures normalisées est venu confirmer l'assurance qualité- AQ du site. La licence a été émise au mois de septembre 2013.

Dans la phase sèche, des adaptations technologiques ont été effectuées sur le micropulvérisateur, les liaisons entre les machines, le dépoussiéreur et le tamiseur. L'ensemble des machines de l'aire humide a été réajustée suite à une commande de 120 tonnes de

boue. La fabrication de grosses batch avec des critères précis de fabrication a été expérimentée afin que la fabrication de 120 tonnes s'effectue dans un délai de 6 à 8 semaines. Le manque de capital a fait en sorte que la certification ISO recherchée en 2013 a dû être remise car le procédé d'ensemble devra alors être révisé de l'entreposage, à la fabrication jusqu'au conditionnement, l'étiquetage et la livraison des produits.

1.2 Démarches et actions initiales

Argile eau mer veut implanter un procédé industriel mécanisé pour fabriquer des produits à base d'argile marine sensible provenant de la Manicouagan. Elle procède par l'installation progressive d'unités pilotes chacune devant être mises à l'essai pour vérifier les qualités des produits qui en résultent afin de vérifier si une licence d'exploitation certifiée peut être obtenue par Santé-Canada. Chacune des étapes est vérifiée par l'envoi d'échantillons sur le marché. La stratégie technologique globale est ainsi basée sur la stratégie du développement de produits innovateurs elle-même basée sur le développement des marchés nationaux et internationaux. L'ensemble du procédé évolue avec la fabrication de nouveaux produits.

Selon nos connaissances, il n'existe pas au Canada, de procédé de fabrication de produits d'argile marine sensible pour des usages en santé humaine, animale et en fertilisation des sols qui commence par la micronisation de la boue. Les procédés européens commencent par une phase sèche pour microniser l'argile. Ils rajoutent ensuite de l'eau pour en faire une boue extemporanée. Comme nous voulons conserver l'eau interstitielle dans nos produits et dans certains cas la matière organique en raison de ses vertus thérapeutiques, il est important que le procédé commence par une phase humide. Les boues produites de cette façon composent seulement 4% du marché mondial.

1.3. Les avancements technologiques

Les avancements recherchés se situent au niveau de

- L'identification des caractéristiques techniques des machines, outils, liaisons, équipements nécessaires au fonctionnement ``par batch`` du procédé en système fermé, mécanisé et semi-automatisé.
- La mise en place de l'ensemble du procédé jusqu'à son automatisation complète.

Les activités de l'année 2013 sont relatives aux ajustements technologiques, à la conception et fabrication de pièces et de machines-outils pour prévenir l'usure prématurée dans les équipements de production, améliorer le fonctionnement des liaisons entre les machines et les aires de production ainsi que la productivité. La première unité pilote est mise à l'essai pour la faire passer d'une capacité de production par petite batch à de grosses batch dans les produits semi-finis. Des améliorations techniques sont apportées sur les équipements et matériel de laboratoire pour éviter les contaminations dans les produits finis. Les mesures de contrôle des produits ont été réétudiées et testées pour s'assurer que les équipements utilisés donnaient des mesures de rendement de qualité. Les séparations granulométrique sont de plus en plus précises. On s'oriente vers des séparations minérales. Les analyses sur les séparations granulométriques qui peuvent générer plusieurs produits différents se définissent par une correspondance à des minéraux ayant des % de plus en plus élevés. Le pourcentage minéralogique des séparations doit donc être identifié. Cette séparation constituerait une avancée majeure dans notre procédé.

Pour ce faire, la précision doit augmenter avec des tests à faire sur le tamis. Des solutions de séchage avec des fours sans perte de particules plutôt que de faire sécher à l'air libre doivent être mise en place. D'autre part, la démarche spécifique pour conserver l'ensemble des propriétés des eaux interstitielles et des eaux libres dans les produits s'est poursuivie. Des recherches et des analyses de laboratoire sur l'activité biologique de ces eaux conduiront à mettre en place des méthodes de traitement adaptées et des équipements qui y correspondent pour les produits. Finalement, des essais de durcissement d'argile avec un four à température élevée a également été mise à l'essai pour faire un grand réservoir qui servira à l'installation progressive du procédé pilote d'extraction.

1.4 INCERTITUDES ET CONTRAINTES TECHNOLOGIQUES

Dans la phase sèche, les pièces du micro pulvérisateur sont remplacées parce que la meilleure solution trouvée a été de concevoir un tamis et une doublure de dôme "le liner" plus résistants pour pallier à l'usure des pièces qui se faisait juste d'un côté. Après, on s'est adressé à une firme conseil pour la fabrication d'un tamis en acier et pour la doublure du dôme "le liner" selon les spécifications qu'on leur a données. Les pièces ont été mises à l'essai mais des incertitudes persistent quant à la résistance du liner. Dans la phase humide, l'objectif de réaliser un procédé en circuit fermé pour éviter les problèmes de contaminations croisées se poursuit. La rhéologie réversible du produit et le colmatage des pompes qui en résulte reste. Le niveau de liquidité et de viscosité fait l'objet d'études constantes pour que l'agglomération ne bloque pas et/ou n'endommage pas les circuits. Des essais pour augmenter la productivité de la phase humide à grande échelle ont résulté en des ajustements d'équipements et de pièces quant aux liaisons entre les boyaux des pompes et le pré-mélangeage des matières. Des équipements d'écoulement ont été installés pour éviter des ruptures d'hélices. Des contrôles ont également été instaurés. Pour lever les incertitudes technologiques, la poursuite des tests est nécessaire.

Dans le laboratoire, les équipements de contrôle de la qualité des produits quant à la viscosité, la liquidité, les contaminations et la stabilité ne donnent pas les résultats espérés. Les problèmes de viscosité liés à la thixotropie de la montmorillonite persistent. Les différentes séparations minéralogiques posent des incertitudes quant aux puretés des minéraux séparés et aux équipements à acquérir. La nature des ajustements se fait pour rendre les produits conformes aux exigences des marchés.

Le durcissement de l'argile quant à la résistance, le cisaillement, la couleur, les dimensions, le poids, la spécificité des produits obtenus et les équipements ajoutent des incertitudes ainsi que les pièces et équipements pour la stérilisation, le conditionnement et la conservation des produits. La traçabilité des mesures entreprises sont consignées dans les cahiers des registres et de laboratoire.

1.5. Solutions / hypothèses à développer et à valider

- Analyse et évaluation des différentes informations documentaires et des différents essais expérimentaux.
- Recherche de fabricants possédant l'équipement, les machines et les connaissances requises
- Élaboration des hypothèses concernant les diverses modifications à apporter afin de passer étape par étape à la l'implantation du procédé pilote et de la fabrication des produits.
- Essais avec des échantillons sur les machines, les équipements et les produits pour valider leurs caractéristiques et les inscrire dans une fiche technique.
- Synthèse des résultats et modification des hypothèses si nécessaires à la suite des essais.
- Production des plans et devis pour la certification ISO d'un laboratoire avec salle blanche
- Consultation d'experts en génie civil, en génie mécanique et électrique, en dermocosmétique et en pharmacologie.

Les contraintes technologiques liées à la stérilisation, au conditionnement, à l'entreposage, à la conservation des produits et à leur livraison constituent les incertitudes à résoudre dans le présent programme ce qui implique un programme rigoureux de traçabilité des produits et un suivi continu de la personne responsable de l'assurance qualité des produits afin que le cahier de charge soit respecté.

1. DESCRIPTION DES TRAVAUX DANS L'ANNÉE

2.1 Sommaire du travail accompli durant l'année

JANVIER : Des ajustements sur le micro pulvérisateur pour augmenter sa productivité quant à la durée de vie des pièces par la soudure des tamis par une firme d'ingénieur sont effectués. Le micro pulvérisateur est démonté et remonté après réception des pièces soudées. Suite aux essais sur 1350 kg avec 5 tamis, 3 tamis 0,62, ne résistent pas. On décide alors de faire la soudure en usine. 560 kg sont broyés avec 2 tamis 0,62 et 511kg avec 2 tamis 0,32. L'usure des pièces persistent.

FÉVRIER : Un prototype de tamis conçu à l'interne est fabriqué par un ingénieur. Les spécifications sont enregistrées dans le cahier des registres. Le micro-pulvérisateur est démonté. Le tuyau qui relie les différentes machines dont le broyeur est nettoyé. On constate qu'il faudrait qu'il soit réajusté pour ne pas s'engorger de poussières et faciliter l'accès jusqu'au dépoussiéreur. Après avoir reçu le tamis, l'ensemble des pièces est remonté et les essais recommencent. À chaque jour, le dôme est démonté. L'usure des marteaux et du tamis sont vérifiés et ils sont nettoyés. Après 5 jours d'essais, plus de 1000kg ont été broyés, avec 200 kg de boulettes et environ 100kg de poudre extrafine. On constate que plus les particules sont fines plus le volume augmente.

MARS : Un support est mis en place pour améliorer les liaisons entre le micro pulvérisateur et le dépoussiéreur. La partie du tuyau qui est reliée au micro pulvérisateur est raccourcie. Poursuite des essais jusqu'à ce qu'on constate l'usure du tamis après 2006 kg broyés. À la fin des essais, une évaluation selon la quantité broyée, le broyage par jour, le nettoyage des pièces, l'entretien et les liaisons avec le dépoussiéreur est produite suivie de l'élaboration d'un rapport et de recommandations pour la poursuite du travail. La conception d'un prototype de doublure du liner est soumise à l'ingénierie pour des résultats finaux.

AVRIL : Des expériences pour faire un réservoir sur le site d'extraction en argile durcie commencent par la fabrication de moules en bois. Des essais avec 338 kg de boue mis dans des moules de plusieurs dimensions (8"X8", 6"6", 4"4" de longueur par 1/2 à 1".5) sont effectués. Les pièces d'argile avec ou sans sable et ciment cassent à l'exception de celles faites uniquement en argile de dimensions 4"X4"X1.5". Un presseur surélevé est conçu et fabriqué pour faire un poids sur l'argile afin qu'elle se déshydrate progressivement. Seuls les morceaux d'argile de plus de 4"X4"X1,2" ne fissurent pas.

MAI : L'ensemble des aires de fabrication sont inspectées. La production des savons fermes étant en augmentation, on décide de fabriquer à l'interne des moules et de les mettre à l'essais sur 35 kg.

JUIN : Finalisation des tests sur 22 kg d'argile mélangées à d'autres ingrédients. La licence d'exploitation est redemandée à Santé-Canada avec les changements dans les procédures opératoires normalisées et les fiches techniques.

JUILLET : L'inscription des modifications dans le cahier des registres et de laboratoires de la licence d'exploitation est faite. La chimiste informe les travailleurs des nouvelles procédures opératoires à suivre dans les aires de fabrication. Un protocole de nettoyage des aires de fabrication et des équipements conformément à la directive GUIDE-0028 de Santé Canada est instaurée. De plus, la fabrication d'un levier pour les poids trop lourds facilite les déplacements de marchandises à l'étage.

AOÛT : Le nouveau liner est expérimenté. Après 573 kg broyés, on arrête les tests parce que le liner s'use trop rapidement. On fait rapport et consulte l'ingénierie des pièces pour savoir s'il y a un matériau plus adapté. Ajout d'une nouvelle ressource dans l'équipe suite au départ de *la chimiste*.

SEPTEMBRE : Travail sur le rapport annuel et analyse des problèmes pour trouver les solutions adaptées.

OCTOBRE : La capacité de production de 120 tonnes de boue (40 TM de fine, 40TM de très fine, 40TM d'extra-fine) est évaluée. La quantité de forces productives, de matériel, les pièces à remplacer en cours de production, les forces majeures et les mesures de contrôle nécessaires pour assurer la conformité des produits sont testés. Des critères de conformité sont élaborés. On vérifie également quels nouveaux équipements devront être achetés. Des tests pour mesurer qualitativement et quantitativement ces données sont effectués sur 734 kg de boue.

NOVEMBRE : D'autres tests sur 844 kg sont faits pour évaluer la conformité des produits et les conditions d'entreposage (chauffé ou non) ainsi que la définition de la vérification de la conformité.

DÉCEMBRE : Poursuite des tests. Nettoyage complet de l'aire de fabrication des boues. Ajustement des boyaux, du mélangeur primaire, secondaire et de l'attritor. Évaluation de l'expérience en équipe.

2.1 Feuilles de temps et description du travail

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2013																															Nom.heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																																
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J		
Travail de Sylvie Bouchard											8																			4	12	180 \$	
Travail de Denise Saulnier											8																			4	12	1 960 \$	
Travail de Philippe Mimeault											8											8		8	8					4	36	648 \$	
Travail de Jean Claude Deroy	8	8	8	8						8	8				8	8	8	8				8	8	8	8						120	2 464 \$	
Travail de Solange Bouchard	8	8	8	8	0	0	0	0	8	0	24	0	0	8	8	8	8	8	0	0	16	8	16	16	0	0	0	0	8	0	0	180	5 252 \$
Congés fériés																															8	120 \$	
Vacances																															188	5 372 \$	
	le 9 et 20 janvier Fransi																																
	Semaine du 7 au 11 janvier																																
Travail de Sylvie Bouchard	Analyse de la situation en équipe après les essais avec les tamis ,32 et le tamis 62. On constate que les tamis s'use seulement sur un côté.J.C.D avait démonté le dôme et on a aussi constaté que les marteaux s'usent parce qu'on suppose que l'équipement avait été mal monté.																																
Travail de Denise Saulnier	J.C.D. propose de remonter la machine et de souder les côtés des 2 derniers tamis qui reste pour les renforcer. On propose d'envoyer les pièces chez de																																
Travail de Jean Claude Deroy	chez des entrepreneurs pour les faire souder.																																
Travail de Philippe Mimeault																																	
	Semaine du 14 au 18 janvier																																
Travail de Jean Claude Deroy	Essais avec le tamis 0,62 soudé. Après 100kg broyé, il ne résiste pas. J.C.D. décide de faire lui-même la soudure et procède aux essais																																
	Il réussit à broyé 280kg avec un tamis et 255 avec l'autre tamis 0,32. Voir le résultat des essais et les photos de l'emplacement de la soudure.																																
	Semaine du 21 au 25 janvier																																
Travail de Jean Claude Deroy	J.C.D finalise les essais avec deux tamis 0,62 sous la supervision de Philippe Mimeault. Le résultat est à peu près le même 258 kg et 263 kg																																
et	avant que le tamis ne brise. Cette usure rend la machine non rentable. Ensuite J.C.D. et P.M. conçoivent un tamis en acier inox beaucoup plus																																
Travail de Philippe Mimeault	épais pour augmenter sa résistance. Le prototype est présenté à un ingénieur dans un entreprise qui fabrique despièces par P.M. Le																																
	modèle est réalisable. Il présentera une soumission. P.M. enregistre les données dans le cahier des rgistres pour le rapport annuel.																																
	Semaine du 28 au 31 janvier																																
Travail de Sylvie Bouchard	J.C.D. transmet les données des essais à S.B. et D.S. S.B. remplit les fiches techniques et D.S les supervise. Elle supervise également																																
Travail de Denise Saulnier	la rédaction du rapport annuel accompli par P.M.																																
Travail de Jean Claude Deroy																																	

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2013																												Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																														
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28			
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	Nom.heures	Payées	
Travail de Philippe Mimeault													8	8	8													4	28	504 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy				8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	4	148	2 504 \$	
Travail de Denise Saulnier															8													4	12	840 \$	
Travail de Solange Bouchard	16	0	0	8	8	8	8	8	0	0	8	8	16	16	24	0	0	8	8	8	8	8	0	0	8	8	8	12	0	188	3 848 \$
																								8					8	120 \$	
	Le 1 février																										196	3 968 \$			
Travail de Jean-Claude Deroy et Travail de Philippe Mimeault	Le micro-pulvériseur est démonté. Le tuyau qui relie les différentes machines dont le broyeur est nettoyé. On constate qu'il faudrait qu'il soit monté différemment pour qu'il ne bloque pas et qu'il se rende jusqu'au dépoussiéreur. Après avoir reçu le tamis, l'ensemble est remonté et les essais commencent. Voir les résultats. À chaque jour, le dôme est démonté, l'usure des marteaux est vérifiée et nettoyé ainsi que celle du tamis.																														
	Semaine du 11 au 15																														
Travail de Jean-Claude Deroy Travail de Philippe Mimeault Travail de Denise Saulnier	Le tout est pesé et les échantillons sont codifiés. Après 5 jours d'essais, plus de 1000kg ont été broyés, avec 200 kg de boulettes et environ Un travail d'équipe permet d'enregistrer l'ensemble des essais dans le cahier des registres et de planifier des ajustements technologiques sur le tuyau. Un support est proposé ainsi qu'un raccourcissement de la partie qui est relié au micropulvériseur																														
	Semaine du 18 au 22																														
Travail de Jean-Claude Deroy	Semaine du 25 au 28																														
Travail de Philippe Mimeault Travail de Jean-Claude Deroy Travail de Denise Saulnier	J.C.D procède au nettoyage des équipements et à leur mise en état. Une réunion d'équipe de projet est organisée pour l'entrée des données. On analyse la situation pour la poursuite du travail.																														

N.B. Dans la semaine du 18 au 22, JCD poursuit le travail pour installer le support et les postes de travail.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MARS 2013																															Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8 MARS 2013																																	
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D			
Travail de Jean-Claude Deroy	8			8	8	8					8	8							8	8	8	8	4			8	8	8	8	4			127	1856
Travail de Philippe Mimeault																		8	8	8	8	4				8	8	8	8	4			89	992
Travail de Denise Saulnier																			8		8	4				8		8	4			40	800	
	8	0	0	8	8	8	0	0	0	0	8	8	0	0	0	0	0	16	24	16	24	12	0	0	16	24	16	24	12	0	0	232	3648	
Travail de Solange Bouchard				8																												8	120	
Congés fériés																																240	3768	
Vacances																																		
	Semaine du 1 au 9																																	
Travail de Jean-Claude Deroy	Poursuite des essais jusqu'à ce qu'on constate l'usure du tamis. 1006 kg sont broyés en 10 jours par un travailleur.																																	
Travail de Philippe Mimeault	Montage et démontage du dôme pour vérification des pièces. Nettoyage de l'équipement. Ajustement par rapport aux liaisons																																	
Travail de Denise Saulnier	avec le micro pulvériseur.																																	
	Semaine du 11 au 15																																	
Travail de Jean-Claude Deroy	Poursuite des essais																																	
Travail de Philippe Mimeault																																		
	Semaine du 18 au 22																																	
Travail de Jean-Claude Deroy	Fin des essais. Évaluation des essais selon la quantité broyée, le broyage par jour et l'entretien nécessaire du miet																																	
Travail de Philippe Mimeault	des autres pièces. 14 jours effectuées par 1 travailleur pour broyer 2000kg avant que le tamis ne s'use. Après ce temps de production, le dôme est																																	
Travail de Denise Saulnier	aussi usé. Il faut donc remplacé les deux pièces. Les marteaux commencent aussi à user. Si on considère le démantelment et le montage des pièces																																	
	il faut ajouter 3 heures par jour donc 22 jours de production.																																	
	Semaine du 25 au 29																																	
Travail de Jean-Claude Deroy	Élaboration d'un rapport et recommandations pour la poursuite du travail. Conception d'un prototype de dôme																																	
Travail de Philippe Mimeault	proposé et faisable par la firme d'ingénieur avant de réessayer le micro pulvériseur.																																	
Travail de Denise Saulnier																																		

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2013																														Nom.heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
UP8	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Jean-Claude Derooy	8	8	8	8	4				8	8	8	4			8	8	8	8				8	8	8	8	8					136	2 000 \$
Travail de Philippe Mimeault	8	8	8	8	4						4	4			4	4	4	4				3	3	3	3	3					75	902 \$
Travail de Denise Saulnier	8	8	8	8	4																									4	280 \$	
	24	24	24	24	12	0	0	0	8	8	12	8	0	0	12	12	12	12	0	0	0	11	11	11	11	11	0	0	0	0	215	3 182 \$
Travail de Solange Bouchard								8																						8	120 \$	
																														223	3 302 \$	
Congés fériés																																
Vacances																																

Ayant constaté que la structure en bois du réservoir d'entreposage d'argile à l'usine faisait défaut, des expériences pour durcir l'argile pour en faire un réservoir sur le site d'extraction est envisagée. On doit construire ds moules et faire des essais avec et sans sable ni ciment . La documentation de ces essais est nécessaire pour s'inspirer d'expériences semblables.

Des moules de plusieurs dimensions remplis de 138 kg d'argile sont remplis (8'X8', 6'6, 4'4 de 1/2 à 1'). L'argile contenue dans des moules avec ou sans sable et ciment casse à l'exception de celles uniquement en argile de 4"X4"X1.5".

On reproduit les esais avec 100 kg dans des moules remplis uniquement d'argile et on obtient le même résultat.

On suppose que c'est en raison du% élevé d'eau contenue dans l'argile que les morceaux se cassent.

Un presseur surélevé est conçu et fabriqué par JCD pour faire un poids sur l'argile afin qu'elle se deshydrate progressivement.

PM supervise et aide à la réalisation. D.S. entre les données de l'expérience et planifie le travail en équipe.

On fait de nouveaux esais avec 100 kg avec le presseur mais on n'arrive pas à faire durcir les morceaux d'argile de plus de 4"X4"X1,2`` sans qu'ils se rupturent.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MAI 2013																															Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
UP8	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V			
Travail de Sylvie Bouchard																															0			
Travail de Jean-Claude Derooy	8	8					8	8	8	8			8	8	8	8	8										8	8	8	8	120	2 248 \$		
Travail de Philippe Mimeault	8	8					8	8				8					4												8		52	1 024 \$		
Travail de Denise Saulnier												8																			8	560 \$		
	0	0	0	0	0	0	16	8	16	8	0	0	24	8	8	8	12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	8	8	16	0	180	3 832 \$
Travail de Solange Bouchard						8																									8	240 \$		
Congés fériés																															188	4 072 \$		
Vacances																																		

Semaine du 1 au 13

L'ensemble des aires de fabrication de l'entreposage jusqu'à la livraison sont inspectées en prévision du renouvellement de la licence d'exploitation. J.CD supervisé par PM revoient chacun des équipements dans les aires de fabrication et procèdent à leur mise au point et à leur nettoyage.

Semaine du 13 au 20

La production des savons fermes étant en augmentation, on décide de fabriquer à l'interne des moules à savons dans l'objectif d'augmenter la productivité. PM procède à l'achat des matériaux et JCD fabrique les moules. 35 kg sont préparés pour servir d'échantillons lors de la fabrication des Savons. Les données sont ensuite enregistrées dans le cahier des registres

Semaine du 27 au 30

Les moules sont mis à l'essais par JSD et PM avec succès. On pourra donc en produire de nouveaux selon la demande du marché.

juin-13	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	Nom.heures	Payées
Description du programme	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D		
UP8	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8 -JUN 2013																															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D		
Travail de Sylvie Bouchard			8	4	4	4	4																	8							32	480
Travail de Marie-Anne Boucher			8	4	4	4	4																	8							32	704
Travail de Jean-Claude Deroy			8				4					4	4	4						8	8	4									52	936
Travail de Philippe Mimeault			8				4					4	4	4					8	8	4										52	864
Travail de Denise Saulnier			8	8			4											8													36	520
Travail de Solonge Bouchard			8																												8	120
	0	0	48	16	8	8	20	0	0	0	0	8	8	8	0	0	0	24	16	8	0	0	0	40	0	0	0	0	0	212	212	3624
Congés fériés																																

Semaine du 3 au 14

Une réunion d'équipe est organisée pour planifier le cahier des registres et de laboratoire pour la licence d'exploitation. J.C.D et S.B. procède à la révision des fiches techniques et des procédures opératoires dans les aires d'entreposage, de la fabrication des boues, des poudres et des savons, de l'aire de livraison et de l'emballage, du laboratoire et du bureau. Les mesures de contrôle du PH, de la viscosité, de la liquidité sont révisées. P.M. supervise les tâches et MAB refait le cahier des registres et de laboratoire en fonction des changements qui doivent être apportés dans les fiches techniques.

Semaine du Semaine du 18 au 20

JCD superviser par PM qui entre les données finalise les tests sur 22 kg d'argile mélangées à d'autres ingrédients pour vérifier le mélangeur secondaire.

D'autres moules ont été fabriqués pour les savons suivis d'essais sur 22 kg qui sont venus confirmer les résultats. La licence d'exploitation a été demandée à Santé-Canada pour la fabrication des produits de santé naturels.

L'ensemble des procédures opératoires normalisées et les fiches techniques a été soumis avec comme résultat le renouvellement de la licence en septembre 2013. Les changements opérés qui concernaient principalement l'ajout d'une aire de fabrication ont été mentionnés. Suite à cette demande, plusieurs fiches techniques ont été modifiées par la chimiste pour les rendre plus facile à remplir.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2013																												Nom.heures	Payées				
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																																	
UP8	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M			
Travail de Sylvie Bouchard																															2	2	30 \$	
Travail de Marie-Anne Boucher																															2	10	220 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy		8		8				8	8	8	8	8				8	8	8				8	8						8	8	2	122	1 604 \$	
Travail de Philippe Mimeault				8					4	4	4	4				8	8	8											8	8	2	66	638 \$	
Travail de Denise Saulnier				8																										2	10	700 \$		
Travail de Solange Bouchard				8																												8	120 \$	
		8	0	32	0	0	0	8	12	12	12	12	0	0	0	16	16	16	0	0	0	8	0	16	0	0	0	0	16	16	10	218	3 192 \$	
Travail de Solange Bouchard	0	0	0	0	8	0	##	##	8	0	0	0	0	##	##	8		0	##	0	##	##		0	0	0	0	0	0	0	0			
Congés fériés																																		
Vacances																																		

Semaine du 1 au 8

La demande de la licence d'exploitation a été inscrite dans le cahier des registres et de laboratoires le 4 juillet. JCD procède au suivi de la maintenance industrielle. IL fut décidé d'une nouvelle répartition des tâches aux tâches au sein de l'équipe. DS fera la répartition

Semaines du 8 au 20

On procède au nettoyage complet des équipements en suivant la procédure de nettoyage et on remplit les fiches en conséquence. Le protocole vise à la mise en place de procédés de nettoyage conformément la directive GUIDE-0028 de Santé Canada. Cette directive vise à éviter les contaminations croisées. Ce travail fait partie intégrante du travail de RS&DE. Après chaque lot de production, tous les équipements doivent être soigneusement nettoyés et séchés.

Semaines du 29 au 31. JCD et PM procède à la fabrication d'un levier pour les poids trop lourds suite au constat que cela éliminerait des manipulations. Le levier a pour effet de faciliter les déplacements de marchandises à l'étage. La chimiste met à jour les cahiers et elle informe les travailleurs des nouvelles procédures opératoires à suivre pour les aires de fabrication pour que les fiches soient remplies quotidiennement.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2013																															Nom.heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																																
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		\$
	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S		
Travail de Sylvie Bouchard																																0	0
Travail de Marie-Anne Boucher													8																			8	176
Travail de Jean-Claude Deroys	8	8					4	8	8				4	8	8				8	8	4	8	8			8	8	8	8	8	132	2608	
Travail de Philippe Mimeault						4							4	8	8				8	8	4						4				48	1168	
Travail de CLaude Saulnier																			8	8	4										20	340	
Travail de Denise Saulnier								4					4	8	8												4				28	1960	
Travail de Solange Bouchard		8																													8	270	
	8	16	0	0	0	0	8	8	12	0	0	0	0	20	24	24	0	0	24	24	12	8	8	0	0	8	16	8	8	8	0	244	6522
Congés fériés																																	
Vacances																																	

Semaines du 1 au 12

Le nouveau liner étant prêt à être expérimenté, JCD démonte le dôme du micro-pulvérisateur et on le remonte en plaçant la doublure du liner. Un nouveau tamis est mis en place. PM supervise les opérations et DS enregistre les données pour planifier l'essai avec la Chimiste.

Semaines du 14 au 23

573 kg sont broyés par JCD supervise dans le micropulvérisateur pour connaître la durée de vie du liner et du tamis broyés, on arrête les tests parce que le liner s'use trop rapidement. Réunion d'équipe pour étudier les résultats et faire des hypothèses pour la poursuite du travail. On consulte l'ingénierie des pièces pour savoir s'il y a un matériau plus adapté que celui qui a été expérimenté.. Ajout d'une nouvelle ressource CS dans l'équipe suite au départ de la chimiste

Semaines du 23 au 30

JCD procède ensuite à la maintenance IL surveiller les gradients de pression, vérifie les systèmes accessoires qualifié: vapeur et air comprimé ainsi que le système de chauffage. IL inspecte le contrôle de la température et de l'humidité, IL vérifie les conduits, les tuyaux et les appareils d'éclairage directement au-dessus des produits et des équipements de fabrication en indiquant les nécessités de nettoyage et d'entretien si nécessaires. Il signale tous problèmes de : bruits suspects, bris, non-conformité à PM et à l'assurance et contrôle qualité. DS

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2013																															Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																																	
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M			
Travail de Sylvie Bouchard																																0		
Travail de Jean-Claude Deroy																																	0	
Travail de Philippe Mimeault																8	8															0	16	304
Travail de Claude Saulnier																																0		
Travail de Denise Saulnier																8	8															0	16	640
Travail de Solange Bouchard	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8		120	
	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	16	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	40		1064	
Congés fériés																																		
Vacances																																		

Les 16 et 17 PM et DS travaillent sur le rapport annuel et analyse les problèmes pour trouver les solutions adaptées.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS OCTOBRE 2013																															Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																																	
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J			
Travail de Sylvie Bouchard																																0		0
Travail de Jean-Claude Deroy	8	8	4	4			8	8	8	8	8						8	8				8	8	8	8			8	8	8	8	144		2800
Travail de Philippe Mimeault	4	4	4	4			8															4	8					4	4	4	48		912	
Travail de Claude Saulnier							8	8	4																							20		340
Travail de Denise Saulnier	8	8	8	8																		4	8								44		2080	
Travail de Solange Bouchard	8						8																								16		240	
	28	20	16	16	0		32	16	12	8	8	0			0	0	8	8	0			8	16	24	8			8	12	12	12	272		6372
Congés fériés																																		
Vacances																																		

Semaine du 1 au 7

Suite à une demande de 120 tonnes de boue fine, très fine et extra fine, on revise complètement la phase humide du procédé en équipe (JCD-PM et DS) pour évaluer la capacité de production: la quantité de forces productives nécessaires, la quantité de matériel

nécessaire, les pièces à remplacer en cours de production, les forces majeures qui pourraient empêcher la production et les mesures de contrôle nécessaire pour assurer la conformité des produits par rapport aux échantillons de départ.

Semaines du 7 au 18

Des critères de conformité sont élaborés par PM et CS qui vérifie également quels nouveaux équipements devront être achetés comme une balance, des boyaux, des pièces dans l'attritor. JCD inspecte l'ensemble des pièces de l'attritor pour savoir si elles devront être remplacées en cours de fabrication.

Semaines du 18 au 31

Des tests pour mesurer qualitativement et quantitativement les données analysées sont effectuées sur 734 kg de boue par JCD et PM. DS inscrit les résultats dans les fiches techniques.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2013																														Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 8																																
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S			
Travail de Sylvie Bouchard				8																											8	124	
Travail de Jean Claude Deroy				8	8	8					4	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	4	8	8		136	2272	
Travail de Philippe Mimeault				8	4	4	4				4	4						8	8	8	8							8	8		76	1132	
Travail de Claude Saulnier				8	8	4					4	8	4																		36	612	
Travail de Denise Saulnier				8							4	4																			16	1120	
Travail de Solange Bouchard				8																											8	120	
	0	0	0	48	20	16	4	0	0	0	16	24	12	8	8	0	0	8	16	16	16	16	0	0	8	8	4	16	16	0	0	280	5380

Semaines du 4 au 11

Une réunion d'équipe permet l'évaluation des données. On sait que 6 travailleurs répartis sur 2 horaires ayant des tâches différentes seront nécessaires pour fabriquer 120 tonnes de boue dans 6 semaines. On devra faire une nouvelle extraction. Les forces majeures sont définies. Les pièces de remplacement sont identifiées, la conformité des produits avec les échantillons est à reprecisée.

Semaines du 11 au 18

JCD, PM 'CS et DS étudient les conditions et les moments dans le processus d'entreposage et de livraison afin de vérifier la conformité dans l'ensemble du processus.

Semaines du 18 au 29

L'ensemble des possibilités d'entreposage de 120 tonnes sont envisagées par JCD et PM. On devra avoir recours à des sous-traitants car si on entrepose dans des conditions de gel, la conformité ne peut être établie. On procède à de nouveaux tests sur 844 kg pour mieux définir la vérification de la conformité et les conditions d'entreposage et envoyer des échantillons pour savoir s'ils sont approuvés. Des échantillons sont gardés dans en réserve pour que le client vienne sur place évaluer la conformité avant la livraison, On prévoit deux vérifications : une au début de la production sur palce. L'autre à la fin par l'envoi d'échantillons.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2013																															Nom.heures	Payées
	UNITE PILOTE DE FABRICATION 8																																
UP8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Sylvie Bouchard		2																						2								4	62
Travail de Jean Claude Deroy		2	8	8	8	8			8	8	8	8	8					8	8	8			8	2								108	1588
Travail de Philippe Mimeault		2	8	4	8	8													4	4			4	2								44	836
Travail de Claude Saulnier		2		2							4													2								10	170
Travail de Denise Saulnier		2																			4			2								0	0
Travail de Solange Bouchard																																8	120
	0	10	16	14	16	16	0	0	8	8	12	8	8	0	0	0	0	8	12	16	0	0	12	10	0	0	0	0	0	0	0	174	2776
Journée fériée																																	
Vacances																																	

Semaines du 2 au 8

Évaluation de l'expérience en équipe. Poursuite des tests par JCD supervisé par PM et CS

Semaines du 8 au 20

Nettoyage complet de l'aire de fabrication des boues. Ajustement des boyaux, du mélangeur primaire, secondaire et de l'attritor en préparation de la production par JCD. CS fait la vérification

Semaines du 23 au 27

Les 23 et 24 : Finalisation du travail et bilan en équipe en relation avec le rapport annuel.

2. RÉSULTATS 2013

Résultats des ajustements technologiques dans la phase sèche du procédé.

Des ajustements sur le micro pulvérisateur pour augmenter sa productivité quant à la durée de vie des pièces par la soudure des tamis par une firme d'ingénieur sont effectués.



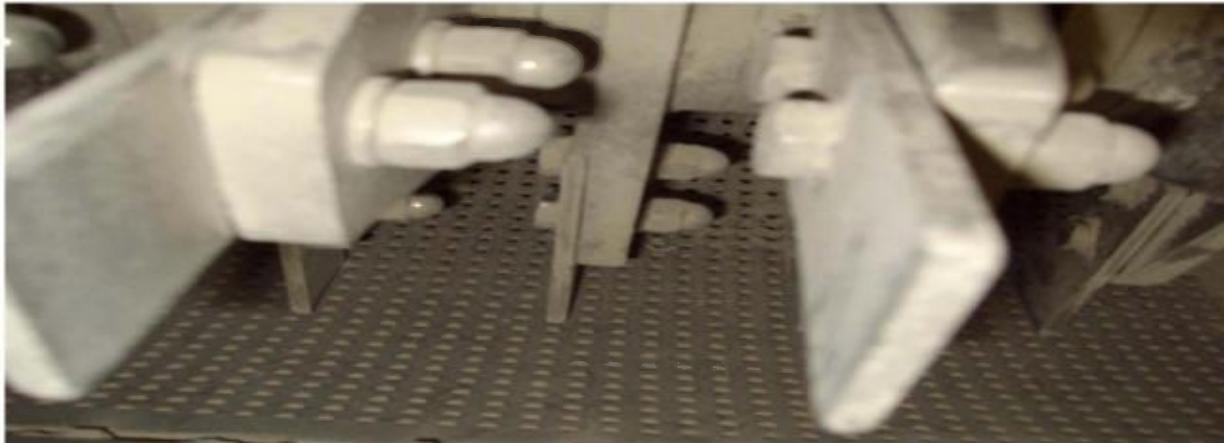


Le micro pulvérisateur est démonté et remonté après réception des pièces soudées.

Un prototype de tamis conçu à l'interne est fabriqué par un ingénieur. Les spécifications sont enregistrées dans le cahier des registres



Le micro-pulvérisateur est démonté une deuxième fois en raison de l'usure des marteaux.



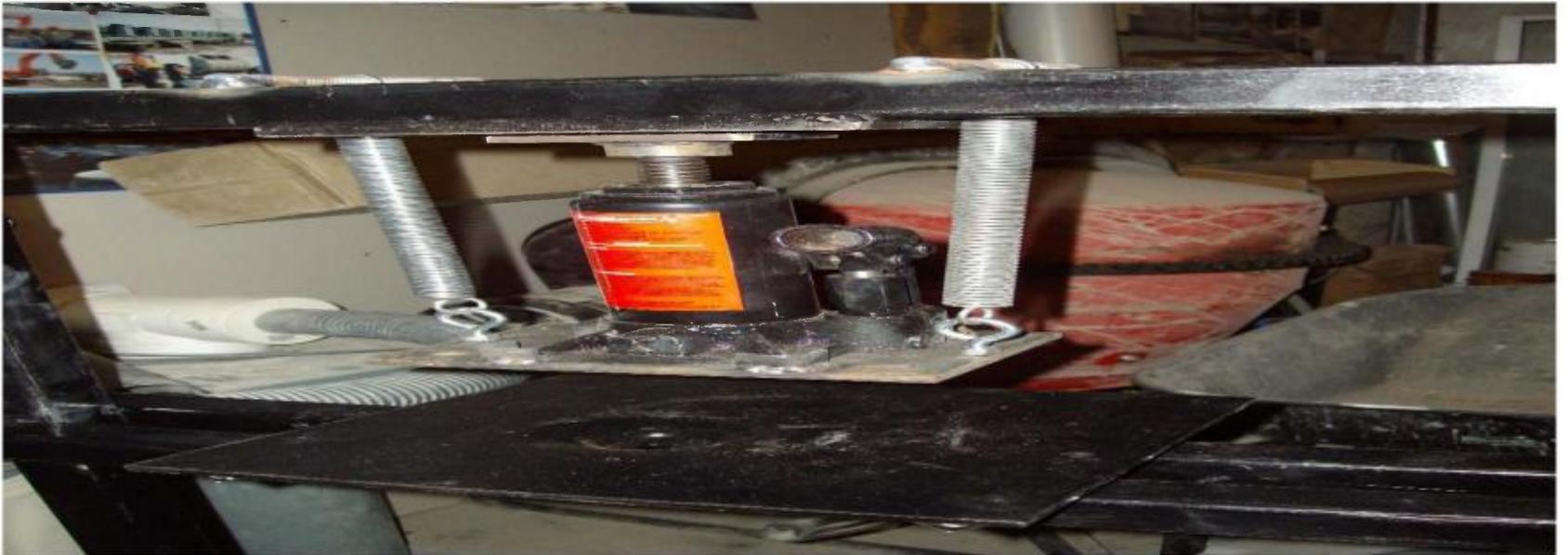
Le tuyau qui relie les différentes machines dont le broyeur est nettoyé. On constate qu'il faudrait qu'il soit réajusté pour ne pas s'engorger de poussières et faciliter l'accès jusqu'au dépoussiéreur.



Après avoir reçu le tamis, l'ensemble des pièces est remonté et les essais recommencent. Un support est mis en place pour améliorer les liaisons entre le micro pulvérisateur et le dépoussiéreur. La partie du tuyau qui est reliée au micro pulvérisateur est raccourcie.. La conception d'un prototype de doublure du liner est soumise à l'ingénierie pour des résultats finaux.



Des expériences pour faire un réservoir sur le site d'extraction en argile durcie commencent par la fabrication de moules en bois. Un presseur surélevé est conçu et fabriqué pour faire un poids sur l'argile afin qu'elle se déshydrate progressivement. Seuls les morceaux d'argile de plus de 4"X4"X1,2" ne fissurent pas.



D'autres ajustements techniques ont été faits sur le liner ainsi que sur des postes de travail autour du procédé de la phase sèche. Quant au dépoussiéreur, on a ajusté le poids qui le déstabilisait en installant un support. Un nettoyage complet a permis d'enlever les poussières qui engorgeaient le mécanisme de levée. Celui-ci a ensuite été huilé

3.2. Résultats des tests sur le procédé

Date	Quantité broyée	Objectif du test	Résultats	Observations/Recommandations
Jan.	1)1350 kg avec 3 tamis 2) 560 kg avec 2 tamis 3)511 kg avec 2 tamis	Mesurer la résistance des tamis	Les tamis d'usent prématurément sur un côté principalement	Faire la soudure du côté du tamis qui s'use en usine. Les tamis continuent de s'user. Concevoir un tamis et le fabriqué par une firme d'ingénieur
Fév..	1000 kg, 200 boulettes, 100 kg de poudre extrafine	Expérimenter un nouveau tamis	Après 1300 kg le tamis résiste. À chaque jour le dôme est démonté pour vérifier l'usure du tamis et des marteaux	On constate que plus les particules sont fines et légères, plus le volume augmente
Mars	2006 kg de poudre de 70% de moins de 5 microns sont broyés	Évaluer l'usure des pièces du micro pulvériseur	Après 3306 kg le tamis est usé. Le nettoyage des pièces, l'entretien du micro-pulvériseur et les liaisons avec le dépoussiéreur sont examinés	Le problème est résolu en grande partie. On passe à d'autres tests sur le procédé de la phase sèche.
Avril	338 kg de boue	Expérimenter les moules pour le durcissement de l'argile.	Des moules de plusieurs dimensions (8"X8", 6"6", 4"4" de longueur par 1/2 à 1".5) sont fabriqués.	Les pièces d'argile avec ou sans sable et ciment cassent à l'exception de celles faites uniquement en argile de dimensions 4"X4"X1.5"
Mai	35 kg de savons	Expérimenter des moules pour les savond	3 moules contenant 25 savons sont fabriqués en fibre glass.	Le coût des moules diminuent de 70% lorsqu'on les fabrique plutôt que de les acheter. Ils sont aussi mieux adaptés.

Juin	22 kg de savons	Finaliser les tests	Poursuite de l'expérience	Même observation que préalablement. En en fabriquant plusieurs on augmente aussi la productivité.
Août	573 kg de poudre sont broyés	Expérimenter le liner	Le liner s'use prématurément.	Demander à la firme d'ingénieur de fabriquer un autre liner en suivant des instructions précises.
Oct,	734 kg de boue de broyée dans l'attritor	Mesurer qualitativement et quantitativement les données pour connaître le temps, l'usure des pièces, le nombre de travailleurs pour fabriquer 120 tonnes de boue	Avec 6 travailleurs sur un horaire de 16 heures, on peut fabriquer en 2 semaines 40 tonnes de boue fine, 40 tonnes de boue (moins de 70 microns) très fine (moins de 20 microns) et 40 tonnes de boue extrafine (moins de 5 microns)	Mesurer d'autres paramètres pour être en mesure de produire rapidement à la demande
Nov.	844 kg de boue	Évaluer la conformité des produits par rapport au gel et dégel et autres conditions de température lors de l'entreposage et le transport de 120 tonnes de boue	Valider auprès de la clientèle leur attente par rapport à ces paramètres et conditions.	La définition de la vérification de la conformité est nécessaire pour la clientèle afin qu'elle approuve les échantillons au départ, à la moitié de la production et avant le départ des marchandises.

3.4. Résultats : quant aux objectifs

L'ensemble des tests sur les équipements sont concluants tant en ce qui a trait aux différents équipements dans les aires de fabrication dans la phase sèche et humide. La phase humide doit être révisée.

L'obtention de la licence d'exploitation de Santé Canada vient confirmer les qualités et caractéristiques du procédé. Les mesures de contrôle des produits comme le pH, la viscosité et la liquidité ont été précisées lors de la fabrication des produits. La demande de renouvellement de la licence d'exploitation a donné lieu à une amélioration des fiches techniques de fabrication, à une révision du cahier des registres et de laboratoire ainsi qu'à certaines procédures normalisées.

Des équipements, des ajustements technologiques et des postes de travail ont été réalisés afin de mieux organiser le travail et améliorer la sécurité. Des ajustements technologiques ont été faits dans l'ensemble des aires de fabrication pour un total de frais s'élevant à 3079\$ et se sont étalés du mois d'avril au mois de juin. Voir le mois d'avril et de juin dans matériel consommé.

Malgré les difficultés qu'on rencontre à ajuster les équipements et à les relier pour réaliser l'ensemble du procédé dans les aires de fabrication et du laboratoire, le procédé présente les résultats escomptés dans son installation et le fonctionnement de ses équipements.

4. RECOMMANDATIONS

4.1 Pour le procédé quant à la phase sèche et humide et quant aux opérations de mélange dans le laboratoire.

L'obtention de la licence d'exploitation de Santé-Canada confirme que notre site correspond aux bonnes pratiques de fabrication quant au grade de soins de santé naturels. Il faudra mettre en pratique les nouvelles PONs et les fiches. L'identification des problèmes doit constituer une priorité afin de résoudre ou encore d'y apporter des rectifications. Le cahier des registres doit être rempli à chaque opération pour qu'on puisse renouveler la licence à chaque année.

Il faut continuer d'améliorer les postes de travail pour les rendre davantage sécuritaires en faisant des ajustements techniques pour le déversement de la matière dans les équipements.

Les efforts pour remplacer le micropulvérisateur doivent se poursuivre afin d'améliorer le rendement de production dans la phase sèche. L'objectif de réaliser un procédé en circuit fermé pour éviter les problèmes de contaminations croisées doit se poursuivre ainsi que la résolution des problèmes que posent la rhéologie réversible du produit et le colmatage des pompes qui en résulte. Le niveau de liquidité et de viscosité doit faire l'objet d'études constantes pour que l'agglomération ne bloque pas et/ou n'endommage pas les circuits. Les problèmes d'étanchéité et d'usure des tamis doivent aussi être vérifiés ainsi que la mise à niveau des équipements.

Les pâles du mixeur planétaire ont été mis ajustés. Il faudra les ajuster correctement et vérifier le fonctionnement du système particulièrement quand nous fabriquerons des grosses batch.

L'installation d'un système de filtration d'air muni de filtres hepas peut également aider à résoudre la circulation des poussières dans l'air dans la phase sèche du procédé.

Les opérations de mélange et de stérilisation et le fonctionnement d'un laboratoire de grade 300000 feront l'objet d'une étude particulière en 2014. Avec la chambre propre mobile et le SAS, nous demanderons la certification d'un laboratoire de grade 100000.

L'année 2014 mettra en opération ces objectifs. Il faudra assurer un contrôle serré de la qualité. Pour cela, le procédé d'ensemble devra alors être révisé de l'entreposage, à la fabrication jusqu'au conditionnement, l'étiquetage et la livraison des produits avec le 3^{ème} renouvellement de la licence d'exploitation.

4.2 Pour les produits fabriqués avec le procédé

Les temps de broyage correspondent à une séparation granulométrique de plus en plus précise dans les produits. Cependant, la précision doit augmenter avec des tests avec le tamis une fois que les problèmes liés au broyeur secondaire seront résolus.

La granulométrie de moins de 2 microns doit être précisée parce qu'elle correspond à une norme d'identification des argiles. De plus, c'est dans cette partie qu'on retrouve les terres rares. De même, le pourcentage des particules de moins de 3,9% doit également être identifié parce qu'elle correspond à une autre définition des argiles.

Les mois de travail autour du contrôle de la qualité des produits quant à la viscosité, aux contrôles de la liquidité, du PH et de la stabilité doivent se poursuivre. Des procédures opératoires normalisées ont été produites pour la reproductivité de ces contrôles. L'argile a été reconnue comme ingrédient médicinal ce qui confirme la qualité intrinsèque de l'argile. En 2013, l'homologation des produits de cataplasmes, de pansement liquide, de poudre et de bain thérapeutique a été reconnue par Santé-Canada. Procéder à l'assurance de leur qualité par des contrôles stricts en remplissant les fiches techniques liées à l'ensemble des produits fabriqués avec le procédé devient une nécessité. De plus, il faut faire reconnaître d'autres produits de santé et augmenter les allégations.

Le cahier de charge doit être rempli quotidiennement afin de montrer que de la posologie, les normes d'étiquetage, d'entreposage, et de livraison correspondent aux exigences de produits de santé naturels. Les fiches techniques mises à jour permettront de faire ce travail.

La démarche spécifique pour conserver l'ensemble des propriétés des eaux interstitielles et des eaux libres doit se poursuivre. La caractérisation étant réalisée, il faut maintenant trouver les méthodes de traitement adaptées et les équipements qui y correspondent.

Identifier les équipements pour la fabrication des produits de bio ressource devient également un objectif pour la nouvelle année.

Dans la fabrication, il faudra poursuivre les analyses sur les séparations granulométriques qui peuvent générer plusieurs produits différents surtout si la séparation correspond à des minéraux définis. Le pourcentage minéralogique des séparations doivent être identifiées.

Après que les différentes séparations auront été réalisées ainsi qu'après la stérilisation, il faudra identifier ce qui a été modifié dans les éléments chimiques. On saura alors si ces différences transformations correspondent aux exigences des différents marchés et des différents pays. La nature des ajustements à faire sur les produits pour les rendre conformes aux normes internationales font aussi parties des objectifs. Tous ces aspects doivent être étudiés en relation avec les exigences des produits de santé naturels.

5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE

Documentation : Résultats de la recherche documentaire antérieure : plans et devis

Fiches techniques des machines avec spécification de chacune d'elles

Fiches de la maintenance et des préventions des contaminations

Photos

Feuilles de temps et liste des travaux effectués

Rapport d'étapes. Recommandations : Denise Saulnier

Cahier de laboratoire et de registres

Procédures opératoires normalisées.

LISTE DU PERSONNEL DU PROJET RS/DE

Prénom	Nom	Travaux réalisés dans le projet Rs/De
Marie - Anne	Boucher	Responsable des procédures opératoires normalisées et des contrôles de la qualité des produits. Assistance aux demandes pour le site d'exploitation à Santé-Canada et pour l'homologation des produits de santé naturels. Réalisation du cahier de laboratoire et des registres en collaboration avec Denise Saulnier. Formulation de produits.
Sylvie	Bouchard	Réalisation des travaux, réalisation des tests quant au fonctionnement du procédé dans les aires de fabrication des produits finis

Jean-Claude	Deroy	Réalisation des ajustements techniques. Responsable de la maintenance des équipements et de l'aire d'entreposage. Assistance aux tests et à l'entretien des aires de fabrication.
Philippe	Mimeault	Supervision des travaux, travail multifonctionnel et adjoint au travail lié au cahier des registres et du laboratoire : des fiches techniques, des procédures opératoires normalisées. Entrée informatique des données et assistance aux rapports des travaux et de l'assurance qualité.
Denise	Saulnier	Conception, coordination, évaluation des travaux et rédaction des rapports. Responsable des demandes pour le site d'exploitation à Santé-Canada et pour l'homologation des produits de santé naturels. Responsable de l'assurance qualité du site d'exploitation et des produits

LISTE DES EXPERTS CONSULTÉS

-  .Martin Blondeau, Ingénieur Civil, spécialisé dans l'automatisation des procédés, CATE
-  Harold Mimeault, Directeur de la maintenance, Technicien métallurgiste.
-  Ingénieurs de la firme TDA, Génie conseil.
-  Olivier Thomas, Ingénieur civil, Conseiller du Programme d'aide à la Recherche Industrielle PARI-CNRC, Conseil National de recherche du Canada
-  Réal Dugas, Ingénieur Civil, Firme TDA, Chargé de projet
-  Yacine Boumghar, PHD Chimiste et mba, Institut de la Chimie et de la Pétrochimie
-  Jean-François Picard, Géologue, Conseiller du Programme d'aide à la Recherche Industrielle PARI-CNRC, Conseil National de recherche du Canada



6.9 (Suite du programme PCMI4) PCMIC5: Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives. 28 pages. Saulnier, Denise. Année 2013

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2013 AU 31 DÉCEMBRE 2013

Par : Denise Saulnier, présidente

Bureau de vente / Sales office
Tel. : 514. 593.4261 Fax : 418.567.1244

Gisement et siège social / Deposit et installations
Tel. : (418) 567-9620 Fax : 514-593-4261

infos@argileeaumer.ca
denisesaulnier@argileeaumer.ca

164 rue de la Baie Saint-Iudger, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1H0

www.argileeaumer.ca

TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

1. OBJECTIFS SCIENTIFIQUES ET TECHNOLOGIQUES.....	P.4
1.1 Contexte du projet	
1.2 Démarches et actions initiales	
1.3 Intention de résoudre un problème technologique	
1.4. Objectifs du projet : Savoir technologique ou connaissance de base	
1.4.1 Inexistante ou limites de la technologie ou des connaissances disponibles	
1.5 Avancement scientifique ou technologique : Problèmes / incertitudes	
1.5.1 Nécessité du produit, améliorations apportées par le produit, aspects innovateurs clés du produit ou du service.	
1.5.2 Solutions / hypothèses à développer et à valider	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX.....	P.9
2.1 Description des travaux du 1 janvier 2011 au 31 décembre 2011	
2.2. Description de travaux de chaque travailleur : feuille de temps et description des tâches	
3. RÉSULTATS.....	P. 20
3.1. Résultats des analyses de laboratoires sur les eaux libres et liées	
3.2. Résultats des analyses sur l'argile marine de Manicouagan	
3.3. Résultats quant à l'avancement technologique obtenu	
3.4. Résultats quant aux objectifs	
4. RECOMMANDATIONS.....	P. 26
4.1 Pour les poudres	
4.2 Pour les boues	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE.....	P. 28

Sommaire technique T-661

5.4 .RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX DU PROJET RS&DE

Code de projet : PCMIC5

Nom du projet : : Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation des produits

Noms des chargés de projet : Julie Beaulieu, Philippe Mimeault et Denise Saulnier pour Argile eau mer.

Consultants externes :

Chérif Aidara, PHD microbiologiste pour Biodiversité
Juliette Garcia, Chimiste, Oleotek, CEGEP De Thetford Mines
Guy Jobin, PHD en microbiologie et en phytopathologie, CEDFOB
Josée Duchesne: PHD spécialisé en minéralogie. Université Laval

Date de début du projet: 1 janvier 2009

Date de fin du projet présumée : Janvier 2018

Tél. | 418.567.9620

Fax : 514.593.4261

Courriel : infos@argileeaumer.ca

1. OBJECTIFS SCIENTIFIQUES ET TECHNOLOGIQUES : INTENTION DU PROJET RS&DE

1.1 Contexte du projet

L'argile marine est une matière naturelle unique avec des composants spécifiques en eau, en organismes biologiques, en éléments chimiques, en molécules minérales et en forces physiques qui doivent être connues pour être traitées et transformées. Faire reconnaître une nouvelle matière première pour des usages thérapeutiques nécessite une caractérisation de l'argile marine ainsi que de ces eaux libres et liées. Les nouvelles technologies de stérilisation, de conservation et de conditionnement inventoriées procureront des avantages concurrentiels certains puisqu'ils seront associés au gisement d'argile eau mer par une appellation d'origine de Manicouagan-Uapiska, territoire maintenant reconnu par l'UNESCO comme réserve de la biosphère Mondiale.

L'obtention de la licence d'exploitation de Santé-Canada qui atteste que le site d'exploitation d'Argile eau mer correspond aux bonnes pratiques de fabrication est venue confirmer que les méthodes industrielles pour la stérilisation et la conservation des produits finis correspondent aux normes de Santé Canada. Cette reconnaissance est obtenue par des analyses de laboratoires, des articles, des livres démontrant les utilisations traditionnelles des argiles et boues minérales ainsi que des articles et livres scientifiques pour démontrer des allégations d'ordre médicinal

Une fiche technique des composants de l'argile et des eaux libres et liées représentent un deuxième avancement technologique. Deux recherches d'information sur les effets thérapeutiques de l'argile et des boues argileuses provenant de l'ICIST ont été présentées à Santé-Canada pour l'obtention d'une licence de mise en marché. Des comparaisons avec d'autres argiles utilisées en pharmacologie, font l'avancée technologique de cette nouvelle matière première qui vise à faire reconnaître scientifiquement ce type unique d'argile sans passer par des essais cliniques.

Un rapport sur l'assurance qualité des produits finis a été déposé faisant la preuve que les formes posologiques de l'argile marine pour des usages topiques ne contenait ni métaux lourds ni bactéries pathogènes, ni asbestos démontrant ainsi l'innocuité des produits finis de gel, de suspension, de poudre et de savon ferme fabriqués avec de l'argile marine de Manicouagan. D'autres analyses ont été ajoutées pour établir la durée de vie de ces produits finis dans des conditions de temps réel. L'avancement technologique a été confirmé par l'obtention de l'homologation de l'argile comme ingrédient médicinal nommé complexe minéral de silicate.

Les caractéristiques et propriétés granulométriques, physicochimiques et microbiologiques ont été identifiées et quantifiées dans la matière à l'état brut et dans les produits finis. Aucune bactérie pathogène n'a été détectée, ni de métaux lourds dépassant les limites acceptables. La durée de vie

des produits à été établie. Les fiches techniques démontrent que les caractéristiques et propriétés des produits finis stérilisés et conditionnée selon les différentes techniques correspondent aux réglementations .Une demande d'homologation et de licence de mise en marché a été déposée pour le gel, la suspension, la poudre et le savon d'argile.

L'entreposage des produits aux températures qui conviennent ainsi que les conditions de livraison font partie des connaissances à développer.

1.2 Démarches et actions initiales

La prévention des contaminations en vue de la conservation et de la stérilisation des produits ont fait partie de programme de recherche spécifique depuis 1998. Les études faites à la faculté de Pharmacie de l'Université de Montréal en 1999 ont conduit a adopté une stérilisation à la vapeur des échantillons .Les produits sont mis dans une autoclave à un temps et à une température définis par kilos. Cette technique a été suivie jusqu'à maintenant avec des variations pour correspondre aux différentes législations de différents pays.

Depuis 2000, des analyses microbiologiques ont été effectuées sur chaque lot extrait et ont confirmé l'absence de bactéries non pathogènes dans le matériel. Cependant, pour correspondre aux règles des pays dans lesquels on vend nos produits, il faut que les techniques de stérilisation et de conservation soient adaptées à ces législations quant à la présence bactérienne. Ces techniques varient d'un pays voir même d'un continent à l'autre. On y voit l'intérêt de bien identifier les composants organiques de l'argile pour correspondre aux différentes réglementations des marchés.

La nécessité d'une législation uniformisée dans l'Union européenne fait l'objet de plusieurs études. Pour que la reconnaissance du caractère thérapeutique des boues soit démontrée, la nécessité et l'importance des analyses microbiologiques et des techniques de conservation pour garder les propriétés naturelles des boues intactes doivent, en effet, correspondre à des normes définies, claires et si possible universelles.

Au Canada, l'homologation des produits de soins de santé naturels nécessite également des analyses microbiologiques et biochimiques qui démontrent le caractère thérapeutique des produits, l'absence de bactéries pathogènes et l'absence ou la présence en nombre acceptable de bactéries non pathogènes. Des techniques de conservation des produits après la fabrication et l'utilisation en clientèle doivent correspondre aux bonnes pratiques de fabrication pour prévenir les contaminations lors de la fabrication des produits démontrant ainsi leur pureté, leur qualité et leur innocuité.

Les analyses de laboratoires indépendants au Québec ainsi que des visites à des laboratoires et à des Universités réputés ont été effectuées. Devant la complexité du problème des contaminations, nous devons entreprendre un programme spécifique pour les identifier afin de trouver les techniques industrielles de conservation appropriées lors de l'extraction, du transport, de l'entreposage et de la fabrication jusqu'aux produits finis.

Ces exigences sont inhérentes aux bonnes pratiques de fabrication et sont exigées pour l'homologation de l'argile comme produits de santé naturels.

Les analyses microbiologiques sur les eaux libres et les eaux liées, celles qui sont en surface dans le gisement et celles qui sont souterraines ajoutent de nouvelles données aux analyses sur la boue. Le développement de nouveaux produits issus des études sur les eaux sont également en cours.

Toutes ces raisons font que le présent programme de recherche intègre les précédents programmes sur les techniques de conservation et poursuit la recherche sur la caractérisation des eaux libres et les eaux liées pour trouver les techniques de traitement et de conservation afin d'en faire des produits séparés.

1.3 Intention de résoudre un problème technologique

Les incertitudes de ce programme de recherche sont liées à l'innocuité et à la pureté des produits afin de prévenir les contaminations c'est-à-dire aux bactéries et autres contaminants qui pourraient venir contaminer les produits. Trouver les causes avant qu'elles se produisent, les identifier correctement si elles arrivent et inventorier des méthodes industrielles pour qu'elles ne se reproduisent pas font partie des problématiques à résoudre. Les analyses se font dans le laboratoire interne et des laboratoires externes certifiés. Les méthodes touchent aux programmes du procédé d'extraction parce qu'on cherche à éliminer les contaminations à la source afin qu'elles ne se trouvent pas dans la matière traitée par le procédé de fabrication ce qui signifie que de l'entreposage jusqu'au conditionnement des produits, on supervise les différentes étapes de fabrication pour que des contaminations ne se retrouvent pas dans les produits finis. Contenants, contenus, étiquetage et livraison sont conçus selon des méthodes certifiées et vérifiées. Le programme de recherche de cette année a porté principalement sur la révision des preuves sur l'innocuité et la pureté pour obtenir l'homologation des produits de santé naturels. -Les NPN ont été obtenus en avril. Pour assurer la péremption des gels et des suspensions qui contiennent leurs eaux originelles et développer d'autres produits, on doit résoudre les problèmes de contaminations causées par des bactéries aérobies non pathogènes qu'on retrouve dans certains produits à des taux plus élevés que la norme. Ces produits ont été stérilisés selon la procédure opératoire normalisée. Comme il n'y a pas de conservateurs dans nos produits, on doit identifier les causes et trouver les méthodes de traitement pour les résoudre et vérifier leur stabilité avant de les mettre sur le marché. Des analyses microbiologiques et de stabilité ont été effectuées. Des tests sur les équipements et les contenants de stérilisation ont été révisés. Les contenants ont été changés. Les techniques de nettoyage de la chambre propre, du SAS et du laboratoire ont été révisées et les filtres hépas dans le système de ventilation évalués. La confirmation des solutions passera par les analyses après la mise en stabilité. Un rapport sur l'absence d'asbestose est également produit.

1.4. Incertitudes technologiques : problèmes à surmonter

Pour faire reconnaître les PSN par Santé-Canada il faut prouver que l'argile marine de Manicouagan s'inscrit dans la littérature scientifique comme un type d'argile pouvant être utilisée en thérapeutique médicale. Une première demande traditionnelle a été présentée en juin 2010 et refusée parce qu'on ne retrouvait pas ce type d'argile dans la médecine traditionnelle. Une deuxième demande non traditionnelle pour faire reconnaître l'argile comme ingrédient médicinal par comparaison avec les argiles et les boues commercialisées comme médicalement a été présentée en juillet 2011 et acceptée. Finalement, une troisième demande non traditionnelle présentée en novembre 2011 a été jugée incomplète pour les raisons suivantes: Les articles ne mentionnent aucune dose même si les allégations peuvent être supportées. Une recherche dans la base de données de produits de santé naturels, énumère les différentes entrées pour les ingrédients argile, bentonite et kaolin. Donc si ces ingrédients ne sont pas des synonymes il faut faire la preuve scientifique de l'efficacité et de l'innocuité de l'argile de Manicouagan comme matière spécifique. La chlorophylle comme ingrédient médicinal doit être supportée par des preuves scientifiques ou monographies. Ce n'est pas suffisant que l'ingrédient se retrouve dans la base de données ou d'avoir une copie du rapport de synthèse pour établir la preuve. Il est recommandé que les preuves scientifiques soumises supportent la dose de tous les ingrédients médicinaux ainsi que les allégations. Pour supporter l'innocuité d'un ingrédient médicinal les preuves doivent faire mention de la dose énoncée sur le formulaire et cette dose doit être = ou +. Il est important aussi que le nom commun, le nom propre et la provenance de l'ingrédient médicinal énoncé ainsi que la voie d'administration soit retrouvés dans les articles scientifiques ou monographies utilisées pour supporter les ingrédients. Pour supporter l'efficacité d'un ingrédient médicinal, les preuves scientifiques et monographies doivent supporter la dose minimum énoncée sur le formulaire de demande. Peut-être qu'il serait mieux de représenter les ingrédients médicinaux différemment sur le formulaire de demande de licence de mise en marché. Suite à ces recommandations, une nouvelle demande a été présentée en juin 2012 et acceptée. Les résultats sont expliqués plus haut. Un inventaire des produits entreposés a été fait puisque certains étaient là depuis les échantillonnages de 2007. Des seaux de 30 kg sont retirés. De la matière jugée suspecte a été sorti de l'entrepôt. Les causes de l'apparition des levures et moisissures identifiées par un microbiologiste sont en recherche sans qu'on soit arrivé à des résultats certains. Une réorganisation des produits et échantillons pour les codifier afin que la traçabilité soit assurée a été réalisée. Le cahier des registres a été mis à date. La même démarche a été entreprise dans le marché pour remplacer les produits périmés. D'autre part, la caractérisation moléculaire et microbiologique sur les bioressources de la forêt boréale sera nécessaire après avoir analysé les échantillons séchés selon leur taux d'humidité et leur rendement.

1.4.2 Expérience industrielle courante - problèmes et possibilités.

À notre connaissance aucune recherche systématique n'a été entreprise sur les eaux interstitielles ou les eaux liées à la boue pour des usages thérapeutiques et dermocosmétiques. Il n'existe pas non plus des études qui ont été faites sur les composants des eaux libres et liées ayant

établies leurs ressemblances et leurs différences. Il existe des études développées sur les eaux de mer, les eaux thermales, les eaux potables, les eaux lourdes mais elles sont liées à un lieu géographique précis puisque c'est de là qu'elles originent.

Les recherches sur les eaux libres et liées existantes dans un bloc de ressource du rang de Pointe-aux-Outardes, Canton Manicouagan sont une première en ce qui concerne surtout leurs utilisation pour fabriquer des produits pour les soins de santé naturels.

1.5. Améliorations technologiques / Cibles escomptées

Les contaminations en général et celles qui sont croisées sont le principal problème à résoudre avant que les produits finis de santé naturels soient mis sur le marché. Assurer l'innocuité sans ajout de conservateurs est l'amélioration technologique recherchée. Des méthodes industrielles de conservation doivent être développées si on veut conserver les eaux originelles dans les produits et la matière microorganque. Les deux ont des propriétés thérapeutiques.

Les argiles vendues proviennent très majoritairement de roches broyées mécaniquement . Le procédé par séparation électromagnétique les assèchent et souvent elles sont vendues telles qu'elles sans avoir été stérilisées ou encore elles sont irradiées. Pour en faire des boues et des liquides, des conservateurs sont ajoutées à l'argile hydratée qui lui font perdre des propriétés naturelles. Les effets nocifs des conservateurs surtout artificiels sont de plus en plus dénoncés.

L'argile marine est à l'état de boue quand est extraite. On cherche des techniques industrielles sans ajout de conservateurs pour son traitement comme produit 100% naturel pour conserver ses propriétés médicinales . La stérilisation à l'autoclave à un degré précis de température conserve l'intégrité des matières organiques et les propriétés des eaux liées et libres constitutives du gisement. Cependant, une entrée d'air lors de la stérilisation et du conditionnement en salle blanche, un équipement de laboratoire mal entretenu ou inadapté, des pratiques de travail non conformes aux procédures, des traces de produits de nettoyages ou encore des contenants pas hermétiques peuvent entraîner un développement bactérien et venir diminuer la durée de vie des produits. Développer des méthodes industrielles de conservation après la stérilisation pour prévenir le développement bactérien sans mettre des conservateurs serait une avancée majeure. La base scientifique pour l'amélioration technologique recherchée repose sur différents domaines de savoir qui font appel à des expertises en microbiologie, en biochimie, en physique ainsi qu'à la thérapeutique. Quant aux méthodes industrielles de conservation, on peut trouver des solutions avec l'ingénierie chimique. La problématique des contenants hermétiques quant à la date de péremption et à la date d'ouverture des produits doit aussi être considérée dans l'avancement technologique recherché.

2. DESCRIPTION DES TRAVAUX

2.1. Description synthétique du travail mensuel

JANVIER: Une évaluation et une révision du cahier des registres et de laboratoire est effectuée par les responsables du programme pour finaliser le rapport de l'année 2012 et planifier le programme pour l'année en cours. L'analyse de la stérilisation des produits et l'identification des bactéries aérobies pour allonger leur date de péremption fera partie des priorités de l'année en cours. On tentera d'identifier les méthodes de conservation adaptées aux produits finis de santé.

FÉVRIER : On procède à l'achat d'un fisher scientifique et on fait des essais de stérilisation sur 264,5 kg de poudre, de gel et de suspension pour avoir des données quant à la demande de NPN à Santé-Canada.

MARS : Les questions de Santé-Canada sur l'homologation des produits de poudre, gel, suspension et savon thérapeutique amènent une révision de notre demande. 13,75 Kg d'échantillons sont envoyés au laboratoire d'Oleotek pour des analyses sur la stabilité des savons liquides.

AVRIL : Des échantillons sont préparés et envoyés au laboratoire Exova pour confirmer l'innocuité de 89,5kg d'argile. Les résultats sont positifs. On obtient l'homologation des produits de santé naturels en avril.

MAI : Afin d'éliminer une par une les causes d'augmentation des bactéries aérobies dans les suspensions et les cataplasmes, on procède en équipe à l'identification de ces causes. La première solution est de faire le nettoyage complet de la chambre blanche et du SAS, des équipements et du laboratoire. On analysera les autres causes avec la chimiste pour mettre en tests les produits et identifier des solutions. Des démarches sont faites pour qu'on procède à l'évaluation des analyses minérales pour confirmer l'absence d'asbestos dans les produits.

JUIN : On reprend l'analyse des causes de la présence des bactéries aérobies avec la chimiste et l'ensemble des intervenants dans le programme. On stérilise 1311 kg de suspensions et de cataplasmes. La chimiste propose de remplacer les contenants de stérilisation afin de s'assurer qu'ils soient complètement stériles avant de procéder aux essais. On procède à l'achat de Agricoplastique bac.. On suppose que ces bacs réduiront le temps du conditionnement parce qu'ils contiennent trois plus d'argile stérile. Des échantillons sont envoyés au laboratoire externe pour analyses. Le nettoyage complet du laboratoire s'effectue,

JUILLET : Les résultats des analyses sont analysés en équipe. La poudre qui a été seulement étuvée en pochette est stérile. Des options de stérilisation sont proposées : resté avec le même procédé (étuvé 2X), étuvé en pot seulement, étuvé en pochette seulement. L'étuvage en pochette semble être la meilleure

option parce qu'elle est plus sécuritaire . Par contre, la mise en pochette des poudres est très longue (donc couteuse) et difficile physiquement. L'analyse d'une pochette de boue (pansement liquide) pas étuvée montre des contaminations microbiennes. L'analyse d'une pochette étuvée (cataplasme) montre qu'il y a toujours des contaminations microbiennes. Puisque le temps d'autoclavage utilisé avait préalablement été déterminé suite à des analyses microbiennes, la solution la plus probable serait de changer le filtre de la hotte et de refaire ces deux analyses avec des boues qui seraient traitées sous la nouvelle hotte. Ainsi, on pourrait ajuster le temps d'autoclavage au temps de l'étuvage. Pour le moment, il est très important que les employés stérilisent les boues dans l'autoclave et dans l'étuve jusqu'à ce que le problème soit réglé et que de nouveaux tests bactériologiques soient effectués parce qu'on sait que l'innocuité des produits est assurée avec cette méthode.

AOÛT : Les données sont entrées dans les fiches et le cahier des registres. La chimiste produit un rapport. 234 litres d'eaux sont extraites pour analyses de leur activité biologique.. Des échantillons sont préparés et envoyés au laboratoire. Les résultats sont les mêmes : absence bactérienne dans la poudre et présence bactérienne dans les gels et cataplasmes qui ne sont pas étuvées seulement autoclavées.

SEPTEMBRE : Des mesures sont prises pour corriger cela en ajoutant un support dans la salle blanche pour faciliter le remplissage des pochettes. Tous les équipements sont ensuite stérilisés. Les contenants de stérilisation sont fermés dès leur sortie de l'autoclave.

OCTOBRE : 29,5 kg de poudre non stérilisées sont mis à l'essais pour vérifier la stérilisation par l'étuve. Préparés et envoyés au laboratoire, les résultats démontrent une faible présence bactérienne.

NOVEMBRE : 29 kg de poudre sont stérilisées à l'autoclave. Les échantillons sont envoyés au laboratoire qui donnent des résultats d'absence de bactéries aérobies.

DÉCEMBRE : L'ensemble des résultats sont entrés dans le cahier de laboratoire et des registres et le bilan est fait en équipe. Les essais, analyses, Résultats et hypothèses sont envoyés au microbiologiste pour recommandations.

2.2. Description des travaux des travailleurs. Feuille de temps et tâches

		FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2013																														Nom.heures	Payées	
PCMIC5		PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-6																																
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
		M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J		
Travail de Philippe Mimeault								8	8	8																					4		36	648
Travail de Denise Saulnier								8	8	8								8													4		52	640
		0	0	0	0	0	0	16	16	16	0	0	0	0	0	0	0	16	0	0	0	0	8	0	0	0	0	8	8	8	0	0	88	1288
		Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard							8																									8	120	
Congés fériés																																96	1408	
Vacances																																		
		Semaine du 7 au 11 janvier																																
Travail de Philippe Mimeault		Revision du cahier des registres et de laboratoire pour la rédaction du rapport annuel 2012. Planification du travail de rédaction																																
Travail de Denise Saulnier		Revision du cahier des registres et de laboratoire pour la rédaction du rapport annuel 2012. Travail de rédaction et de synthèse.																																
		Le 17 janvier																																
Travail de Philippe Mimeault		Finalisation du rapport final annuel sur le programme de PCMIC4. Planification du travail de PCMIC5																																
Travail de Denise Saulnier		Finalisation du rapport final annuel sur le programme de PCMIC4. Planification du travail de PCMIC5. Revision.																																
		Le 29 janvier																																
Travail de Philippe Mimeault		Analyse du problème des bactéries aérobies en fonction de trouver des méthodes industrielles de conservation des produits pour allonger la date de péremption. Ce travail se fait en collaboration avec le microbiologiste.																																
Travail de Denise Saulnier		Revision du cahier des registres et de laboratoire pour la rédaction du rapport annuel 2012																																

		FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2013																												Nom.heures	Payées
PCMIC5	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28			
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J			
Sylvie Bouchard																			8						8				16	240 \$	
Travail de Philippe Mimeault																			8	8									16	288 \$	
Travail de Denise Saulnier																			8	8									16	1 120 \$	
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24	16	0	8	0	0	8	0	8	8	0	48	1 648 \$
Travail de Solange Bouchard												8																	8	120 \$	
	Le 19 au 22																												56	1 768 \$	
Travail de Sylvie Bouchard	Évaluation en équipe des problèmes qu'on rencontre avec la date de péremption. Les analyses démontre un pourcentage élevé de bactéries aéroé dans les masques et les pansements liquides. S.B. entreprend un nettoyage complet du laboratoire																														
Travail de Philippe Mimeault	le 20: Révision avec le microbiologiste du cahier de l'autoclave et stérilisation des eaux																														
Travail de Denise Saulnier	Supervision du travail de nettoyage et de stérilisation et entrée des activités dans les cahier des registres.																														
	Le 25																														
Travail de Sylvie Bouchard	Inspection des filtres d'aération et des filtres dans la salle propre. Poursuite du nettoyage:murs, plafond, équipements, salle propre, sas et fiches. On procède à l'achat d'un fisher scientifique et on fait des essais de stérilisation sur 264,5 kg de poudre, de gel et suspension sont stérilisés pour avoir des données quant à la demande de NPN à Santé-Canada.																														

		FEUILLE DE TEMPS MARS 2013																															Nom.heures	
Description du programme	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																																	
PCMIC5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D			
Travail de Denise Saulnier					8	8						8																				32	576	
Travail de Philippe Mimeault					8	8					8	8																				24	1680	
	0	0	0	0	16	16		0	0	0	8	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	56	2256	
Travail de Solange Bouchard																									8							8	120	
Congés fériés																																64	2376	
Vacances																																		

Du 5 au 12 mars

Les questions de Santé-Canada sur l'homologation des produits de poudre, gel, suspension et savon thérapeutique amènent une révision de notre demande. Après ces preuves, P.M. et D.S. ont établi le rapport sur la pureté pour ensuite remplir le formulaire de spécifications des produits finis. Des preuves sont apportées pour démontrer que la matière d'origine des produits finis ne contient pas de métaux lourds

ni bactéries pathogènes. Ces analyses de laboratoire sont reprises et d'autres analyses sont ajoutées pour démontrer la pureté des produits finis de gel, de suspension, de poudre et de savon ferme fabriqués avec de l'argile marine de Manicouagan. Dans la deuxième partie du rapport qualité sont énoncées les exigences concernant les spécifications des produits finis. La troisième partie du rapport présente des preuves à partir d'articles scientifiques démontrant les usages médicaux de l'argile de Manicouagan par comparaison aux propriétés physiques, chimiques, minéralogiques, microbiologiques et contaminants de métaux lourds des argiles minérales présentes sur le marché. Ensuite, PM prépare 13,75 Kg d'échantillons sont envoyés au laboratoire d'Oleotek pour des analyses sur la des savons liquides.D.S. complète les preuves sur l'innocuité sur la poudre d'argile marine avec le tableau qui indique les résultats.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2013																														Nom.heures	Payées
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
PCMIC5	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Denise Saulnier	0	0	0	0	0				8	4	4																				16	1 120 \$
travail de Philippe Mimeault	0	0	0	0	0				8	4																				4	16	288 \$
	0	0	0	0	0	0	0	0	16	8	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	32	1 408 \$
Travail de Solange Bouchard																														8	8	120 \$
Congés fériés																															40	1 528 \$
Vacances																																

Les 9-10-11 et 4 avril

Des échantillons sont préparés et envoyés au laboratoire Exova pour confirmer l'innocuité de 89,5kg d'argile. Les résultats sont positifs. On obtient l'homologation des produits de santé naturels en avril.

D.S. et P.M. font l'inventaire pour déterminer les produits finis dont la date de péremption est terminée. 673 kilos de boue entreposées dans de seaux de 30kg sont à restériliser par PM puisque leurs dates de production est de plus de 20 mois.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MAI 2013																															Nom.heures	Payées
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
PCMIC5	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V		
Travail de Sylvie Bouchard									8																							8	120 \$
Travail de Denise Saulnier									8																		8	8	8	8		40	753 \$
travail de Philippe Mimeault									8																		8	8	8			32	576 \$
Travail de Solange Bouchard																															8	8	120 \$
																																88	1 569 \$

Le 10 mai

D.S. et P.M. aidé de SB finissent leur inventaire avec comme résultat de sortir de l'entrepôt 454 kg entreposés dans 2 barils parce que les sacs de plastiques sont brisés ce qui a entraîné de la rouille autour des barils rendant la matière inutilisable. Cette matière est entreposée depuis 2007.

Du 20 au 30

PM retire 9 autres sceaux de 30 kg parce qu'ils contiennent des levures et moisissures. Ceux-ci sont stérilisés depuis seulement 4 mois. On cherchera à connaître les causes après le dépôt des DLMM et formulaires. DS entreprend de faire un rapport sur ces contaminations

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2013																														Nom.heures	Payées
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D			
Travail de Sylvie Bouchard											8																				40	600
Marie-Anne Boucher											8	8	8	8				8			8										72	1584
Travail de Jean-Claude Dero											8																				40	720
travail de Philippe Mimeault											8																				40	720
Travail de Denise Saulnier											8	8	8	8				8													72	1673
Travail de Solange Bouchard																									8						8	120
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	40	16	16	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	40	40	32	40	40	0	0	272	5417

Du 11 au 14

Un travail d'équipe procède à l'analyse des causes de la présence des bactéries aérobies avec la chimiste et l'ensemble des intervenants dans le programme. On stérilise 1311 kg de suspensions et de cataplasmes. La chimiste MAB propose de remplacer les contenants de stérilisation afin de s'assurer qu'ils soient complètement stériles avant de procéder aux essais. MAB et DS cherchent les contenants adaptés et procèdent à l'achat de Agricoplastique bac.. On suppose que ces bacs réduiront le temps du conditionnement parce qu'ils contiennent trois plus d'argile stérile. Des échantillons sont envoyés au laboratoire externe pour analyses.

Les 18 et 21

Le nettoyage complet du laboratoire s'effectue

Le 25

Plusieurs essais de stérilisation sont effectués en équipe sur 1022 kg de matière sélectionnée.

Les 26,27 et 28

P.M. SB, JCD poursuivent la cueillette des aiguilles de Mélèze . Les échantillons sont transmis au CEDFOB. Les données de températures et d'humidités des échantillons mis dans le séchoir du CEDFOB pour le séchage des aiguilles de mélèze et des chatons d'aulne sont analysés . De plus, la précision liée aux instruments de mesure utilisés est donnée et ensuite analysée par MAB avec une Balance *Scout Pro Educational*, d'une capacité de 400 g, précise au 0,1g près. Le thermomètre/hygromètre est de marque Oregon Scientific RMS600A, avec une résolution de 1% pour l'humidité et de 0,1 degrés Celcius pour la température. DS enregistre l'ensemble des travaux dans le cahier des registres pour la traçabilité.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2013																															Nom.heures	Payées		
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																																		
PCMIC5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31				
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M				
Travail de Sylvie Bouchard	8			8																													2	18	270
Travail de Marie-Anne Boucher	8			8											8	8											8			8	8	2	58	748	
Travail de Jean-Claude Derooy	8																															2	10	180	
Travail de Philippe Mimeault	8			8											8																	2	26	494	
Travail de Denise Saulnier	8			8																												2	18	2260	
Travail de Solange Bouchard																																8	8	16	240
	40	0	0	32	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	16	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	8	8	10	146	4192		

Le 26,27 et 28

Les résultats des analyses sont étudiés en équipe. La poudre qui a été seulement étuvée en pochette est stérile. Des options de stérilisation sont proposées : resté avec le même procédé (étuvé 2X), étuvé en pot seulement, étuvé en pochette seulement. L'étuvage en pochette semble être la meilleure option parce qu'elle est plus sécuritaire . Par contre, la mise en pochette des poudres est très longue (donc couteuse) et difficile physiquement.

Les 15 et 16

MAB et PM procèdent à l'analyse d'une pochette de boue (pansement liquide) pas étuvée qui montre des contaminations microbiennes. L'analyse d'une pochette étuvée (cataplasme) montre qu'il y a toujours des contaminations microbiennes. Puisque le temps d'autoclavage utilisé avait préalablement été déterminé suite à des analyses microbiennes, la solution la plus probable serait de changer le filtre de la hotte et de refaire ces deux analyses avec des boues qui seraient traitées sous la nouvelle hotte. Ainsi, on pourrait ajuster le temps d'autoclavage au temps de l'étuvage. Pour le moment, il est très important que les employés stérilisent les boues dans l'autoclave et dans l'étuve jusqu'à ce que le problème soit réglé et que de nouveaux tests bactériologiques soient effectués parce qu'on sait que l'innocuité des produits est assurée avec cette méthode.

Du 26 au 31

MBA entre les résultats de ces différentes analyses dans la cahier de laboratoire et des registres. Elle continue d'étudier les causes des contaminations et elle fait part de son travail et de ses recommandations lors d'un travail d'équipe le 31

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2013																															Nom.heures	Payées
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S		
PCMIC5	8	8																															\$
Travail de Sylvie Bouchard	8	8																														16	240
Travail de Marie-Anne Boucher	8	8									8																					24	528
Travail de Philippe Mimeault	8	8																			4	8	8			8			8		60	1140	
travail de Denise Saulnier	8	8																														16	1120
Travail de Solange Bouchard																			8													8	120
	32	32	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0	8	0	4	8	8	0	0	8	0	0	8	8	0	124	3148

Du 1 au 12

Travail d'équipe suite à la réception des résultats des analyses Exova. On planifie ensuite le travail pour que MAB prépare et emporte des échantillons d'eau et de bioressources à L'UQ de Chicoutimi pour analyse de l'activité biologique et l'absence de cytotoxicité pour certifier l'innocuité.

Du 21 au 30

Le CEDFOB fait le suivi du taux d'humidité et de la température du séchoir pour mélèze01, mélèze02, aulne01 et achillée01.

Philippe Mimeault qui est chargé de remettre les échantillons au CEDFOB pour les faire sécher et ensuite les analyser. Le tout est entré dans le cahier des registres. La cueillette se poursuit par PM avec les aiguilles de mélèze et l'achillée mille feuilles. Le processus est le même. Les échantillons sont mis au séchoir, lorsque secs, ils sont analysés et les fiches sont remis avec les aiguilles de mélèze et l'achillée mille feuilles.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2013																														Nom.heures	Payées		
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30				
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M			
Travail de Sylvie Bouchard									8	8	8	8	8																		8	8	56	1080
Travail de Jean-Claude Deroy																																	0	0
Travail de Philippe Mimeault									8	8	8	8	8																			40	760	
Travail de Claude Saulnier									8	8	4																					20	340	
Travail de Denise Saulnier									8	8	8	8	8																			40	800	
Travail de Solange Bouchard																8																8	120	
	0	0	0	0	0	0	0	0	32	32	28	24	24	0	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	8	164	3100	

Les 9,10,11

Pour corriger la présence bactérienne des mesures sont prises des mesures en équipe pour les corriger en ajoutant un support dans la salle blanche pour faciliter le remplissage des pochettes. Ensuite on établit une procédure de remplissage qui éliminerait des manipulations. L'ajustement de la texture après l'autoclavage est éliminée. Tous les équipements sont ensuite stérilisés. Les contenants de stérilisation sont fermés dès leur sortie de l'autoclave. L'ensemble des recommandations sont inscrites dans le cahier de laboratoire et de registres par DS

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS OCTOBRE 2013																															Nom.heures	Payées
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J		
Travail de Sylvie Bouchard															8	8	8				8								8			40	600
Travail de Jean-Claude Deroy																					8											8	144
Travail de Philippe Mimeault															8	8	8				8											32	608
Travail de Claude Saulnier																					8											8	136
Travail de Denise Saulnier															8	8	8				8											32	1240
Travail de Solange Bouchard																																8	270
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24	24	24	0	0	48	0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	128	2998

Du 16 au 21

On procède en équipe à la vérification des analyses. Les analyses démontrent que les moisissures et les levures sont disparues mais que la stérilisation est à analyser davantage. 223 kilos sont mis en réserve pour faire analyser les échantillons. On fait ensuite des hypothèses. Les contaminations peuvent être attribuables aux filtres hepa, au contenant utilisés pour analyser, aux erreurs humaines, au fonctionnement des autoclaves et à d'autres facteurs à identifier. Des échantillons datant de plus de 6 mois sont envoyés pour analyse à un laboratoire externe. 29,5 kg de poudre non stérilisées sont mis à l'essai pour vérifier la stérilisation par l'étuve. Préparés et envoyés au laboratoire, les résultats démontrent une faible présence bactérienne. On décide alors de préparer et d'envoyer d'autres échantillons pour 12 mois et 18 mois.

Le 28-SB procède au nettoyage des équipements et du laboratoire.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2013																														Nom.heures	Payées	
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-4																																
PCMIC4	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S			
Travail de Sylvie Bouchard																		8													8	124	
Travail de Jean-Claude Deroy																																0	0
Travail de Philippe Mimeault								4										8										4			16	304	
Travail de Denise Saulnier																		8					8					4			20	1400	
Travail de Solange Bouchard											8																				8	120	
TOTAL	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	8	0	0	0	0	0	0	24	0	0	0	8	0	0	0	0	8	0	0	0	52	1948	

Le 8

29 kg de poudre sont stérilisées à l'autoclave par PM. Les échantillons sont envoyés au laboratoire qui donnent des résultats d'absence de bactéries aérobies.

Le 18

On analyse en équipe les raisons pour lesquelles on ne retrouve pas de bactéries dans les échantillons analysés. On décide de poursuivre avec la même procédure d'autoclave, conditionnement et passage à l'étuve.

Les 22 et 27

PM entre l'ensemble des analyses dans le cahier des registres et remplit les fiches techniques en conséquence. Le 27, PM soumet les fiches à DS qui les approuve.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2013																															Nom.heures	Payées	
	PREVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-5																																	
PCMIC5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M			
Travail de Sylvie Bouchard		2							8	8														2									20	310
Travail de Jean-Claude Deroy		2																						2									4	76
Travail de Philippe Mimeault		2		4					8	8														2									24	456
Travail de Claude Saulnier		2																						2									4	68
Travail de Denise Saulnier		2								4														2									0	0
Travail de Solange Bouchard																								8									8	120
TOTAL	0	10	0	4	0	0	0	0	16	20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	18	0	0	0	0	0	0			60	1030

Le 2

Le bilan est fait en équipe quant aux essais, aux analyses, aux résultats et aux hypothèses du microbiologiste. On essaie de voir comment mettre en pratique ses recommandations.

Du 4 au 10

L'ensemble des résultats sont entrés dans le cahier de laboratoire et des registres par PM et DS considère les données pour le rapport final. SB remplit les fiches techniques qui sont approuvées par l'AQ-DS

Le 24

Réunion d'équipe pour planifier le travail dans ce programme en 2014. Le bilan des essais est également fait en équipe.

Les résultats et hypothèses sont envoyés au microbiologiste pour recommandations.

Les recherches sur les causes des contaminations se poursuivent. On procède à l'entreposage des échantillons avec codification. Des conférences téléphoniques avec le microbiologiste ont lieu. L'ensemble des résultats sont analysés en équipe et inscrits dans le cahier des registres.

3. RÉSULTATS

3.1. Résultats quant aux analyses des métaux lourds

Pour démontrer la pureté et l'innocuité des produits , il est nécessaire d'inscrire dans le cahier de laboratoire des fiches démontrant la stabilité des produits quant aux métaux lourds. De plus des analyses sur la présence du plomb, de l'arsenic, du cadmium et du mercure doivent être effectuées sur chaque lot d'extraction pour démontrer que les produits ne contiennent pas de ces métaux lourds, ni pesticides, ni résidus de solvants. On pourra retrouver ces analyses effectuées dans un laboratoire indépendant dans les rapports antérieurs.

FICHE DE STABILITÉ MÉTAUX LOURDS-PESTICIDES ET RÉSIDUS DE SOLVANTS		RÉVISION	3
INGREDIENT :Complexe minéral de silicates (Argile) PRODUIT:Forme posologique : Gel , suspension, poudre, barre de savon			
LOT D'EXTRACTION :1 : CDC 2054045	EXPIRATION : 20 mois : suspension, 2 ans : gel 3 ans pour les poudres 3 ans savon		
LOT DE FABRICATION:Voir les fiches maitresses de fabrication			
Date d'extraction 2007			
FICHE MAITRESSE PRÉPARÉE PAR :Denise Saulnier		FICHE MAITRESSE RÉVISÉE PAR : Denise Saulnier	
	02-05-2013		21-07-2013
SIGNATURE	DATE	SIGNATURE	DATE

VÉRIFICATION VISUELLE : Voir les fiches maîtresses de fabrication des produits finis de santé naturels- PSN

Odeur- Apparence douteuse	Contaminant étranger	DATE DE VÉRIFICATION	DATE DE VÉRIFICATION
Oui: [] Non : [X]	Oui: [] N : [X]	10-10-2013	21-07-2014
Oui: [] Non : [X]	Oui: [] N : [X]	15-03-2013	

Commentaires : aucune apparence et odeurs douteuses vérifiées lors des lots de fabrication. Aucun contaminant

3.2. Résultats quant aux analyses sur la durée de vie des produits

Une fiche de stabilité démontrant la conformité des produits quant à leurs spécifications selon des méthodes d'analyses reconnues par la DPSN doit aussi être produite pour établir la durée de vie des produits. À chaque renouvellement de licence d'exploitation, la péremption des produits doit être démontrée. On retrouvera les analyses des laboratoires dans les rapports déposés

FICHE DE STABILITÉ DÉMONTRANT QUE LES PRODUITS DE SANTÉ NATURELS SONT CONFORMES À LEUR SPÉCIFICATION		RÉVISION 4
PRODUIT: Gel, suspension et poudre d'argile.		
LOT : A3-P1 ; A3-S1 ; A3-G1	EXPIRATION (voir ci-bas)	Analyse en temps réelles
FICHE MAITRESSE PRÉPARÉE PAR <i>Hélène Laubier</i>	FICHE MAITRESSE RÉVISÉE PAR <i>Hélène Laubier</i>	

SIGNATURE	DATE : 2013-07-25	SIGNATURE	DATE : 2013-09-16
-----------	-------------------	-----------	-------------------

NPN	INNOUITÉ : Analyses effectuées après la date de fabrication						VISUEL	
	Compte Microbien (CFU/g)	Levures Moisiss. (CFU/g)	E. Coli	Salmonelles	S. aureus	P. aeruginosa	Odeur	Contaminant étranger
Suspension (20 mois)	10 000	0	0	0	0	0	O: [] N: [X]	O: [] N: [X]
Gel (2 ans)	3200	0	0	0	0	0	O: [] N: [X]	O: [] N: [X]
Poudre (3 ans)	≥50	0	0	0	0	0	O: [] N: [X]	O: [] N: [X]

	Total Aerobic	Total Coliform	Yeast & Mold	Total <i>Pseudomonas</i>	Total <i>Staphylococcus</i>	Total <i>Salmonella</i>
Argile eau mer samples in CFU/g						
1. Gel/Cataplasms 24 months/glass	≥3200	0	≥50	0	0	0
2. Gel/Cataplasms 20 months/glass	2700	0	≥50	0	0	0
3. Gel/Cataplasms 14 months/plastic	0	0	0	0	0	0
4. Suspension/ Liquid pansement	10000	0	0	0	0	0

20 months/glass						
5. Suspension/ Liquid pansement 14 months/glass	0	0	0	0	0	0
6. Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 14 months/plastic	0	0	0	0	0	0
7. Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 20 months/glass	0	0	0	0	0	0
8. Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 24 months/glass	0	0	0	0	0	0
9. Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 24 months/glass	0	0	0	0	0	0
10 Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 36 months/glass	≥50	0	≥50	0	0	0

Fiche maîtresse révisée et libérée par

Genevieve Lacroix

le 16-09-2013

3.2. Résultats quant aux analyses démontrant la présence de contaminants.

Comme nous avons rencontré des contaminations dans les produits, il est nécessaire d'indiquer cette présence dans le cahier de laboratoire. Voici la fiche qui signale ces écarts. Les analyses microbiologiques qui indiquent ces contaminations font l'objet d'un rapport spécifique dans le dépôt des documents.

FICHE DE NOTIFICATION DES INCIDENTS / ÉCARTS

Notification N° : A3-1

Département : Laboratoire de l'usine

Date : septembre 2013

Notifié par : Exova

Incident []

Écart [X]

Écart critique []

Date de survenue : _____

Constituant/intermédiaire/produit/numéro de lot touché : _____

1. Description de l'incident (préciser le processus, le numéro de lot, l'étape de production, le résultat) : [On a retrouvé un nombre trop élevé de bactéries aérobies au mois de juillet 2013 dans les produits de suspension et de gel. Voir les analyses d'Exova pour les numéros de lot, l'étape de production et le résultat.](#)
2. Nombre de fois que l'incident s'est produit pour le même produit au cours de l'année précédente (date, lots touchés) : [Une fois.](#)
3. Mesures prises (qui en a été averti, quand, qui a approuvé les mesures, qu'a-t-on-fait, mesures prises lors des incidents précédents) : La chimiste a prévenue la personne responsable de l'Assurance qualité. Celle-ci a conseillé de continuer la stérilisation à l'autoclave et de la terminer à l'étuve. [On a ensuite confirmé l'absence de ces contaminations, au mois de septembre 2013. Pour changer la stérilisation des boues à l'étuve et la faire entièrement à l'autoclave, nous avons acheté des grands bacs gris pour autoclave de marque. Nous avons ensuite envoyé les produits pour faire des analyses microbiologiques au laboratoire EXOVA pour des échantillons prélevés le 3 septembre](#)

2013. Le nombre de bactéries aérobie était plus petit que 5 UFC/g. Le dénombrement de moisissures respectait le seuil maximal (<50 UFC/g), ainsi que le dénombrement de levures (<50 UFC/g).

4. Justification des mesures prises (incidents antérieurs, littérature, conseils des cadres, identité des cadres) :

En prenant deux méthodes de stérilisation du produit, on réduit pratiquement toutes les possibilités de contamination. De plus, on expérimente les bacs gris pour faire une stérilisation à l'autoclave seulement afin de réduire le temps de stérilisation.

5. Importance de l'événement pour le processus ou le produit (incidence sur le rendement, la récupération, la stabilité) :

L'ajout d'une opération de stérilisation supplémentaire diminue le rendement de production du produit, mais garantit l'innocuité de ce dernier.

Mesures correctives pour qu'un tel incident ne se reproduise (par exemple, réviser le PON, les fiches signalétiques, le registre, donner des cours de recyclage, réparer ou valider un nouveau matériel) : Cette problématique a été relevée suite à la stérilisation à l'autoclave seulement. D'autres mesures devront être prises pour revenir à une seule stérilisation. I

Conclusion

Suite aux recommandations de stérilisation supplémentaire, le produit s'est avéré conforme. Des analyses supplémentaires ont été réalisées par le laboratoire Exova, afin de valider la façon de procéder. Les échantillons prélevés le 11 novembre 2013 ont des résultats conformes pour le dénombrement de levures (< 50 UFC/g), pour le dénombrement de moisissures (< 50 UFC/g), ainsi que pour le dénombrement total aérobie (35°C) (< 5 UFC/g). (Voir les recommandations plus bas pour la poursuite des mesures correctives). Il faudra continuer d'expérimenter d'autres mesures correctives en 2014,

4. RECOMMANDATIONS

4.1 Pour les méthodes industrielles de stérilisation et de conservation

- Continuer d'investiguer l'ensemble des méthodes industrielles de traitement pour la conservation des produits.
- Les méthodes industrielles pour lier le procédé de fabrication au procédé de stérilisation et de conservation doivent être révisées pour qu'on obtienne le 3^{ième} renouvellement de la licence d'exploitation en 2014.
- L'application des procédures opératoires normalisées et le cahier de charge doivent être rigoureusement mis en pratique afin que les produits finis soient à l'abri des contaminations, de l'extraction en passant par le transport et l'entreposage jusqu'au traitement dans le procédé de fabrication et de stérilisation. L'ensemble de la fabrication des échantillons doit être rigoureusement inscrite dans le cahier des registres et de laboratoire
- Poursuivre le développement d'un modèle technologique qui conserve ses propriétés originelles à l'argile marine parce que cela correspond à une demande de clientèle en expansion et que cela donnera un avantage distinctif aux produits.
- Suite à la caractérisation des eaux, inventorier les méthodes de traitement des eaux de mer, glaciaire et de tourbière.
- Évaluer l'activité biologique des eaux dans un laboratoire indépendant.

4.2. Pour la stérilisation et la conservation des produits

- Modifier certaines manipulations en salle blanche, notamment en évitant de passer des objets au-dessus des contenants lors du travail en conditions stériles sous le flux d'air des filtres HEPA.
- Prendre davantage de précautions lors de l'ouverture des contenants, afin de ne pas favoriser la prolifération des micro-organismes dans les gouttes d'eau qui se forment sur les parois et le couvercle des contenants, suite à la stérilisation à la vapeur, dans l'autoclave. Ces mesures devraient éventuellement permettre de pouvoir effectuer un seul type de stérilisation à moyen terme.

- Poursuivre la recherche sur les problèmes de contamination rencontrés quant aux contenants utilisés, au contenu microbien et au développement dans le temps de bactéries non pathogènes.
- Continuer la caractérisation des eaux constitutives libres et liées pour identifier les méthodes industrielles à appliquer lors de leur traitement et de leur conditionnement pour en faire des produits finis. Il faut donc poursuivre les recherches pour savoir comment éliminer les contaminations selon leur spécificité par différentes méthodes de traitement.
- Entreprendre des recherches sur les contenants utilisés pour mettre les produits finis à l'abri des contaminations et assurer leur durée de vie surtout pour les eaux essentielles, micellaires et florales.
- Vérifier la réalisation de l'objectif ultime qui est de conserver toutes les propriétés naturelles aux produits après la stérilisation en confirmant l'absence de modifications.
- Vérifier l'absence de contamination après ouverture du produit.
- Ajuster la fiche technique pour démontrer le contenu des produits comme produits de santé naturels afin d'assurer une présence de marque et de qualité de ceux-ci sur le marché mondial.

5. RENSEIGNEMENTS À L'APPUI

- Rapports des chargés de projets
- Factures
- Photos
- Résultats des tests et des études
- Preuves de paiement
- Feuilles de temps

- Médiagraphie et explication de la nature de la recherche
- Rapport d'étape de Denise Saulnier
- Cahier des registres et de laboratoire
- Fiches techniques et procédures normalisées.

RÉSUMÉ DES QUALIFICATIONS ET EXPÉRIENCES DU PERSONNEL IMPLIQUÉ À LA RS/DE : Voir le point 4.
LISTE DES EXPERTS CONSULTÉS

 Chérif Aidara, phd en biologie et microbiologie, expertise en protocoles de recherche et en analyses des résultats.

 Yacine Boumghar, phd en chimie, maîtrise en administration, CEPROQ, CEGEP Maisonneuve.

 D.Driscoll, PHD Microbiologiste, Faculté de l'Agriculture, Université MCGil

 J.F.Wilhelmy, Maîtrise en science, Consortium de recherche minérale-COREM

 Josée Duchesne, Phd en minéralogie, ingénieur minier, Université Laval



6.11 Rapport faisant suite au programme ECH8PPE4. Programme ECH9PPE5: Conception d'un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sensible et échantillonnage. Préparé et rédigé par Denise Saulnier, Coordinatrice des programmes, pour l'année 2013.

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2013 AU 31 DÉCEMBRE 2013

Par : Denise Saulnier, présidente

Bureau de vente / Sales office

Tel. : 514. 593.4261

infos@argileeaumer.ca

denisesaulnier@argileeaumer.ca

Gisement et siège social / Deposit et installations

Tel. : (418) 567-9620 Fax : 514.593.4261

164 Chemin de la baie, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1H0

www.argileeaumer.ca

TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

1. INTENTION DU PROJET RS&DE : Objectifs scientifiques ou technologiques_	P.4
1.1 Contexte du projet	
1.2 Démarches et actions initiales	
1.3 Intention de résoudre un problème technologique	
1.4.Objectifs du projet : Savoir technologique ou connaissance de base	
1.4.1 Inexistante ou limites de la technologie ou des connaissances disponibles	
1.5 Améliorations / Cibles escomptées	
1.6 Hypothèse à valider	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX	P.9
2.1 Description des travaux du 1 janvier au 31 décembre 2011	
2.2 Feuille de temps et description des travaux de chaque travailleur	
3. RÉSULTATS	P.20
3.1. Résultats quant à l'avancement technologique obtenu	
3.2. Résultats quant aux objectifs	
4. RECOMMANDATIONS	P. 28
4.1 Pour les poudres	
4.2 Pour les boues	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE	P. 30

Sommaire technique T-661

5.4 .RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX DU PROJET RS&DE

Code de projet : ECH9 PPE5

Nom du projet : Conception d'un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sensible et échantillonnage

Noms des chargés de projet : Philippe Mimeault et Denise Saulnier pour Argile eau mer. Éric Hurtubise, Géologue sénior, Consultant en exploration minière

Date de début du projet: Décembre 2008

Date de fin du projet présumée : Décembre 2020 Tél. : 418.567.9620

Fax : 514.593.4261

Courriel : infos@argileeaumer.ca

www.argileeaumer.ca

DESCRIPTION TECHNIQUE

1) Objectifs scientifiques ou technologiques : INTENTION DU PROJET RS&DE

A.1 Contexte du projet

L'entreprise Argile eau mer souhaite développer un procédé d'extraction industrielle sans que l'argile marine sensible soit en contact avec des contaminations extérieures telles que l'air, la tourbe, l'eau d'infiltration, les couches interlitées de sable et d'argile ainsi que le sable.

L'objectif ultime de ce projet est de concevoir et réaliser un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sans qu'il y ait de contaminations externes ce qui préfigure une extraction en circuit fermé. Le projet vise à identifier les étapes, les contraintes, les obstacles et à trouver les solutions techniques et technologiques appropriées.

Il s'agit d'extraire l'argile depuis que les sédiments se sont déposés et liés à l'eau interstitielle datant de millions d'années. Le dépôt de plusieurs mètres d'épaisseur se trouve sous une couche de tourbe imbibée d'eau. La partie basse est en contact avec l'eau de mer d'infiltration du golfe Saint-Laurent. C'est l'argile de cette partie basse qui est visée pour être extraite pour la fabrication de produits cosmétiques et thérapeutiques.

La nature thixotrope et rhé épaisseuse réversible de l'argile pose des problématiques quant aux machines à utiliser pour les procédés d'extraction. Une adaptation technique des machines à la nature de cette matière première nouvelle qui se liquéfie dès qu'elle est maniée pour se massifier après un temps de repos, est nécessaire. La stratégie du développement de produits et du procédé pour les extraire et les fabriquer repose sur les avantages distinctifs de l'argile marine de Manicouagan comme matière première à valoriser à partir de ses composants internes d'où la conception d'un procédé qui pourrait extraire l'argile sans contaminations tout en lui gardant l'ensemble de ses propriétés naturelles.

L'objectif écologique d'inscrire le procédé dans le développement durable est aussi recherché puisque les sédiments argileux font partie de la région de la Manicouagan-Uapiska maintenant reconnue par l'UNESCO comme une réserve mondiale de la biosphère. La

labialisation qui s'en suivra ajoutera de la valeur aux produits à base d'argile tout en étant respectueuse de l'environnement physique. Le site est également reconnu comme aire de protection marine en raison de sa haute biodiversité.

1.2 Démarches et actions initiales

Le procédé d'extraction utilisé antérieurement se faisait à la pelle mécanique et comportait plusieurs désavantages telles que :

- L'extraction de l'argile en hiver seulement
- Un espace d'entreposage important
- Une mise en contact de l'argile avec des contaminations comme la tourbe, le sable et les eaux environnantes.

Ce procédé de prélèvement mettait également l'argile en contact avec des contaminations bactériologiques non pathogènes à éliminer lors de l'affinage et de la fabrication des produits pour qu'ils correspondent aux usages auxquels on destine l'argile soit en cosmétique, en thérapeutique et en santé animale. L'hypothèse est que la matière organique présente dans l'argile vient de la phase aqueuse.

En effet, cette argile a des propriétés thérapeutiques dans la partie solide et liquide. Ces propriétés doivent être conservées dans le traitement et il ne doit pas y avoir de contaminations particulièrement pour les produits cosmétiques et thérapeutique qui doivent, après l'échantillonnage, connaître une phase de stérilisation et ou de conservation dans le procédé de fabrication pour assurer la santé et la sécurité des utilisateurs.

Le nouveau procédé utilisera le pompage ou succion et un traitement immédiat de stérilisation ou de conservation. Par la suite une caractérisation de l'argile et des eaux libres et liées par des analyses bactériologiques et chimiques sera faite. Cette technique d'extraction permettra de conserver à l'argile et aux eaux liées les caractéristiques qui leur sont propres, initiales et uniques.

L'ensemble des connaissances nécessaires pour concevoir et mettre en place le procédé d'extraction de l'argile marine sensible relèvent de la géologie et la géotechnique, de la dispersion glaciaire, de l'ingénierie minière, mécanique et civile, de la minéralogie et des sciences de la santé. La réglementation quant au procédé relève de Santé-Canada qui émet une licence d'exploitation quand les bonnes pratiques de fabrication sont respectées.

1.3 Intention de résoudre un problème technologique

Les incertitudes technologiques sont relatives à un procédé pilote d'extraction par pompage ou succion pour éliminer, à la source, les contaminations qui viennent de l'air et du sol. Des facteurs inconnus quant à la liquéfaction constante lors du pompage et de la succion, le degré de viscosité et de liquidité à maintenir pour pouvoir pomper ainsi que la quantité d'eau de tourbière à éliminer pour pouvoir effectuer les travaux et le poids de l'argile s'ajoutent aux incertitudes technologiques à résoudre. La sécurité des travaux est aussi mise en cause du fait que les équipements doivent être installés sur un terrain mouvant, de l'argile liquide. De plus, la qualification d'un bloc de ressource basée sur les résultats des analyses des composants de l'argile marine et de ses eux constitutives doit être certifiée par un géologue sénior pour évaluer l'homogénéité des quantités sur une période de 25 à 50 ans; avant d'installer le procédé. Un rapport des travaux doit être fait à chaque année. Faute de capital, le procédé doit se réaliser progressivement.

Les travaux de 2013 sont relatifs aux analyses par infrarouge pour identifier la montmorillonite comme type d'argile et les numéros CAS des composantes minérales suivantes : quartz, albite, illite, hornblende, apatite, feldspath et néphéline. L'activité biologique des eaux de tourbières, de mer et de rivières est aussi en analyse pour savoir si on peut incorporer ces eaux à l'argile pour en faire des produits de santé naturels et de soins corporels. Un chemin d'accès jusqu'au bloc de ressource sur lequel repose un réservoir d'argile et ensuite des chemins pour se rendre aux puits d'eaux ont été faits mais leur solidité en tourbière ne permet pas la circulation de la machinerie lourde a toutes les saisons. Les puits d'eaux nécessitent un entretien constant pour vérifier leur fonctionnement et la qualité des eaux. Des extractions, analyses et des vidanges doivent s'effectuer aux trois mois. Pour l'installation progressive du procédé, une première phase consiste à concevoir, fabriquer et mettre en place sur le site d'extraction un réservoir en argile durcie pour remplacer celui qui est défectueux.

1.4. Limites de la technologie ou des connaissances disponibles : problèmes et incertitudes : expérience industrielle courante - problèmes et possibilités.

De plus, il faut organiser un bloc électrique sur place pour faire fonctionner l'ensemble ce qui s'avère très coûteux On doit préalablement faire des essais expérimentaux afin d'étudier le degré de viscosité, le degré de liquidité, la reproduction du pompage, la nature rhé épaisse de l'argile en relation avec le colmatage des pompes ainsi que le type de pompe à adapter,. Si on réussit à éliminer les bactéries aérobies liées à l'air ainsi que la tourbe, le sable et les eaux dans le sol pour parvenir à l'argile telle qu'elle s'est déposée, il faudra que les conditions de transport et d'entreposage soient elles aussi exemptes de contaminations. En attendant, on doit donc éliminer ces contaminations progressivement à l'usine. Même si on voulait mettre en place un procédé plus simple, les conditions pour le réaliser sont les mêmes parce qu'elles sont liées à la nature de l'argile et à celles du terrain. Il faut donc surmonter ces obstacles en mettant en place des moyens intermédiaires et en y allant étapes par étapes. Le tracé de chemin d'accès foulé et tapé, réalisé cette année, constitue une avancée. De même, l'extracteur d'argile dans un réservoir a aussi levé des

obstacles en ce qu'il nous permet d'avoir accès à la matière pour répondre à la demande. Le transport des eaux constitutives puisées représente également un obstacle à surmonter même si on peut y avoir accès l'hiver en vidangeant les puits et en pompant les eaux avec une pompe et une génératrice montées sur une motoneige. Des chemins pour que des véhicules lourds puissent circuler sont en construction.

1.5. Améliorations / Cibles escomptées

Nécessité du produit, améliorations apportées par le produit, aspects innovateurs clés du produit ou du service.

L'identification de l'argile marine comme une montmorillonite à base de calcium et les numéros CAS de ses composantes minérales font avancer les connaissances sur la boue marine. La montmorillonite fait partie des argiles brevetées en raison de l'extrême finesse de ses particules et de ses usages en pharmaceutiques et en additif alimentaire. Une nouvelle fiche technique est produite.

Les analyses pour identifier l'activité biologique des eaux de tourbières, de mer et de rivières représentent également une avancée technologique. Extraire cette argile par un procédé pilote qui respecte l'ensemble de ses composants naturels comporte des aspects innovateurs en soi c'est la raison pour laquelle il est important de procéder étapes par étapes pour faire avancer l'installation du procédé.

La qualification qualitative et quantitative d'un bloc de ressources homogène et identifié par rapport à l'ensemble de ses composants internes fait aussi partie des avancements recherchés. Des produits de santé 100% naturels d'origine marine sans ajout d'ingrédients et de conservateurs qui traitent les vivants sont recherchés d'autant plus s'ils proviennent d'un territoire unique exempt de pollution et reconnus par l'UNESCO comme réserve mondiale de la biosphère. Un procédé d'extraction qui vise à éliminer toute contamination pour obtenir des produits à l'état originel pourrait être breveté. De plus, des séparations minérales deviennent possibles. Comme la méthode d'extraction visée est sans trace, tant le produit que la façon de l'obtenir sont innovateurs.

Les procédés d'extraction et de traitement qui transforment la matière première doivent constamment s'ajuster à la nature de cette matière et à ses eaux pour qu'on obtienne de nouveaux produits possédant les propriétés recherchées. Ces recherches donnent lieu à des innovations technologiques spécifiques quand de nouveaux produits sont développés. Les essais pour durcir l'argile afin d'en faire un réservoir sur le site représenterait une avancée en ce qu'il pourrait mettre l'argile en réserve et à l'abri des contaminations en faisant progresser l'installation du procédé. Des moyens intermédiaires comme l'extracteur et ce réservoir nous permettent de faire des développements avant l'atteinte de l'objectif final.

Environnement technologique : expérience industrielle courante - problèmes et possibilités.

Les argiles sensibles sont connues par les géotechniciens en raison des problèmes qu'elles posent lors de travaux en ingénierie des sols. Ces connaissances géotechniques ont été développées par des théoriciens norvégiens. Des hypothèses pour expliquer la rhéologie et la sensibilité

existent mais elles n'ont pas été confirmées. De plus, ces argiles sensibles ne sont pas connues par rapport aux usages en santé/beauté humaine, animale et végétale et à notre connaissance, elles n'ont jamais été utilisées mondialement pour de tels usages. Or, le traitement industriel lors de l'extraction et de la fabrication de produits doit être conçu par rapport à ces usages. Comme c'est une première, il n'existe pas de modèles duquel on puisse se référer pour l'extraction de cette matière en relation avec les usages auxquels on la destine.

Les argiles solides existent généralement à la surface des sols et elles sont extraites à la pelle mécanique. Les boues de la mer morte et du Mont Saint-Michel qui constituent les argiles référentielles existent en surface et elles sont pompées. Elles sont donc exposées à des contaminations extérieures ce que l'on veut éviter avec notre nouveau procédé d'extraction.

Quant à l'extraction des eaux libres et liées pour des usages médicaux et en dermocosmétique, on peut se référer à l'expérience industrielle courante. Cependant, les conditions d'extraction doivent être adaptées aux usages auxquelles on les destine en thérapeutique particulièrement au niveau du filtrage des contaminations.

1.6. Solutions / hypothèses à développer et à valider

La base scientifique pour l'amélioration technologique proposée repose sur différents domaines de savoir :

- L'extraction du produit qui recourt à la géologie, géotechnique et géomorphologie ainsi qu'aux spécialités relatives à la dispersion glaciaire, à la minéralogie et à l'ingénierie minière. Les sciences environnementales et les techniques d'aménagement paysager lors de la restauration des sites sont aussi interpellées.
- La manière de fabriquer les produits doit suivre une réglementation établie par Santé-Canada tant en cosmétique qu'en produits de santé. Les sciences de la nature et de la santé telle que la chimie, la biologie et la microbiologie, la pharmacologie sont nécessaires pour établir les bonnes pratiques de fabrication de l'extraction à l'entreposage jusqu'aux produits finis.

Pour valider ses hypothèses et trouver des solutions en conformité avec Santé-Canada, Argile eau mer a établi un réseau d'experts de ces différents savoirs ainsi que des relations avec des centres de recherche étrangers avec lesquels elle peut travailler selon l'objet spécifique de ses recherches. Pour faire reconnaître ses produits comme produits de santé naturels et obtenir ainsi une licence d'exploitation de Santé-Canada elle s'adresse à ces experts, centre de recherche universitaires et privés. La société veut aussi étendre sa propriété intellectuelle au-delà des marques de commerce qu'elle possède.

2. DESCRIPTION DU TRAVAIL

2.1. Description synthétique du travail mensuel accompli

JANVIER : Les données du programme de l'année sont mises à jour ce qui permet la rédaction du rapport final. L'entretien du site d'échantillonnage et des puits s'effectue avec vidange. On extrait des eaux pour les essais de stérilisation.

FÉVRIER : Entretien des puits après l'extraction. Une procédure opératoire normalisée pour la vidange et le prélèvement est analysée en équipe.

MARS : Planification du travail pour la poursuite de l'installation du procédé. Les analyses nécessaires à faire sur l'argile sont identifiées pour obtenir les numéros CAS. On constate que le réservoir pour entreposer l'argile sur le site doit être remplacé. On projette de le faire avec l'argile durcie.

Avril : La planification technologique en équipe se poursuit suivie des travaux d'entretien des puits et des vidanges. 544 litres d'eaux sont extraits pour les incorporer dans des contenants stériles pour faire des analyses.

MAI : Finalisation de l'échantillonnage. 400 kg de boue sont extraits dans le réservoir et 50 kg sur le site d'extraction pour analyse. Travaux d'entretien du site, supervision du travail et collecte des données. Les laboratoires externes sont contactés pour faire les analyses par infrarouge.

JUIN : Des procédures opératoires sont élaborées par la chimiste pour les travaux d'échantillonnage, d'analyses et de procédés. Les résultats des analyses infrarouges étant connues, on procède à la rédaction d'une nouvelle fiche technique des produits avec MSDS. Ensuite, les études de faisabilité technique sont analysées en équipe pour les inclure dans le renouvellement de la licence d'exploitation pour les sujets qui concerne les analyses relatives au procédé d'extraction. L'ensemble est ensuite consigné dans le cahier des registres et de laboratoire.

JUILLET : Comme l'échantillonnage vise un traitement des eaux pour les rendre utilisables dans des produits, une recherche est faite pour savoir s'il existe une technologie ou si on doit développer une nouvelle technologie ou améliorer celle qui existe. Des pompes munies de filtres pourraient être suffisantes pour débactériser mais il faudrait refaire des puits, faire des essais sur différentes pompes et sur des contenants qui pourraient garder les eaux stériles. Cette avenue est trop dispendieuse. On décide alors de continuer la stérilisation des eaux et de procéder à des analyses pour identifier leurs activités et de faire une recherche sur des contenants qui pourraient empêcher le développement bactérien.

AOÛT : Avant le départ de la chimiste un autre vidange et on échantillonne 337kg d'eaux pour que des échantillons stériles soient analysés dans le laboratoire LASÈVE, Université de Chicoutimi. D'autre part, une nouvelle ressource est embauchée pour améliorer la connaissance du durcissement de l'argile et des conditions environnementales d'extraction des boues et des eaux. Résolution d'un problème technique

SEPTEMBRE : Suite à une nouvelle demande du laboratoire d'analyse pour obtenir de nouvelles eaux de tourbières, une autre vidange est effectuée et 225 litres d'eaux sont échantillons. Les échantillons d'eau de tourbière sont stérilisés et envoyés dans le laboratoire pour être analysées. Les données techniques sont soumises à l'AQ pour qu'elles soient inscrites dans le cahier de laboratoire.

OCTOBRE : Des recherches sont faites pour trouver un four à haute température pour durcir l'argile. Les essais de durcissement sans ajout d'autres matières ayant échoués, la technique par chauffage avec ou sans ajout d'autres ingrédients est étudiée pour savoir quelle technique on développera.

NOVEMBRE : On cherche à développement un prototype qu'on reproduira pour faire le réservoir. On recommence des essais de durcissement de 350kg échantillonnés pour faire le réservoir. Ils sont inscrits dans le cahier des registres

DÉCEMBRE : Les essais sont évalués en équipe. 500 kg de boue sont échantillonnés dans le réservoir de l'usine pour poursuivre les essais de durcissement d'argile en janvier. Les données pour le rapport final sont synthétisées en équipe.

2.2 Description des heures de travail (Feuilles de temps)

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2013																															Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																																	
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J			
Travail de Jean-Claude Dero							8	8		8																				8	8	48	864	
Travail de Philippe Mimeault										8								8							8						8	8	40	720
Travail de Denise Saulnier										8								8							8						8	8	40	2800
TOTAL	0	0	0	0	0	0	8	8	0	24	0	16	0	0	0	0	0	0	16	0	0	0	0	24	24	128	4384							
Travail de Solange Bouchard																																8	120	
Congés fériés																																136	2504	
Vacances																																		
	Semaine du 7 au 11 janvier																																	
Travail de Jean-Claude Dero	Entretien du site d'échantillonnage et des puits. Préparation de l'échantillonnage des eaux. Participation au rapport final annuel du programme																																	
Travail de Philippe Mimeault	Finalisation du rapport annuel du programme: lecture des données enregistrées, mise en place des documets et de lasynthèse des travaux.																																	
Travail de Denise Saulnier	Finalisation du rapport annuel du programme: rédaction des données enregistrées, revision des documets et de la synthèse.																																	
	Le 18 janvier																																	
Travail de Denise Saulnier	Poursuite du rapport annuel du programme: rédaction des données enregistrées, revision des documets et de la synthèse.																																	
Travail de Philippe Mimeault	Poursuite du rapport annuel du programme: lecture ds données enregistrées, mise en place des documets et de la synthèse des travaux.																																	
	le 25 janvier																																	
Travail de Denise Saulnier	Poursuite du rapport annuel du programme: rédaction des données enregistrées, revision des documets et de la synthèse.																																	
Travail de Philippe Mimeault	Poursuite du rapport annuel du programme: lecture ds données enregistrées, mise en place des documets et de la synthèse des travaux.																																	
	Semaine du 28 au 31																																	
Travail de Jean-Claude Dero	Travail sur le site d'extraction. Organisation et extraction des eaux: skidoo pour le transport, génératrice, pompe, tuyaux.																																	
Travail de Philippe Mimeault	Travail sur le site d'extraction. Organisation et extraction des eaux: skidoo pour le transport, génératrice, pompe, tuyaux., échantillon.. contenants à échantillons.																																	
Travail de Denise Saulnier	Travail sur le site d'extraction et planification de l'extraction des eaux. Extraction des eaux avec procédure de conservation des échantillons																																	

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2013																													
ECH 9-PPE5	Échantillonnage 8 et procédé pilote d'extraction 4																													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28		
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J		
Travail de Philippe Mimeault																												4	4	72 \$
Travail de Jean-Claude Deroy	8																											4	12	216 \$
Travail de Denise Saulnier																												4	4	280 \$
TOTAL	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	12	20	568 \$
Travail de Solange Bouchard																	8												8	120 \$
																													28	688 \$
	Le 1 février																													
Travail de Jean-Claude Deroy	Remise en état des sites après l'extraction: entretien																													
	Le 28 février																													
Travail de Philippe Mimeault	Travail en équipe d'évaluation et de planification pour la poursuite du travail du procédé d'extraction.																													
Travail de Jean-Claude Deroy	Travail en équipe d'évaluation et de planification pour la poursuite du travail du procédé d'extraction.																													
Travail de Jean-Claude Deroy	Travail en équipe d'évaluation et de planification pour la poursuite du travail du procédé d'extraction.																													

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MARS 2013																															Nom.heures	
ECH 9-PPE5	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D		
Travail de Jean Claude Deroy							8						8									4							4		24	432 \$	
Travail de Philippe Mimeault							8					8										4							4		24	432 \$	
Travail de Denise Saulnier							8														8	4					8	4		32	2 240 \$		
TOTAL	0	0	0	0	0	0	24	0	0	0	0	0	16	0	0	0	0	0	0	0	8	0	12	0	0	0	0	8	0	12	80	3 104 \$	
Travail de Solange Bouchard												8																			8	120 \$	
Congés fériés																															88	3 224 \$	

Le 7

Planification du travail en équipe pour la poursuite de l'installation du procédé.

Du 7 au 13

Visite du site d'extraction par PM et JCD. Le réservoir est examiné ainsi que l'argile étendue sur des feuilles de plastiques. On constate que le séchage est long à s'opérer en raison de la précarité des installations. Des travaux sont effectués autour du réservoir et les feuilles de plastiques sont replacées. On procède ensuite au vidange des puits d'eaux. DS entre les données issues de cette visite et

Une réunion d'équipe est organisée pour planifier le travail à faire sur le réservoir et les puits d'eaux.

Du 13 au

DS communique avec le géologue pour le réservoir. Elle planifie également l'extraction d'eaux sur le site pour avoir des échantillons et savoir si elles sont suffisamment vidangées. Une dernière réunion d'équipe est tenue pour faire part des remarques du géologue et pour planifier le travail.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2013																														Nom.heures	Payées
	Échantillonnage 8 et procédé pilote d'extraction 4																															
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Jean-Claude Derooy				4			8				4							4											8	28	504 \$	
Travail de Philippe Mimeault				4			8		4	4	4							4											4	32	576 \$	
Travail de Denise Saulnier				4			8		4		4																			8	560 \$	
TOTAL	0	0	0	0	12	0	0	24	9	18	15	12	0	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	12	68	1 640 \$	
Travail de Solange Bouchard															8															8	120 \$	
																														76	1 760 \$	
Congés fériés																																
Vacances																																

Du 5 au 12

Suite à la planification technologique en équipe des travaux d'entretien des puits et des vidanges se font par PM et JCD. Ensuite, 544 litres d'eaux sont extraits pour les incorporer dans des contenants stériles pour faire des analyses. Les fiches techniques sont produites et inscrites dans le cahier des registres par DS et PM selon la procédure opératoire normalisée pour le vidange et le prélèvement. On procède ensuite au traitement adéquat et aux spécifications appropriés pour en faire des produits finis

Du 12 au 30

PM et JCD procède ensuite à des ajustements sur l'extracteur pour qu'on puisse extraire des échantillons d'argile.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MAI 2013																															Nom.heures	Payées	
Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MAI 2013																															Nom.heures		
ECH 9-PPE5	Échantillonnage 8 et procédé pilote d'extraction 4																																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V			
Travail de Sylvie Bouchard																																	0	0
Travail de Jean-Claude Derooy						8														8	8	8	8	8								8	56	1008
Travail de Philippe Mimeault																																	48	864
Travail de Denise Saulnier						8																										8	16	1120
TOTAL	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	8	8	8	8	0	0	0	0	0	0	16	120	2992	
Travail de Solange Bouchard												8																				8	120	
Congés fériés																																128	3112	
Vacances																																		

Du 6 au 24

JCD procède ensuite à l'échantillonnage supervisée par DS.

400 kg de boue sont extraits dans le réservoir et 50 kg sur le site d'extraction pour analyse par JCD.

Du 24 au 30

JCD procède à des travaux d'entretien du site. DS supervise le travail et collecte les données. Les laboratoires externes sont contactés pour faire les analyses par infrarouge.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2013																														Nom.heures	Payées
	Échantillonnage 8 et procédé pilote d'extraction 4																															
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D		
Travail de Sylvie Bouchard							4										8														12	180
Travail de Marie-Anne Boucher							4										8														12	264
Travail de Jean-Claude Derooy				8	8	8	4					4	4	4			8			4											52	776
Travail de Philippe Mimeault				4	4	4	4						4	4			8				4										36	488
Travail de Denise Saulnier					8		4										8					8									20	1400
Travail de Solange Bouchard											8																				8	120
TOTAL	0	0	0	12	20	12	20	0	0	0	0	4	8	8	0	0	40	0	0	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	140	3228	
Congés fériés																																
Vacances																																

Les 4, 5 et 6

JCD et PM prépare les échantillons pour l'envoi à L'Université MC Gill pour analyse aux rayons infra-rouges. Les échantillons seront ensuite analysés aux USA pour obtenir un numéro CAS. DS communique avec le consultant pour lui donner les informations nécessaires sur la méthode d'échantillonnage afin qu'il en soit tenu compte lors des analyses,

Le 7

Une réunion d'équipe se tient pour que les procédures opératoires élaborées par la chimiste pour que les travaux d'échantillonnage, d'analyses et de procédés soient présentés.

Les 12, 13 ,14

JCD entretient le site avec Pm et le vidange des puits.

Du 14 au 20

Les résultats des analyses infrarouges étant connues, on procède en équipe à la rédaction d'une nouvelle fiche technique des produits avec MSDS. Ensuite, les études de faisabilité technique sont analysées en équipe pour les inclure dans le renouvellement de la licence d'exploitation pour les sujets qui concerne les analyses relatives au procédé d'extraction. JCD et PM fournisse les données pour que l'ensemble soit ensuite consigné dans le cahier des registres et de laboratoire.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2013																															Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																																	
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M			
Travail de Sylvie Bouchard																																2	2	30
Travail de Marie-Anne Boucher			8																8						8							2	26	572
Travail de Jean-Claude Derooy			8												8				8					8							2	42	756	
Travail de Philippe Mimeault			8															8					8	8	8	8	8				2	58	1102	
Travail de Denise Saulnier			8																												2	10	700	
Travail de Solange Bouchard								8																								8	120	
TOTAL	0	0	32	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	0	24	0	0	8	8	8	24	8	0	0	0	0	10	146	3280	
Congés fériés																																		
Vacances																																		

Du 3 au 19

Comme l'échantillonnage vise un traitement des eaux pour les rendre utilisables dans des produits, une recherche est faite en équipe pour savoir s'il existe une technologie ou si on doit développer une nouvelle technologie ou améliorer celle qui existe. Des pompes munies de filtres pourraient être suffisantes pour débactériser les eaux mais il faudrait refaire des puits, faire des essais sur différentes pompes et sur des contenants qui pourraient garder les eaux stériles. Cette avenue est trop dispendieuse. Le 15, JCD prépare les échantillons et le 19, MAB avec JCD et PM on procède à la stérilisation des eaux. Le 25, JCD entrepose ces échantillons pour qu'une analyse soit faite pour identifier leurs activités pendant qu'une recherche est faite par MAB sur des contenants qui pourraient empêcher le développement bactérien.

Le 31

Une réunion d'équipe est tenue pour que DS finalise le rapport et on revise les fiches techniques, le cahier des registres et le cahier de laboratoire.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2013																															Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																																	
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S			
Travail de Sylvie Bouchard																																0	0	
Travail de Marie-Anne Boucher													8																			8	176	
Travail de Jean-Claude Deroy					8	8	4					8	8	4								4										44	792	
Travail de Philippe Mimeault							4					8	8	4													8	4				36	684	
Travail de Claude Saulnier					8	8	4					8	8	4											8	8	4					40	680	
Travail de Denise Saulnier					8	8	4					8	8	4											8	8	4					60	1200	
Travail de Solange Bouchard																																8	120	
TOTAL	0	0	0	0	24	24	16	0	0	0	0	32	32	16	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	0	0	16	24	12	0	0	0	188	3532
Congés fériés																																196	3652	
Vacances																																		

Du 5 au 12

Avant le départ de la chimiste, un autre vidange est effectué par JCD, CS, PM et DS supervise les travaux et les explique à CS. On échantillonne 337kg d'eaux pour que des échantillons stériles soient analysés dans le laboratoire LASÈVE, Université de Chicoutimi.

Du 12 au 26

D'autre part, l'ajout d'une nouvelle ressource pour améliorer la connaissance du durcissement de l'argile et des conditions environnementales d'extraction des boues et des eaux nécessite plusieurs informations de l'équipe pour la poursuite du travail. Le 13, on prépare les échantillons des trois sortes d'eaux pour leur transport à l'UQC par MAB. Le 21, JCD travaille pour résoudre un problème technique sur l'extracteur d'argile.

Du 26 au 28

PM, CS et DS analyse les conditions pour durcir l'argile. On fait une recherche pour identifier les fours de laboratoire pour procéder à des essais. Des soumissions sont demandées. DS prépare le nouveau programme de produits D1 pour développement de l'argile durcie.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2013																														Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																																
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Sylvie Bouchard																																0	
Travail de Jean-Claude Deroy		8	8	8	8	8																										40	680
Travail de Philippe Mimeault																													8	8	16	304	
Travail de Claude Saulnier																													8	8	16	272	
Travail de Denise Saulnier																													8	8	16	120	
Travail de Solange Bouchard									8																				8		16	240	
TOTAL	0	8	8	8	8	8	0	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	32	24	104	1616

Les 29 et 30 (erreur de date dans le calendrier)

Suite à une nouvelle demande d'un laboratoire d'analyse pour obtenir de nouvelles eaux de tourbières, une autre vidange est effectuée et 225 litres d'eaux sont échantillonnées par JCD, PM et CS aidés par DS pour le remplissage des contenants.. Les échantillons d'eau de tourbière sont stérilisés et envoyés dans le laboratoire pour être analysés par PM et CS. Les données techniques sont soumises à l'AQ-DS qui les inscrits dans le cahier de laboratoire.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS OCTOBRE 2013																															Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																																	
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J			
Travail de Sylvie Bouchard																																0		
Travail de Jean-Claude Deroy			4	4									8	8	8																	32	576	
Travail de Philippe Mimeault	4	4	4	4																											16	304		
Travail de Claude Saulnier	8	8	4										8	8	4													8			48	816		
Travail de Denise Saulnier																												8			8	560		
Travail de Solange Bouchard													8																		8	120		
TOTAL	12	12	12	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24	16	12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	16	0	0	0	112	2376
Congés fériés																																		
Vacances																																		

Du 1 au 14

JCD élabore un modèle de pressoir pour durcir l'argile aidé par Pm qui poursuit les recherches pour trouver un four à haute température pour durcir l'argile avec CS. Un four à céramique et poterie est acheté.

Du 14 au 16

Les essais de durcissement commencent. JCD fabrique les moules et le pressoir. CS et PM font les premiers essais sans ajout de d'autres ingrédients. Les morceaux se brisent. On fait ensuite des essais avec du ciment. Les échantillons ne cassent pas.

Le 28

La technique par chauffage avec ou sans ajout d'autres ingrédients est étudiée par CS et DS pour savoir quelle technique on développera. On s'interroge pour savoir si un réservoir fait en argile peut être installé sur le site d'extraction.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2013																														Nom.heures	Payées
	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																															
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S		
Travail de Sylvie Bouchard											4																				4	62
Travail de Jean-Claude Deroy											4														8	8					20	380
Travail de Philippe Mimeault											4	4												8	8					24	456	
Travail de Claude Saulnier											4													8	8					20	340	
Travail de Denise Saulnier					4	4	4				4	4												8	8					36	520	
Travail de Solange Bouchard					8																									8	120	
	0	0			12	4	4	0	0		20	8	0	0	0	0			0	0	0	0	0		32	32	0	0	0	0	112	1878

Les 5,6 et 7

DS consulte les experts pour savoir s'il existe sur le marché des grands réservoirs faits en argile. Il y a des maisons fait en argile, des bains, des tables, des statues et autres grands objets mais aucun réservoir n'est trouvé

Les 11 et 12

DS informe des résultats à l'équipe et on décide de poursuivre les essais pour développer un prototype qu'on reproduira pour faire le réservoir. PM et DS élaborent des fiches.

Les 25 et 26

JCD termine les moules et le pressoir.' PM et CS recommencent les essais de durcissement avec 350kg échantillonnés. Des morceaux de longueur, largeur et épaisseur différentes sans ingrédient sont d'abord pressurisés et mises dans les moules. Les mêmes essais sont repris avec l'ajout d'ingrédients. Les essais sont inscrits dans un rapport par DS ainsi que dans le cahier des registres.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS DECEMBRE 2013																														Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 9 et procédé pilote d'extraction 5																																
ECH 9-PPE5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Sylvie Bouchard		2																						2								4	62
Travail de Jean-Claude Deroy		2														8	8							2								20	380
Travail de Philippe Mimeault		2														8	8							2								20	380
Travail de Claude Saulnier		2																						2								4	68
Travail de Denise Saulnier		2															4							2								0	0
Travail de Solange Bouchard								8																								8	120
		10						8								16	20							10								56	1010

Du 2 au 24

Les essais sont évalués en équipe. 500 kg de boue sont échantillonnés dans le réservoir de l'usine par PM et JCD pour poursuivre les essais de durcissement d'argile en janvier DS enregistre les données et les soumet à l'équipe pour approbation. Ce travail vise à inclure la synthèse des résultats dans le rapport final.

3.RÉSUTATS

On procède à des essais intermédiaires afin de repenser l'ensemble des facteurs et de faire effectuer des analyses avant d'installer un procédé fixe sur le terrain.

3.1 Tableau des essais

Mois	Matière testée	Nombre de kg testés	Temps	Lieu d'extraction	Usages
Avril	Eaux libres	544	24 heures	Puits no.1-2 et 3	Échantillons pour produits eaux thermales
Mai	Boue	400 kg de boue et 50 kg	72 heures	400kg :réservoir usine 50 kg : réservoir site d'extraction	Échantillons pour fin de comparaison du taux d'humidité et analyses CAS
Août	Eaux libres	337 kg	24 heures	337 kg	Échantillons pour analyses chez Lasève
Septembre	Eau de tourbière avec vidange	200 kg	48 heures	Puits no.3	Demande d'échantillons stériles
Novembre	Boue	350kg	32 heures	Réservoir usine Réservoir site d'extraction	Durcissement argile
Décembre	Boue	500 kg	36 heures	Réservoir usine	Durcissement argile pour réservoir

3.2. Technique des essais

3.2.1 Extraction des eaux

Trois puits d'eaux sont installés sur le même claim ou site que les boues à différentes profondeurs. Le puit no.1 à une profondeur de 130 mètres. Il a été installé parce qu'à cette profondeur on peut extraire les eaux de mer. Le puit no. 2 est à une profondeur de 7 mètres. Il a été installé pour extraire les eaux glaciaires, celles qui se sont nichées lors de la fonte des glaciers. Le puit no.3 est pour extraire l'eau de tourbière. Il est à une profondeur de 4 mètres.

Les 3 puits reposent sur de l'argile. L'eau de tourbière est celle qui a été filtrée par la tourbe pas celle que l'on retrouve en surface. C'est celle qui contient le plus de matière organique. Elle pourrait être qualifiée d'eau végétale en raison de sa forte proportion de matière d'origine biologique,

L'eau de mer contient davantage de sodium que les deux autres eaux. L'eau glaciaire pourrait être bue. Les trois types d'eaux nommées constitutives du gisement ou encore eaux libres, se distinguent de l'eau interstitielle qui est liées aux particules d'argile. Voici une illustration d'un puit installé sur le site d'extraction.



Les puits nécessitent une vidange aux trois mois. Elle fait partie de l'entretien du site d'extraction. Les vidanges et les extractions se font en actionnant un mécanisme d'ouverture/fermeture avec les doigts. Des pompes ont été expérimentées mais pour les échantillonnages, on a pas besoin de les installer maintenant. Voici un exemple de vidange.



La photo suivante montre la technique utilisée pour échantillonner.



3.2.2 Extraction des boues

Les boues sont extraites avec un tracteur munie d'un mécanisme électrique (voir description dans le rapport 2012) qu'on a conçu pour minimiser les l'énergie de travail et éviter l'utilisation d'une pelle mécanique qui pourrait causer des bris de réservoir. Voici l'illustration de cette manière de faire.



L'extraction nécessite l'intervention de deux travailleurs : un opérateur de machine et un autre dans le réservoir. Il est à noter que les bottes, la pelle et les seaux sont désinfectés à l'alcool avant l'échantillonnage pour éviter les contaminations. La même technique provisoire avant l'installation du procédé, est utilisée sur le site d'extraction. En voici une illustration :



3.2.3 Développement des analyses et fiche technique

Les analyses infra-rouges effectués à l'université McGill aux USA selon la méthode d'étude de la structure chimique de la résonance magnétique nucléaire au ^{14}C et l'analyse du squelette carbone a permis d'obtenir des numéros d'enregistrement uniques auprès de la [banque de données de Chemical Abstracts Service](#) (CAS), une division de l'[American Chemical Society](#) (ACS). Le CAS assigne ces numéros à chaque substance chimique qui a été décrite dans la documentation et analysée. De plus, le CAS maintient et commercialise une base de données de ces substances, le *CAS Registry*. Ces numéros permettent de distinguer l'argile marine de Manicouagan des autres argiles et de la faire connaître auprès des laboratoires et des fabricants mondialement.

Cette avancée représente un développement important de notre fiche technique tel que démontré ci-après :

Code: CNF39406-0

Expire Date:Exemple : 2
years (gel)

Considered as similar:
Montmorillonite

Lot: I10P6AEM22

2016-01-21 : 3 years
(podwer)
2014-07-21 : 20 months
(liquid)-

CAS Registry Number

Quartz	14808-60-7
Albite	12244-10-9
Illite	12173-60-3
Hornblende	12178-42-6
Apatite	1306-04-3
Feldspar	68476-25-5
Nepheline	12251-27-3

Product usage:

Skin therapeutic treatment and prevention, animal nutrition and health, fertiliser and soil improvement

De même le rapport de la professeur Josée Duchesne, géologue minéralogiste et ingénieur minier, représente un pas important parce qu'il démontre sur la base de plusieurs échantillons analysés que l'argile marine de Manicouagan ne contient aucune fibre d'amiante. Cette avancée est également affirmée dans notre fiche technique pour démontrer que notre argile ne contient aucune contamination ce qui est particulièrement important pour l'homologation des produits de santé naturels.

Les analyses microbiologique sont également nécessaires pour démonter l'absence de contaminant donc la pureté et l'innocuité de l'argile. Quant aux analyses sur la stabilité des produits, elles sont également importantes pour démontrer la qualité des produits. L'ensemble de ces analyses ont permis de produire une nouvelle fiche technique à l'interne ce qui contribue à valoriser davantage l'argile marine de Manicouagan auprès de la clientèle.

4. RECOMMANDATIONS

Pour le développement du procédé

4.1 Changer les conditions des essais mais les réaliser selon les étapes préalables suivantes:

- 1) Poursuivre la construction des chemins d'accès à l'argile et aux eaux fonctionnel à l'année.
- 2) Délimiter le terrain et le cartographier
- 3) Préciser davantage la qualification d'un bloc de ressource pour évaluer les quantités sur une période de 25 à 50 ans .
- 4) Faire les analyses de laboratoires essentielles au renouvellement des licences d'exploitation et de mises en marché pour parvenir à des certifications ISO
- 5) Expérimenter le schéma de procédé proposé par la firme TDA

4.2 Poursuivre l'objectif ultime qui est de :

- Mettre en place un nouveau procédé d'extraction qui éliminerait toutes les contaminations provenant du sol, de l'air et du transport de l'argile jusqu'à son lieu de traitement.
- Après avoir expérimenté un procédé intermédiaire, poursuivre avec ce nouveau procédé qui permettrait de résoudre les problèmes technologiques d'une extraction à l'année par succion ou encore par pompage en fonction de la nature rhéologique réversible de l'argile;
- étudier le comportement de l'argile qui se liquéfie et se massifie après un temps de repos en maintenant la liquéfaction constante lors du pompage et de la succion.

- poursuivre les essais expérimentaux afin d'étudier le degré de viscosité, le degré de liquidité, la reproduction du pompage, la nature rhé épaisissante en relation avec le colmatage des pompes.
- déterminer les quantités qu'on pourra extraire.
- étudier l'ajout d'eau lors des essais de pompage et déterminer leur nature.
- étudier le transport et l'entreposage pour éviter ces contaminations lors des tests expérimentaux

4.3. Faire une extraction sans trace dans l'optique d'un développement durable de la ressource

- Poursuivre la politique de développement durable instaurée en collaboration avec la réserve mondiale de la biosphère Manicouagan-Uapiska
- Faire connaître cette politique pour valoriser davantage le territoire d'où est extraite la ressource.

5. RENSEIGNEMENTS À L'APPUI ET MÉDIAGRAPHIE

- Rapports des chargés de projets
- Factures
- Photos
- Résultats des tests et des études
- Preuves de paiement
- Feuilles de temps
- Médiagraphie et explication de la nature de la recherche
- Rapport d'étape de Denise Saulnier
- Cahier des registres et de laboratoire.
- Fiches techniques.

RÉSUMÉ DES QUALIFICATIONS ET EXPÉRIENCES DES SOUS-TRAITANTS : LISTE DES EXPERTS CONSULTÉS

- ✎ Cherif Aidara, Phd biotechnologie marine, Québec Biodiversité
- ✎ Ingénieurs et géologue de la firme DESSAU, Génie conseil. Monsieur Daniel Lévesque, chargé de projet
- ✎ Ingénieurs et géologue de la firme LVM Technisol : Monsieur Jacques Paré, chargé de projet
- ✎ Jean François Picard , Bac. En Géologie :: Conseiller du Programme d'aide à la Recherche Industrielle PARI- CNRC, Conseil National de recherche du Canada.
- ✎ Éric Hurtubise, Géologue résident sénior, Services Géologiques Éric Hurtubise.
- ✎ Ingénieurs de la firme TDA, Monsieur Réal Dugas, chargé de projet
- ✎ Josée Duchesne, géologue minéralogiste et ingénieur minier, professeur à la faculté de géologie de l'Université Laval.



6.12 Suite des applications des échantillons pour le développement de gammes de produits à base d'argile. Rapport faisant suite au programme DGP5 : N5, PSN3, PE3, BIO3,C2, AD1

**Préparé et rédigé par Denise Saulnier, Coordonnatrice des programmes, pour l'année 2013.
Collaboration de Philippe Mimeault**

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2013 AU 31 DÉCEMBRE 2013

Par : Denise Saulnier, présidente

Bureau de vente / Sales office
FAX : 514. 593.4261
Infos@argileeaumer.ca
denisesaulnier@argileeaumer.ca

www.argileeaumer.ca

Gisement et siège social / Deposit et installations
Tel. : (418) 567-9620 Fax : 418.567.1244
164 Chemin de la baie, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1

TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

1. DESCRIPTION TECHNIQUE	P. 4
1.1 Contexte du projet	
1.2 Démarches et actions initiales	
1.3 Intention de résoudre un problème technologique	
1.3.1 Savoir technologique ou connaissance de base inexistante ou limites de la technologie ou des connaissances disponibles	
1.3.2 Améliorations : cibles escomptés	
1.4 Avancement scientifique ou technologique	
1.4.1 Problèmes / incertitudes	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX	P. 9
2.1. Description des travaux du 1 janvier 2008 au 1 juillet 2008	
2.2. Description de travaux de chaque travailleur- Calendrier et feuille de temps	
3. RÉSULTATS	P. 21
3.1. Résultats des travaux de RS&DE	
3.2. Résultats des analyses sur les boues	
3.3. Résultats quant à l'avancement technologique obtenu	
3.4. Résultats quant aux objectifs	
4. RECOMMANDATIONS	P. 56
4.1 Pour les savons fermes	
4.2 Pour la poursuite du programme	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE	P. 60

RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX SUR LE PROJET

Code de projet : **DGP : N5, PSN3, PE3, BIO3,C2, AD1**

Nom du projet : Développement de gammes de produits : produits de santé naturels, produits nettoyants, produits à base d'eaux constitutives , produits biologiques, produits pour chevaux et produits d'argile durcie.

Nom des chargés de projet :

- David Berthiaume, M.Sc., MBA, chimiste , Directeur général / Executive Director d'Oleotek
- Juliette Garcia, chimiste, chargé de projet Oleotek
- Robert Beaulieu, ingénieur en foresterie
- Marie-Anne Boucher Chimiste
- André Pichette, PHD Chimie
- Guy Jobin, Phd en physique, microbiologiste et phytopathologiste
- Sylvie Bouchard, Technicienne laboratoire dans le travail de recherche
- Denise Saulnier, Maîtrise en philosophie des sciences
- Philippe Mimeault, DEC avec spécialité en mécanique

Date de début du projet: 15 décembre 2007

Date de fin du projet : 2020 dépendant de chaque gamme de produits.

Tél. : 418.567.962

Fax : 418.567.1244

Courriel : infos@argileeaumer.ca

1.DESCRPTION TECHNIQUE

Objectifs scientifiques ou technologiques : **INTENTION DU PROJET RS&DE**

1.1 Contexte du projet

La société Argile eau mer valorise un gisement d'argile marine issue de la biomasse de la Manicouagan par la fabrication de produits comportant différents usages notamment en cosmétique, en thérapeutique, en santé animale et en fertilisation des sols. La ressource marine est transformée en différents états qui sont les poudres, les gels, les liquides, les savons et les pierres.

Avec l'installation progressive d'une unité pilote de transformation industrielle ainsi qu'une recherche pour la mise en place d'un procédé d'extraction de la matière en circuit fermé; Argile eau mer peut maintenant développer des produits à valeur ajoutée en incorporant d'autres matières que l'argile dans les produits. Le premier développement de produits est celui des produits moussants à partir des nouveaux échantillons extraits en 2006 et en 2008. Par le développement de gammes de produits, Argile eau mer veut obtenir une licence d'exploitation pour la reconnaissance de ses produits comme produits de soins de santé naturelle. Argile eau mer veut aussi diversifier ses marchés en gagnant de nouveaux segments en horticulture, en pharmacie, en santé animale et secondairement en mécanique, peinture, plein air .

1.2 Démarches et actions initiales

L'objectif de ce projet est d'obtenir l'homologation des cataplasmes, des pansements liquides, des poudres et de savons comme produits de santé naturels. Suite à cette reconnaissance ou veut poursuivre le développement de la gamme de produits moussants avec des savons liquides et d'entreprendre le développement de nouvelles gammes. En raison du pouvoir nettoyant et traitant de l'argile, des savons pour les mains, des gels douche et des shampoings qui s'adressent à plusieurs types de peau et activités humaines seront conçus avec une forte concentration d'argile marine de la Manicouagan. Cette forte concentration constitue le défi technologique puisque généralement l'argile constitue de 3 à 5% de la formulation des produits moussants. D'autre part, l'objectif du programme de l'année 2011 est d'amorcer de nouveaux développements de produits

issus des eaux et des ressources biologiques locales. De plus, pour obtenir l'homologation des produits en santé animale, nous commencerons par la fabrication d'échantillons de cataplasmes pour chevaux de course.

Les étapes sont :

- d'obtenir les formulations d'un chimiste
- de faire des essais en laboratoires pour le mélange adéquat des ingrédients.
- d'obtenir les données mesurables et quantifiables pour la reproduction des formulations retenues et le cahier des charges
- d'avoir des échantillons de 2 sortes de savons à main pour faire des tests de stabilité.

1.3. Intention de résoudre un problème technologique

Il y a des obstacles technologiques pour chacune des gammes de développement de produits parce que d'une part, elles sont dépendantes d'une nouvelle matière première et que d'autre part elles sont liées à des formulations qui doivent être mises en stabilité avant d'être commercialisées. Les mélanges d'ingrédients d'origine végétale à une matière minérale rhéologique ajoutent des incertitudes. Pour chaque gamme de produits à usages humains, il faut faire des analyses bactériologiques pour certifier l'absence de contaminants pathogènes, de métaux lourds, d'amiante et de coliformes, ainsi qu'un nombre acceptable de bactéries aérobies. De plus, les aspects sensoriels tels que l'odeur, la texture, la couleur, l'esthétisme de la présentation doivent être également être mis à l'essai pour donner une spécificité et une originalité aux produits. Ces contrôles permettent de vérifier les aspects sensibles des produits. D'autres tests s'ajoutent pour mesurer la viscosité, la suspension, le PH, la stabilité et l'apparence projetée. Des tests microbiologiques sont aussi effectués. C'est la réussite de ces tests et la reproductivité des échantillons ainsi que les résultats des analyses positives qui lèvent ou non les incertitudes technologiques.

L'homologation des produits de santé naturels-NPN a été obtenue au mois d'avril. Cependant, les allégations accordées ne sont pas été celles qu'on cherchait à obtenir. Des incertitudes restent quant aux démonstrations et formulations qu'on devra faire pour que le soulagement des douleurs musculaires et articulaires ainsi que celles relatives aux maladies de peau soient reconnues.

La méthode par séchage dans le traitement des matières végétales locales n'a pas donné les résultats escomptés. Après plusieurs essais suites à des protocoles de formulations on a conclu que les bio ressources qui avaient été séchées ont perdues de leur activité. De nouveaux traitements pour extraire des actifs doivent être faits sur une matière fraîche ou décongelée. La méthode à suivre quant au choix des ingrédients, la détermination des quantités, la suspension des liquides et le pourcentage doit être revue avant de procéder à de nouvelles formulations. De même, l'activité biologique doit être prouvée pour que la gamme des eaux constitutives du gisement progresse et qu'on ajoute à ces eaux des ingrédients bio source locaux.

Tant que les preuves n'y sont pas, les allégations qu'on fait sur les produits ne peuvent être avancées ni la recherche sur le type de contenants pour conserver leur innocuité. Les formulations basées sur des quantités exactes doivent rigoureusement être inscrites pour assurer la reproductibilité des échantillons et leur traçabilité dans le cahier des charges.

Lors des essais, des tests et des analyses de tous les facteurs sont considérés et inscrits dans une fiche technique qui établit les opérations à suivre ainsi que la main d'œuvre requise. La quantité des ingrédients est strictement mesurée, les réactions chimiques, les problèmes et réussites, le temps de fabrication et la température requise font l'objet d'une fiche technique. Un protocole pour l'entretien et le nettoyage des équipements est suivi.

Pour ce qui est des savons liquides, le progrès est d'avoir élaborer un programme de recherche pour corriger la séparation des ingrédients en trois phases. La suspension et la viscosité seront étudiées pour calibrer le mélange des huiles et du minéral. D'autre part, la caractérisation des eaux constitutives du gisement d'argile permet maintenant de les introduire dans le mélange des produits mais aussi d'en faire des gammes spécifiques avec ajout d'ingrédients biosourcés. Les échantillons de végétaux de la forêt boréale cueillis sur le gisement annoncent également de nouveaux ingrédients et une nouvelle gamme de produits ce qui représente une avancée dans la diversification de produits.

À ces incertitudes s'ajoutent des obstacles quant au calibrage du mélange des ingrédients pour obtenir les formulations souhaitées permettant d'énoncer des allégations basées sur des propriétés vérifiées. L'obtention d'une première formulation ne signifie pas qu'elle corresponde en tous points aux qualités requises. Des essais en laboratoires quant aux opérations de mélange doivent être effectués pour lever ces obstacles tout en s'assurant que les équipements soient adaptés aux nouvelles formulations. La reproduction des lots par des mesures et des quantités rigoureuses comporte également des difficultés quant au respect des protocoles inscrits dans le cahier des charges. Des ajustements face au comportement des produits basés sur l'observation dans des temps donnés pour assurer leur stabilité ajoutent des critères d'incertitudes.

Il y a d'importants obstacles à lever quant aux mesures de contrôles des produits. La viscosité, l'homogénéité, la suspension, le pH sont soumis aux lois de la rhéologie réversible de l'argile marine qui doivent être prise en compte pour que la stabilité perdure dans le temps et qu'aucune séparation des ingrédients ne s'effectue.

Les obstacles s'étendent aux contenants qui doivent être adaptés aux différentes natures des produits afin de ne pas connaître de développement bactérien. L'innocuité et la qualité de fabrication doit être assurée pour indiquer une date de péremption ce qui représente des obstacles supplémentaires puisque la traçabilité constante sur deux ans doit être assurée. Finalement, des preuves scientifiques démontrant les allégations d'efficacité des produits et des tests sensoriels complètent les obstacles à résoudre.

Pour les PSN2, l'efficacité, l'innocuité et la pureté des produits doivent être prouvées scientifiquement soit par des tests cliniques, soit par des articles scientifiques. Les obstacles viennent du fait que l'argile marine de Manicouagan est une substance nouvelle qui ne se retrouve pas dans la littérature scientifique d'où la nécessité de comparer les matières premières semblables au niveau minéralogique, chimique, microbiologique et éléments traces.

En ce qui concerne le DGPN2, les obstacles technologiques sont liés à la forte concentration d'argile qui est de 10 à 50% et à nos objectifs d'en faire des produits thérapeutiques. Dans les savons fermes commercialisés, l'ingrédient « argile » est de 5% dans les mélanges et formulation. Pour les savons liquides, les obstacles viennent de l'introduction d'une substance minérale dans le mélange des huiles, des eaux et des fragrances. Réussir la suspension et la viscosité est une difficulté importante en raison des agents dispersants. Ces obstacles s'étendent au programme DGPC2.

Pour les programmes DGPE2 et DGBIO2, les obstacles viennent de la caractérisation moléculaires spécifiques des bio ressources locales et des méthodes industrielles d'extraction et de conservation tant au niveau des contenants que de l'identification de la date de péremption.

Un protocole pour la méthode à suivre quant au choix des ingrédients est élaboré pour déterminer leur quantité et leur pourcentage. La formulation est fabriquée par des chimistes et le mélange est obtenu par brassage avec un mixeur planétaire. Le résultat du mélange réussi est une texture qualifiée par des tests sensoriels. Des ingrédients issus de la chimie verte sont choisis pour des formulations de produits s'approchant du 100% naturel incluant des conservateurs. La formulation est ajustée en relation avec les réactions chimiques de l'argile. Les quantités exactes sont rigoureusement inscrites pour assurer la reproductibilité des échantillons. Des tests de stabilité de 3 à 4 mois sont alors requis après l'ajout de d'autres ingrédients pour modifier, l'odeur, la texture, la couleur, l'esthétisme de la présentation qui donnera la spécificité et l'originalité aux produits. D'autres tests s'ajoutent pour mesurer la viscosité, la suspension, le PH, la stabilité et l'apparence projetée. Ces contrôles permettent de vérifier les aspects sensibles des produits. Des tests microbiologiques sont aussi effectués. C'est la réussite de ces tests ajoutés aux résultats des analyses positives qui lèvent ou non les incertitudes technologiques.

Lors des essais, des tests et des analyses tous les facteurs sont considérés et inscrits dans une fiche technique :

- Identification des étapes
- Identification des différentes opérations
- Nombre de main d'œuvre requise
- Quantité des ingrédients composés et non composés strictement mesurés
- Réactions chimiques
- Problème et réussites rencontrés pour la reproduction.
- Temps de fabrication pour chacune des étapes et température requise
- Entretien des équipements : protocoles de lavage et d'entretien.

1.4. Avancement scientifique ou technologique

L'avancement technologique est obtenu par l'application d'un protocole qui indique la méthode à suivre quant au choix des ingrédients et à leur mélange. Cette méthode est suivie rigoureusement pour mesurer la quantité et le pourcentage des ingrédients. La formulation ainsi obtenue permettra la reproduction des échantillons si les aspects sensoriels et les mesures de contrôle sont positifs.

Parce qu'on s'oriente vers des formulations issues de la chimie verte, l'homologation des produits de santé 100% naturels à ingrédient unique sans conservateur représente une avancée scientifique et technologique certaine pour l'entreprise. La recherche doit se poursuivre pour renforcer les allégations par de nouvelles preuves et formulations de produits.

De même, la stabilisation des savons liquide a été réussie. La reproductivité est maintenant acquise. Cette avancée permettra le développement de la gamme de produits nettoyants tel que des shampoings, des gels douche... De nouvelles formulations de savons fermes issus d'une technologie nouvelle se sont également ajoutées à la gamme des produits nettoyants.

Pour les programmes E3 et BIO3, la caractérisation moléculaires spécifiques de bio ressources locales et des eaux constitutives du gisement a progressé. Les méthodes d'extraction des eaux libres et liées représentent également une avancée. L'identification des méthodes de traitement et de conservation de ces eaux et bio ressources se poursuit par l'identification de leur activité biologique.

On cherche à obtenir des formulations basées sur des protocoles pour reproduire une méthode quant au choix des ingrédients, leur quantité et leur pourcentage. Les échantillons de ces formulations doivent être reproductibles par brassage avec un mixeur planétaire. On pourra alors qualifier le résultat du mélange si la texture est réussie et les tests sensoriels approuvés. Dans le programme C3, en poursuivant le développement de la gamme de produits pour chevaux, on cherche à obtenir l'homologation pour des produits de santé animale. En ce qui concerne le durcissement de l'argile, l'avancement recherché se situe au niveau de la méthode de traitement pas encore au niveau de développement de produits. Ce sont aussi les différentes techniques de transformation qui sont analysées pour le développement de produits issus des séparations minérales et du traitement des eaux usées.

1.5. Les incertitudes technologiques sont donc fonction des résultats projetés par rapport:

- à la forte concentration de boue marine dans les produits pour faire valoir l'ingrédient médicinal;
- au mélange des ingrédients pour obtenir les propriétés souhaitées;
- à la différenciation des spécialités;
- à l'efficacité des produits;
- aux propriétés initiales de l'argile? Quelle sera nature des changements s'il y en a? Y aura-t-il des contaminations bactériennes? Quelle sera la durée de vie des produits?
- À la fixation des odeurs et à leur durabilité sans ajout de conservateur ou avec ajout de conservateurs naturels.
- À la stabilité par rapport à la séparation et à la suspension des ingrédients
- À l'utilisation des équipements requis pour arriver aux résultats projetés.

1.6 Solutions / hypothèses à développer et à valider

- Recherche documentaire et analyse informationnelle.
- Analyse et évaluation des procédures et des réactions chimiques des mélanges.
- Élaboration des hypothèses concernant les diverses formulations par rapport aux propriétés des ingrédients.
- Différents tests et essais avec des procédures mesurables et quantifiables reproductibles.
- Synthèse des résultats et modification des hypothèses si nécessaires à la suite des essais jusqu'à l'obtention des formulations projetées selon les spécialités.
- Consultation d'experts en chimie, en microbiologie et en cosmétologie.
- Photos

2. DESCRIPTION DES TRAVAUX

2.1. Description synthétique du travail mensuel accompli

Les travaux sont en continuité avec les programmes de développement de gammes de produits de l'année dernière soit l'homologation des produits de santé naturels PSN2, les produits nettoyants PN2, produits à base d'eaux E3, la gamme de produits issus des bio ressources BIO3, produits C2 pour la santé animale des chevaux. Les techniques de durcissement de l'argile et le traitement des eaux usées sont également étudiés pour le développement de produits.

JANVIER : Réunion d'équipe pour le développement de produits en cours. Entrée des données dans le cahier des registres en ce qui concerne les procédures produits. Réponse aux questions posées par rapport à Santé Canada quant aux échantillons PSN. Planification du travail pour développement produits: C3, E3, BIO3 dans le programme de l'année en cours. Finalisation du rapport de l'année 2012 et révision des procédures opératoires normalisées. Correspondance avec la chimiste d'Oleotek afin de trouver les ingrédients nécessaires pour la formulation des produits. Envoi de 62,5 kg d'échantillons à Oléotek

FÉVRIER : Sous les recommandations de la chimiste d'Oleotek, 125 kg d'ingrédients pour savon liquide: argile en poudre extra-fine mélanges aux échantillons sont mis en formulation. Révision du programme sur les eaux constitutives et planification du travail sur leur extraction et leur stérilisation. Correspondance avec un microbiologiste pour la stérilisation des eaux et leurs mises en contenants. Élaboration d'un protocole pour la stérilisation des eaux constitutives. Rédaction des procédures opératoires, du protocole et des fiches techniques pour le cahier des registres.

MARS Nouveaux: protocoles pour le nettoyage du laboratoire et de la chambre blanche. Organisation de la rencontre avec deux chimistes d'Oleotek, un ingénieur forestier et un microbiologiste du CEDFOB pour évaluer les échantillons de savon liquide et l'incorporation des eaux constitutives stérilisés. Poursuite de la correspondance avec Santé-Canada sur les PSN

AVRIL : Les NPN sont homologués après qu'une entente sur les allégations soit intervenue. La rencontre sur les savons liquides s'est tenue avec Présentation des résultats préliminaires par la chimiste. Discussion sur la stabilité en lien avec la viscosité des formulations. Évaluation du D-limonène présent dans les savons-crèmes aux agrumes. 7 savons à la lavande sont pré-sélectionnés et 3 aux agrumes. Planification des essais.

MAI : Suite à la révision et à la planification du programme E2, une recherche de contenants pour conserver les eaux stériles est effectuée suivie d'achat. 287 kg d'échantillons d'eaux sont stérilisées et mis dans des contenants pour la production des savons liquides et des analyses sur les eaux.

JUIN : Une rencontre d'équipe pour évaluer les échantillons de savons liquides est organisée. Des échantillons sont sélectionnés pour des essais.

Des procédures et un rapport final est remis. La fabrication de 113,kg d'échantillons est fait à l'interne. Les échantillons sont mis en stabilité.

JUILLET : 134,5 kg d'échantillons issus de bleuts (BIO3) et eaux (E3) du gisement sont produits pour des essais afin de développer de nouvelles gammes. Il a été nécessaire d'extraire les antioxydants et les vitamines contenus dans les bleuets pour qu'ils se retrouvent au final dans les échantillons. Plusieurs techniques d'extraction ont été essayées envisagées. Des analyses chimiques (HPLC) seront effectuées pour voir si les composés actifs sont toujours présents ainsi que des analyses microbiologiques. Un rapport par la stagiaire chimiste est remis.

AOÛT : 308,5 kg de nouveaux échantillons sont produits pour la création de savons en barres et autres produits aromatisés aux plantes de la forêt boréale. Une cueillette massive a été effectuée afin de récolter de 15 espèces de bioressources locales. **SEPTEMBRE** : Sous les recommandations de la chimiste, poursuite de la fabrication de 83 kg de nouveaux échantillons pour E3, BIO3 et PN3. Ils sont mis en stabilité. Une évaluation du travail est produite en équipe et les protocoles de formulations sont changés.

OCTOBRE : Un protocole est établi pour la fabrication d'échantillons de savons thérapeutiques-PSN2 : 83 kg d'échantillons sont produits sans parvenir aux caractéristiques et spécifications espérés. Plusieurs essais pour stabiliser le pH, la fermeté, le mélange des ingrédients en conservant 20% de pourcentage d'argile sont effectués.

NOVEMBRE : Suivant les spécifications et la formulation d'un chimiste, des échantillons de savons pour chevaux-C3 sont fabriqués et mis en stabilité. La stabilité des autres échantillons est révisée et des corrections sont apportées.

DÉCEMBRE : Un bilan des programmes de l'année est effectuée en équipe pour le rapport final. On évalue la stabilité et on fait le tri des échantillons des divers programmes pour savoir quels sont ceux qu'on conservera pour leur reproductivité. Les critères d'évaluation sont inscrits dans le cahier de laboratoire et des registres.

2.2. Description du travail du personnel impliqué dans le projet RS&DE

DGPN5-PSN2-GPC3-GPE3-GPBI03	Développement de gammes de produits: J A N V I E R 2 0 1 3																																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J			
Travail de Sylvie Bouchard	8	8	8	8										8																	4		52	660
Travail de Jean Claude Deroy																															4		4	72
Travail de Philippe Mimeault	8	8	8	8										8	8	8						8								8		72	1384	
Travail de Denise Saulnier	8	8	8	8										8	8	8						8	8	8	8					8		120	2433	
	24	24	24	24	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24	16	16	0	0	0	0	16	16	8	8	8	0	0	16	8	0	248	4549		
Travail de Solange Bouchard			8	8																												16	240	
REMARQUES	Les salaires et le nombre d'heures inscrits dans la comptabilité sont expliqués dans la feuille générale de janvier																															292	4789	

Semaine du 1 au 4

Travail de Sylvie Bouchard	Réunion d'équipe pour le développement de produits en cours. Entrée des données dans le cahier des registres en ce qui concerne les procédures produi
Travail de Philippe Mimeault	Réunion d'équipe pour le développement de produits en cours. Entrée des données dans le cahier des registres et participation au rapport annuel.
Travail de Denise Saulnier	Réponse aux questions posées par rapport aux échantillons PSN. Planification du travail pour développement produits:C3, E3,BIO3. Finalisation du rapport annuel le 9 et 20 janvier Fransi

Semaine du 14 au 18

Travail de Sylvie Bouchard	Réunion d'équipe pour le programme sur les savons liquide GPN2. Préparation d'échantillons. Entrée dans le cahier des registres en ce qui concerne les procédures produits.
Travail de Philippe Mimeault	Réunion d'équipe pour le programme PGN2. Correspondance avec la chimiste d'Oleotek afin de trouver lesingr.dients nécessaires pour la formulation des échantillons. Correspondance et planification du travail dans le programme de formulation de produits pour les chevaux-C3
Travail de Denise Saulnier	Réunion d'équipe pour le programme PGN2. Discussion sur la correspondance avec la chimiste d'Oleotek afin de trouver les ingrédients formulation des échantillons de produits pour PGN2 et C3. Supervision du cahier des registres. Finalisation du rapport annuel

Semaine du 21 au 25

Travail de Sylvie Bouchard	Entrée dans les fiches techniques des derniers travaux.
Travail de Philippe Mimeault	Inscription dans le cahier des registres des travaux pour le rapport annuel 2013. Poursuite des correspondances pour PGN2 et C3 avec démarche auprès des fournisseurs,
Travail de Denise Saulnier	Finalisation du rapport annuel avec une revision du cahier des registres et de laboratoire.

Semaine du 28 au 31

Travail de Sylvie Bouchard	Revision de la procédure d'entretien et de nettoyage du laboratoire et des aires de fabrication en équipe avec JCD. Répartition du travail.
Travail de Philippe Mimeault	Travail de finalisation du rapport 2012 avec D.S. avec revision des documents.
Travail de Denise Saulnier	Travail de finalisation du rapport 2012 avec D.S. avec revision des documents. N.B. Le programme de la gamme des produits moussants a été changé pour le programme de produits nettoyants afin de tenir compte des produits nettoyants non moussants. Le programme est nommé Gamme de produits nettoyants-deuxième année:GPN2

DGPN5-PSN2-GPC3-GPE3-GPBI03	Développement de gammes de produits																												FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2013												Nom.heures	N.hrs payées
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28														
Travail de Sylvie Bouchard					8						8																		16	240 \$												
Travail de Philippe Mimeault	8			8	8	8	8	8			8	8					8			8	8				8	8	8		112	1 856 \$												
Travail de Denise Saulnier	8	8	8	8	8						8	8					8			8	8				8	8	8	4	108	3 593 \$												
Travail de Solange Bouchard					8																								236	5 689 \$												
																													8	120 \$												
																													244	5 809 \$												

le 1 février

Travail de Denise Saulnier	Revision du programme sur les eaux constitutives. Planification du travail sur leurs extraction et leur stérilisation .
Travail de Philippe Mimeault	Revision du programme sur les eaux constitutives. Correspondance avec un microbiologiste pour la stérilisation des eaux.
	Semaine du 4 au 8
Travail de Sylvie Bouchard	Révision avec D.S et P.M.des procédures opératoires pour le nettoyage du laboratoire
Travail de Philippe Mimeault	Travail avec le microbiologiste sur la procédure de mise en contenants des échantillons pour la stérilisation des eaux. recherche pour trouver les contenants appropriés pour la stérilisation et la stérilisation des eaux.
Travail de Denise Saulnier	Élaboration d'un protocole pour la stérilisation des eaux constitutives. Rédaction des procédures opératoires, du protocole et des fiches techniques pour le cahier des registres.
	Semaine du 11 au 15
Travail de Sylvie Bouchard	Préparation des échantillons pour PGN2 et E3. Analyse des problèmes avec les bactéries aérobies et entretien du labo.
Travail de Philippe Mimeault	Poursuite de la correspondance sur le programme GPN2-C3avec conférence téléphonique. Évaluation des 2 phases et compte rendu
Travail de Denise Saulnier	Poursuite de la correspondance sur le programme GPN2 avec conférence téléphonique
	le 18
Travail de Philippe Mimeault	Travail de fabrication d'échantillons de poudre de bioressources BIO3: achillée mille feuilles , chatons d'aulne.
Travail de Denise Saulnier	Protocole de fabrication et codification des contenants des échantillons. Entrée dans le cahier des registres pour la traçabilité.
	Semaine du 25 au 28
Travail de Philippe Mimeault	Travail de fabrication d'échantillons de poudre de bioressources: aiguille de mélèze et myrique baumier.
Travail de Denise Saulnier	Préparation et codification des contenants des échantillons. Entrée dans le cahier ds registres pour la tracabilité.

DGPN5-PSN2-GPC3-GPE3-GPBI03	Développement de gammes de produits																														FEUILLE DE TEMPS MARS 2013												Nom.heures	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30														
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D													
Travail de Sylvie Bouchard				8							8						8								8						32	480 \$												
Travail de Jean-Claude Deroy								8						8	8																24	432 \$												
Travail de Philippe Mimeault	8			8				8						8	8																40	720 \$												
Travail de Denise Saulnier	8			8				8			8			8	8				8						8						64	1 114 \$												
																															160	2 746 \$												
Travail de Solange Bouchard																															8	120 \$												
Congés fériés																															168	2 866 \$												

Du 1 au 11 Un nouveau: protocole pour le nettoyage du laboratoire et de la chambre blanche est élaboré par DS et PM. Travail d'équipe impliquant SB, JCD' PM et DS pour organiser la rencontre avec deux chimistes d'Oleotek, un ingénieur forestier et un microbiologiste du CEDFOB pour évaluer les échantillons de savon liquide et l'incorporation des eaux constitutives stérilisés.

Du 11 au 18

DS poursuit la correspondance avec Santé-Canada sur les PSN. L'ensemble des allégations est révisé et on analyse le texte à mettre sur les étiquettes pour le mode d'emploi. SB prépare des échantillons pour le programme sur les eaux en prévision de la rencontre qui a lieu le 14. Une présentation du travail accompli par Oléotek est soumise suivi de la présentation des 47 échantillons des savons liquides aux agrumes non moussant et celui au savon à la lavande moussant. Ensuite, on choisi les échantillons les plus performants avec des tests sensoriels. Une équipe de 10 personnes (3 de Oleotek, 2 du CEDFOB, 5 d'AEM) font le choix de 3 échantillons les plus représentatifs.

Du 18 au 25

SB et DS analyse les résultats soumis dans la documentation du CEDFOB et planifie des essais à partir des échantillons qui ont été sélectionnés.

OGPN5-PSN2-GPC3-GPE3-GPBIO3	Développement de gammes de produits											FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2013																		Nom.heures		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30		
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Sylvie Bouchard	8										8				8							8							8	40	600 \$	
Travail de Philippe Mimeault														4	4	4	4	4				5	5	5	5	5			8	53	954 \$	
Travail de Jean-Claude Derooy																			4									8	12	216 \$		
Travail de Denise Saulnier	4									4				8	8	8						4	4							40	3 874 \$	
																													145	5 644 \$		
Travail de Solange Bouchard	8																											8	16	120 \$		
Congés fériés																													161	5 764 \$		

Du 1 au 22

Révision des fiches techniques des produits de santé naturels et du rapport des preuves concernant les allégations des PSN par SB qui les présente à

DS pour qu'elle les analyse.

La DPSN envoie sa version des allégations et du contenu à mettre sur les étiquettes des PSN. Le responsable demande de confirmer sa version et donne un délai de 48 heures pour l'acceptation sinon, on sera obligé de faire une nouvelle demande. DS entreprend une correspondance et des entretiens téléphoniques pour savoir pourquoi seule l'allégation de ``maintenir la santé de la peau`` a été retenue. PM procède à l'analyse du contenu de l'étiquette version anglaise et française :mode d'emploi, dose recommandée, avertissement de sécurité, conditions d'entreposage. Comme le délai de 48 hrs était court, on décide d'accepter l'allégation et le texte à mettre sur l'étiquette.

Du 22 au 29

Les NPN sont homologués après qu'une entente sur les allégations soient intervenue. DS et PM entrent les nouvelles données dans le cahier des registres et de laboratoire. PM élabore de nouvelles fiches techniques.

Du 4 au 11

Avec l'embauche d'une chimiste, les responsables des programmes de produits PM et SB et de l'assurance qualité DS font rapport de l'ensemble des programmes de produits et DS explique le travail qu'elle devra effectuer. Le cahier de laboratoire, des registres lui sont présentés ainsi que les procédures opératoires et les fiches techniques. Une réunion d'équipe termine ce travail avec une répartition des tâches en fonction des programmes et une évaluation du travail à faire pour reproduire les formulations des savons liquides.

Du 12 au 21

La fabrication des échantillons de savons liquides est organisée. Des échantillons sont sélectionnés pour des essais. Des procédures et un rapport final est remis. La fabrication de 113,kg d'échantillons est fait à l'interne. Les échantillons sont mis en stabilité.

DGPM5-P5N2-GPC3-E3-BIO3	Développement de gammes de produits																															FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2013					Nom.heures	Payées
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31							
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M							
Travail de Sylme Bouchard		8	8		8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	2	162	2070					
Travail de Marie-Anne Boucher		8			8			8	8	8	8	8						8	8			8	8							2	90	1980						
Travail de Jean-Claude Deroy					8																									2	10	180						
Travail de Philippe Mimeault					8			8	4	4	4	4																		2	34	646						
Travail de Denise Saulnier		8			8							4																		2	22	2173						
Travail de Solange Bouchard																													8		8	120						
	0	24	8	0	40	0	0	24	20	20	20	24	0	0	8	8	16	16	8	0	0	16	16	8	8	8	0	0	8	8	10	326	7169					
Congés fériés																																						
Vacances																																						

Du 2 au 8

134,5 kg d'échantillons issus de bleuets (BIO3) et eaux (E3) du gisement sont produits par SB, MAB, supervisés par DS, pour des essais afin de développer de nouvelles gammes. Une rencontre d'équipe est ensuite organisée pour savoir quels seraient les équipements nécessaires pour produire un bain thérapeutique issu du mélange eau de mer, glaciaire et de bleuets.

Du 8 au 15

MAB assistée de SM et PM étudient la possibilité d'extraire les antioxydants et les vitamines contenus dans les bleuets pour qu'ils se retrouvent au final dans les échantillons. Plusieurs techniques d'extraction ont été essayées envisagées. On décide de confier au laboratoire Lasève le travail d'extraction. Des analyses chimiques (HPLC) seront effectuées par ce laboratoire pour voir si les composés actifs sont toujours présents ainsi que des analyses microbiologiques. Correspondance de DS avec Le laboratoire Lasève à ce sujet après avoir pris connaissance des travaux de l'équipe.

Du 15 au 29

SB procède à la révision complète des fiches techniques de la fabrication dans le laboratoire et des procédures normalisées afin que MAB fasse des corrections et en produise des nouvelles. Le cahier de laboratoire et le cahier des registres sont mises à jour.

Du 29 au 31

SB complète la mise à jour et un rapport par la stagiaire chimiste MAB est remis et analysé en équipe.

DGPM5-PSN2-GPC3-GPE3-GPBIO3	Développement de gammes de produits											FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2013											Nom.heures	Payées										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31			
	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S			
Travail de Sylvie Bouchard					8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8										160	2760
Travail de Marie-Anne Boucher					8	8	8	8	8							8			8	8	8	8	8										96	3977,33
Travail de Jean-Claude Dero																																	0	0
Travail de Philippe Mimeault					8	8		8	8																								32	608
Travail de Denise Saulnier					8	8	4	8	4										8	8	8	8	8									72	1553	
Travail de Solange Bouchard																										8	8						16	240
	0	0	0	0	32	32	20	32	28	0	0	8	8	8	16	16	0	0	24	24	24	24	24	24	0	0	8	8	8	8	0	360	8898,33	
Congés fériés																																	376	9138,33

Du 2 au 8

SB, MAB et PM procède à la cueillette de 58,5 échantillons de feuilles d'airelles, d'aiguilles de mélèze, de fleurs de rosiers sauvages et d'aulne crispées pour envoyer au laboratoire Lasève pour l'analyse de l'activité biologique. On prépare ensuite des échantillons d'eaux 100 kg parce qu'on veut savoir si les eaux et les bioressources possèdent des propriétés anti-inflammatoires, antioxydantes et si elles sont cytotoxiques. DS supervise le travail et analyse les données en prévision du rapport

Du 12 au 23

SB prépare 50kg d'échantillons pour que MAB fasse des essais pour la formulation de savons liquides avec de nouvelles huiles essentielles et de savons fermes avec des nouvelles bio ressources locales. Les plantes de la forêt boréale ont été choisis en fonction de leurs arômes. De même, des échantillons 100 kg d'eaux constitutives sont aussi préparés par SB pour la formulation d'eaux micellaires. Des tests sur les aspects sensoriels sont ensuite effectués en équipe pour choisir quels échantillons seront retenus. MAB fait un rapport et des recommandations à SB et DS pour la poursuite du travail suite à son départ.

DGPM 5-PSN2-GPC3-GPC3-GPE3-GPBI	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2013																														Nom.heures	Payées	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Sylvie Bouchard		8	8	8	8	8												8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	120	1800
Travail de Jean-Claude Derooy																																0	0
Travail de Philippe Mimeault		8	8	8	8	8												8	8	8				8	8	8	8	8				104	1512
Travail de Claude Saulnier		8	8	4														4						8	8	4					44	748	
Travail de Denise Saulnier		8	8	8	8	8												8	8	8				8	8	8	8	8				104	3793
Travail de Solange Bouchard																								8								8	120
	0	32	32	28	24	24	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	28	24	24	0	0	40	32	28	24	24	0	0	8	8	380	7973

Du 2 au 9

Suite aux recommandations de la chimiste, poursuite de la fabrication de 83 kg de nouveaux échantillons par SB, CS et PM pour les programmes E3, BIO3 et PN3. Les échantillons sont mis en stabilité avec vérification sous supervision de DS. Des procédures sont proposées pour durcir l'argile.

Du 18 au 27

Poursuite des essais, vérification de la stabilité par PM et SB. CS fait rapport des essais faits sur l'argile durcie à DS. Celle-ci enregistre également les données soumises par PM et SB sur les eaux micellaires, les bioressources et les eaux constitutives.

La licence d'exploitation a été renouvelée.

La dernière semaine est consacrée à un travail d'équipe pour réviser les modes d'emploi, la dose et les recommandations à inscrire sur les étiquettes. L'ensemble est cahier de laboratoire et des registres pour que les numéros de produits inscrits sur l'étiquette afin d'assurer leur traçabilité.

DGPN5-PSN2-GPC3-CC3-E3-BIO3	Développement de gammes de produits	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2013																												Nom.heures	Payées		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S			
Travail de Sylvie Bouchard	8				8	8	8	8			4	8	8	8	8					8	8	8	8			8	8	8	8			148	2170
Travail de Jean-Claude Deroy	8																											4			12	228	
Travail de Philippe Mimeault	8				4	4	4	4					8	8	8													4			52	988	
Travail de Claude Saulnier																		8	8	4							4			24	408		
Travail de Denise Saulnier	8				4	4	4	8					8	8	8					8	8	8					4	8	8	96	2793		
Travail de Solange Bouchard																											8			8	120		
	32	0	0	0	16	16	16	20	0	0	4	8	24	24	24	0	0	8	24	20	16	8	0	0	8	8	32	16	16	0	340	6707	

Du 1 au 11

Une demande pour la fabrication d'un savon thérapeutique pour chevaux est analysée en équipe SB-JCD-PM- et DS. On veut savoir si on a tous les ingrédients et les équipements. SB prépare ensuite les échantillons nécessaires pour procéder à la fabrication pendant que DS et PM analyse les spécifications et la formulation d'un chimiste spécialisé dans les savons pour chevaux pour savoir si on peut les réaliser.

PM commande ensuite les ingrédients pendant que DS explique à SB le protocole pour les essais.

Du 11 au 18

Les échantillons de savon pour chevaux, programme C3, sont fabriqués par SB et mis en cure avant leur estampillage. PM supervise la fabrication et DS fait la révision des autres programmes de produits en cours pour assurer la qualité et la stabilité des échantillons.

Du 18 au 25

Suite à la révision des programmes en cours, des corrections sont apportées par SB avant qu'elle les inscrives dans le cahier des registres en remplissant les fiches technique. CS poursuit le programme de l'argile durcie en vérifiant les paramètres de cuisson et les changements de couleur de l'argile. DS prend note des essais et communique avec des experts pour l'aider à analyser les résultats.

Du 25 au 29

SB fait la vérification des échantillons des programmes en cours, vérifie leur stabilité et inscrit le tout dans les fiches techniques. DS vérifie les données pour assurer la qualité et la reproduction des échantillons pour en faire des produits finis. Une réunion d'équipe est tenue pour faire part des résultats.

DGPM5-PSN2-GPC3-CC3-E3-BIO3	Développement de gammes de produits	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2013																													Nom.heures	Payées	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31		
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M		
Travail de Sylvie Bouchard		2	8	8	8	8					8	8	8			8	8	8	8	8			8	2	8	8	8			8	8	148	2046
Travail de Jean-Claude Deroy		2																						2	8	8	8			8	8	44	836
Travail de Philippe Mimeault		2									8	8	8					8	4	4			4	2	8	8	8			8	8	88	1208
Travail de Claude Saulnier		2	8	4												8	8						8	2	8	8	2			4		62	1054
Travail de Denise Saulnier																									8	8	8			8	8	40	5833,35
Travail de Solange Bouchard		8							8							8									8							32	480
TOTAL	0	16	16	12	8	8	0	0	8	0	16	16	16	0	0	24	16	16	12	12	0	0	20	8	48	40	34	0	0	36	32	414	11457,35
																																680	15913,35

Du 2 au 11

Un bilan des programmes de l'année est effectuée en équipe pour le rapport final. On évalue la stabilité et on fait le tri des échantillons des divers programmes pour savoir quels sont ceux qu'on conservera pour leur reproductivité. DS et SB inscrive ensuite l'ensemble des résultats dans les fiches techniques et dans le cahier de laboratoire et des registres. SB et PM font ensuite d'autres essais pour stabiliser la fermeté du savon thérapeutique et des savons qui ont été sélectionnés.

De plus, ils révisent les procédures de nettoyage du laboratoire et du SAS parce que des contaminations ont été trouvées dans les produits finis humides.

Du 11 au 24

SB termine les essais en cours dans les différents programmes et elle vérifie la stabilité des échantillons. PM supervise le travail et entre les données. CS fait rapport des essais sur l'argile durcie. Une planification est suggérée pour la poursuite des programmes des produits avant la réunion d'équipe qui est tenue pour analyser la planification suggérée.

3.RÉSULTATS

3.1 PRODUITS DE SANTÉ NATURELS-PSN 3

3.1.1 Homologation des produits de santé naturels-PSN

Les numéros NPN ont été obtenus pour l'homologation de quatre produits de santé naturels en avril 2013.L'enregistrement de ces produits est énoncé comme suit :

ARGILE MARINE SENSIBLE DE MANICOUAGAN
DOULEURS MUSCULAIRES ET ARTICULAIRES pour application topique en cataplasme

Gel

Aide à maintenir la santé de la peau

250 gr

NPN : 80041976

Dose recommandée :

Adultes et adolescents 12 ans et plus: 1 Gel 1 à 3 fois par jour.

Mode d'emploi :

Appliquer une couche d'argile directement sur la peau ou déposer l'argile sur un linge propre, une feuille de chou ou un film plastique en couche d'une épaisseur de 2 cm. Laisser agir 30 minutes sur le visage et jusqu'à 2 heures et plus sur les autres parties du corps. Humecter au besoin pour que l'argile ne sèche pas ou couvrir le cataplasme d'un film plastique. Si nécessaire, utiliser une bande élastique pour fixer le cataplasme. Rincer à l'eau tiède.

Ingrédients médicinaux : (par dose unitaire) Complexe minéral de silicate 100 % ce produit peut augmenter le dessèchement de la peau.

EMBALLAGE DE SÉCURITÉ : Le dispositif de sécurité est évident par lui-même.

Conditions normales d'entreposage. (locaux et terrains attenants secs et bien ventilés entre 15°C et 25°C) Entreposer à l'abri de la lumière et de l'humidité.

EXP:

LOT :

ARGILE MARINE SENSIBLE DE MANICOUAGAN
PROBLÈMES DE PEAU pour application topique en pansement liquide
Suspension

Avertissements et énoncés de risque :

Éviter tout contact avec les yeux et les muqueuses, en cas de contact, rincer abondamment avec de l'eau. Ne pas utiliser sur la peau éraflée ou abrasée Cesser l'emploi si une irritation excessive de la peau apparaît. L'usage fréquent de

Aide à maintenir la santé de la peau

250 gr

NPN : 80042013

Dose recommandée :

Adultes et adolescents 12 ans et plus: 1 Gel 1 à 3 fois par jour.

Mode d'emploi :

Appliquer une couche d'argile directement sur la peau ou déposer l'argile sur un linge propre, une feuille de chou ou un film plastique en couche d'une épaisseur de 1 à 2 cm sur l'endroit désiré. Laisser agir 30 minutes sur le visage et jusqu'à 2 heures et plus sur les autres parties du corps. Humecter au besoin pour que l'argile reste humide ou couvrir le pansement liquide d'un film plastique. Si nécessaire, utiliser une bande élastique pour fixer le pansement liquide. Rincer à l'eau tiède.

Ingrédients médicinaux : (par dose unitaire) Complexe minéral de silicate 100 %

Avertissements et énoncés de risque :

Éviter tout contact avec les yeux et les muqueuses, en cas de contact, rincer abondamment avec de l'eau. Ne pas utiliser sur la peau éraflée ou abrasée Cesser l'emploi si une irritation excessive de la peau apparaît. L'usage fréquent de ce produit peut augmenter le dessèchement de la peau.

EMBALLAGE DE SÉCURITÉ : Le dispositif de sécurité est évident par lui-même.

Conditions normales d'entreposage : locaux et terrains attenants secs et bien ventilés entre 15°C et 25°C . Entreposer à l'abri de la lumière et de l'humidité.

EXP:

LOT :

ARGILE MARINE SENSIBLE DE MANICOUAGAN

Douleurs musculaires et problèmes de peau pour application topique en cataplasme, en pansement liquide ou utilisation dans les bains de pieds et de mains.

POUDRE

Aide à maintenir la santé de la peau

250 gr

NPN :80042012

Dose recommandée :

Adultes et adolescents 12 ans et plus: Poudre 1 à 3 fois par jour.

Diluer 2/3 de poudre dans 1/3 d'eau.

Mode d'emploi :

Appliquer une couche d'argile directement sur la peau ou déposer l'argile sur un linge propre, une feuille de chou ou un film plastique en couche d'une épaisseur de 1 à 2 cm sur l'endroit désiré. Laisser agir 30 minutes sur le visage et jusqu'à 2 heures et plus sur les autres parties du corps. Humecter au besoin pour que l'argile reste humide ou couvrir avec un film plastique. Si nécessaire, utiliser une bande élastique. Rincer à l'eau tiède. Utilisation dans un bain de pied et de main : mettre 2/3 de poudre dans 1/3 d'eau.

Ingrédients médicinaux : (par dose unitaire) Complexe minéral de silicate 100 %

Avertissements et énoncés de risque :

Éviter tout contact avec les yeux et les muqueuses, en cas de contact, rincer abondamment avec de l'eau. Ne pas utiliser sur la peau éraflée ou abrasée. Cesser l'emploi si une irritation excessive de la peau apparaît. L'usage fréquent de ce produit peut augmenter le dessèchement de la peau.

EMBALLAGE DE SÉCURITÉ : Le dispositif de sécurité est évident par lui-même.

Conditions normales d'entreposage : locaux et terrains attenants secs et bien ventilés entre 15°C et 25°C. Entreposer à l'abri de la lumière et de l'humidité.

EXP:

LOT :

ARGILE MARINE SENSIBLE DE MANICOUAGAN
Savon thérapeutique problèmes de peau
Aide à maintenir la santé de la peau

250 gr

NPN : 800510757

Dose recommandée

12 ans et plus. Savonner 1 à 20 fois par jour 6 ans à 12 ans. : Savonner 1 à 10 fois par jour, 1 mois à 6 ans : Savonner 1 à 5 fois par jour

Mode d'emploi :

Faire mousser le savon avec de l'eau. Frotter doucement les parties du corps pour nettoyer et exfolier. Rincer avec une eau abondante pour enlever les résidus.

Ingrédients médicinaux (par dose unitaire) Argile (Complexe minéral de silicate)

Huile d'olive (Olea europaea, Chair (fruit))

Huile d'amandes douces (Prunus dulcis, Graine)

Ingrédients non médicinaux : Eau distillée, huile de coco fractionnée, soude caustique.

Avertissements et énoncés de risque

Éviter tout contact avec les yeux et les muqueuses, en cas de contact, rincer abondamment avec de l'eau. Ne pas utiliser sur la peau éraflée ou abrasée. Cesser l'emploi si une irritation excessive de la peau apparaît. L'usage fréquent de ce produit peut augmenter le dessèchement de la peau;

Réactions indésirables connues : risques d'irritation des yeux et de rougeurs

Emballage de sécurité : Le dispositif de sécurité est évident par lui-même.

Conditions normales d'entreposage : Locaux et terrains attenants secs et bien ventilés entre 15 et 25°C. Entreposer à l'abri de la lumière et de l'humidité

Cette homologation a été précédée d'une négociation avec la DPSN au sujet des allégations et des modes d'emploi. Les allégations ont été réduites à « maintenir la santé de la peau » sans qu'on puisse faire reconnaître le soulagement des douleurs articulaires et musculaires pour les cataplasmes et la réduction de la douleur associée aux problèmes de peau. Nous avons accepté l'allégation mais nous voulons poursuivre la recherche pour que ces allégations soient reconnues.

3.1.2 Protocole de fabrication

	TEMPS	OPÉRATEUR
<p>Préparation à la fabrication</p> <p>1.1 Vérifier la propreté des murs et planchers et le nettoyage des équipements</p> <p>1.2 Se procurer les matières premières de l'entrepôt, faire le choix du contenant. Vérifier celle-ci, les fiches techniques des matières premières, les codes de fabrication et les cahiers des registres applicables.</p> <p>1.3 Les matières premières sont inspectées visuellement pour s'assurer de l'absence de contamination et pour s'assurer qu'elles rencontrent les spécifications.</p> <p>1.4 Approcher les matières premières pesées des appareils appropriés et vérifier le bon fonctionnement de celles-ci</p> <p>1.5 Sélectionner la balance appropriée et peser la matière première. Séparer les matières pesées par lot et les disposer sur un chariot mobile.</p> <p>1.6 Prendre connaissance de la documentation à remplir dans le cahier des registres du produit formulé.</p> <p>1.7 Vérifier si le programme d'hygiène (tenue vestimentaire et la procédure d'habillage) est respecté.</p> <p>1.8 Compléter les fiches de maitrise opérationnelle</p>		
<p>Fabrication</p> <p>2.1 Identifier les matières premières (argile, eau,...)</p> <p>2.2 Ajuster tous les équipements nécessaires à la réalisation des produits (pompe doseuse, scelleuse, autoclave, étuve)</p> <p>2.3 Incorporer manuellement les matières liquides et solides pour obtenir la viscosité souhaitée</p> <p>2.4 Remplir les contenants avec la pompe doseuse préalablement étalonnée.</p> <p>2.5 Peser les contenant remplie et s'assurer d'avoir une erreur de +5</p> <p>2.6 Sceller adéquatement les contenants utilisés à l'aide de l'équipement approprié</p> <p>2.7 Étuver les produits à température approprié</p> <p>2.8 Étiqueter les produits en indiquant les codes de fabrication</p> <p>2.9 Remplir la feuille de maitrise de la préparation du mélange de la solution adéquatement.</p>		

Contrôle qualité 3.1 Prélever un échantillon représentatif, évaluer les caractéristiques physiques (couleur, viscosité, % humidité) et les caractéristiques chimiques (limpidité, homogénéité, pH).		
Entreposage 4.1 Entreposer les produits les échantillons de contrôle de qualité aux endroits appropriés. Remplir les fiches d'inventaire.		
Nettoyage 5.1 Nettoyer la salle et les équipements. Remplir les fiches de nettoyages		

3.2 PROGRAMME DE PRODUITS DE BIORESSOURCES (BIO 3)

3.2.1 Rapport sur l'ajout de matière végétal de la forêt boréale dans des savons en barre :Rapport de Marie-Anne Biucher, chimiste, M.Sc, Juillet 2013

Introduction

Les savons en barres sont une partie importante du chiffre d'affaires d'Argile eau mer. De plus, la valorisation des plantes du gisement est un intérêt principal pour la compagnie. Dans cette optique, la création de savons en barres aromatisés aux plantes de la forêt boréale est une suite logique pour l'entreprise qui rejoint le programme sur les bioressources

Récolte du matériel végétal

Méthodologie

Un extrait de bleuet a été acheté à un entrepreneur qui fait la fabrication d'un jus de bleuet et les résidus déshydratés ont été vendus à Argile eau mer.

Lors de l'été 2012, on a cueilli et fait sécher les parties aériennes de *Myrica gale* (Myrique baumier) et de l'*Achillea millefolium* (Achillée millefeuille), les chatons d'*Alnus crispa* (aulne crispé) ainsi que les aiguilles du *Larix laricina* (mélèze laricin).

Les fleurs de *Syringa vulgaris* (lilas sauvage) ont été cueillies le 26 juin 2013.

Le 22 juillet 2013 une cueillette massive a été effectuée par Marie-Anne Boucher et Philippe Mimeault dans les environs de Baie St-Ludger. Ils ont récolté : les aiguilles d'*Abies balsamea* (sapin baumier),les feuilles d'*Arctostaphylos Uva-Ursi* (thé des bois),les fleurs de *Trifolium pratense* (trèfle),les fleurs de *Rudbeckia hirta* (marguerite jaune),les fleurs d'*Épilobium angustifolium* (épilobe en épi),les fleurs de *Vicia cracca* (vesce craque),les aiguilles de *Picea mariana* (épinette noire),les aiguilles de *Pinus pinaster* (pin maritime),les feuilles de *Ledum groenlandicum* (thé du labrador),les fleurs de *Rosa ssp.* (rosier).

Le 23 juillet 2013, des feuilles de *Thuja occidentalis* (cèdre) ont été cueillies. Le 6 août, une cueillette a été faite sur le site de l'usine de la ainsi que les fruits des bleuets sauvages et de la pelouse

Séchage et broyage

Le *Myrica gale* (Myrique baumier), l'*Achillea millefolium* (Achillée millefeuille), l'*Alnus crispa* (aulne crispé) et le *Larix laricina* (mélèze laricin) ont été récoltés en été 2012. Elles ont été séchées au CEDFOB et finalement elles ont été broyées à l'usine de la compagnie.

Extraction

Lors d'un projet en collaboration avec le CEDFOB, Argile eau mer s'est vue acquérir de l'huile essentielle de *Myrica gale* (Myrique baumier), de *Populus balsamifera* (Peuplier baumier) et de *Achillea millefolium* (Achillée millefeuille).

Le 27 juin 2013, les fleurs de *Syringa vulgaris* ont été placées dans de l'eau distillée bouillante pour 3 heures. L'extrait aqueux obtenu est mauve et a une légère odeur de lilas.

Le 15, 25 et 26 juillet 2013, de la matière végétale a été immergée dans de l'eau bouillante (*voir la partie fabrication pour plus d'information*).

Achat d'huile essentielle

Pour effectuer la comparaison avec les huiles essentielles locales. L'huile essentielle de *Pinus Pinaster* provient de la compagnie AlikSir.

Fabrication

Différentes techniques d'ajout de matière végétal ont été testées lors de ce projet.

Ajout de matière sèche dans les savons fermes

Ajout de matière fraîche dans les savons

Ajout d'infusion dans les savons

Dissolution de la soude dans des extraits aqueux

Ajout d'huiles essentielles

La recette de savon peau mixte a été diluée 8 fois, pour la réalisation des essais. L'argile ainsi que les huiles essentielles sont tous simplement éliminées.

Tableau #1 : Recette utilisée pour la manufacture des savons

Soude	108g	Huile de canola	94g
Huile d'olive	225g	Huile de palme	136g
Huile de coco	150g	Eau distillée	263g

Beure de karité	145g	
-----------------	------	--

Note : La quantité de plantes est souvent exprimée en millilitres dans le présent rapport puisque la balance disponible ne permet pas de peser de petites quantités. Les unités de volumes sont, par contre, très variables en fonction de la compression du matériel végétale.

Ajout de matière sèche dans les savons

Larix laricin (mélèze laricin)

Un peu avant l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 11g de poudre de mélèze ont été mis dans le mélange.

Achillea millefolium (Achillée millefeuille)

Un peu avant l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 45 ml de poudre d'achillée millefeuille a été mis dans le mélange.

Myrica gale (Myrique baumier)

Un peu avant l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 9g de poudre de myrique ont été mis dans le mélange.

Alnus crispa (Aulne crispé)

Un peu avant l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 11g de poudre ont été ajoutés au mélange. L'odeur était très douce, j'ai donc ajouté 17g supplémentaire. Deux types de savons ont ensuite été faits :

Un type avec la pâte de savon filtré avant la mise en moulage

Un deuxième type où la pâte est non filtrée avant le moulage

Poudre de bleuet

Un peu avant l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 17 g de poudre de bleuet ont été ajoutés au mélange.

Observation :

L'ajout de matières végétales rend les savons nettement plus cassants. Il faut donc être prudent et ajouter une quantité raisonnable de matière sèche. L'odeur de la plupart de ceux-ci est également très faible. L'ajout d'huile essentielle, en plus de la matière végétale sèche, apporterait l'odeur et l'allure désirée.

Ajout de matière végétale fraîche dans les savons

Abies balsamea (Sapin baumier)

Un peu avant l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 50g d'épines de sapin baumier ont été ajoutés au mélange.

Pelouse

Un peu avant l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 45 ml de pelouse trachées finement ont été ajoutés au mélange.

Rudbeckia hirta (Marguerite), Vesce craque (Vicia cracca), Arctostaphylos Uva-Ursi (Thé des bois), Thuja occidentalis (Cèdre)

Après la fabrication des savons de type "ajout d'infusion dans le savon" une quantité non définie de matière fraîche est ajoutée au savon.

Observation :

L'ajout de matière fraîche apporte des couleurs et des odeurs intéressantes.

Ajout d'infusion dans le savon

Trifolium pratense (*Trèfle des prés*)

Les fleurs de trèfle (16g) ont été infusées dans 150 ml d'eau distillés pour 1h. Après l'obtention de la "trace" lors de la fabrication du savon, cette eau infusée a été ajoutée au mélange.

Rudbeckia hirta (*Marguerite*)

Les fleurs de marguerite (17g) ont été infusées dans 150ml d'eau distillés pour 1h. Après l'obtention de la "trace" lors de la fabrication du savon, cette eau infusée a été ajoutée au mélange.

Vesce craque (*Vicia cracca*)

Les fleurs de vesce craque (16g) ont été infusées dans 150 ml d'eau distillée pour 1h. Après l'obtention de la "trace" lors de la fabrication du savon, cette eau infusée a été ajoutée au mélange.

Epilobium angustifolium (*Épilobe en épi*)

Les fleurs d'épilobe en épi (18g) ont été infusées dans 150 ml d'eau distillés pour 1h. Après l'obtention de la "trace" lors de la fabrication du savon, cette eau infusée a été ajoutée au mélange.

Arctostaphylos Uva-Ursi (*Thé des bois*)

Les feuilles de thé déchiqueté (40g) ont été infusées dans 300 ml d'eau distillés pour 1h. 262.5g ont été utilisés pour dissoudre la soude et procédé à la fabrication du savon.

Thuja occidentalis (*Cèdre*)

Les feuilles de cèdre déchiqueté (40g) ont été infusées dans 300 ml d'eau distillés pour 1h. 262.5g ont été utilisés pour dissoudre la soude et procédé à la fabrication du savon.

Observation :

L'ajout des infusions dans la préparation des savons augmente la quantité d'eau ce qui amène une texture plus molle que normalement.

Ajout de la soude dans des extraits aqueux

Syringa vulgaris (*Lilas sauvage*)

262.5 g de l'extrait aqueux de fleurs de lilas ont été utilisés pour dissoudre la soude et procédé à la fabrication des savons.

Ajout d'huiles essentielles

Achillea millefolium (*Achillée millefeuille*)

Après l'obtention de la "trace" lors de la fabrication des savons, 3 aliquotes de 25ml de savons ont été prélevé. Une quantité différente d'huile essentielle est ajoutée à chaque aliquote.

7 gouttes d'huile essentielle ont été ajoutées

10 gouttes d'huile essentielle ont été ajoutées

15 gouttes d'huile essentielle ont été ajoutées

Myrica gale (*Myrique baumier*)

Une petite quantité inconnue d'huile essentielle a été ajoutée à la préparation des savons.

Populus balsamifera (*Peuplier baumier*)

Une petite quantité inconnue d'huile essentielle a été ajoutée à la préparation des savons.

Pinus pinaster (Pin maritime)

5 g d'huile essentielle a été ajouté à la préparation des savons .

Résultats

Plante ajoutée	La partie de plante ou l'extrait ajouté aux savons	Quantité de savons produits	Couleur	Odeur	Texture	Ajout de matière végétal sur le côté du savon	Commentaire
Achillée millefeuille	Huile essentielle	1	Bleu-vert très pâle	Caractéristique à la plante	Normale		
	Poudre		Savon beige et brun	Odeur très subtile	Un peu plus dur que la normale	La poudre a gardé sa couleur originale	La couleur et la texture sont aimées. L'ajout d'huile essentielle et de poudre est fortement envisageable
Aulne crispé (chaton)	Poudre (non-filtré)	6	Brun pâle	Caractéristique à la plante	Cassante		
	Poudre (filtré)	10 (petit format)	Beige foncé	Caractéristique à la plante	Quelque peu cassant	Non effectué, mais pourrait certainement donner des résultats intéressants	La couleur est plus jolie lorsque la pâte de savon est filtrée avant le moulage
Pelouse	Matière végétale fraîche (feuilles)	2	Blanc picoté vert	Sans odeur	Normale		

Pin	Huile essentielle	3	Beige	Odeur légère (L'huile n'est pas restée dans le savon)			
	Infusion						
	Matière végétale fraîche (aiguilles)	2	Beige avec des épines noires		Normale		
Bleuet	Matière végétale fraîche (fruits)	2	Beige avec des trous bruns	Odeur légère de bleuet			
	Poudre	10	Brun-rouge	Sans odeur	Normale		Trop cher à produire
Épinette	Matière végétale fraîche (aiguilles)	2	Beige avec des épines noires	Ne sent pas beaucoup	Normale		Aspect similaire au sapin
Ledum	Matière végétale fraîche (feuilles coupées)	2	Beige avec des taches brunes	Légère odeur	Normale		La couleur et la texture sont aimées. L'ajout d'huile essentielle est fortement envisageable
Rose	Matière végétale fraîche (pétales)	3	Beige avec des pétales bruns	Petite odeur subtile	Normale		
Myrique baumier	Huile essentielle	2	Beige	Odorant	Normale		
	Poudre	3	Savon beige et brun	Petite odeur subtile	Un peu plus dur que la normale	La poudre a gardé sa couleur originale	On pourrait rajouter de l'huile avec la bordure de plante (poudre)
Trèfle	Matière végétale fraîche (fleurs)	3	Beige	Petite odeur subtile	Plus mou que la normale		
Cèdre	Infusion+Matière végétale fraîche (feuilles)	4	Beige avec des morceaux noirs	Petite odeur subtile	Légèrement plus mou que la normale	Les feuilles sont devenues noires	

	Infusion	6	Beige	Petite odeur subtile	Légèrement plus mou que la normale		
Thé des bois	Infusion	3	Beige	Petite odeur subtile	Normale		
	Infusion+Matière végétale fraîche (feuilles)	6	Beige avec des feuilles noires	Petite odeur subtile	Normale	Les feuilles sont devenues noires	
Marguerite	Infusion	3	Beige	Petite odeur subtile	Légèrement plus mou que la normale	Les fleurs sont restées très belles	
Vesce craque	Infusion	4	Beige	Petite odeur subtile	Légèrement plus mou que la normale	Les fleurs sont devenues jaunes	
Épilobe en épi	Infusion	3	Caramel	Sans odeur	Légèrement plus mou que la normale		
Mélèze	Poudre	20	Brun	Sans odeur	Quelque peu dur		
Lilas	Extraction aqueuse	112 (petits savons)	Beige très très pâle	Petite odeur subtile	Normale		
Sapin	Matière végétale fraîche (aiguilles)	6	Beige avec des morceaux noirs	Sans odeur après quelque temps	Normale		
Peuplier baumier	Huile essentielle	4	Beige	Odorant	Normale		

Discussions

Lors d'une rencontre avec la directrice de la compagnie, sept concepts de nouveaux savons ont été déterminés :

Savon fabriqué avec de la poudre de chaton d'aulne crispé (le savon filtré a, par contre, été plus apprécié).

Savon contenant de pelouse fraîche, en plus d'une fleur de marguerite sur le côté.

Savon avec de l'huile essentielle de myrique ainsi que de la matière sèche (poudre) sur le côté.

Savon avec des pétales de rose fraîche à l'intérieur
Savon fabriqué avec un extrait aqueux de lilas sauvage
Savon fabriqué avec de l'huile essentielle de sapin ainsi que des épines sèches de cet arbre.
Savon fabriqué avec une infusion de thé des bois dans lequel de la matière végétale fraîche a été disposée.

Conclusion

La compagnie Argile eau mer a, dans ce rapport, plusieurs possibilités de savons pour valoriser leurs bioressources. Au total, 27 tests ont été effectués, et ce, avec 19 plantes différentes qui sont pour la plupart issues du gisement de la compagnie.

3.2.2 Rapport sur les ressources issues du gisement par Marie-Anne Boucher, M. Sc., Chimiste

Introduction :

La poudre d'argile est régulièrement ajoutée à l'eau dans la baignoire. Son pouvoir relaxant, déstressant et sa capacité à reminéraliser la peau en font un incontournable dans ce domaine. L'ajout de matière végétale serait une manière pour l'entreprise Argile eau mer d'améliorer ce produit en apportant de nouvelles propriétés venues des plantes. Les 5 poudres végétales testées proviennent du bleuet, du myrique baumier, de l'aune crispé, de l'achillée millefeuille et du mélèze laricin.

Méthodologie :

Approvisionnement en matière végétale

- La poudre de bleuet a été achetée à un fournisseur régional.
- La poudre de myrique baumier (*Myrica gale*), et d'achillée millefeuille (*achillea millefolium*) vient des parties aériennes séchée et broyée en été 2012.
- La poudre de mélèze laricin (*larix laricina*) vient des feuilles de cet arbre séché et broyé en été 2012.
- La poudre de l'aune crispé (*alnus crispa*) vient des chatons séchés et broyés de cet arbre.

Mélange eau, poudre d'argile et poudre végétale

Dans un bécher de 300ml mettre une tasse d'eau tiède (37 °C). Ajouter différents ratio argile, eau et agiter.

Choix d'un produit

Les mélanges ont été observés par Marie-Anne Boucher, Sylvie Bouchard et Philippe Mimeault.

Détermination de la quantité nécessaire du mélange pour un soin de bain

Différentes quantités du produit sont ajoutées à 1 tasse d'eau (37 °C).

Choix de la quantité recommandé

Les mélanges ont été observés par Marie-Anne Boucher, Sylvie Bouchard et Philippe Mimeault.

Résultats et discussions :

Tableau #1 : Échelle de solubilisation

1	Se solubilise instantanément
2	Se solubilise bien
3	Se solubilise partiellement
4	Ne se solubilise pas
5	Ne se solubilise pas et il y a regroupement des particules

Mélange eau, poudre d'argile et poudre végétale

Myrique baumier

Tableau #2 : Résultat des essais effectué avec la poudre de *myrica gale*

Ration argile : plante	Couleur	Solubilisation du produit	Odeur
0 : 1	Verdâtre	4	Odeur de plante
1 : 1	Gris argile	4	Caractéristique à l'argile
1 : 2	Gris argile	4	Caractéristique à l'argile
2 : 1	Gris argile	4	Caractéristique à l'argile

Observation : Après mélange excessif il y a dispersion des particules et partiellement de la couleur. Le mélange semble peu adapté pour un produit de bain du à son manque de solubilité.

Mélèze laricin

Tableau #3 : Résultat des essais effectués avec la poudre de *larix laricina*

Ration argile : plante	Couleur	Solubilisation du produit	Odeur
0 : 1	Verdâtre	5	Odeur de plante

1 :1	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile
1 :2	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile
2 :1	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile

Observation : Après mélange excessif il y a dispersion partielle des particules et partiellement de la couleur lors du mélange 0 :1. Le mélange semble peu adapté pour un produit de bain du à son manque de solubilité.

Achillée millefeuille

Tableau #4 : Résultat des essais effectués avec la poudre d'*achillea millefolium*

Ration argile : plante	Couleur	Solubilisation du produit	Odeur
0 :1	Beige	5	Odeur de plante
1 :1	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile
1 :2	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile
2 :1	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile

Observation : Après mélange très excessif, il y a dispersion partielle des particules et partiellement de la couleur lors du mélange 0 :1. Le mélange semble peu adapté pour un produit de bain du à son manque de solubilité.

Aulne crispé

Tableau #5 : Résultat des essais effectués avec la poudre d'*achillée millefolium*

Ration argile : plante	Couleur	Solubilisation du produit	Odeur
0 :1	Jaunâtre	5	Odeur de plante
1 :1	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile
1 :2	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile
2 :1	Gris argile	5	Caractéristique à l'argile

Observation : Après mélange, il y a dispersion partielle des particules et partiellement de la couleur lors du mélange 0 :1. Le mélange semble peu adapté pour un produit de bain du à son manque de solubilité.

Bleuet

Tableau #6 : Résultat des essais effectués avec la poudre de bleuet

Ration argile : plante	Couleur	Solubilisation du produit	Odeur
0 :1	Mauve	3	Odeur fade
1 :1	Mauve très opaque	3	Caractéristique à l'argile

1 :2	Mauve opaque	3	Caractéristique à l'argile
2 :1	Gris mauve	3	Caractéristique à l'argile

Observation : Après un bref mélange, il y a dispersion incomplète des particules. La couleur mauve semble intéressante pour un développement de produit pour le ratio 1 :2.

Choix d'un produit

Marie-Anne, Sylvie et Philippe ont jugé que le mélange argile et poudre de bleuet dans un ratio 1 :2 donne la plus belle couleur. Le produit est commodément soluble. Il semble tout adapté pour des produits de bain.

Détermination de la quantité nécessaire du mélange pour un soin de bain

Tableau #7 : Échelle de l'analyse de la couleur du produit dissous dans l'eau

1	Très pâle
2	Pâle
3	Couleur optimale
4	Foncé
5	Trop foncé

Tableau #7 : Analyse des couleurs et de la solubilité du produit dans 1 tasse d'eau tiède (37 °C)

Quantité	Couleur	Solubilisation
1/5 de cuillère à thé	2	3
1/4 cuillère à thé	3	3
1/2 cuillère à thé	4	3
3/4 de cuillère à thé	5	3

L'ajout de 1/4 de cuillère à thé pour une tasse d'eau serait la formulation idéale pour ce produit.

Activité biologique et bienfaits du produit :

En plus des vertus de l'argile ajoutée dans le bain déjà connu de notre clientèle (produit relaxant et sa capacité à reminéraliser la peau) le produit apporterait diverses activités amenées par l'ajout de la poudre de bleuet. On compte parmi ces effets, un fort pouvoir antioxydant et une concentration élevée en minéraux et vitamines essentielles pour la santé de la peau.

3.3. PROGRAMME SUR LES EAUX CONSTITUTIVES DU GISEMENT-PE3

3.3.1 Stérilisation

Voici les instructions à suivre pour stériliser 2,5 L d'eau glaciale.

Prendre trois bouteilles de 1,0 litre autoclavables et identifiez-les avec une étiquette portant l'inscription eau glaciale ainsi que la date du jour.

Remplissez deux bouteilles avec 1,0 litre d'eau glaciale (mesuré au cylindre gradué) et la troisième bouteille avec 0,5 litre.

Vissez partiellement les bouchons sur les bouteilles.

Collez du ruban indicateur de stérilité sur les bouteilles.

Stérilisez les bouteilles à l'autoclave pendant 20 minutes en cycle liquide.

Vissez complètement les bouchons dès la sortie de l'autoclave.

Si vous avez des questions, n'hésitez pas à me contacter.

Le26

Est-ce que les 2,5 litres d'eau glaciale ont été stérilisée

Types de produits cosmétiques pour la peau à base d'eau

3,3.2. Différentes sortes d'eaux

Eau thermale

Principale fonction :

À la fois chargées de minéraux, d'oligo-éléments et de composés naturels, les eaux thermales sont des produits purs qui revitalisent la peau. L'eau thermale peut ainsi être utilisée au réveil en brumisateuse pour raviver l'éclat du teint (dans ce cas, il est préférable de la conserver au réfrigérateur) et optimiser la pause du soin hydratant à venir ; ou le soir, après l'étape du démaquillage, pour ses vertus apaisantes. J'y vois ici un produit très simple à développer avec les eaux stérilisées du gisement D'Argile eau mer (surtout après les résultats de test biologique réalisé au laboratoire LASEVE). Argile eau mer veut aussi en faire un démaquillant tonique.

Eau tonique pour le visage

Principale fonction :

Les lotions toniques sont des produits composées principalement d'eau. Elles sont un complément au nettoyage de la peau et elles peuvent servir de démaquillant. Leurs buts sont de démaquiller et de compléter le démaquillage en éliminant les produits de démaquillage, leurs impuretés, les cellules mortes tout en apportant à la peau diverses substances pour la purifier, l'hydrater, l'apaiser et lui donner un coup d'éclat.

Pour assurer ces différentes fonctions, une eau tonique contient en général:

Divers agents actifs tels que des extraits de plantes
Hydrolats
Extrait séché et sans trace de solvant organique
Glycérine ou glycérol
Ils possèdent un fort pouvoir hydratant et ses effets persistent au moins 24 heures.
Élastine ou collagène qui redonne l'élasticité à la peau
Conservateur
EPP, naticide ou cosgard
Antioxydant naturel
Vitamine E

EAU MICELLAIRE

Principale fonction

Les eaux micellaires sont des produits composées principalement d'eau. Elles sont gorgées de micelles (petites particules chargées d'emprisonner les impuretés à la surface de la peau, tel le sébum, les traces de pollutions ou de maquillage). Elles ont un fort pouvoir nettoyant et purifiant.

Pour assurer ces différentes fonctions, une eau micellaire contient en général :

Les mêmes ingrédients de base qu' un tonique

Tensio-actif

La complexité du produit réside dans la fabrication de micelle stables et efficaces pour le nettoyage des peaux sensibles. La présence de celles-ci est due au tensio-actif.

Essai effectué avec les eaux du gisement

Une nouvelle gamme de matière à valoriser a été envisagée lors de ce projet, soit l'eau du gisement: eau de mer, eau de tourbière et eau glacière. Ces trois types d'eaux ont été caractérisées et ont réussies avec succès une gamme d'analyses microbiennes (voir fiche technique). Celles-ci seront donc la base d'une eau micellaire vendue au consommateur.

Choix des produits

Tel que vu plus haut dans le texte, les eaux micellaires doivent contenir un certain nombre de molécules pour la formation de micelles et autres propriétés. Lors de ce projet, les eaux micellaires contiennent :

Divers agents actifs

L'eau du gisement utilisé pour la fabrication des produits est peut-être active. Des résultats d'analyses biologiques (antioxydant et anti-inflammatoire) seront connus en octobre 2013.

Hydratant

Glycérine

Conservateur naturel

Cosgard

Tensioactif et agent émulsifiant

Huile de ricin hydrogéné

Lécithine de soja (co-émulsifiant)

Ces produits ont été choisis parce qu'ils sont efficaces, peu coûteux, sécuritaires, qu'ils remplissent les fonctions désirées et qu'ils ont une bonne conservation.

Choix de recettes

Suite à des recherches effectuées sur internet, voici les concentrations de produits ajoutés dans l'extrait. Vu la quantité de recettes trouvées sur internet, les pourcentages choisis pour les essais semblent donner un produit fonctionnel, de qualité et sécuritaire.

Tableau #2 : Pourcentages de produits utilisés pour la fabrication des eaux micellaires

Produits	Quantité					
	Eau de mer		Eau de tourbière		Eau glacière	
Eau distillée	50,0%	0,0%	50,0%	0,0%	50,0%	0,0%
Eau du gisement	41,0%	91,5%	41,0%	91,5%	41,0%	91,5%
Huile de ricin	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%
Lécithine	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%
Cosgard	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%
Glycérine	2,5%	2,5%	2,5%	2,5%	2,5%	2,5%

*Ces essais ont été fait en triplicata.

Lors d'un deuxième essai, il serait bien de poursuivre avec plusieurs essais et de tester plusieurs quantités différentes de chaque produit. De plus, faire des analyses chimiques (HPLC) pour voir si les composés actifs sont toujours présents dans le produit cosmétique serait important. (Certaines interactions entre molécules ont peut-être pu éliminer les composés actifs.)

Tableau #4 : Exemple de pourcentage de produit qui pourrait être testé lors d'une phase deux de ce projet

Produits	Quantité		
Huile de ricin	3%	2%	1%

Lécithine	3%	2%	1%
Cosgard	1%	0,60%	0,20%
Glycérine	3%	2%	1%

3.3.3 Essai aux bleuets

Le développement de produits à base de plante se trouvant sur le gisement de la compagnie est une priorité pour l'entreprise Argile eau mer depuis quelques années. Dans le cadre de ce projet, le bleuet qui est un fruit reconnu pour ses vertus thérapeutiques a été utilisé. Celui-ci est disponible en grande quantité sur les terres de la compagnie.

Composition du bleuet

Vitamins

Antioxydant

Lipides

Protéines

...

Sous quelle forme utiliser le bleuet?

Les bleuets peuvent être utilisés, dans ces produits, sous plusieurs formes :

- Frais
- Séchés (sous la serre)
- Congelés
- Broyés
- En jus

...

La compagnie, ne pouvant s'approvisionner en bleuets frais tout au cours de l'année, a décidé d'utiliser des bleuets congelés. Cette méthode de conservation est reconnue pour préserver les vitamines et les antioxydants présents dans les aliments.

Méthodes d'extraction

À cette étape, il faut aller extraire les antioxydants et les vitamines contenus dans les bleuets pour qu'ils se retrouvent au final dans le produit pour la peau. Plusieurs techniques d'extraction peuvent être envisagées. Toutes les techniques énumérées ci-dessous sont simples, peu coûteuses et facilement réalisables dans un court délai, ce qui convient pour la compagnie Argile eau mer.

1. Extraction par micro-ondes
2. Bleuet immergé entier dans l'eau
3. Eau froide
4. Eau à température pièce
5. Eau tiède
6. Bleuet immergé dans l'eau et pressé
7. Eau froide
8. Eau à température pièce
9. Eau tiède

Aucune technique d'extraction à l'eau chaude n'a été envisagée lors de ce projet puisque les vitamines et antioxydants sont connus pour être dégradés à la chaleur. (C'est pour ça que conserver les produits au frais avant la mise en magasin serait une très bonne idée.) Plusieurs temps d'extraction (temps immersion ou temps d'extraction par micro-onde) peuvent être envisagés pour s'assurer d'avoir le plus possible de composés actifs. Lors de ce projet, dû aux contraintes monétaire et temporelle, les bleuets seront immergés pour 2h sans plus d'analyse.

Au niveau de la technique d'extraction, le choix de la compagnie s'est porté sur une extraction simple et demandant peu de manutention, soit l'extraction des composés actifs contenu dans les bleuets nains par immersion et pressage de ceux-ci avec de l'eau du gisement à température pièce. L'eau utilisée aurait pu être de l'eau distillée qu'on rajouterait au mélange, mais toujours dans le but de sauver de la manutention et dans le but de valoriser à 100% les ressources de la compagnie, l'eau du gisement a été utilisée.

Tableau #2 : Essai effectué avec 2.5g de bleuets immergé et écrasé dans l'eau de mer pour 1h

	Odeur	Couleur
100 ml	1	1
200 ml	2	2

1 : Satisfaisant 2 : insatisfaisant

Lors d'un deuxième essai il serait important de :

- Vérifier si les vitamines et les antioxydants sont bien extraits des bleuets avec la technique sélectionnée,

- ou faire toutes les extractions proposées plus haut dans le texte et faire faire des analyses chimiques (HPLC) pour choisir la technique qui permet d'avoir une teneur en molécules d'intérêt (antioxydants et vitamines) des plus élevées
- et/ou faire faire des tests d'antioxydants (ORAC) sur tous les extraits et choisir la technique la plus efficace.

Choix des produits

Tel que vu plus haut dans le texte, les eaux micellaires doivent contenir un certain nombre de molécules pour la formation de micelles et autres propriétés. Lors de ce projet, les eaux micellaires contiennent :

Divers agents actifs:

- Extrait de bleuets nains. (Antioxydants et vitamines fortement suspectées d'être dans les extraits utilisés. Ceux-ci amènent un pouvoir antioxydant reconnu pour le bleuet.)
- L'eau du gisement utilisé pour la fabrication des produits est peut-être elle aussi active. Des résultats d'analyses biologiques (antioxydant et anti-inflammatoire) seront connus en 2014.
- Hydratant
- Glycérine
- Conservateur naturel
- Cosgard
- Tensioactif et agent émulsifiant
- Huile de ricin hydrogéné
- Lécithine de soja (co-émulsifiant)

Ces produits ont été choisis parce qu'ils sont efficaces, peu coûteux, sécuritaires, qu'ils remplissent les fonctions désirées et qu'ils ont une bonne conservation.

Choix de recette

Suite à des recherches effectuées sur internet, voici les concentrations de produits ajoutés dans l'extrait.

Tableau #2 : Pourcentages de produits ajoutés aux extraits de bleuets

Produits	Quantité					
	Eau de mer		Eau de tourbière		Eau glacière	
Eau distillée	50,0%	0,0%	50,0%	0,0%	50,0%	0,0%
Extrait de bleuet	41,0%	91,5%	41,0%	91,5%	41,0%	91,5%
Huile de ricin	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%
Lécithine	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%
Cosgard	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%

Glycérine	2,5%	2,5%	2,5%	2,5%	2,5%	2,5%
-----------	------	------	------	------	------	------

*Ces essais ont été faits en triplicata.

Vu la quantité de recettes trouvées sur internet, les pourcentages choisis pour les essais risque fortement de donner un produit fonctionnel, de qualité et sécuritaire.

Leur d'un deuxième essai, il serait important de faire des analyses chimiques (HPLC) pour voir si les composés actifs sont toujours présents dans le produit cosmétique. (Certaines interactions entre molécules ont peut-être pu éliminer les composés actifs.)

Déterminer le temps de conservation du produit :

Pour le moment, l'aspect visuel du produit détermine son temps de conservation. De plus, des analyses microbiennes chez Exova seront réalisées pour s'assurer qu'aucun développement bactérien nuisible ne s'est développé.

Lors d'une phase deux de ce projet il serait important de faire :

Après un temps fixé par la compagnie (chaque 2 semaines, chaque mois, chaque 2mois, etc.)

Des analyses chimiques (HPLC) pour voir si les composés actifs sont toujours présents (regarder plus sérieusement les composés venant du bleuet puisque les vitamines et antioxydants sont facilement dégradables) et des analyses microbiennes devraient être effectuées pour voir si des bactéries se sont développées. (Les yeux étant en contact quasi direct avec l'eau micellaire certains champignons ou bactéries pourraient causer des infections oculaires.)

Commentaires

Il faut faire des essais sensoriels pour tester la douceur des eaux du gisement pour les yeux et la peau. En exemple, je cite l'eau de mer qui peut être irritante pour les peaux hypersensibles. L'utilisation 2 fois par jour d'un produit composé à plus de 90% en ce type d'eau doit être testé.

Des dilutions pourraient être effectuées et testées sur cellules. Ainsi, la compagnie pourrait déterminer une concentration optimale d'eaux de gisement à mettre dans de l'eau distillée (qui serait la base du produit). Ceci rajouterait par contre bon nombre d'analyse à effectuer.

- ...

Sous quelle forme utiliser le bleuet?

Les bleuets peuvent être utilisés, dans ces produits, sous plusieurs formes :

- Frais
- Séchés (sous la serre)
- Congelés

- Broyés
- En jus
- Séché...

3.3.A TRAITEMENT DES EAUX USÉES

Cette recherche est incluse dans le programme des eaux. Elle est relative à l'utilisation des résidus d'argile qui ne servent pas pour les soins de la peau. Ce projet revêt une grande importance pour la diversification des activités de Argile eau mer. En effet, Le projet de recherche envisagé verra à évaluer le potentiel de l'argile Manicouagan à traiter certains contaminants présents dans les eaux usées domestiques, municipales ou de ruissellement en milieu agricole. La Montmorillonite et la bentonite des argiles similaires à l'argile de Manicouagan, ont fait l'objet de plusieurs études qui démontrent que celle-ci peut avoir un potentiel d'absorption du phosphore et d'un herbicide le glyphosate (Round Up).

Tel qu'envisagé par le projet, la seconde étape procédera à l'évaluation de la capacité de dégradation du glyphosate par des mécanismes d'oxydation en présence de lumière. Encore là plusieurs études ont été réalisées avec cette approche. Quant à la troisième étape du projet, on approchera certains partenaires potentiels intéressés à utiliser ce type d'argile pour le traitement des eaux.

Une entreprise qui utilise de l'argile calcinée dans certains de leur substrat pour traiter les eaux usées est déjà sur la liste. D'autre part, quelques projets potentiels en milieu agricole où l'argile pourrait être utilisée pour la rétention du phosphore et des herbicides sont en cours de développement. Une étude de marché réalisée par Argile eau mer a déjà démontrée que l'argile de Manicouagan peut stabiliser le PH et servir à l'amendement des sols acides. Une liste d'entreprises à contacter peut être fournie.

Argile eau mer inc. voit dans ce projet un segment de marché à développer pour la récupération de la matière extraite qui ne sert pas à la fabrication des produits de santé naturels et cosmétiques. Ainsi, nous pourrons faire une extraction sans perte ce qui correspond à notre politique de développement durable.

Le Professeur Lucotte, de l'Université du Québec avec une équipe responsable du projet, possède toutes les compétences nécessaires pour développer des solutions pratiques et appliquées à la réalisation du projet de l'utilisation de l'argile de Manicouagan pour le traitement des eaux usées.

De son côté, Argile eau mer va consacrer beaucoup de temps et les ressources matérielles nécessaires pour s'assurer du succès de ce projet. Nous estimons que nous consacrerons au moins 5500\$ en matériaux et 9880 \$ en espèces pour appuyer le travail de l'équipe de recherche. La répartition de notre contribution est illustrée dans le tableau suivant :

Nom de la ressource	Tâches	\$/h	Nombre d'heures	TOTAL\$
Denise Saulnier	Participation aux rencontres mensuelles avec les chercheurs	70\$	12 :840\$	1140\$
Claude Saulnier		25\$	12 :300\$	
	Participation à l'élaboration des hypothèses et à la conception du marais	95\$ (70\$+25\$)	12: 6hrs à 70\$ et 6hrs à 25\$	1 140\$
	Suivi expérimental, compilation des données, analyse des résultats	95\$ (70\$+25\$)	80 : 6hrs à 70\$ et 6hrs à 25\$	7600 \$
Matériaux	Argile .			5 500\$

Le projet est soutenu par le CRSNG pour permettre une avancée technologique majeure pour Argile eau mer.

3.4 PROGRAMME DE GAMME DE PRODUITS NETTOYANTS-N5 chargé de projet Juliette Garcia, chimiste chez Oleotek Stabilisation des savons liquides à base d'argile

En 2011, *Argile eau mer inc* a mis sur le marché deux nouveaux savons liquides contenant de l'argile. Quelques mois plus tard, cette compagnie n'a pas eu d'autre choix que de les retirer des points de vente à cause de leur instabilité. L'argile présente dans les deux savons a sédimenté rendant les deux produits difficilement vendables.

Contexte : Dans les produits de soins corporels, il existe un nombre incalculable de **savons solides à base d'argile**. Cependant, il est rarissime de trouver **des savons liquides avec de l'argile**. Un seul détergeant liquide commercial contenant de l'argile a été identifié en Europe ¹. Ce produit n'est cependant pas protégé, de plus, il y a aucune information sur le type et la quantité d'argile introduite. *Colgate-Palmolive compagny* ² protège des formulations avec moins de 1 % d'argile, mais les ingrédients utilisés sont tellement différents que la propriété intellectuelle ne s'applique pas. *Argile eau mer inc* désire mettre à disposition des produits innovants à base d'argile, difficilement disponibles sur le marché, pour pouvoir se différencier de la concurrence. L'argile est une charge constituée de minéraux qui peut être dispersée dans l'eau sous certaines conditions. La stabilisation d'une suspension résulte de l'équilibre entre les interactions attractives et répulsives qui s'exercent sur les particules ³. Le défi sera donc d'incorporer dans les bonnes proportions les ingrédients adéquats pour garder cet équilibre et ainsi obtenir des formulations stables.

Proposition détaillée :

Phase 1 : Stabilisation des deux savons liquides existants : Afin de proposer au client deux savons rapidement commercialisables, la première étape consiste à stabiliser les deux savons liquides déjà existants. Différents paramètres seront étudiés et pour les évaluer une série de formulations seront fabriquées. Le premier paramètre est la proportion des ingrédients. Dans la formulation initiale, une dizaine de substances étaient présentes cependant les proportions n'ont pas été optimisées pour obtenir des formulations stables. Le deuxième paramètre important est l'argile en poudre utilisé. Le pourcentage introduit et la taille des particules seront étudiés, l'ajout d'agents dispersant sera effectué si nécessaire⁴. Les viscosités de chaque formulation seront mesurées. Par la suite, une étude de stabilité en temps réel et en accéléré sera réalisée pour vérifier cette propriété qui est primordiale pour la commercialisation des deux savons.

Phase 2 : Introduction d'ingrédients biosourcés dans les deux savons liquides : Plusieurs tensioactifs pétrochimiques sont présents dans les deux formulations initiales. Ces composés ioniques sont connus pour être plus irritants et agressifs pour la peau^{5,6}. *Argile eau mer inc* souhaite proposer à sa clientèle des cosmétiques à base d'argile ayant des constituants les plus naturels et idéalement non pétrochimique. Dans cette 2^e phase du projet, la proportion des composés issus du pétrole sera diminuée et ils seront remplacés partiellement par des composés biosourcés. Une série de formulations sera réalisée en introduisant des agents dispersants, viscosants et surfactants en milieu aqueux avec l'argile. Des tests seront réalisés avec de l'eau distillée mais également avec les eaux naturelles qu'*Argile eau mer inc* exploite dans la région de Manicouagan. Pour éviter toute contamination possible, ces eaux seront préalablement stérilisées par le CEDFOB. Au moins deux techniques de stérilisation seront testées par ce dernier et celle donnant les meilleurs résultats sera transférée à *Argile eau mer inc*.

Expertise de l'équipe : *Argile eau mer inc*. ne possède pas l'expertise pour stabiliser ses propres savons liquides constitués d'argile. OLEOTEK avec son équipe de chimistes a acquis au cours de différents projets une expertise en formulation. De plus, OLEOTEK possède une solide compréhension des agents de surface et de dispersion nécessaires à la stabilisation de ce type de formulations. L'équipe qui travaillera sur ce projet sera constituée de trois chimistes, un professionnel de recherche et un étudiant du Cégep. OLEOTEK ne possédant pas l'expertise pour la stérilisation des eaux naturelles par autoclave et filtration, ce mandat sera transféré au CEDFOB qui s'occupera de cette partie en tant que consultant.

Gestion de la recherche : La chargée de projet qui sera responsable de ce mandat est une chimiste possédant plus de trois années d'expérience en oléochimie. A son arrivée chez OLEOTEK, elle a reçu une formation en gestion de projets. Elle a été responsable de plus d'une dizaine de mandats dont plus spécifiquement un projet sur la fabrication de formulations et un autre traitant d'agents de surface. En tant que gestionnaire de projets, elle suivra l'évolution des travaux scientifiques, gèrera à la fois les ressources humaines et matérielles. Sur une base régulière, des rencontres de suivi auront lieu avec le client et suivant les résultats obtenus, des correctifs pourront être apportés.

Formation de personnel hautement qualifié : Un étudiant du Cégep sera engagé pour participer à la fabrication et vérifier la stabilité des formulations. Cette expérience au sein du laboratoire sera très formatrice puisqu'il aura l'occasion de s'impliquer dans le CCTT et d'apprendre des techniques de formulation qui ne lui seront pas enseignées dans son Cégep.

Importance des résultats et de leur pertinence pour le secteur privé : L'objectif prioritaire d'*Argile eau mer inc* est de remettre rapidement sur le marché ses deux savons liquides. Pour cela, *Argile eau mer inc* est particulièrement impliquée dans ce projet. Son apport financier totalise 13 500 \$ (espèce et nature). A la fin des travaux, un transfert technologique sera réalisé. *Argile eau mer inc* pourra produire dans son usine les deux savons stabilisés et les commercialiser. Cette compagnie est dotée d'une politique de développement durable et idéalement désirerait développer des savons liquides biosourcés avec un pourcentage d'argile conséquent pour que ses savons soient reconnus comme des produits de santé naturelle par Santé-Canada. Par la suite, *Argile eau mer inc* ambitionne de développer toute une gamme de produits cosmétiques à base d'argile (gel douche, shampoing etc.) lui permettant une diversification de sa clientèle et vise des retombées en Asie et en Europe.

3.4.2 Résultats de la phase 1.

Afin de commencer les essais, les composés suivants pour stabiliser les 2 formulations sont nécessaires :

Produit	Quantité demandé au client	Remarque
Acrypol 940	500 grammes	
Ammonyx LO	6 kilos	
Amphosol CG	5 kilos	
Ninol 40-CO	1,8 kilos	
Glycérine	4 kilos	
TEA Lauryl Sulfate	400 grammes	
Argile	5 kilos	Particules les plus fines possibles
Argile	3 kilos	Particules intermédiaires (un peu plus grosses que précédemment)
Fragrance Lavande	150 grammes	

D-Limonène	3 kilos	
------------	---------	--

Deux argiles ayant des granulométries différentes doivent être ajoutées. La première ayant les particules les plus fines possibles pour stabiliser les formulations. La deuxième, avec des particules un peu plus grosses. Une dizaine de chaque (savon lavande et crème aux agrumes) ont été fabriqués.

- Les formulations savon-lavande sont plus difficiles à stabiliser avec 4% d'argile fine. Pour le moment une dizaine de formulations ont été réalisées. Deux ingrédients (Amphosol CG et Ammonyx LO) semblent provoquer le déphasage. Pour ces formulations, la phase 2 va être avancée.
- Le savon liquide commercial avec de l'argile n'a vraiment pas un bel aspect (texture, couleur), le contenant doit être agité avant emploi.
- Les formulations crème-agrumes sont plus faciles à stabiliser avec 4% d'argile fine, cependant elles sont assez visqueuses. Les premiers résultats obtenus sont encourageants. Pour le moment une dizaine de formulations ont été réalisées. Idéalement, cela serait de conditionner le produit dans une pompe, mais si c'est trop visqueux, il faudra penser à un autre contenant (pot à crème). Éventuellement, on pourrait mettre un colorant bleu ou violet. On discute du D-limonène qui est un composé allergène. La cliente mentionne que le D-limonène dans des conditions qui ne s'appliquent pas dans notre cas serait potentiellement cancérigène. A vérifier si c'est bien le D-limonène.
- Les formulations devront avoir un pH compris entre 6,5 et 8.
- Difficulté d'avoir des échantillons gratuits pour la cliente (acrypol 940) et pour OLEOTEK.
- Discussion sur la possibilité de venir au printemps à Baie-Comeau.
- Discussion sur les travaux du CEDFOB. On décide de diminuer les quantités (2,5 Litres d'eau glacière et 2,5 L d'eau de mer stérilisée).
- Il existe un champoing à l'argile compagnie localisée en France (autre financement).

Tests de stabilité accélérée

Formulation pH pH final Viscosité B RPM 1 En cP Date de fabrication 1 jour 1 sem 1 m 2 m 3 m 4 m

SL initial 6,10 6,10 70220 (RV=6) 23/01/13 S S S S?

SL1 6,06 6,06 42750 (RV=6) 16/01/13 S I

SL2 6,20 6,20 43130 (RV=6) 17/01/13 I I

SL3 6,15 6,15 62210 (RV=6) 17/01/13 S I

SL4 6,17 6,17 59530 (RV=6) 18/01/13 S I
 SL5 5,7 6,20 25220 (RV=6) 21/01/13 S I
 SL6 6,34 6,34 198400 (RV=7) 28/01/13 S S S S S
 SL7 4,36 6,61 187500 (RV=7) 28/01/13 S S S S?
 SL8 6,58 7,10 Trop visqueux 30/01/13 I I
 SL9 4,60 6,44 Trop visqueux 01/02/13 S S S S S
 SL10 4,21 6,66 Trop visqueux 01/02/13 S S S S S

SL : Savon lavande

S : Stable

I : Instable

Toutes les formulations sont à 4 % en argile sauf la formulation initiale (SL initial)

SL2 à SL4 : Ordre d'introduction différent

SL5 à SL10 : Proportion de surfactants est différente

Sur 10 formulations fabriquées, nous pouvons constater que seulement 3 sont encore stables après 4 mois. Après la fabrication des formulations, 3 tests de stabilité accélérée ont été réalisés, le test du gel/dégel, le test de centrifugation et celui du four. Les procédures de ces 3 tests de stabilité accélérée sont décrites en **Annexe**. Les tests de stabilité accélérée n'ont pas été réalisés sur les formulations instables. Les résultats des tests de stabilité accélérée sont présentés dans le **Tableau 3** ci-dessous.

Tableau 3 : Stabilité accélérée des savons à la lavande de la phase 1 Formulation Test gel/dégel Test centrifugeuse Test au four 1 mois

SL initial S Eau en surface (12 %) Eau en surface

SL6 S S S

SL9 S S S

SL10 S S S

S : Stable

Formulation pH pH final Viscosité B RPM 1 En cP Date de fabrication 1 jour 1 sem 1 m 2 m 3 m 4 m

SL initial 6,10 6,10 70220 (RV=6) 23/01/13 S S S S?

SL1 6,06 6,06 42750 (RV=6) 16/01/13 S I

SL2 6,20 6,20 43130 (RV=6) 17/01/13 I I

SL3 6,15 6,15 62210 (RV=6) 17/01/13 S I

SL4 6,17 6,17 59530 (RV=6) 18/01/13 S I

SL5 5,7 6,20 25220 (RV=6) 21/01/13 S I

SL6 6,34 6,34 198400 (RV=7) 28/01/13 S S S S S

SL7 4,36 6,61 187500 (RV=7) 28/01/13 S S S S?

SL8 6,58 7,10 Trop visqueux 30/01/13 I I

SL9 4,60 6,44 Trop visqueux 01/02/13 S S S S S

SL10 4,21 6,66 Trop visqueux 01/02/13 S S S S S

Résultats

Les formulations de la phase 1 pour le savon à la lavande ont été complétées. Les tests de stabilité accélérés sont presque terminés (sauf le test au four). Les formulations qui sont toujours stables (stabilité réelle et qui ont passé les tests de centrifugation ainsi que les tests de gel/dégel) **sont visqueuses. Ça ne sera pas possible de les mettre dans une pompe à savon.** Les formulations pour la phase 2 sont en cours de fabrication. Certains tests de stabilité accélérée ont été effectués. Un nouvel agent moussant et des modificateurs de rhéologie ont été testés. Les résultats préliminaires sont mitigés avec les modificateurs de rhéologie. Des formulations ont également été réalisées avec des acides gras de potassium et l'huile essentielle de lavande. Des tests avec des colorants bleu et violet seront réalisés et avec les eaux fournies par la cliente. Voir le rapport d'analyses pour des résultats complets.

Les formulations crème aux agrumes pour la phase 1 sont également **visqueuses**. Les tests de stabilité accélérés sont presque terminés (sauf le test au four). Des essais avec les deux types d'argile ont été réalisés. La quantité d'argile a été également étudiée avec l'argile la plus fine (4%, 8%, 12%, 16%). Ces dernières formulations sont très visqueuses et granuleuses. Pour ces formulations, un pot à crème serait plus adapté.

Conclusion :

Pour cette phase, seulement 10 formulations ont été fabriquées. Différents paramètres tels que la quantité d'argile, l'ordre d'introduction, la proportion des ingrédients et la taille des particules ont été étudiés. Chaque composé a été ajouté séparément et une observation minutieuse a été réalisée pendant la fabrication du savon (par exemple formation du gel, précipitation du polymère, formation de bulles, de mousse, changement de viscosité etc.). Pour commencer, le pourcentage d'argile a été abaissé à 4 % et l'argile utilisée est celle avec les particules les plus fines (SL1). Puis l'ordre d'introduction des ingrédients a été modifié (SL2 à SL4). Pour finir, la proportion des surfactants a été modifié (SL5 à SL10). La viscosité Brookfield a été prise juste après la fabrication des formulations.

Quant aux tests de stabilité accélérée, sur 10 formulations fabriquées, nous pouvons constater que seulement 3 sont encore stables après 4 mois. Après la fabrication des formulations, 3 tests de stabilité accélérée ont été réalisées, le test du gel/dégel, le test de centrifugation et celui du four.

3.4.3. Phase 2

Introduction d'ingrédients biosourcés dans le savon à la lavande et la crème aux agrumes

:

Plusieurs tensioactifs pétrochimiques sont présents dans les deux formulations initiales. Ces composés ioniques sont connus pour être plus irritants et agressifs pour la peau. Argile eau mer inc souhaite proposer à sa clientèle des cosmétiques à base d'argile ayant des Constituants les plus naturels et idéalement non pétrochimique. Dans cette 2^{ème} phase du projet, la proportion des composés issus du pétrole a été diminuée et ils seront remplacés partiellement par des composés biosourcés. Une série de formulations a été réalisée en introduisant des modificateurs de rhéologie, des agents moussants et surfactants en milieu aqueux avec l'argile. Puis, comme pour la phase 1, une étude de stabilité en temps réel et en accéléré a été réalisée pour vérifier la stabilité des formulations. De plus, des formulations ont été réalisées avec deux eaux naturelles qu'Argile eau mer exploite dans la région de Manicouagan (eau de mer et eaux glacières). Pour éviter toute contamination possible, ces eaux ont été préalablement stérilisées par autoclavage. Les formulations pour la phase 2 sont en cours de fabrication. Les résultats préliminaires sont mitigés avec les modificateurs de rhéologie. Des tests avec des fragrances de citron ont été réalisés. Les tests de stabilités accélérés n'ont pas encore été réalisés. Des tests pour atténuer le gris de l'argile ont été abordés, n'étant pas planifié, ils pourront être effectué au cours d'un autre financement. Nous avons discuté également du D-limonène qui est allergène.

Étant donné que les 2 agents moussants présents dans la formulation initiale déstabilisaient le savon, la phase 2 a été avancée. Dans un premier temps, les formulations ont toutes été fabriquées avec un nouvel agent moussant partiellement biosourcé, le **ritafactant DG (décyl glucoside)** qui est un dérivé du glucose. L'acrypol 940 a été utilisé à différentes proportions.

Stabilité réelle des savons à la lavande de la phase 2 (avec acrypol 940 et ritafactant DG) et viscosité Brookfield

Formulation pH pH final Viscosité B RPM 1 En cP Date de fabrication 1 jour 1 sem 1 m 2 m 3 m 4 m

SL initial 6,10 6,10 70220 (RV=6) 23/01/13 S S S S ?
 SL11 4,78 6,51 259100 (RV=7) 04/02/13 S S S S S S
 SL13 5,52 6,53 131000 (RV=7)? 06/02/13 S S S S S S
 SL14 5,68 6,60 69600 (RV=6) 06/02/13 S S S S S S
 SL15 5,24 5,56 112100 (RV=7) 11/02/13 S S S S S S
 SL16 5,57 6,34 62250 (RV=6) 11/02/13 S S S S ?
 SL42 5,00 6,53 97100 (RV=7) 03/04/13 S S S S
 SL43 4,81 6,61 126800 (RV=7)? 08/04/13 S S S S
 SL12 4,33 6,53 153000 (RV=7) 04/02/13 S S S S S S
 SL17 5,22 6,56 33380 (RV=6) 13/02/13 S S I
 SL19 5,38 6,57 53500 (RV=6) 18/02/13 S S S S S
 SL41 4,67 6,51 54800 (RV=7) 03/04/13 S S ?
 SL45 4,72 6,65 51800 (RV=7) 10/04/13 S S S S
 SL34 7,34 7,34 58100 (RV=7) 13/03/13 S S S S S
 SL36 6,25 6,74 143300 (RV=7)? 18/03/13 S S S S
 SL37 4,80 6,53 21090 (RV=6) 25/03/13 S ? ?

SL38 4,50 6,50 n.d 25/03/13 I

SL39 4,27 6,49 124900 (RV=7)? 27/03/13 S S S S

SL40 4,15 6,49 94900 (RV=7) 27/03/13 S S S S

S : Stable

I : Instable

SL : Proportion d'acrypol 940 différente

SL : Sans agent épaississant (Ninol 40-CO)

SL : Avec des sels d'acides gras

SL : Eaux stérilisées d'Argile eau mer

SL 39 : Avec huile essentielle de lavande

SL 40 : Avec un colorant

Pour les formulations SL11, SL13, SL14, SL15, SL16, SL42 et SL43, la proportion d'acrypol 940 a été modifiée. L'acrypol joue bien un rôle de modificateur de rhéologie puisque la viscosité diminue lorsque la quantité d'acrypol est baissée. Pour les formulations SL12, SL17, SL19, SL41 et SL45, l'agent épaississant Ninol 40-CO a été supprimé. La viscosité est de ce fait plus faible.

SL34 et SL36 ont été fabriquées avec des sels d'acides gras (olivates de potassium et cocoates de potassium). Ces sels n'ont pas fait précipiter le polymère et les formulations sont toujours stables après plusieurs semaines. SL37 a été réalisée avec de l'eau glacière. Cette formulation est beaucoup moins visqueuse que SL12 alors qu'elles ont toutes les deux la même composition excepté l'eau qui est différente. Une eau trop riche en minéraux rend difficile la formation du gel structurant et fragilise la stabilité de la formulation. SL38 a été fabriquée avec de l'eau de mer, mais le gel ne s'est pas formé et la formulation n'a jamais été stable. SL40 contient un colorant bleu. L'incorporation du colorant a fait baisser la viscosité mais ce dernier tâchait les mains.

Ces 10 formulations sont toutes stables. SL11 et SL12 étant trop visqueuses, elles ne seront pas gardées. SL11 se présentent sous forme de gel et non sous forme de fluide s'écoulant. SL12 peut s'écouler mais avec difficulté. **Les autres formulations ne sont pas trop visqueuses et s'écoulent facilement. Elles ont été sélectionnées pour être testées par Argile eau mer..**

Formulations testées par Argile eau mer : Rencontre du 5 avril 2013

7 formulations ont été testées par Argile eau mer lors de la rencontre du 5 avril (SL13, SL15, SL20, SL23, SL27, SL29 et SL34). 3 ont été sélectionnées : SL34, SL13 et SL27. Par la suite, 4 nouvelles formulations ont été envoyées fin mai à Argile eau mer (SL39, SL44, SL46 et SL47) pour être testées.

Après avoir effectué une série d'essais, la formulation retenue par Argile eau mer est SL47. SL46 est leur deuxième choix. Les procédures sont décrites dans la partie «transfert technologique».

Formulations testées dans deux différentes pompes à main par OLEOTEK :

5 formulations ont été testées au moins dans une pompe. Des tests d'utilisation des savons ont également été réalisés. Les résultats sont présentés dans le **Tableau 16** ci-dessous.

Tableau 16 : Essais des savons à la lavande avec 2 différentes pompes à mains Formulation Viscosité En cP Pompe 5 mm de diamètre Pompe 6 mm de diamètre Observations

SL39 124900? M M Rentre vite dans la peau

Mousse moins que SL44

SL43 126800? F n.d. Mousse bien

SL44 109100 F F Mousse plus que SL43

SL45 51800 F F Mousse bien

SL46 62440 F F Mousse plus que SL46

Plus apprécié que SL45

F : Se pompe facilement

M : Se pompe moyennement

D : Difficile à pomper

Il y a un doute sur les mesures de la viscosité de SL39 et SL43. SL39 était difficile à pomper, cependant il n'y a pas eu de problème avec SL43.

Les résultats complets se trouvent dans le rapport d'analyses

Conclusion

Afin de développer et stabiliser les 2 produits initialement instables d'Argile eau mer, 100 formulations ont été fabriquées à l'échelle d'une centaine de grammes (entre 250 et 400 g) au cours de ce projet. Pour les savons à la lavande, 47 formulations ont été fabriquées (10 pour la phase 1 et 37 pour la phase 2). Sur ces 47 formulations, 13 ont passées tous les tests de stabilité accélérée. Sur ces 13 formulations, 5 ont été exclues à cause de leur viscosité élevée (SL6, SL9, SL10, SL11 et SL12). Les 8 autres formulations (SL27, SL29, SL34, SL39, SL44, SL45, SL46 et SL47) sont beaucoup moins visqueuses et s'écoulent facilement. Elles ont été sélectionnées pour être essayées et testées par Argile eau mer suivant leur critère marketing. 2 formulations ont été choisies par le client (SL 47 en premier choix, suivi de SL46 en deuxième choix). Étant donné que ces 2 formulations ont été faites en avril 2013, il est impossible d'évaluer la stabilité réelle sur plusieurs mois. Toutefois, il y a de fortes chances que ces 2 formulations soient stables, surtout que les tests de stabilité accélérée nous donnent un bon indice sur leur comportement à moyen terme. Le pourcentage d'argile est de 4 % et contient les particules les moins fines. Le pH est de 8. De nouveaux composés partiellement biosourcés (gomme de xanthane et décyl glucoside) ont été incorporés dans le mélange. Pour finir, la viscosité est suffisamment faible pour que ces formulations soient utilisées dans une pompe à main.

Pour les crèmes aux agrumes, 53 formulations ont été fabriquées (23 pour la phase 1 et 30 pour la phase 2). Sur ces 53 formulations, 12 ont passées tous les tests de stabilité accélérée. 5 ont été exclues (CA2, CA6, CA7, CA33 et CA38) car elles étaient trop visqueuses

pour l'application visée. Les 7 autres formulations restantes (CA15, CA16, CA34, CA35, CA37, CA42 et CA47) sont moins visqueuses. Après avoir effectués une série de tests, Argile eau mer a sélectionné le prototype CA47. Comme pour les deux formulations sélectionnées de savons liquides, CA47 est une formulation qui a été fabriquée à la fin du projet en avril 2013. Il est donc impossible d'évaluer la stabilité réelle sur plusieurs mois. Cependant, cette formulation a passé également tous les tests de stabilité accélérée. Le pourcentage d'argile est de 4 % et contient les particules les moins fines. Le pH est de 6,5. Le D-limonène a été complètement supprimé et remplacé par une fragrance de citron. Pour finir, la viscosité est suffisamment faible pour utiliser cette crème dans une pompe à main.

Pour le savon ou la crème, plusieurs formulations ont été fabriquées avec plus d'argile (6 %, 8 %, 10 %, 12 %, 16 %). Cependant, aucune n'a passé tous les tests de stabilité accélérée. Il sera difficile voire impossible d'obtenir une formulation liquide et stable avec 20 % d'argile. Toutefois, il serait possible d'incorporer plus d'argile, en augmentant la quantité de modificateur de rhéologie afin d'obtenir des formulations plus visqueuses. La formulation se présenterait sous forme de gel ne s'écoulant pas ou peu qui pourrait être conditionnée dans un pot et non dans une pompe à main.

Argile eau mer va fabriquer les savons à la lavande et la crème aux agrumes dans son propre mélangeur de 10 kilos. Elle vérifiera si elle le désire, la stabilité réelle de ces formulations avant leur commercialisation. Il est important de souligner que tant que la stabilité réelle n'aura pas été validée, il reste une part d'incertitude sur la stabilité des formulations à moyen et long terme. Néanmoins, les formulations sélectionnées (CA47, SL47 et SL46) sont de loin beaucoup plus stables que celles commercialisées en 2011 par Argile eau mer

3.5 PROGRAMME DE PRODUITS EN ARGILE DURCIE-AD1

3.5.1 Mise en contexte

En septembre 2013, débute les recherches sur le durcissement de l'argile avec la lecture de la documentation sur le sujet. Des recherches antérieures sur la brique d'argile ainsi que le travail d'un chargé de projet ont d'abord été consultés. Par la suite continué des recherches concernant l'argile : ses propriétés, la chamotte, la floculation et l'argile carbonatée etc.. S'en est suivi de nouvelles études sur les briques d'argile : leur fabrication artisanale et commerciale, le moulage, la cuisson ... Finalement les différents types de four pour la cuisson : les fours à bois, électriques et au gaz ont complété les recherches avant les essais.

Un four à poterie a été acheté pour effectuer des essais sur la cuisson de l'argile et des briques d'argile. En effet même si ce type de four ne permet pas la cuisson d'un grand volume de matériel, il atteint les températures nécessaires pour la cuisson des briques (jusqu'à 1250celcius) à un prix économique.

Après ajustement du four, un protocole pour les essais de fabrication de briques d'argile a été élaboré incluant la dimension des briques, le mélange élaboré, la température et le temps de cuisson ainsi que le refroidissement des pièces. La vérification du bon fonctionnement du four avec les cônes puis la réalisation du premier test de cuisson d'argile durcie. (voir fiche et photos en annexe)

3.5.2 Premier essais

Une figurine de forme canard a été sculpté dans l'argile en boue. Cette figurine a été placé dans le four sur un cône no 02. Le four a été fermé avant que le cône l'arrête. L'estimation de la température de cuisson du canard se situe vers les 900c À cette température, l'argile passe de la couleur grise à la couleur orange. Cette couleur est provoqué par l'oxydation de la pièce d'argile.



3.5.3 Le deuxième essai

Après avoir fabriqué une brique d'argile dans un moule conçu pour les essais, nous avons placé dans le four une brique d'argile durcie mesurant 1X3.5po sur un cône no.3.

Pour évaluer la fermeté et la couleur, la température de cuisson a été mise à environ 500c.

À cette température, la brique est de couleur brun pâle donc moins oxydée que celle du canard.



3.5.4. Limites de la technologie ou des connaissances disponibles

A notre connaissance, il n'existe pas, à ce jour, de production de briques structurelles faite avec de la boue marine. Nous sommes donc face à un manque de connaissances technologiques qui nous poussent à expérimenter :

- La teneur en Na₂O et en K₂O Qu'est-ce que ces molécules apportent à l'argile dans la construction de briques ? de notre boue marine pour savoir si est différente de celle de l'argile commune. Quelle est la recette idéale?
- Comment limiter les pertes lors de la production ?
- Comment contrôler le retrait à la cuisson ?
- Comment augmenter la résistance mécanique du produit final ?
- Comment réduire le coût de production en déterminant la température de cuisson idéale ?
- Comment modifier la couleur du produit final pour en faire un produit esthétiques ?

Il est donc nécessaire de poursuivre les essais en 2014 pour répondre à ces questions.

4.RECOMMANDATIONS

4.1 Concernant l'homologation des produits de santé naturels

- Poursuivre l'homologation des produits de santé naturels en faisant reconnaître d'autres produits de santé naturels à base d'argile
- Faire des recherches pour des formulations de produits qui permettraient d'augmenter les allégations.
- Demander une révision de la demande afin de différencier le complexe minéral de silicates (notre argile) des autres argiles.
- Démontrer à la Direction des produits de santé naturels-DPSN que l'argile de Manicouagan est un gel ou boue à l'état brut et pas une argile commune sèche.
- Faire la preuve que notre argile est comparable aux boues de la mer morte afin de faire reconnaître les allégations de soulagement des douleurs musculaires, articulaires et des maladies de peau.
- Systématiser et structurer les contrôles de qualité :PH, viscosité, niveau de liquidité pour tous les produits énoncés plus haut.

4.2 Concernant la recherche sur les bioressources présentes dans le gisement.

- Poursuivre les études sur les caractéristiques chimiques et l'efficacité des ingrédients indigènes d'origine locale.
- Démontrer l'activité biologique des bioressources locales sélectionnées dans le programme de recherche en cours
- Faire la preuve de l'absence de cytotoxicité dans les espèces sélectionnées.
- Faire la preuve des propriétés anti-oxydantes et anti-inflammatoires des espèces sélectionnées
- Poursuivre les efforts pour trouver des chercheurs qualifiés pour faire des formulations de produits en introduisant des bioressources locales dans les produits d'argile en cosmétique et en thérapeutique.
- Analyser la mise en marché d

4.3 Concernant les produits nettoyants

- Ajuster les différentes formulations et développer les connaissances jusqu'à l'obtention de la reconnaissance des savons fermes comme produits de santé naturels et pas uniquement comme cosmétiques.
- Vérifier la stabilité des savons fermes dans lesquels on a ajouté des bioressources locales et faire le même exercice avec les savons liquides dans lesquels on a ajouté des huiles essentielles de la forêt boréale.
- Faire des tests sensoriels pour savoir si les odeurs persistent et sont agréables, si les savons sont doux, s'ils sont fermes, si leur couleur est homogène et durable.
- Après six mois de stabilité, procéder à la sélection des savons fermes dans lesquels on a ajouté des bio ressources issues du gisement et déterminer lesquels peuvent être commercialisés.
- Analyser la stabilité des savons liquides en temps réel sur un an

- Procéder à la fabrication d'échantillons pour le savon thérapeutique homologué.

4.4 Concernant les produits à base d'eaux constitutives (libres) du gisement

- Poursuivre les études sur la caractérisation chimique des eaux de mer, glacière et de tourbière
- Démontrer l'activité biologique des eaux constitutives sélectionnées dans le programme de recherche en cours
- Faire la preuve de l'absence de cytotoxicité des eaux.
- Faire la preuve des propriétés anti-oxydantes et anti-inflammatoires des eaux sélectionnées.
- Ajuster les différentes formulations et développer les connaissances jusqu'à l'obtention de produits spécifiques
- Vérifier la stabilité des échantillons d'eaux florales et micellaires
- Faire des tests sensoriels pour savoir si les odeurs, la douceur, l'homogénéité, la couleur et les effets sont tels qu'ils permettraient la mise en marché
- Après six mois de stabilité, procéder à la sélection des eaux échantillonnées.
- Analyser la stabilité des savons liquides en temps réel sur un an
- Trouver les méthodes de traitement adaptées aux eaux constitutives et les équipements requis pour faire une gamme de produits à base d'eaux.
- Conceptualiser, systématiser et structurer les contrôles de qualité à effectuer sur les eaux constitutives.
- Poursuivre la recherche sur l'utilisation de l'argile pour le traitement des eaux usées.

4.5 Concernant les produits d'argile durcie

Plusieurs autres essais devront être effectués en 2014 pour évaluer :

- La dimension requise des briques
- Les températures nécessaires pour assurer la fermeté des morceaux d'argile
- La résistance au cisaillement par rapport aux conditions de degrés de gel, les degrés de la chaleur, le matériel sur lequel les morceaux est placé ou sa base.
- Les différentes couleurs par rapport à la température du four
- L'esthétisme de la pièce d'argile
- Les différents usages et les propriétés requises quant à ses usages. Quels intrants naturels et/ou déchets industriels non-contaminés vont participer à donner à la brique de boue d'argile ses propriétés de résistances mécaniques finales désirées.
- La température de cuisson idéale pour donner à la brique de boue d'argile les propriétés mécaniques et esthétiques désirées.
- Le temps de cuisson idéal pour donner à la brique de boue d'argile les caractéristiques recherchées
- Les intrants naturels ou déchets industriels non-contaminés vont participer à donner à la brique de boue d'argile les variations de couleurs finales désirées
- Les intrants naturels ou déchets industriels non-contaminés qui vont nous permettre de contrôler le retrait lors de la cuisson.
- Élaboration des hypothèses concernant le choix et la quantité de matières premières et/ou déchets industriels qui pourront être mélangé à la boue marine pour obtenir les résultats désirés dans le produit final.
- Analyse et évaluation des résultats obtenus en fonctions des critères de recherche initiaux

4.RECOMMANDATIONS

- Faire les rapports d'innocuité, d'efficacité et de qualité jusqu'à l'obtention de l'homologation des produits de santé naturels : cataplasme, pansement liquide, poudre pour bain thérapeutique et savons.
- Étudier les caractéristiques chimiques et l'efficacité des ingrédients indigènes d'origine locale Ajuster les différentes formulations et développer les connaissances jusqu'à l'obtention de la reconnaissance des savons fermes comme produits de santé naturels et pas uniquement comme cosmétiques.
- Procéder à l'ajustement technique des formulations de savons liquides pour empêcher la séparation en 3 phases. Trouver des chimistes qui travaillent en chimie verte pour que les ingrédients soient d'origine naturel.
- Poursuivre le travail avec le CEDFOB concernant les bios ressources locales pour produire des eaux et huiles essentielles en thérapeutiques et cosmétique.
- Trouver les méthodes de traitement adaptées aux eaux constitutives pour faire une gamme de produits à base d'eaux.
- Demander une homologation pour des produits de santé animale en commençant par des cataplasmes pour les chevaux.
- Systématiser et structurer les contrôles de qualité :PH, viscosité, niveau de liquidité pour tous les produits énoncés plus haut.

5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE

Documentation : Synthèse de la recherche documentaire nécessaire au projet

Analyses granulométriques . Rapports quotidiens. Photos .

Factures. Contrat de RS&DE avec les sous-traitants : Québec-Biodiversité et CEDFOB

Curriculum vitae du personnel affecté au projet

Preuves de paiement. Feuilles de temps et calendrier de description du travail.

Rapports quotidiens en prévision du rapport d'étape.

