

GM 67352

RAPPORT, TRAVAUX 2011

Documents complémentaires

Additional Files



Licence



Licence

Cette première page a été ajoutée
au document et ne fait pas partie du
rapport tel que soumis par les auteurs.

Énergie et Ressources
naturelles

Québec 

ARGILE EAU MER INC.


TRAVAUX 2011

RAPPORT

Préparé par :

Éric Hurtubise, p. géo.

Approuvé par :

 060#845

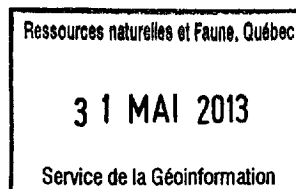
Martin Lévesque, p. géo.

AXOR L'ingénierie à l'échelle humaine
EXPERTS-CONSEILS

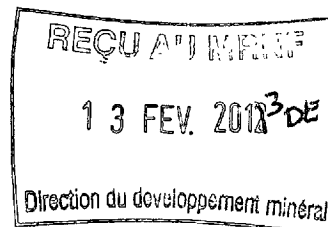
660, boul. Laure, bureau 105
Sept-Îles (Québec) G4R 1X9

Projet n° 3133-190
SEPTEMBRE 2012

1 2 7 6 4 1 9

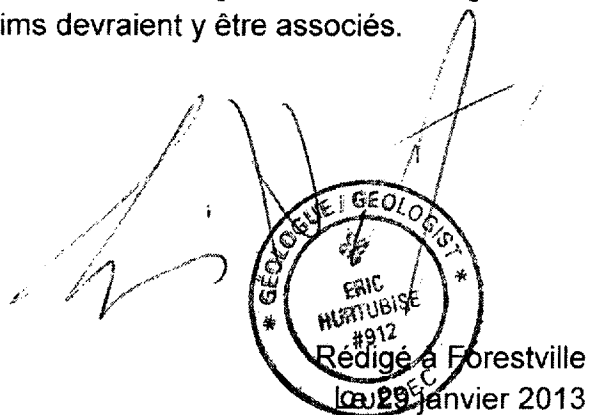


GM 6 7 3 5 2



Modification aux rapport «*Rapport d'étape des travaux 2011 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*»

Explication : Entre la rédaction du rapport, son dépôt et l'enregistrement définitif comme preuve de travaux statutaires par l'entreprise Argile Eau Mer auprès du Ministère des Ressources naturelles du Québec il y a eu une modification d'inscription au claim CDC 2254245 sur lequel les travaux se sont déroulés. Ainsi dans le rapport on devrait plutôt y voir le claim CDC 2372649 et non le 2254245. Pour le reste des informations présentées rien ne change. Donc, les travaux réalisés pour le calcul des crédits en regard des lois et règlements qui se rattachent aux claims devraient y être associés.



* GÉOLOGUE / GEOLOGIST *

ERIC HURTUBISE
#912
Rédigé à Forestville
le 29 Janvier 2013

Eric Hurtubise, Pgeo #912 OGQ
Chargé de projet

1276419

13 DE

TABLE DES MATIÈRES

1.	INTRODUCTION, BUT ET MANDAT	1
2.	MISE EN GARDE	1
3.	LOCALISATION DE LA SOURCE DU MATÉRIEL	3
4.	HISTORIQUE DES ÉTUDES GÉOLOGIQUES	7
5.	CONTEXTE GÉOLOGIQUE ET PHYSIOGRAPHIQUE DU MILIEU HÔTE	9
6.	TRAVAUX RÉALISÉS EN 2011	12
7.	CONCLUSION / RECOMMANDATION	14
8.	BIBLIOGRAPHIE	15

LISTE DES FIGURES

- Figure 1 : Localisation régionale
- Figure 2 : Localisation régionale sur fond d'image extraite de Google earth
- Figure 3 : Localisation régionale sur fond topo du feuillet SNRC fédéral 22F/01
- Figure 4 : Propriété minière Baie-St-Ludger d'Argile eau mer
- Figure 5 : Extraction de l'hiver 2011
- Figure 6 : Extrait de la carte des dépôts de surface SIF 022/F/01 produit par le MRN
- Figure 7 : Exemple typique des dépôts quaternaires dans le secteur
- Figure 8 : Exemple de microfalaise 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

1. 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'exploration, d'études techniques et d'essais semi-industriels menés au cours de l'année 2011 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 2254245 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 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 la société AXOR Experts-Conseils inc. 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. MISE EN GARDE

Ce rapport est accompagné en annexe des 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 nécessaires 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 reconnue par le CNRC comme coordonnatrice de recherche, afin de compléter une étape supplémentaire vers la qualification commerciale des produits.

Voici la liste des travaux déposés en annexe :

- **Analyses par activation neutronique**, Marc Constantin, Département de Géologie et de Génie géologique, Université Laval, janvier 2011. 1 page.

- **Définition Rapport de Minéralogie. Nature de l'amphibole dans de l'argile d'Argile eau mer**, Jean-François Wilhelmy, Consortium de Recherche minérale, COREM 44594. Octobre 2011. Rapport portant sur les analyses de plusieurs laboratoires (NanoConsulting-Exova - Université Laval-Commission Géologique du Canada, LEM). 14 pages.
- **Analyses comparatives minéralogiques et chimiques, contrôle du pH, de la viscosité, de la liquidité, de la granulométrie et de la thixotropie. Méthodes de liquéfaction pour pompage et essais**. Julie Beaulieu, Philippe Mimeault et Denise Saulnier. Laboratoire interne pour essais de mise en place du procédé pilote d'extraction. Année 2011.22 pages
- **Rapport sur la caractérisation sur les eaux associées à l'argile de Manicouagan. Fiches techniques des eaux de mer, glaciaires et de tourbières**. Cherif Aidira. Analyses sur les eaux effectuées à Université McGill par Stan Kubov, PhD et Kebba Sabelly, PhD Faculté d'Agriculture et de Science Environnementales. Interprétation des résultats par Québec Biodiversité. Avril 2011, 23 pages
- **Travaux d'investigation et essais d'extraction in situ d'argile grise non consolidée du Quaternaire dans le secteur de Baie Saint-Ludger, Pointe-aux-Outardes, MRC de Manicouagan, Côte-Nord, Québec**. Éric Hurtubise, p.géo (No.912) Corporation du Développement minéral de la Côte-Nord. 17 pages
- **Schéma du procédé d'extraction**, Réal Dugas ingénieur, Groupe Conseil TDA, avril 2011. 1 page
- **Rapport Travaux de recherches et développements et essais d'extraction de l'argile – Rapport des essais. N/D 4097**, Réal Dugas, Ing. Groupe Conseil TDA, mars 2011.18 pages
- **Rapport du projet pour un procédé pilote d'extraction, pour la caractérisation de l'argile de Manicouagan et des eaux constitutives ainsi que pour inventorier des méthodes industrielles pour la conservation des produits finis**. Denise Saulnier, avril 2011. 7 pages
- **Rapport Suite du programme ECH6) Programme ECH7PPE3 : Conception d'un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sensible et échantillonnage**. Denise Saulnier pour l'année 2011, rédigé en mars 2012. 35 pages
- **(Suite du programme UP5) Programme UP6 : Conception d'une unité pilote d'un procédé de fabrication industriel, ingénierie et essais des équipements sur de nouveaux échantillons d'argile marine**. Denise Saulnier pour l'année 2011. Rédigé en juin 2012. 42 pages avec annexes.

- **(Suite du programme PCMIC2) PCMIC3 : Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives. +matériels consommés.** Denise Saulnier pour l'année 2011. Rédigé en avril 2012. 28 pages
- **(Suite des applications des échantillons pour le développement de produits) Programme DGP4 : Développement de gamme de produits à forte concentration d'argile marine sensible.** Denise Saulnier pour l'année 2011. Rédigé en mai 2012. 33 pages.

3. 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 2254245 on y accède facilement via les routes municipales asphaltées depuis la route provinciale 138.

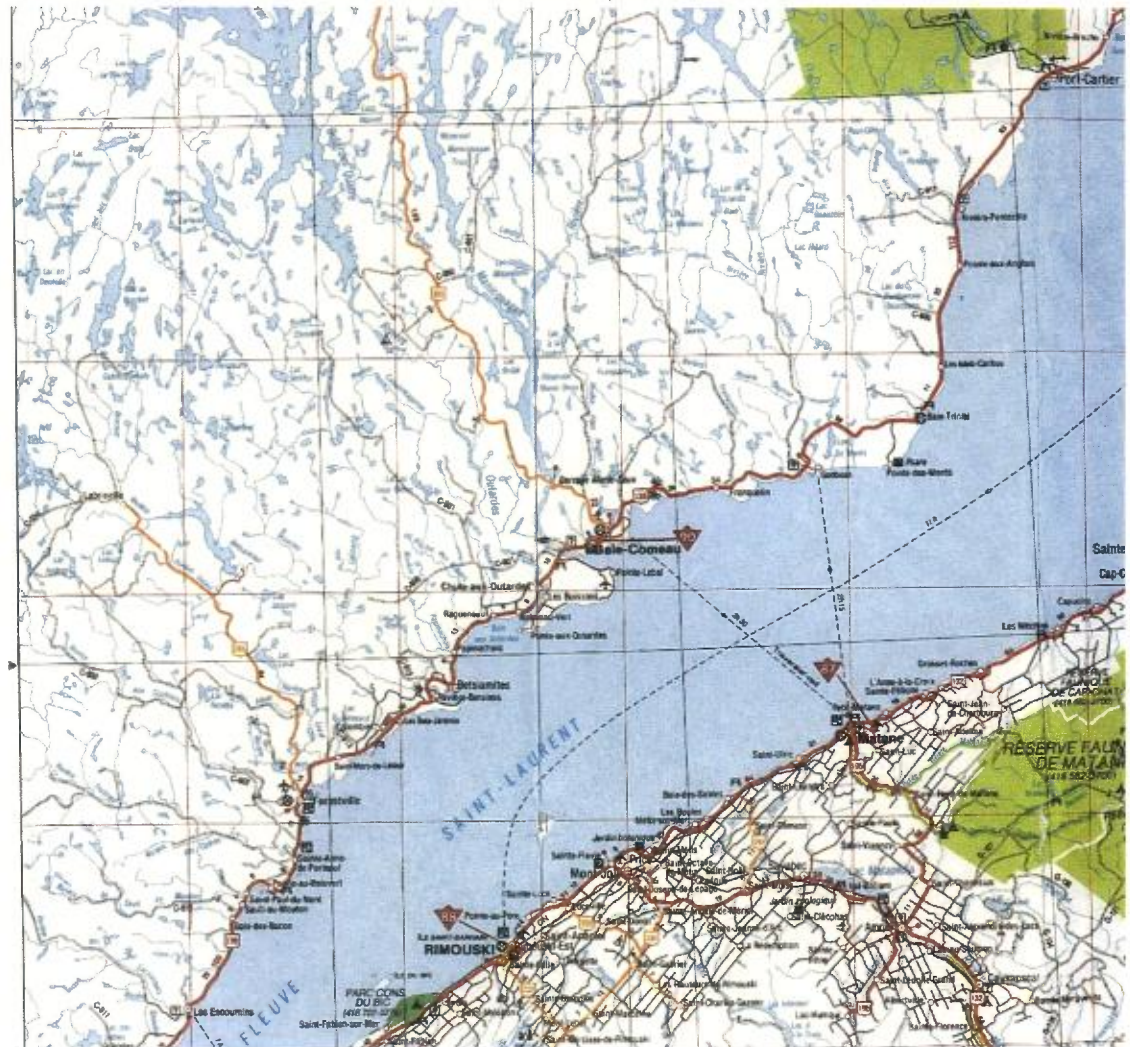


Figure 1 : Localisation régionale



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

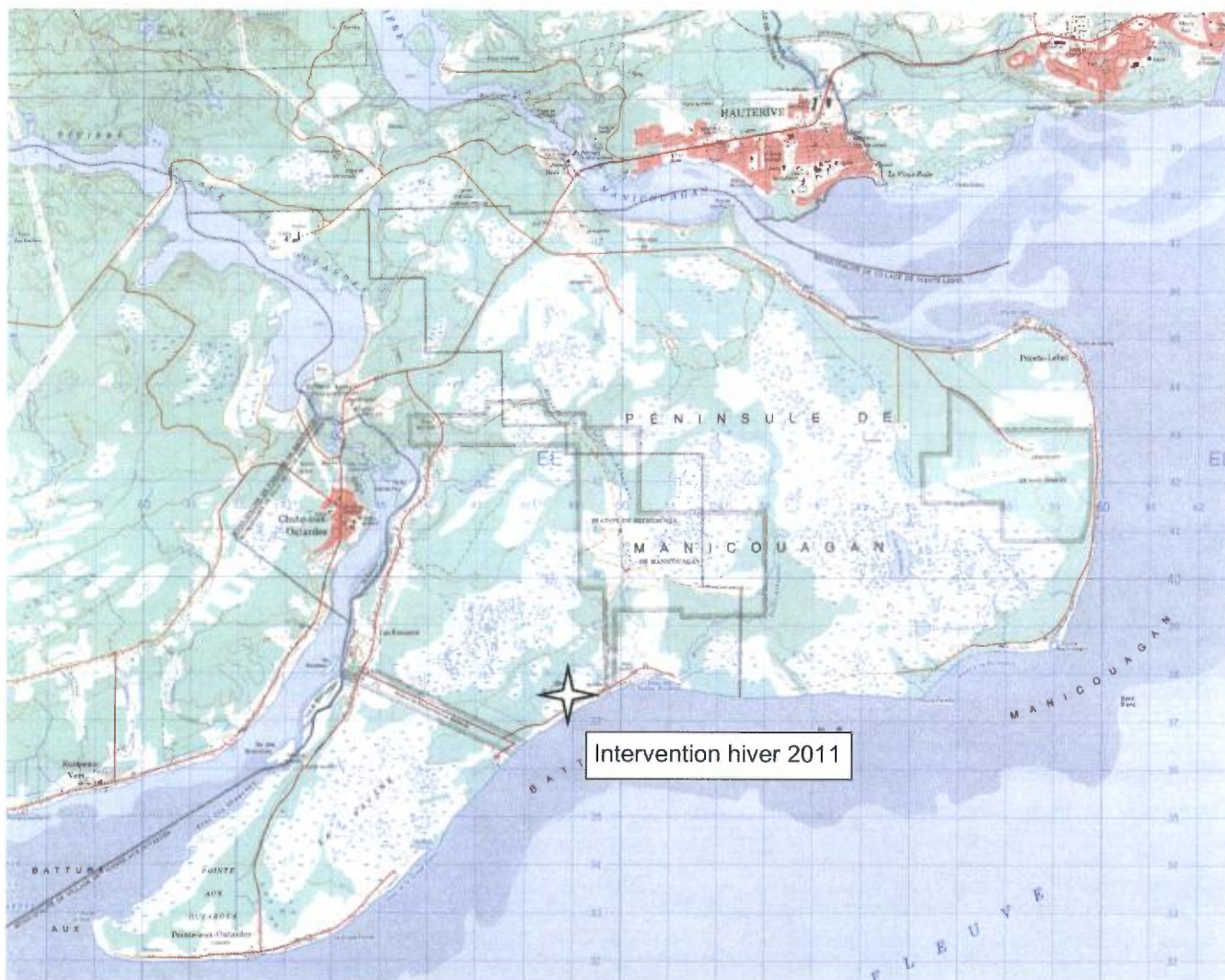


Figure 3 : Localisation régionale sur fond topo du feuillet SNRC fédéral 22F/01

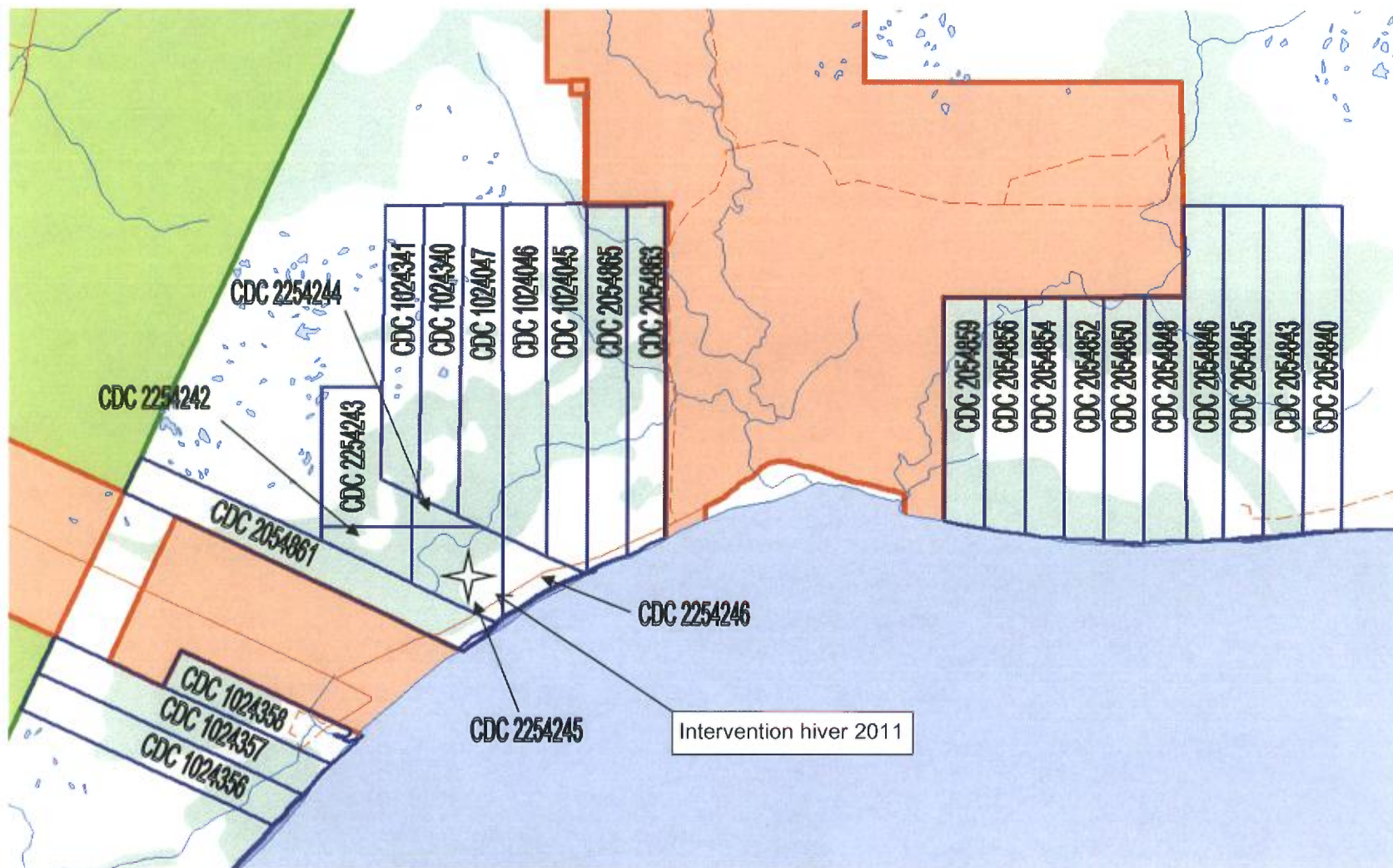


Figure 4 : Propriété minière Baie-St-Ludger d'Argile eau mer

4. 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 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 RÉGION DE BAIE-COMEAU**. 1996, par BRAZEAU, A. 37 pages. 4 CARTES (ECHELLE 1/50 000). 1 microfiche.

SIF 022F/01 - **CARTE DES DÉPÔTS 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 EXPOSÉES AUX MOUVEMENTS DE TERRAIN DANS LA RÉGION 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 des études subséquentes. Par la suite il y eut 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. 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 microfalaise 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 m et 8 m. C'est surtout le recouvrement sablonneux qui peut varier entre 4 m 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 confirmée par la suite avec les « puits de sondages temporaires » menés lors des travaux de l'hiver 2011 nous a permis d'en connaître un peu plus sur le dépôt à l'intérieur du territoire. La première constatation, comme le démontrent les coupes sur la berge, est que le dépôt n'est pas homogène. En plus de l'argile, deux (2) autres faciès de sédiment peuvent y être intercalés avec l'argile; soit des niveaux de silt sableux et de sable fin silteux. La deuxième constatation est que l'épaisseur des trois (3) faciès (le troisième étant l'argile) peut varier sur au moins une distance de 200 m (distance entre les forages). La troisième constatation est qu'à part l'argile, les deux (2) autres faciès peuvent être totalement absents. La 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 tranchées de drainage ont été aménagées 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.

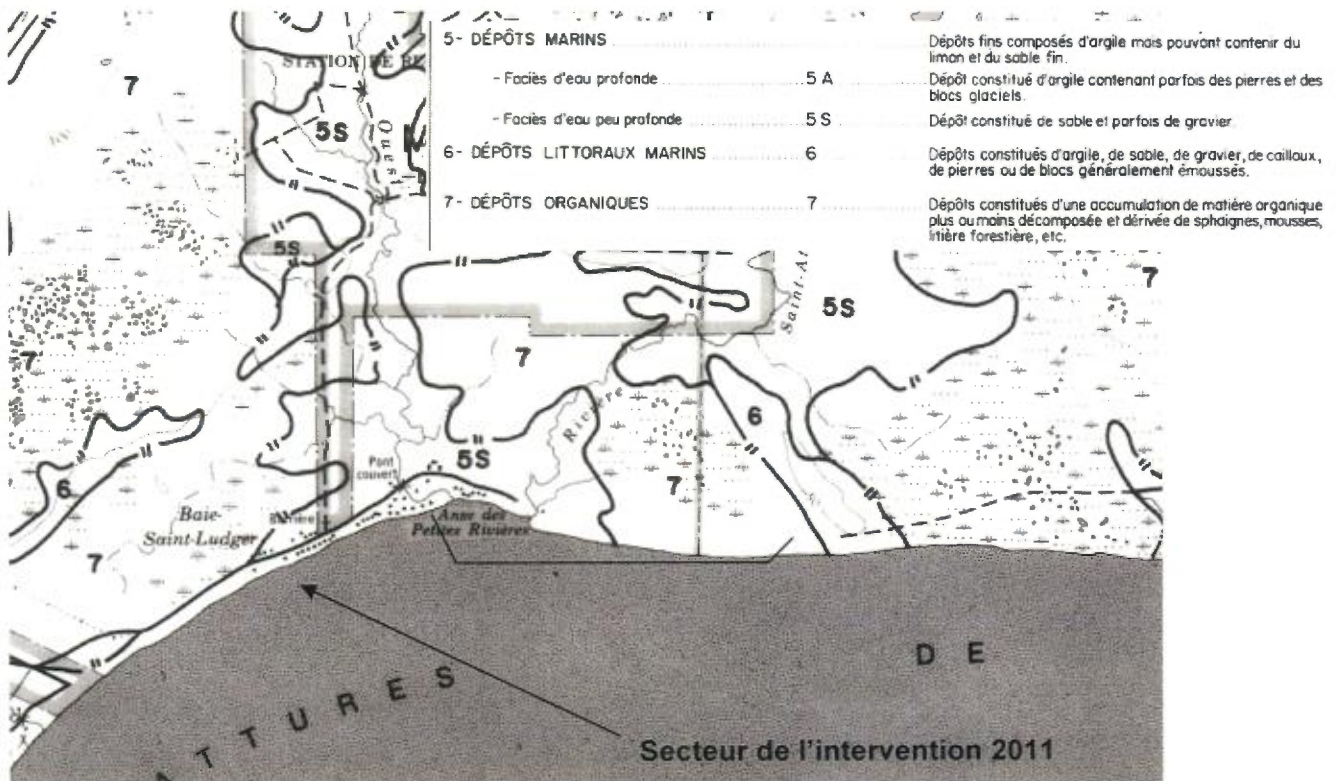


Figure 6 : Extrait de la carte des dépôts de surface SIF 022F/01 produit par le MRN

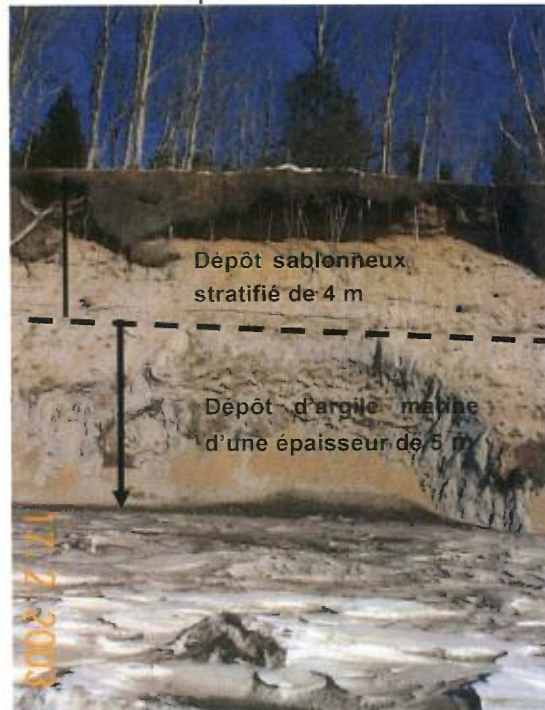


Figure 7 : Exemple typique des dépôts quaternaires dans le secteur



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

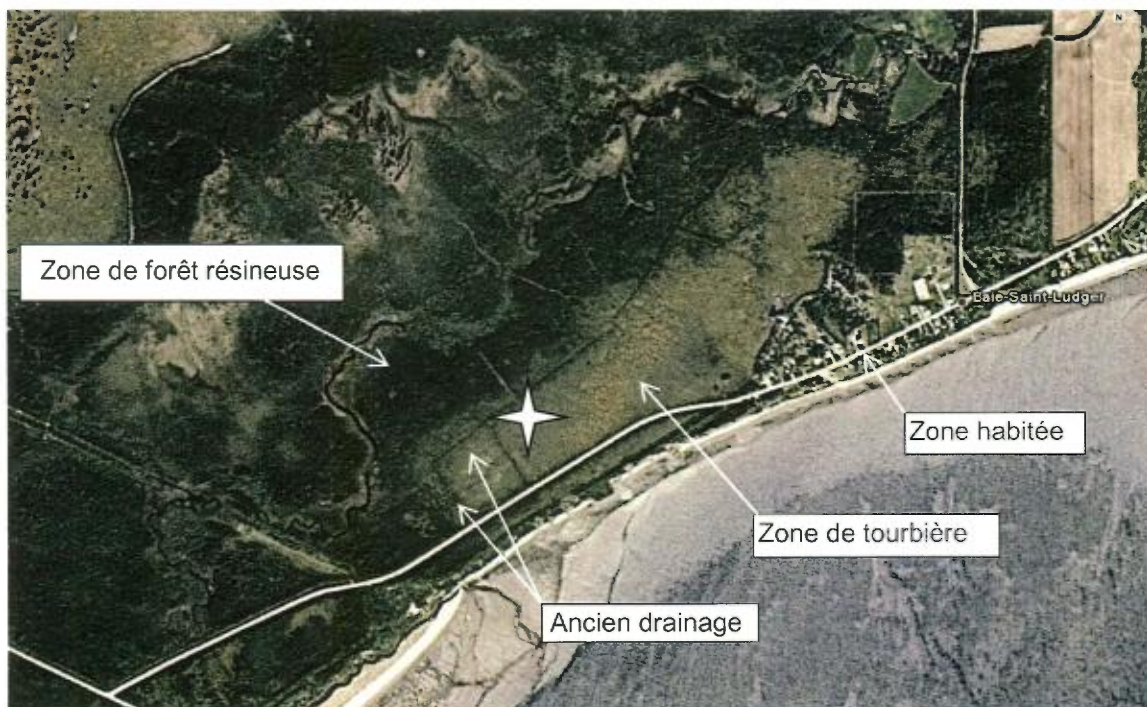


Figure 9 : Milieu naturel du site d'intervention hiver 2011. Extrait de Google earth

6. TRAVAUX RÉALISÉS EN 2011

Cette section fait état des travaux réalisés sur la matière par la société durant l'année 2011 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. Pour ne pas alourdir inutilement le texte et pour démontrer le caractère indépendant qu'il y a entre certains rapports, ils sont simplement énumérés ici et j'invite le lecteur à les consulter pour en connaître les détails.

- **Analyses par activation neutronique**, Marc Constantin, Département de Géologie et de Génie géologique, Université Laval, janvier 2011. 1 page

Voir le rapport en annexe pour les détails.

- **Définition Rapport de Minéralogie. Nature de l'amphibole dans de l'argile d'Argile eau mer**, Jean-François Wilhelmy, Consortium de Recherche Minérale, COREM 44594. Octobre 2011. Rapport portant sur les analyses de plusieurs laboratoires (NanoConsulting-Exova - Université Laval-Commission Géologique du Canada, LEM). 14 pages.

Voir le rapport en annexe pour les détails.

- **Analyses comparatives minéralogiques et chimiques, contrôle du PH, de la viscosité, de la liquidité, de la granulométrie et de la thixotropie. Méthodes de liquéfaction pour pompage et essais**. Julie Beaulieu, Philippe Mimeault et Denise Saulnier. Laboratoire interne pour essais de mise en place du procédé pilote d'extraction. Année 2011. 22 pages

Voir le rapport en annexe pour les détails.

- **Rapport sur la caractérisation sur les eaux associées à l'argile de Manicouagan. Fiches techniques des eaux de mer, glaciaires et de tourbières**. Cherif Aidira. Analyses sur les eaux effectuées à Université McGill par Stan Kubov, PhD et Kebba Sabelly, PhD Faculté d'Agriculture et de Science Environnementales. Interprétation des résultats par Québec Biodiversité. Avril 2011, 23 pages

Voir le rapport en annexe pour les détails.

- **Travaux d'investigation et essais d'extraction in situ d'argile grise non consolidée du Quaternaire dans le secteur de Baie Saint-Ludger, Pointe-aux-Outardes, MRC de Manicouagan, Côte-Nord, Québec.** Éric Hurtubise, p.géo (No.912 OGQ) Corporation du Développement minéral de la Côte-Nord. 17 pages

Voir le rapport en annexe pour les détails.
- **Schéma du procédé d'extraction,** Réal Dugas ingénieur, Groupe Conseil TDA, avril 2011. 1 page

Voir le rapport en annexe pour les détails
- **Rapport Travaux de recherches et développements et essais d'extraction de l'argile – Rapport des essais. N/D 4097,** Réal Dugas, Ing. Groupe Conseil TDA, mars 2011.18 pages

Voir le rapport en annexe pour les détails
- **Rapport du projet pour un procédé pilote d'extraction, pour la caractérisation de l'argile de Manicouagan et des eaux constitutives ainsi que pour inventorier des méthodes industrielles pour la conservation des produits finis.** Denise Saulnier, avril 2011. 7 pages

Voir le rapport en annexe pour les détails
- **Rapport Suite du programme ECH6) Programme ECH7PPE3 : Conception d'un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sensible et échantillonnage.** Denise Saulnier pour l'année 2011, rédigée en mars 2012. 35 pages

Voir le rapport en annexe pour les détails
- **(Suite du programme UP5) Programme UP6 : Conception d'une unité pilote d'un procédé de fabrication industriel, ingénierie et essais des équipements sur de nouveaux échantillons d'argile marine.** Denise Saulnier pour l'année 2011. Rédigé en juin 2012. 42 pages avec annexes

Voir le rapport en annexe pour les détails
- **(Suite du programme PCMIC2) PCMIC3 : Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives. +matériels consommés.** Denise Saulnier pour l'année 2011. Rédigé en avril 2012. 28 pages

Voir le rapport en annexe pour les détails

- ***(Suite des applications des échantillons pour le développement de produits) Programme DGP4 : Développement de gamme de produits à forte concentration d'argile marine sensible.*** Denise Saulnier pour l'année 2011. Rédigé en mai 2012. 33 pages.

Voir le rapport en annexe pour les détails

7. CONCLUSION / RECOMMANDATION

Tout comme les travaux déposés lors des étapes précédentes ceux de l'étape 2011 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 XX interventions 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 soient réglés définitivement. Que ce soit pour le procédé d'extraction ou pour la conception du produit « poudre » ou du produit « boue », les différents processus qui doivent être impliqués n'ont pas la même interactivité avec l'argile.

L'autre conclusion qui ressort est que les « puits de sondages temporaires » confirment ce qui fut relevé par la campagne de forage géotechnique de 2009. Soit que les dépôts quaternaires d'argiles marines qui sont visés dans la région pour l'exploitation commerciale présentent une bien plus grande variabilité dans les trois (3) dimensions que ne laissaient présager les observations le long de la berge. Donc, avant d'en arriver à une évaluation d'une ressource en places (in situ) d'autres sondages « par puits temporaire » à un espacement assez rapproché devront être menés. Vingt-cinq mètres sont conseillés avec une profondeur d'au moins 3 m dans l'argile.

Finalement, malgré la multitude d'étapes qui demande d'être encore résolue avant d'être au stade commercial, 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.

8. BIBLIOGRAPHIE

1. Landslide on Toulouste River, Québec. Canadian Geotechnical 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. Engineering 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, Engineering 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.

13DE

Argile eau & mer

ANALYSE PAR ACTIVATION NEUTRONIQUE, MARC CONSTANTIN,
Département de géologie et de génie géologique, université laval, janvier
2011, 1 page

1276419 :

No échantillon	No labo UL	ug / g	Ag	Ag	Au	Ba	Br	Ca	Cd	Ce	Co	Cr	Cs	Eu	Fe	Hf	Hg	Ir	K	La	Lu	Na	Nd	Ni	Rb	Sb
Argile extraction 2008	10ULAV1181	<.15	0,50	0,0017	815	0,94	31428	<.63	71,7	17,9	117	1,86	1,38	41029	5,29	<.071	<.0009	23746	37,7	0,264	32459	32,0	52	88	0,049	
Argile extraction 2003	10ULAV1182	<.23	0,45	0,0015	933	3,2	32019	<.14	76,8	19,2	120	1,98	1,47	43077	5,15	<.087	<.0010	21674	40,5	0,271	32692	34,1	63	96	0,042	
Forage 2009 F03 5 mètre	10ULAV1183	<.32	0,37	0,0018	816	0,62	28419	<.16	73,1	20,4	136	2,33	1,24	44838	3,61	<.098	<.0012	21862	39,1	0,227	31606	31,9	66	105	0,056	
Forage 2009 F01 8 mètre	10ULAV1184	<.36	0,29	0,0030	821	0,68	30405	<.73	75,2	20,3	136	2,42	1,26	44368	3,52	<.093	<.0015	23935	39,6	0,212	32998	32,6	56	108	0,013	
BX-N	10ULAV1185	<.46	127	0,0081	75	2,5	<2700	<.12	587	36,8	291	0,39	4,76	171317	16,5	<.55	<.0036		403	1,89	229	163	179	8,5	8,43	
BX-N	Bauxite		115		30		1215		520	30	280	0,4	4,4	162058	15,2			415	355	1,8	297	163	180	3,6	8	
BX-N	Limite confiance 95%		6		9		357		23	7	31			1958	1,1			83	18	0,18	148	7	16	0,6		

Note: Masse d'échantillon analysé est ~2 g.

Les résultats pour Ca, K, Sr, Tm, Zn sont donnés à titre indicatif.

Acquisition des données : M. Constantin

Traitement des spectres et mise en page des données : M. Constantin

2011-07-14

Marc Constantin

Département de géologie et de génie géologique

1065 ave de la Médecine

Université Laval

Québec, QC, Canada G1V 0A6

Tél.: 1 (418) 656-2131 poste 3139, Fax: 1 (418) 656-7339, <http://www.ggl.ulaval.ca/>

Laboratoire d'analyse par activation neutronique - <http://www.ggl.ulaval.ca/contenu-fra/neutronique.html>

=====

No échantillon	Sc	Se	Sm	Sr	Ta	Tb	Th	Tm	U	W	Yb	Zn
Argile extraction 2008	14,4	<.32	5,91	470	0,54	0,63	7,96	0,30	1,33	0,44	1,71	82
Argile extraction 2003	15,0	<.44	6,43	495	0,55	0,68	8,09	0,24	1,38	1,06	1,77	94
Forage 2009 F03 5 mètre	14,7	<.39	5,75	431	0,53	0,59	8,90	0,25	1,36	<.97	1,46	101
Forage 2009 F01 8 mètre	14,6	<.63	5,84	450	0,53	0,59	9,47	0,20	1,63	0,37	1,49	100
BX-N	65	3,0	22,6	138	4,38	3,22	54,0	1,49	9,3	11,4	12,0	107
BX-N	60		22	110	4,6	3	50	1,7	8,8	9	11,6	80
BX-N	7		1,3	9	0,4	0,3	6	0,2	1,5	1	1,5	15

Le 17 octobre 2011

Madame Denise Saulnier,
Présidente, directrice générale
Argile eau mer
164, rue de Baie Saint-Ludger,
Pointe-aux-Outardes, Québec G0H-1H0

N/Réf. : COREM 44593

Objet : Nature de l'amphibole dans de l'argile d'Argile eau mer

Madame,

COREM a été mandaté afin d'effectuer une revue sommaire des documents relatifs à la composition minérale des échantillons d'Argile eau mer pour tenter d'établir la nature de l'amphibole monoclinique présente dans l'argile ainsi que de vérifier si des fibres minérales auraient pu y être détectées.

1. Documentation

1.1 Nature des documents transmis

Parmi les documents transmis par Madame Saulnier, quatre d'entre eux présentent des identifications de la composition minérale de l'argile soumise ou des résultats de microanalyse EDX (spectrométrie de dispersion de l'énergie, réalisée en microscopie électronique) de particules plus allongées observées dans différents sous-échantillons.

- a. L'interprétation modale de deux échantillons (#2042 et 2043) effectuée par le CRM en juin 1998 et mentionnant la présence d'actinolite.
- b. Un document présenté par Nano Technologies Consulting en juin 2002 où il est mentionné qu'il n'y a pas de fibres d'amiante dans l'échantillon mais que « quelques fibrilles Mg+Al+Si+Ca+Fe » ont été observées.
- c. Un document du Laboratoire Environnement et Minéralurgie (LEM), transmis en novembre 2009, présentant l'interprétation de résultats de micro-diffraction électronique sur deux spécimens ».

- d. Quatre diffractogrammes (diffraction des rayons-X), effectués par l'Université Laval en février 2010, sur les échantillons 0B15KC01, 0B15LK01, 0B15OF01 et 0B15JA01.
- e. Un rapport d'étude d'Exova datant du 15 janvier 2010 où il est mentionné qu'aucune fibre d'amiante n'a été détectée dans l'échantillon « Argile Extraction 2008 »
- f. Un article de Catharine A. Burton (Geological Survey of Canada), Jeanne B. Percival et Denise Saulnier : « Mineralogical investigation of a clay deposit for cosmetic and therapeutic purposes, Baie-St-Ludger, Quebec ». Ce rapport mentionne que " Ces sédiments marins silto-argileux à silteux sont composés surtout d'illite (biotitique) et de plagioclase avec des quantités moins élevées de feldspath potassique, de quartz et d'amphibole (hornblende). Les échantillons commerciaux contenaient généralement plus de kaolinite et moins de silicates non argileux que les échantillons de terrain. » Cette étude portant sur sept sites d'échantillonnage ne fait état d'aucun minéral asbestiforme et n'identifie formellement que la hornblende comme amphibole présente dans quelques échantillons (minor amount of amphibole). Ce document visait davantage la reconnaissance des minéraux argileux et l'analyse chimique du matériel.

Les deux derniers documents présentés (e et f) indiquent l'absence de fibre dans les échantillons soumis d'une part et identifie l'amphibole présente comme étant la hornblende. Ils ne seront cependant pas commentés ici parce qu'ils n'apportent pas d'éléments tangibles à l'argumentation sur la nature de l'amphibole présente dans l'argile exploitée par la compagnie Argile eau mer.

1.2 Nature des documents consultés

L'actinolite et la hornblende sont des matériaux très connus et fréquemment mentionnés dans plusieurs ouvrages et articles. La documentation utilisée ici provient principalement de :

- Cornelius S. Hurlbut & Cornelis Klein, John Wiley & Sons Eds., Manual of Mineralogy 19th ed, 1977.
- John W. Anthony, Richard A. Bideaux, Kenneth W. Bladh, and Monte C. Nichols, Eds., Handbook of Mineralogy, Mineralogical Society of America, Chantilly, VA 20151-1110, USA. <http://www.handbookofmineralogy.org/>.
- La définition d'une fibre minérale présentée au point 5.1 est celle proposée par l'OMS (organisation mondiale de la santé) tel que présenté à la page 23 de l'avis de l'afsset (agence française de sécurité sanitaire de l'environnement et du

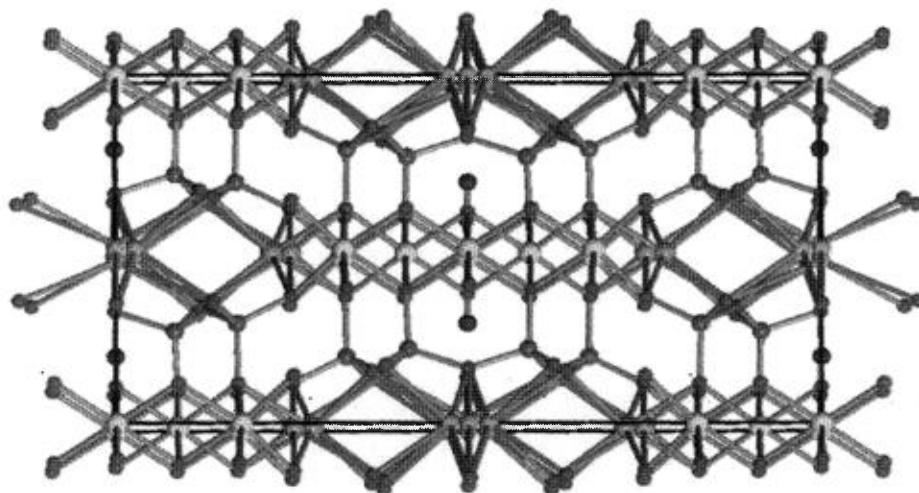
travail) : Les fibres minérales artificielles siliceuses (avril 2007). La couverture de cet avis est présentée en annexe. L'avis est disponible sur le site internet de l'agence.

2. Famille des amphiboles

2.1 Structure chimique et substitutions

La structure chimique des amphiboles est celle d'une double chaîne de tétraèdres de silice maintenus entre eux par une importante variété de cations : Ca, Mg, Fe, Na, Mn, Al, Ti et plus rarement Li. L'eau est aussi un constituant significatif de la structure. La figure 1 présente une interprétation de cette structure cristalline, pour le cas de la hornblende. On y trouve différents groupes d'atomes qui sont :

- Sphère aqua foncé: Silicium
- Sphère rouge: Oxygène
L'association d'un atome de silicium avec quatre atomes d'oxygène donne les tétraèdres de silice mentionnés en début de section.
- Sphère bleue: Hydrogène
L'association d'un atome d'hydrogène avec deux atomes d'oxygène (déjà partagés) donne les groupes OH observés dans la formule chimique.
- Sphère aqua claire: Il s'agit de sites habituellement vacants chez les amphiboles.
- Sphère orange: Sites M4. Ces sites peuvent être occupés par Mg, Fe, Ca ou Na. Dans le cas de l'actinolite, seul le Ca est présent dans ces sites. Dans le cas de la hornblende, Ca et Na peuvent être présents en proportion diverse.
- Sphère jaune : Sites M1, M2 et M3. Dans le cas de l'actinolite, Fe et Mg occupent ces positions. Dans le cas de la hornblende, ces mêmes sites sont occupés par Mg, Fe, Mn, Al et/ou Ti).



Hornblende

Figure 1 : Structure chimique des amphiboles.

Il existe donc de nombreuses substitutions possibles au sein de cette famille minérale, ce qui complique parfois leur identification. Un diagramme ternaire fréquemment utilisé pour classer les différents membres des amphiboles et le diagramme du système $Mg_7Si_8O_{22}(OH)_2$, $Fe_7Si_8O_{22}(OH)_2$, $Ca_7Si_8O_{22}(OH)_2$ (figure 2). Dans un tel diagramme, les membres purs, à chacune des pointes du triangle ne contiennent que Mg, Fe ou Ca comme cations occupant les sites M1, M2, M3 et M4 (dans la structure présentée à la figure 1). Les zones en gris indiquent les gammes de composition où les amphiboles existent.

Une série complète existe entre la trémolite et la ferroactinolite. Cette série est celle de l'actinolite. On s'entend globalement pour classer le minéral « actinolite » du côté magnésien de cette série, donc plus près de la trémolite que de l'actinolite. La composition acceptée pour la trémolite est $Ca_2Mg_5Si_8O_{22}(OH)_2$.

La hornblende ne peut être classée dans ce diagramme de par le fait que ses sites M1 contiennent aussi du sodium (Na) et que ses sites M2, M3 et M4 peuvent aussi contenir de l'aluminium.

La composition acceptée pour la hornblende est $(Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_5Si_6(Si,Al)_2O_{22}(OH)_2$. On note que de nombreuses substitutions y sont possibles (éléments entre chaque parenthèse) et donc qu'une composition certaine d'une particule de ce minéral ne peut être donnée que suite à une microanalyse.

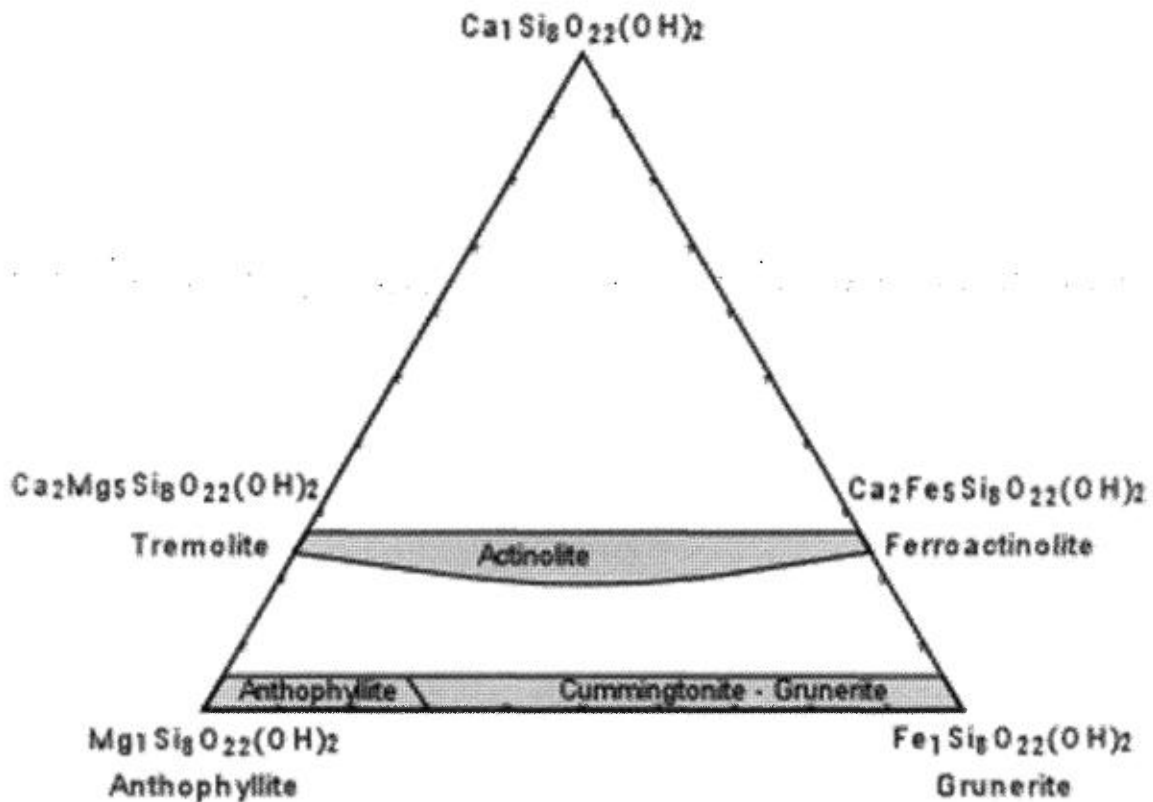


Figure 2 : Diagramme ternaire présentant les champs de compositions des principales amphiboles monocliniques.

2.2 Structures cristallines

Les rapprochements entre les structures cristallines de toutes les amphiboles font que leur identification formelle par la diffraction des rayons x n'est souvent pas possible si l'échantillon analysé est un mélange. Le cas de l'identification du type d'amphibole dans les argiles d'Eau-Mer présente bien ce problème.

D'abord, au tableau 1, la comparaison des structures cristallines de l'actinolite et de la hornblende (ici la ferrohornblende) montre comment ces deux structures sont proches, ne se distinguant que par des écarts de l'ordre du millième d'angström (10-13m).

Actinolite		Ferohornblende	
D (Å)	Intensité	D (Å)	Intensité
8.4156	80.67	8.4199	100.0
3.3846	50.84	3.3859	23.62
3.2751	35.36	3.2749	10.94
3.1223	64.63	3.1250	37.74
2.7298	22.22	2.7324	12.51
2.7087	100.0	2.7084	57.88
2.5947	35.56	2.5938	33.48
2.5334	57.71	2.5376	35.73
2.3364	34.55	2.3374	25.41
2.2740	18.95	2.2777	12.01
2.1640	29.81	2.1638	19.77
2.0459	16.86	2.0478	12.25
2.0181	14.10	2.0186	11.82
1.6507	24.63	1.6511	13.46
1.5792	22.12	1.5807	11.71
1.5132	20.27	1.5147	11.26
1.4370	28.95	1.4380	13.06

Tableau 1 : Principales raies de diffraction permettant l'identification de l'actinolite et de la hornblende .

On y note que les écarts dans la position des raies de diffraction sont de l'ordre de 0.001Å. La raie à 8.4Å est considérée comme typique de la présence d'amphibole monoclinique.

Le problème se complique lorsque cette identification doit être faite dans un mélange de minéraux. Par exemple, la figure 3, présentant un des diffractogrammes produits par l'Université Laval, montre que seulement trois raies de diffraction sont disponibles pour permettre cette identification (les raies #4, 38 et 45). La première raie de diffraction, à 8.4Å, permet normalement à elle seule d'identifier la présence d'une amphibole monoclinique.

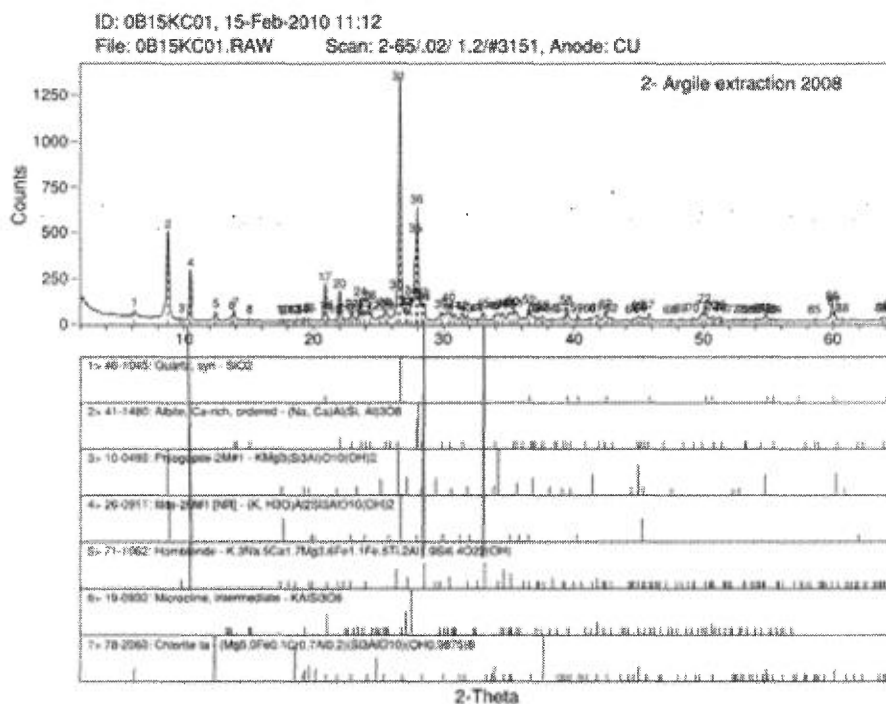


Figure 3 : Diffractogramme de l'argile soumise et identification des raies de diffraction permettant l'identification de l'amphibole présente.

2.3 Occurrences de l'actinolite et de la hornblende

Pour compléter le tableau initial des ressemblances et différences entre l'actinolite et la hornblende, il est bon de connaître les lieux où ces amphiboles se forment. Traduit librement de Hurlbut & Klein, on peut proposer :

- « L'actinolite est un minéral métamorphique (facies greenschist) ». Elle est donc typique d'un environnement géologique précis et peu répandue.

- « La hornblende est un minéral important et largement distribué dans les roches. Elle est présente à la fois dans les roches magmatiques et dans les roches métamorphiques (...) fréquemment associée aux feldspaths plagioclases ».

3. Diffraction des rayons X et interprétation modale

Un des éléments à l'origine de cette courte synthèse est la mention d'actinolite faite dans le rapport du CRM en 1998. Il faut cependant, avant d'interpréter cette donnée sur la base de la santé et sécurité au travail, comprendre ce qu'est une interprétation modale et quelle limite on doit donner à ce résultat.

3.1 Ce qu'est une interprétation modale

Une interprétation modale est la réconciliation entre les résultats de l'analyse chimique et l'abondance des minéraux identifiés dans le même échantillon. Pour ce faire, il est habituel d'effectuer aussi une analyse par diffraction des rayons X et de la compléter par des observations visuelles. On calcule ensuite les proportions de chaque phase identifiée en assumant une composition standard ... ce point aura de l'importance.

Prenant pour exemple l'échantillon d'argile #2042, le diffractogramme propose la présence de quartz, d'albite, de biotite, d'actinolite, de chlorite et d'apatite. La proportion de quartz (SiO_2) peut être calculée mais ne sera pas égale à la teneur en silice analysée (ici 59,8%) parce que la silice entre aussi dans la composition de l'albite, de la biotite, de l'actinolite et de la chlorite. Une série de calculs nous permet d'établir la proportion de quartz à environ 21%. Dans le même exemple, la proportion d'albite est plus simple à calculer puisqu'on assumera que tout le Na_2O analysé entre dans la composition de ce feldspath. L'interprétation modale permet d'évaluer le contenu minéral d'un échantillon mais ne permet pas une quantification absolue. Les points qui suivent montrent clairement les limites de cette méthode.

Autre élément important à garder en tête, le fait que le matériel analysé soit une argile glaciaire, donc un mélange de particules fines arrachées par l'érosion glaciaire aux roches rencontrées par le glacier, fait qu'il peut y avoir plus d'un membre d'une même famille minérale. Il pourrait y avoir plus d'une sorte de feldspath plagioclase, plus d'une sorte de micas... et plus d'une sorte d'amphibole monoclinique. L'interprétation modale doit généralement, pour être résolue, comporter un nombre restreint de minéraux.

3.2 Cas du potassium

Les diffractogrammes de l'Université Laval montrent clairement la présence de phlogopite, d'illite et de microcline. La phlogopite est un mica ambré, c'est un aluminosilicate de potassium et (en portion moindre) de magnésium. Le microcline est un feldspath potassique, un aluminosilicate de potassium. Quand ce feldspath s'altère (dans les argiles), il se transforme en illite, un aluminosilicate hydraté de potassium. Ces trois minéraux sont certainement présents dans l'argile, mais ils partagent exactement les mêmes éléments et leur interprétation modale n'aurait pas pu être faite.

3.3 Cas du fer

Les diffractogrammes de l'Université Laval ne permettent pas de déterminer où va tout le fer présent dans les résultats d'analyses chimiques. Des oxydes (magnétite) et hydroxydes (goethite) de fer sont certainement présents mais ne pourraient pas non plus, pour les mêmes raisons, être quantifiés. Le CRM a aussi identifié la phlogopite comme principal mica lors des analyses par DRX (voir les diffractogrammes en annexes du rapport). Dans l'interprétation modale, on a cependant plutôt considéré un mica légèrement différent, la biotite, qui est un aluminosilicate de fer et de potassium. Ce minéral est très coloré, presque noir et simple, et a été observé lors d'une étude optique (loupe binoculaire) préalable. La quantification des minéraux de la famille des micas devenait possible.

3.4 Cas de l'aluminium

Tel que mentionné au point 4, peu de raies de diffractions nous permettent de vraiment reconnaître quelle amphibole est présente dans les échantillons. La raie à 8.4Å nous permet de savoir qu'il s'agit d'une amphibole monoclinique. Les deux choix les plus courants sont la hornblende qui est commune à un grand nombre de roche et l'actinolite qui est plus rare. La hornblende présente cependant le désavantage d'avoir une très large gamme de composition, ce qui fait que sa quantification devient problématique. Pour cette raison, le CRM a choisi en 1998 de travailler avec une amphibole monoclinique de composition connue : l'actinolite. L'avantage supplémentaire de choisir cette amphibole était que, une fois calculée la consommation de CaO par l'apatite, tout le CaO résiduel pouvait être alloué à la formation de l'actinolite.

La teneur en aluminium utilisée dans la composition de ce minéral peut cependant sembler élevée. Les actinolites ne retiennent généralement pas ou très peu d'alumine (moins de 2 %). La composition a ainsi été ajustée en tenant compte de :

- L'argument développé en 6C. Malgré le fait qu'on ne puisse pas quantifier isolément les phases riches en potasse qui sont présentées dans les interprétations de l'Université Laval, on peut calculer qu'elles ne consomment que peu d'alumine (à peu près autant qu'elles consomment de K_2O). Si on décide d'utiliser l'albite et la biotite à la place de la microcline, de l'illite et la phlogopite, il y aura une surconsommation apparente d'alumine. L'alumine résiduelle sera donc trop basse pour qu'on puisse l'associer à la hornblende (qui en retient 15 %).
- Si on calcule la proportion d'amphibole en utilisant la composition de l'actinolite, on arrive dans ce cas-ci à être « obligé » de considérer une composition très riche en alumine pour ce minéral. C'est le cas dans les interprétations modales du CRM où on considère 5 % de Al_2O_3 dans l'actinolite.

3.5 Conclusion partielle sur les interprétations modales faites au CRM et à l'Université Laval

Considérant les diffractogrammes produits par l'Université Laval et par le CRM et considérant les analyses chimiques effectuées par le CRM, on devrait considérer que l'argile soumise comporte l'ensemble des 11 minéraux suivants:

- Quartz
- Microcline et albite (2 feldspaths)
- Phlogopite et accessoirement un peu de biotite (2 micas)
- Illite (un minéral argileux)
- Chlorite (un minéral d'altération proche des argiles)
- Hornblende
- Apatite (un phosphate commun dans les roches)
- Oxydes et hydroxydes de fer (probablement magnétite et goethite).

Il s'agit donc de 11 minéraux dont les proportions ne pourraient pas être calculées actuellement puisqu'ensemble ils partagent les mêmes 8 éléments et que leur composition n'est pas clairement définie. Pour permettre une estimation de leur proportion (interprétation modale), certains regroupements devront être effectués. C'est la même logique qui a guidé le CRM en 1998, avec l'utilisation d'une amphibole de composition plus simple que la hornblende, l'actinolite mais qui a pu malencontreusement introduire une notion de dangerosité à l'égard de l'hygiène

industrielle. Sur la base de la diffraction des rayons X (études menées par le CRM et l'Université Laval), rien ne permet de conclure qu'il y a de l'actinolite dans les échantillons d'argile soumis.

4. Étude menée par Nano Technologies Consulting

4.1 Principaux résultats présentés par Nano Technologies Consulting

Le rapport de Nano Technologies Consulting présente les résultats d'une étude faite en microscopie électronique à transmission. Leur définition d'amiante est bien présentée au point IV où il est mentionné : « Après reconnaissance des faciès asbestiformes, la détermination minéralogique est conduite par diffraction des électrons (structure cristalline) et par microanalyse chimique, afin de préciser le minéral parmi l'ensemble des espèces appartenant au groupe des amphiboles ou de vérifier la chimie du chrysotile ». Les amphiboles asbestiformes étaient donc bien couvertes dans leur étude.

Leur conclusion était (citation intégrale) : « Au microscope électronique à transmission, on observe quelques particules fibriformes dont la longueur est au moins 3 fois plus grande que le diamètre, ainsi que quelques fibrilles Mg+Al+Si+Ca+Fe, dont certaines très fines. La diffraction d'électrons en aire sélectionnée ainsi que l'analyse chimique à l'aide du spectromètre en dispersion d'énergies montrent qu'il ne s'agit pas de fibres d'amiante.

Le spectre de l'échantillon par spectrométrie à dispersion d'énergie EDAX confirme l'**absence** d'amiante sur l'échantillon d'argile étudiée. »

Le spectre EDX transmis en annexe présente une composition plus proche de la hornblende (quantité significative d'aluminium) que des amphiboles de la série trémolite-actinolite. Il est à noter que le cuivre observé sur le spectre provient du support de l'échantillon.

4.2 Conclusion partielle sur les résultats présentés par Nano Technologies Consulting

En tout état de cause, l'attention portée à cette seule particule, une fibrille, semble peu pertinente du point de vue de l'hygiène industrielle. Selon l'OMS, une particule est considérée comme une fibre si son diamètre est inférieur ou égal à 3 µm, sa longueur supérieure ou égale à 5 µm et rapport de la longueur sur diamètre supérieur ou égale à 3. Les fibres OMS sont dites « respirables » et peuvent se déposer dans les alvéoles pulmonaires. Une fibrille est donc probablement ici une particule de longueur inférieure à 5 µm qui ne devrait pas être considérée dans la dangerosité potentielle du matériel.

5. Étude menée par le Laboratoire Environnement et Minéralurgie (LEM)

5.1 Principaux résultats présentés par le LEM

Utilisant des méthodes similaires à celles de Nano Technologies Consulting, ce rapport présente des conclusions ambiguës. Deux particules seulement auraient été analysées, ce qui ne permet pas de conclure sur la nature de l'amphibole dans l'échantillon. Le rapport parle de « baguettes », ce qui n'est en lien avec aucune nomenclature en hygiène industrielle. Les deux « baguettes » présentées ne sont pas des fibres, leurs longueurs étant de 1 µm à la figure 1 et de 2.5 µm à la figure 2, soit bien en deçà de la limite inférieure des fibres minérales (OMS).

On note aux mêmes photos que les particules ne sont pas isolées et que d'autres matériaux les entourent, incluant probablement dessus et dessous. Les spectres de dispersion de l'énergie présentés aux figures 2 et 4 ne sont donc peut-être pas les résultats de l'analyse d'un minéral pur et c'est ce qui complique l'interprétation. S'il provenait d'un minéral pur, le spectre EDX de la figure 2 pourrait effectivement provenir d'une anthophyllite (portion en bas à gauche dans le triangle présenté à la figure 2). Le spectre EDX présenté à la figure 4 pourrait être issu d'une actinolite, s'il n'y a pas superposition de particules.

5.2 Conclusion partielle sur les résultats présentés par le LEM

Sur la base des documents transmis, l'étude du LEM ne semble donc pas concluante parce que :

- i. Seulement deux particules y ont été détaillées sans aucune quantification quant au nombre d'observations de particules fibreuses ou non
- ii. Les deux particules étudiées ont des longueurs inférieures aux longueurs minimales de ce qui est reconnu comme une fibre (5 µm)
- iii. Les spectres EDX provenant des deux particules ne représentent peut-être pas un seul minéral mais pourraient présenter la composition de particules superposées.

6. Conclusion

L'ensemble des rapports étudiés ne permet pas d'affirmer qu'il y a présence d'amiante amphibole dans les échantillons d'Argile eau mer. La documentation semble plutôt indiquer qu'il n'y a pas présence de fibre d'amiante et que lorsque des particules s'approchent de cette morphologie, elles ne sont pas constituées d'actinolite.

Deux études, celle de l'Université Laval et celle du CRM, visaient la reconnaissance de l'ensemble des minéraux présents et, pour le CRM, leur quantification. Ces deux études

proposent la présence d'une amphibole monoclinique, la ferrohornblende, qui compte pour environ 15 % de l'échantillon.

Deux études, celle de Nano Technologies Consulting (NTC) et celle du LEM, ont observé des particules proches de ce qui pourrait être considéré comme des fibres minérales. L'étude de NTC conclut qu'il n'y a pas de fibre d'amiante dans les échantillons soumis. L'étude du LEM n'a pas non plus permis l'observation de fibre d'amiante. Deux particules, qui ne sont pas des fibres d'amiante, ont été plus particulièrement étudiées, mais les compositions proposées sont douteuses du fait de la superposition probable de ces particules avec d'autres éléments présents dans l'argile.

Veillez agréer, Madame, l'expression de mes sentiments les meilleurs.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Wilhelmy', written in a cursive style.

Jean-François Wilhelmy, M. Sc.

JFW/rp

7. Annexe

Couverture du rapport de l'afsset

Les fibres minérales artificielles siliceuses

Fibres céramiques réfractaires
Fibres de verre à usage spécial

Évaluation de l'exposition de la population générale
et des travailleurs

- **Avis de l'Afsset**
- **Rapport du groupe d'experts**

))) afsset •)))

agence française de sécurité sanitaire
de l'environnement et du travail

Avril 2007



Argile eau & mer

Analyses comparatives minéralogiques et chimiques, contrôle du PH, de la viscosité, de la liquidité, de la granulométrie et de la thixotropie. Méthodes de liquéfaction pour pompage et essais. Julie Beaulieu, Philippe Mimeault et Denise Saulnier. Laboratoire interne pour essais de mise en place du procédé pilote d'extraction. Année 2011. 22 pages

1 2 7 6 4 1 9

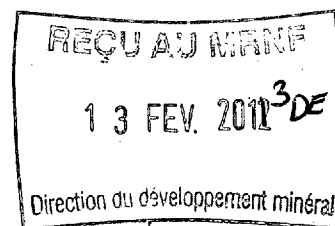


TABLE DES MATIÈRES

En date du 3 juin 2011
Pointe-aux-Outardes
Laboratoire Argile eau mer
INTRODUCTION

Objectifs

- Calibrer le viscosimètre (Brookfield RVDV-I+) à l'aide d'une huile étalon ayant une viscosité de 12500 cP à 25 degrés Celcius
- Caractériser un matériel argileux à l'aide du calcul de sa viscosité en fonction de la vitesse de rotation du mobile du viscosimètre (Brookfield RVDV-I+) en fonction du temps

Hypothèse :

L'argile est un matériau thixotropique. Lorsqu'une force est exercée sur le matériel, sa structure est modifiée. Il passe d'une phase solide à une phase liquide et vice versa. Selon la littérature, la viscosité d'un matériau thixotropique décroît avec le temps.

Matériel

- Viscosimètre Brookfield RVDV-I+
- Bécher 500 mL
- Tige agitatrice en verre
- Plaque chauffante ou bac de glace (selon la température)
- Pinces à bécher
- Contenant en verre (pour bain marie)
- Thermomètre (précis au dixième près) (MARQUE?)
- Sarrau
- Filet à cheveux
- Gants
- Masque
- couvre-pieds
- Échantillon matériel argileux
- Huile étalon (500 mL)
- 6 mandrins (en anglais spindles) en forme de disque
- entonnoir
- cuillère
- Alcool à friction

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

A- Calibration

La calibration du viscosimètre permet de s'assurer du bon fonctionnement de l'appareil et elle permet ainsi d'assurer un contrôle de qualité.

Elle consiste à prendre la mesure de la viscosité à une température donnée d'une huile-étalon (fournie par la compagnie). Un calcul de l'incertitude sur la mesure permet de déterminer dans quel intervalle doit se situer la mesure prise à une vitesse donnée. Selon un calcul explicité ci-bas.

L'huile étalon est un liquide Newtonien sa viscosité ne dépend donc pas de la vitesse du mandrin. Selon les données fournies sur la bouteille du marchand, certaines mesures doivent être prises pour pouvoir effectuer la prise de mesure :

Figure X : bouteilles type d'huile étalon



- Si l'huile étalon a une viscosité inférieure à 30000cP : transvider l'huile dans un bécher de 600 mL (volume de l'huile-étalon nécessaire : 500 mL)
- Si l'huile étalon a une viscosité supérieure à 30000cP : conserver l'huile dans son contenant original
- Les huiles étalons (2) disponibles à Argile eau mer (2010) ont une viscosité de 12500cP et 500cP.
- L'huile-étalon doit être changée annuellement
- L'appareil doit être calibré à (FRÉQUENCE X)

Manipulations

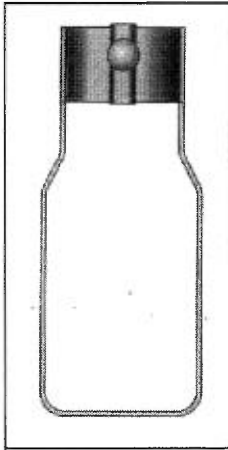
- 1- Prendre les précautions nécessaire pour éviter la contamination de l'huile-étalon (sarrau, gants, masque, filet à cheveux) : recouvrir les surfaces environnantes d'une protection (linge quelconque : car l'huile est très collante)
- 2- Faire le montage (en s'assurant préalablement que le matériel de laboratoire est désinfecté (ce qui devrait être fait à la fin de l'expérience)) S'assurer que le matériel est propre

METTRE DESSIN MONTAGE

- 3- S'assurer que le viscosimètre est au niveau
- 4- Prendre la température de la pièce
 - a. Si elle est inférieure à 25°C prendre la plaque chauffante pour faire un bain-marie
 - b. Si elle est supérieure à 25°C prendre un bac rempli de glace
- 5- Mettre le contenant de l'huile étalon dans le bac de glace
- 6- Attendre 1h (selon le manuel d'utilisateur) pour que l'huile atteigne la température uniforme inscrite sur l'étiquette de la bouteille d'étalonnage (généralement 25 degrés Celcius)
- 7- Entre temps, agiter le liquide avec la tige agitatrice en verre
- 8- La température à atteindre doit être précise au dixième près (25,0 degrés ± 0,1)
- 9- Enlever le capuchon de protection noir du viscosimètre pour pouvoir introduire le mandrin/mobile
- 10- Ouvrir le moteur (à l'arrière de l'appareil)
- 11- Presser sur une touche lorsque l'écran affiche :

a. METTRE L'ÉCRAN

- 12- Attendre que *Autozero* disparaisse
- 13- Insérer le mandrin/mobile (en anglais spindle) choisi (choix par essai erreur si le numéro n'est pas connu en commençant par un mandrin moyen)
- 14- Presser sur une touche quelconque
- 15- Descendre la vis de descente/montée (voir nom des pièces en annexe) pour insérer l'étrier dans le bécier
- 16- Insérer le mandrin dans ? en l'inclinant légèrement afin que des bulles d'air ne se forment pas en dessous
- 17- Quand l'huile a atteint la température voulue, mesurer la viscosité (*et enregistrer la lecture du viscosimètre*) en faisant effectuer un minimum de 5 rotations
- 18-



**Etrier de protection
du viscosimètre RV**

Manuel No. M/98-350 Page 22

Labomat Essor – France

B - Test sur matériel argileux

PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

A - Calibration

Tableau AI : Mesures relatives à la calibration du viscosimètre

Température °C
24,9

$$\Delta Visc = TK * SMC * 10,000 / RPM * 1\%$$

B - Test sur matériel argileux

Température °C
19,1

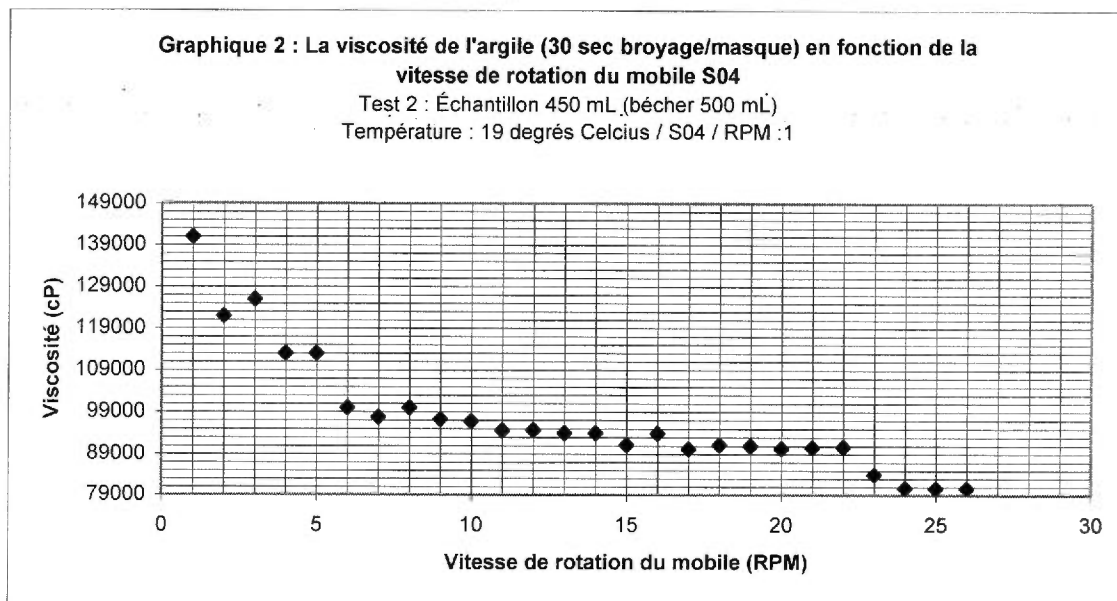
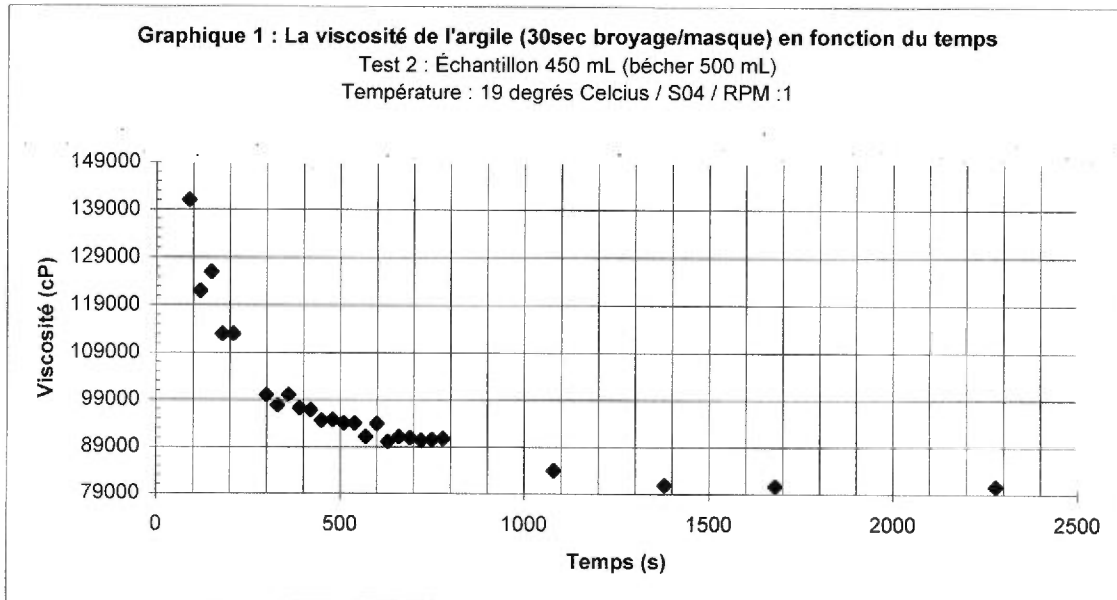


Tableau I : Données relatives au test 2
 Échantillon : 450 mL masque

Mobile :	S04	RPM: 1
Temps	Couple de torsion	Visco
S	%	cP
90	70,3	141000
120	61,5	122000
150	63	126000
180	57,2	113000
210	56,5	113000
300	50,4	100000

330	48,8	97800
360	49,9	100000
390	48,5	97200
420	48,1	96800
450	47,5	94600
480	46,9	94700
510	47,1	94000
540	47,0	94000
570	45,7	91200
600	46,8	93900
630	45	90200
660	45,6	91200
690	45,5	91000
720	45	90400
750	45,3	90600
780	45,4	90800
1080	42	84000
1380	40,2	80800
1680	40,2	80600
2280	40,6	80600

Erreur due à l'appareil :

Calcul de l'incertitude de la viscosité

$$\Delta Visc = TK * SMC * 10,000 / RPM * 1\%$$

(1% de l'intervalle de viscosité pouvant être atteint à une vitesse donnée avec un mandrin donné)

$$\Delta Visc = 1 * 20 * 10,000 / 1 * 1\% = 2000$$

La constante de torsion est calculée à partir du tableau...

Table D-2 lists the model codes and spring torque constants for each viscometer model.

VISCOMETER MODEL	TORQUE CONSTANT TK	MODEL CODE ON DV-I PRIME SCREEN
LVDV-I PRIME	0.09373	LV
2.5xLVDV-I PRIME	0.2343	2.5LV
5xLVDV-I PRIME	0.4686	5LV
1/4 RVDV-I PRIME	0.25	1/4RV
1/2 RVDV-I PRIME	0.5	1/2RV
RVDV-I PRIME	1	RV
HADV-I PRIME	2	HA
2xHADV-I PRIME	4	2HA
2.5xHADV-I PRIME	5	2.5HA
HBDV-I PRIME	8	HB
2xHBDV-I PRIME	16	2HB
2.5xHBDV-I PRIME	20	2.5HB

Table D-2

DISCUSSION DES RÉSULTATS

A - Calibration

B - Test sur matériel argileux

Plusieurs sources d'erreur sont introduites lors des manipulations. En insérant le disque du mandrin dans le matériel argileux, il y a possibilité de formation de bulles d'air pouvant fausser les résultats.

La mise à niveau de l'appareil est une étape primordiale et peut influencer significativement le résultat obtenu.

RECOMMANDATIONS

Pour agiter l'huile-étalon ou le matériel à analyser, il est préférable de retirer l'étrier (du bécher).

Étant donné les erreurs sur les mesures introduites par la prise de mesure sur l'écran du viscosimètre par le manipulateur de l'instrument et le temps nécessaire pour cette prise de

mesures, l'acquisition du logiciel Wingather serait justifié. Il s'agit d'un investissement à long terme qui serait rentabilisé par une soixantaine de prises de mesure sur des échantillons par un employé (1 heure : prise de mesure/entrée dans l'ordinateur manuelle/interprétation par échantillon) . La nature des graphiques générés et l'enregistrement des données dans l'ordinateur par le logiciel démontrerait une précision incomparable à la méthode manuelle et permettrait un ajustement du mélange argileux plus rapide (par une interprétation quasi-instantanée des graphiques et tableaux générés). Une offre de service pour le logiciel, ainsi que la présentation du logiciel sont en pièce jointe (message transféré du fournisseur)

Nettoyage du matériel de laboratoire :

L'acétone est un solvant organique utilisé normalement pour nettoyer (entre autres) les verreries en laboratoire (voir http://www.reptox.csst.qc.ca/Produit.asp?no_produit=430 pour autres utilisations)

Recommandation en date du 14 juillet 2010 : nettoyage du spindle/mobile dans un béccher rempli d'eau : faire tourner le disque pour enlever le surplus de matériel

Annexe I

Annexe E - Statif de laboratoire de modèles A avec identification des pièces

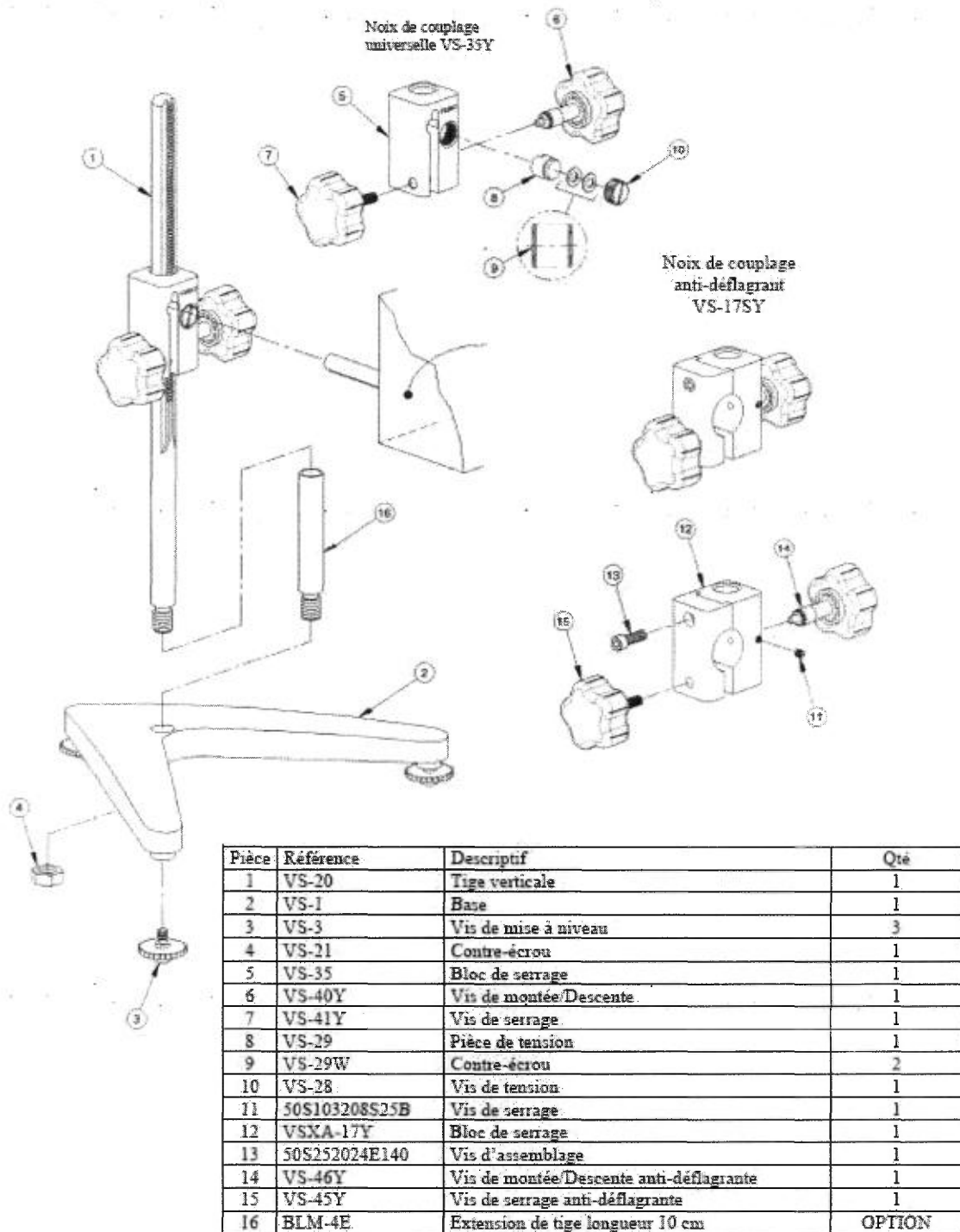


Figure E1

Annexe E - Statif de laboratoire de modèles A avec identification des pièces

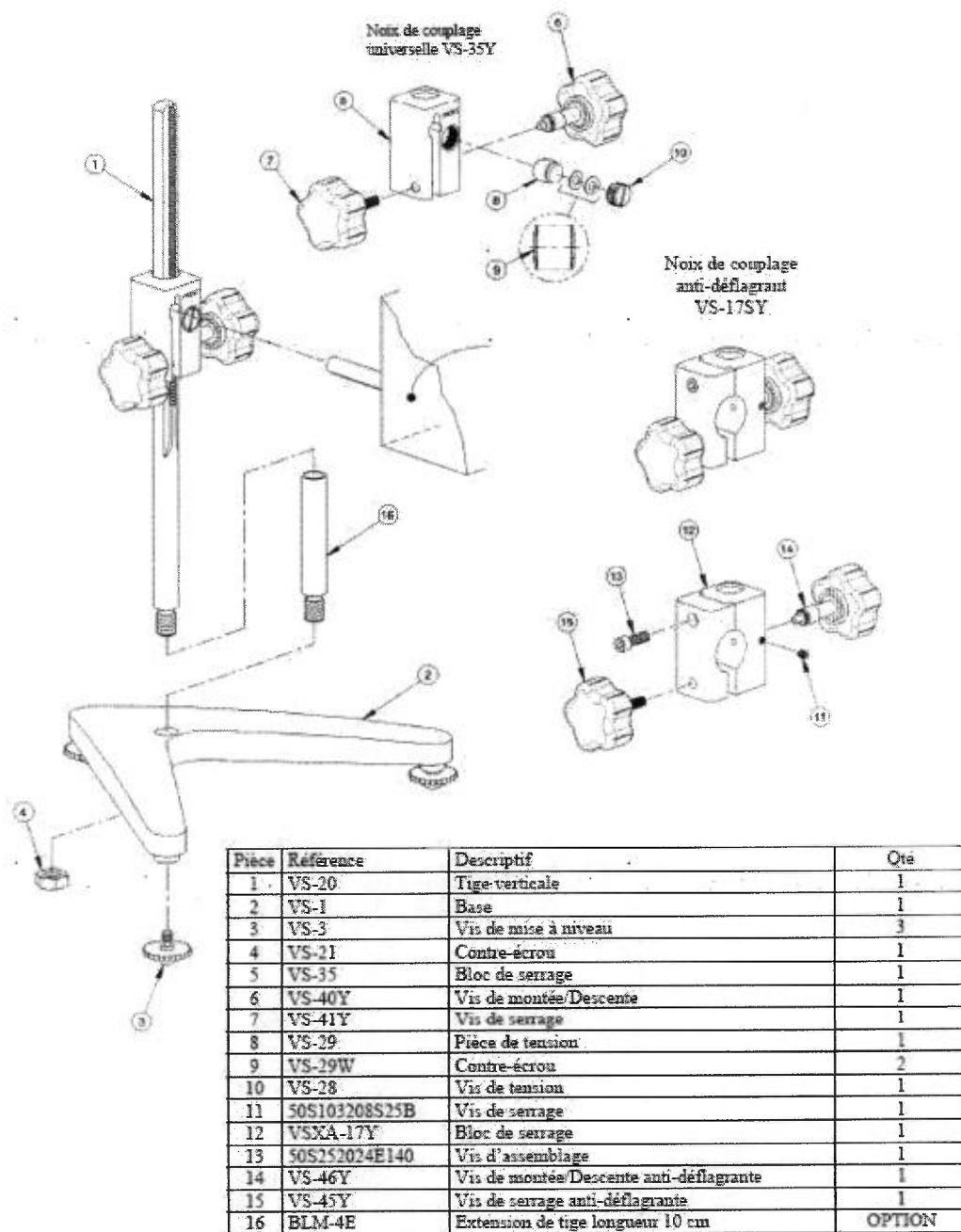


Figure E1

Test de viscosité

Date : 3 juin 2011

Par : Julie Beaulieu

Échantillon :

m001+m002

Quantité : 450mL

Échantillon :

Bécher 500mL

Mobile :		RPM:	Mobile :		RPM:
Temps	Couple de torsion	Visco	Temps	Couple de torsion	Visco
s	%	cP	s	%	cP
0			0		
30			30		
60			60		
90	70,3	141000	90		
120	61,5	122000	120		
150	63	126000	150		
180	57,2	113000	180		
210	56,5	113000	210		
240			240		
270			270		
300	50,4	100000	300		
330	48,8	97800	330		
360	49,9	100000	360		
390	48,5	97200	390		
420	48,1	96800	420		
450	47,5	94600	450		
480	46,9	94700	480		
510	47,1	94000	510		
540	47,0	94000	540		
570	45,7	91200	570		
600	46,8	93900	600		
630	45	90200	630		
660	45,6	91200	660		
690	45,5	91000	690		
720	45	90400	720		
750	45,3	90600	750		
780	45,4	90800	780		

1080	42	84000	600		
1380	40,2	80800	630		
1680	40,2	80600	660		
2280	40,6	80600	690		
720			720		
750			750		
780			780		

NOM DE L'ETABLISSEMENT		PAGE
ARGILE EAU MER inc.		1 DE 3
NUMERO DE REFERENCE DU PON		
AEM023		
TITRE		
DÉTERMINATION DU POURCENTAGE D'HUMIDITÉ		
NUMERO DE REVISION		
1		
REDACTION FAITE PAR	REVISION FAITE PAR	
JULIE BEAULIEU ET PHILIPPE MIMÉAULT	DENISE SAULNIER	
SIGNATAIRE AGREE	DATE	
DATE D'ENTREE EN VIGUEUR	REPLACE	
JUIN 2011		
1. BUT		
S'assurer de la qualité des produits finis en vérifiant leur pourcentage d'humidité.		
2. CHAMP D'APPLICATION		
Ce PON explique la méthode pour obtenir le pourcentage d'humidité des produits finis : cataplasme/gel, suspension/pansement liquide et masque.		
3. RESPONSABILITE		
Le responsable assurance qualité autorise ou non le conditionnement des produits finis.		

4. PRODUITS ET MATERIEL

Contenant en verre ou en pyrex

Produit de l'argile à analyser

Étuve

Instrument pour transférer l'argile dans les contenants en verre

Balance

Minuterie

5. METHODE

- Se référer à la procédure pour utiliser l'étuve choisie.
- Se référer à la fiche technique correspondante pour l'utilisation de la balance
- Peser un contenant vide et noter la valeur de la masse
- Remplir le contenant d'un produit de l'argile
- Peser à nouveau le contenant (plein) à l'aide de la balance et noter la valeur de la masse
- Programmer la température de l'étuve à 120 degrés Celcius.
- Étuver le contenant pendant 1h.
- Retirer le contenant et le peser à nouveau à l'aide de la balance : prendre la valeur de la masse en note. Si l'échantillon ne semble pas sec, remettre à l'étuve de 20 à 30 min.

Calcul du pourcentage d'humidité

Le calcul du pourcentage d'humidité se fait selon l'équation suivante :

$$\text{Taux d'humidité (en \%)} = 100 * \left(\frac{m_h - m_s}{m_h - m_0} \right)$$

Où

m_h : masse du contenant avec l'échantillon humide

m_s : masse du contenant avec l'échantillon sec

m_0 : masse du contenant vide

6. NOTIFICATION

- a) Compléter le registre pour le pourcentage d'humidité.
- b) Si la matière présente une non-conformité, la retirer du lot et en informer le responsable assurance qualité.
- c) Toutes les fiches doivent être acheminées au responsable de l'assurance qualité.

7. DOCUMENTS DE REFERENCE

AIDARA, Cherif. (2011). «Rapport d'étape de la phase II. sur la recherche sur la caractérisation de l'argile [...]». Québec Biodiversité. 33 pages

NOM DE L'ETABLISSEMENT		PAGE
ARGILE EAU MER inc.		1 DE 9
NUMERO DE REFERENCE DU PON		
AEM021		
TITRE		
EQP 04-412 pH-mètre pH013		
NUMERO DE REVISION		
1		
REDACTION FAITE PAR	REVISION FAITE PAR	
JULIE BEAULIEU	DENISE SAULNIER	
SIGNATAIRE AGREE	DATE	
DATE D'ENTREE EN VIGUEUR	REPLACE	
JUIN 2011		
1. BUT		
S'assurer de la qualité des produits finis en contrôlant leur pH.		
2. CHAMP D'APPLICATION		
Ce PON explique la méthode pour utiliser le pH-mètre pH013 et ainsi obtenir des valeurs de pH, température et différence de potentiel associés aux produits d'argile.		
3. RESPONSABILITE		
Le responsable assurance qualité autorise ou non le conditionnement des produits finis.		

4. PRODUITS ET MATERIEL

- pH-mètre pH013 (sonde à température et électrode à pH)
- Liquides d'étalonnage (pH7 et (pH4 ou pH10))
- Batterie 9V
- Vis d'étalonnage
- Eau distillée
- Échantillon à analyser

5. METHODE

Description

(inspirée de la version anglaise du manuel d'utilisateur en annexe)

Le pH-mètre pH-013 montré à la figure 1 permet la mesure du pH ($\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$), de la différence de potentiel (voltmètre) et de la température d'une solution (thermomètre). Il n'est pas recommandé d'utiliser cet instrument pour la mesure du pH des solides.

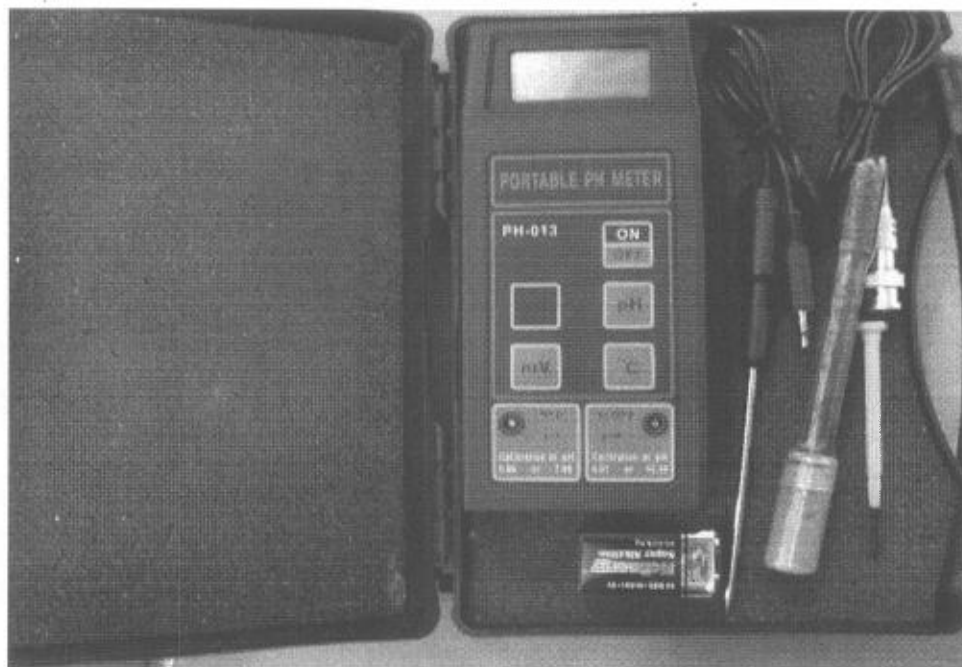


Figure 1 : pH-mètre (batterie 9V, tournevis jaune pour l'ajustement dans l'étalonnage, électrode en vert, sonde à température métallique (noire))

Les liquides d'étalonnage disponibles chez Argile Eau Mer Inc. en 2011 présentés à la figure 2 ont des pH de 4.00, 7.00 et 10.00. Dans les instructions du pH13, on peut faire la correspondance suivante :

pH6,86 : pH7

pH4,01 : pH4

pH9,18 : pH10

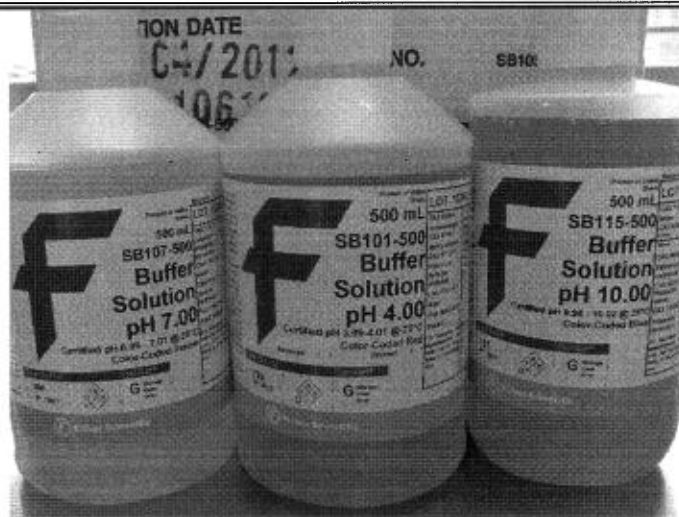


Figure 2 : liquide d'étalonnage (calibration est l'anglicisme) pH7 à gauche, pH4 au centre et pH10 à droite

Une solution de chlorure de potassium (KCl) pour l'entreposage de l'électrode fait aussi partie du matériel d'entretien disponible chez Argile Eau Mer Inc. en 2011 comme montré à la figure 3 :

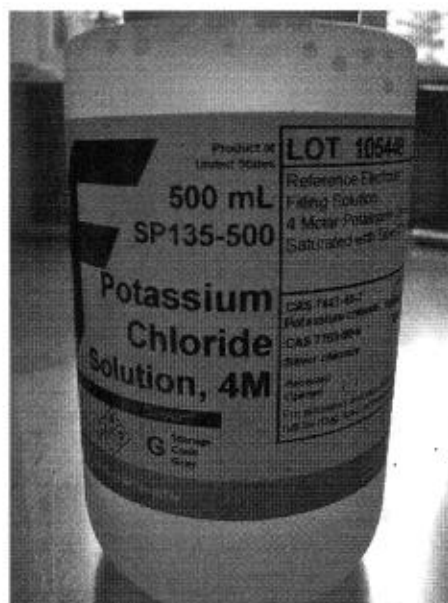


Figure 3 : Électrolyte pour la protection de l'électrode (solution de chlorure de potassium KCl)

Le panneau frontal montre les fonctions suivantes (voir figure 4) :

On/Off

pH : indique la mesure de pH effectuée par l'électrode

mV : indique la différence de potentiel

°C : température prise par la sonde

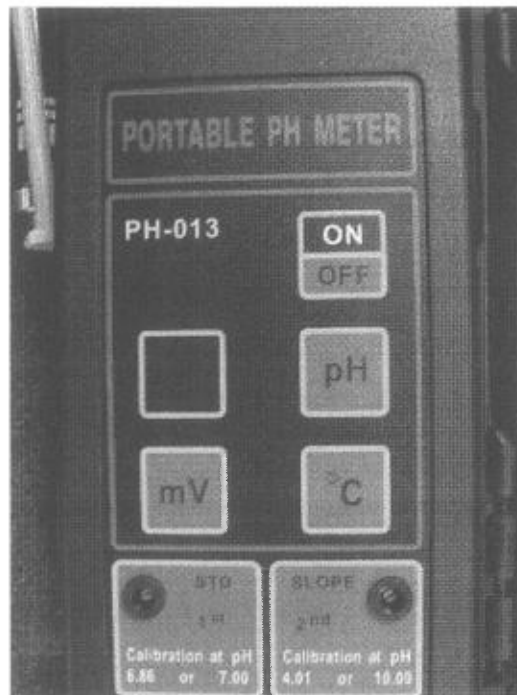


Figure 4 : Panneau frontal du pH-mètre

Spécifications techniques

(marquage CE)

1. Intervalle de mesures

pH : [0.00-14.00]

différence de potentiel en millivolts (mV) : [0-1999]

Température (degrés Celcius) : [0-100]

2. Précision sur les mesures

pH \pm 0.01

différence de potentiel \pm 0.1%

Température ± 0.4 degrés celcius

3. Résolution

pH := 0.01

voltage : 1.0mV

température : 0.1 degrés Celcius

4. Affichage

Écran LCD analogique (4)

5. Source d'alimentation

batterie 9V

6. Conditions d'opération

Température de la pièce (0 à 50) degrés Celcius

Humidité plus petite que 95%

7. Résistance d'entrée

10 ohms

8. Dimensions

180 mm (L) x 83 mm (W) x 46 mm (H)

9. Poids

Instrument : 290 g

Global : 570 g

10. Étalonnage

- a) un étalonnage à pH7
- b) un étalonnage avec une solution acide (pH < 7) et une solution basique (pH > 7)
- c) offset ± 1 pH
- d) Pente [85-105]%

Les valeurs indiquées sont valables à la température ambiante (25 degrés Celcius).

11. Compensation de température

Automatique quand il y a une sonde à température (c'est le cas pour AEM)

Connexion de l'électrode et installation de la batterie

Électrode de pH : connectée à la prise du pH (voir figure 5)

Sonde de température (noire) : connectée à la prise à droite de l'instrument

Installation de la batterie : Ouvrir le couvercle et mettre la batterie (cathode et anode au bon endroit)



Figure 5 : Arrière du pH-mètre : connexion de l'électrode à droite de l'image, connexion de la sonde de température à gauche de l'image

Étalonnage pH

- a) De petites quantités de solutions pH6,86 et pH4,01 (ou pH9,18) dans de petits béchers/contenants propres sont nécessaire
- b) Pour un étalonnage plus précis, il est recommandé d'utiliser deux béchers pour chaque solution tampon : le premier sert au rinçage de l'électrode et le second à l'étalonnage. Les risques de contamination de la solution tampon sont alors réduits au minimum.
- c) Mettre à « on » l'instrument
- d) Appuyer sur le bouton « pH » pour obtenir la mesure de pH.
- e) Immerger l'électrode dans la solution tampon pH6,86 et agiter légèrement.
- f) À l'aide du tournevis, ajuster le « trimmer » à gauche jusqu'à ce que la valeur de la solution tampon corresponde au pH à la température obtenue.
- g) Immerger l'électrode dans une solution tampon pH4,10 ou pH9,18 et agiter légèrement.
- h) Après une minute, ajuster le trimmer à droite comme expliqué en f).

- i) L'étalonnage est effectué.
- j) Vérifier le niveau d'électrolyte KCl et le rajuster s'il est trop bas.

Important :

L'étalonnage doit être refait à chaque fois que :

- L'électrode est remplacée
- À chaque mois
- L'électrode a été utilisée dans des conditions non favorables
- Une plus grande précision est requise

Lecture des mesures des échantillons

- a) Tremper la sonde à pH et la sonde de température dans l'échantillon (bien mélangé auparavant) en prenant soin de bien immerger le bulbe de l'électrode à pH
- b) Prendre la mesure de pH lorsque celle-ci est stable, noter aussi la température (en degrés Celcius) et la différence de potentiel (mV)
- c) Après chaque lecture, retirer les deux sondes (de la température et du pH) et les rincer à l'eau distillée. Essuyer à l'aide d'un linge pour les lentilles.

Entretien de l'électrode de pH

Durant le transport, de petites bulles peuvent se former à l'intérieur du bulbe qui mesure le pH. Dans ces conditions, l'électrode ne peut pas fonctionner de manière adéquate. Pour enlever ces bulles, il est possible de secouer de haut en bas l'électrode (comme avec les thermomètres dans le milieu clinique). Si des électrodes rechargeables sont utilisées, il est important de s'assurer que le niveau de solution est respecté.

Si le capuchon de protection a été mis sans l'électrolyte (solution de chlorure de potassium KCl) ou si encore l'électrode n'a pas été utilisé depuis longtemps, l'électrode doit être réactivée en la laissant pendant plusieurs heures dans un bécher/contenant contenant de l'eau (normale, plate).

De manière générale, la différence de potentiel entre des mesures avec des solutions tampon pH7 et pH4 se situe dans l'intervalle 171 mV et 176 mV pour des électrodes de pH fonctionnant à des températures entre 20 et 25 degrés Celcius.

- a) Le câble utilisé pour la connexion de l'électrode de pH doit être intact
- b) Les prises pour connecter les câbles doivent être sèches et propres
- c) Si l'électrode a été exposée à l'air de manière prolongée, les résultats obtenus sont obtenus de manière lente et présente une instabilité. Dans ce cas, un processus de déshydratation doit être fait. Il faut immerger l'électrode dans de l'eau distillée pour une nuit entière.
- d) S'il y a l'incrustation de sel inorganique à la surface du bulbe de l'électrode : l'efficacité de l'électrode devrait être retrouvée en immergeant l'électrode 5 min. dans les solutions de HCl (concentration 0.1 M (molaire)), NaOH (0.1M) et encore dans la solution HCl (0.1M). (en 2011, ceci n'est pas présent à AEM).
- e) Un film d'huile organique ou de graisse peut aussi affecter l'efficacité des lectures. Pour contrer cet effet, il est possible de rincer le bulbe avec une solution de méthanol 75% (0.25 eau pour 0.75 de méthanol). Il faut par la suite assécher le bulbe avec un linge doux et laver l'électrode en l'immergeant d'eau distillée pendant plusieurs heures.

Le dépôt de protéines (s'il y a des mesures faites sur du lait ou du fromage) peut être éliminé avec un traitement avec de la pepsine et une solution de HCl. Ceci peut être fait juste avant l'utilisation. Ceci n'est pas applicable à AEM 2011. Pour de plus amples informations, consulter le manuel de l'utilisateur.

6. NOTIFICATION

- a) Compléter la fiche de mesure de pH
- b) Si la matière présente une non-conformité, la retirer du lot et en informer le responsable assurance qualité.
- c) Toutes les fiches doivent être acheminées au responsable de l'assurance qualité.

7. DOCUMENTS DE REFERENCE

Manuel :

HOEMANN, Caroline et al. (2010). *Manuel - GBM3610: Laboratoire biologie moléculaire et cellulaire pour ingénieurs*. Montréal. Presses Internationales Polytechnique. 88 pages.

Inconnu. *Portable pH/mV/Temperature Meter PH-013 Operation Manual*. China (Mainland). 6 pages.

Norme :

ASTM international. (2005). *G51-95 : Standard Test Method for Measuring pH of Soil for Use in Corrosion Testing*. 3 pages.



***Rapport d'étape de la phase II sur la recherche sur la caractérisation de
l'argile et des eaux associées extraites selon de nouveaux procédés***

Présenté à

***Madame Denise Saulnier
Présidente de Argile eau mer***

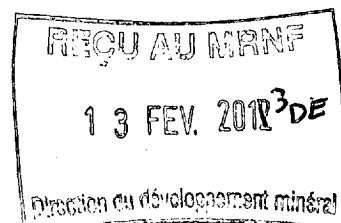
Par :

***Chérif Aidara Ph.D
Consultant en Biotechnologies marines***

17 Janvier, 2011

Confidentiel

1 2 7 6 4 1 9





Coordonnées de Argile eau mer

Compagnie : Argile eau mer
Adresse : 164, Chemin de la Baie Saint-Ludger
Pointe-aux-Outardes, Québec GOH 1H0
Téléphone : (418)567-9620
Télécopieur: (418) 567-1244

Coordonnées Québec Biodiversité

Compagnie : Québec Biodiversité
Adresse : 508 Rue des Arbrisseaux
Pincourt (Québec) J7V 0M1
Téléphone : (438) 257-0635



Préambule : Les analyses sur l'argile de Manicouagan ont toujours montré la présence de composés organiques. L'argile est pourtant essentiellement constituée de matière minérale. Cette présence organique est plutôt attribuable à ses eaux constitutives appelées aussi l'eau liée ou eaux de structure. Les caractérisations physiques de ces eaux ont permis de confirmer leur origine. Il s'agirait vraisemblablement de l'eau de mer, de l'eau de rivière (eau glaciaire) et l'eau de tourbière. Le présent rapport fait état des analyses effectuées sur ces trois types prélevées grâce à des crépines.

Liste des institutions participantes et les personnes-ressources



McGill

Stan Kubow, Ph.D

Professeur Associé
École de Diététique et Nutrition Humaine
Faculté d'Agriculture et de Sciences environnementales
21,111. Lakeshore Rd. Ste-Anne de Bellevue
Québec, Canada H9X 3V9



McGill

Kebba Sabbally, Ph.D

Chercheur Associé
École de Diététique et Nutrition Humaine
Faculté d'Agriculture et de Sciences environnementales
21,111. Lakeshore Rd. Ste-Anne de Bellevue
Québec, Canada H9X 3V9

Objectifs de l'étude :

Pour poursuivre son plan de diversification de produits, la compagnie Argile eau mer a envisagé de procéder à une première analyse exploratoire des eaux constitutives de l'argile. La compagnie anticipe à travers cette étude la possibilité de commercialiser ces eaux aux propriétés uniques conférées par leur emplacement et leur origine dans les segments de marche cosmétiques et pour traitement thérapeutique. Ainsi les objectifs étaient de : 1) déterminer le potentiel hydrogène (pH) pour évaluer la compatibilité de ces eaux pour les industries visées ; 2) déterminer la quantité de matière organique présente à travers la chlorophylle et les caroténoïdes. Un des objectifs majeurs était également de faire une étude sur les minéraux et surtout de quantifier la présence de métaux lourds tels le mercure (Hg), le cadmium (Cd) le plomb (Pb), le chrome (Cr) et l'arsenic (As). Le but de cette quantification était de voir la conformité de ces eaux par rapport aux normes édictées par les agences de réglementation telles Santé Canada, la FDA et l'agence de réglementation européenne.

1 – Résultats de l'étude

Tous les résultats des analyses sur les trois eaux constitutives sont résumés dans les tableaux ci-dessous :

- pH

Les eaux de rivière et de mer montrent une neutralité avec des valeurs de pH comprises en moyenne entre 7.9 et 8.1. En revanche, l'eau de tourbière se caractérise par une acidité avec une valeur moyenne de 5.9. Cette valeur est sans doute associée à la dégradation des composés végétaux qui produisent les acides humiques et flaviques.

Samples	pH
Cold water/river water	M1: 8.06 M2: 8.06 M3: 8.10 Mean value: 8.07 Std dev:0.02
Seawater	M1: 8.04 M2: 7.90 M3: 7.83 Mean value:7.92 Std dev:0.11
Peat filtered water	M1: 5.92 M2: 5.92 M3: 5.91 Mean value:5.91 Std dev:0.01



- Chlorophylle et Caroténoïdes

La présence de chlorophylle a est très élevée pour l'eau de mer comparativement aux autres eaux de rivière et de tourbière. Cette différence n'a pas cependant été observée pour les caroténoïdes (pigments secondaires) dont les teneurs sont les memes pour toutes les eaux.

Samples	Chlorophyll
Cold water/glacial water	M1:0.72 M2:0.88 M3:0.54 Mean value: 0.71 Std dev: 0.17
seawater	M1: 2.12 M2: 1.49 Mean value : 1.80 Std dev: 0.44
Peat filtered water	M1: 0.66 M2: 0.68 M3: 0.739 Mean value : 0.69 Std dev: 0.04

Samples	Carotenoids
Cold water/river water	M1:0.01 M2:0.02 M3:0.03 Mean value:0.02 Std dev:0.01
seawater	M1:0.02 M2: 0.02 Mean value : 0.02 Std dev: 0.003
Peat filtered water	M1:0.01 M2:0.02 M3:0.03 Mean value:0.02 Std dev: 0.01



- Hydrates de carbone

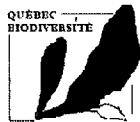
L'eau de tourbière montre les valeurs moyennes de carbohydrates les plus élevées de la série. Toutefois, l'eau de mer se caractérise par une valeur moyenne de carbohydrate non négligeable.

Samples	Carbohydrates
Cold water/river water	M1:2226.67 M2:1813.33 M3:1946.67 Mean value:1995.56 Std dev:210.95
seawater	M1:4600.00 M2:4626.67 M3: 4671.11 Mean value: 4632.59 Std dev: 35.92
Peat filtered water	M1:7862.22 M2:7200.00 M3: 6924.44 Mean value: 7328.89 Std dev: 481

- Carbone organique total

L'eau de mer présente la valeur moyenne la plus élevée comparativement à l'eau de rivière et à l'eau de tourbière

Samples	Total Organic carbon
Cold water/river water	M1: 210.6 M2:212.5 M3: 212.6 Mean value : 211.90 Std dev: 1.13
seawater	M1: 294 M2: 292.3 M3: 294.1 Mean value : 293.47 Std dev:1.01
Peat filtered water	M1: 30.35 M2: 30.62 M3: 29.69 Mean value: 30.22 Std dev: 0.39



- **Minéraux**

Les résultats sont présentés en deux parties :

• **Métaux lourds**

En règle générale, les métaux lourds tel l'arsenic (As), le plomb (Pb) le cadmium (Cd) le mercure (Hg) sont absents ou en deça de la limite de détection de l'appareil utilisé (ICP-AES). Les valeurs sont inférieures à 0.02ppm. En revanche, le chrome (Cr) est présent à des valeurs très faibles.

• **Autres minéraux**

Les résultats obtenus pour les autres minéraux montrent une diversité et une richesse des éléments présents dans les trois eaux. Cette richesse laisse présager des perspectives commerciales intéressantes. La présence abondante des électrolytes tels le sodium (Na), le potassium (K) pourrait intéresser les fabricants de produits cosmétiques et les spas...

Samples	Al	(As)	(Cd)	(Ca)	(Cr)	(Fe)	(Pb)	(Mg)	(K)
Cold water	M1: 385.2	<0.2ppm	<0.2ppm	1326.23	0.957	295.70	<0.2ppm	2574.90	2725.80
	M2: 412.26	<0.2ppm	<0.2ppm	1356.59	1.065	302.00	<0.2ppm	2587.60	2703.50
	M3: 432.09	<0.2ppm	<0.2ppm	1343.97	0.992	320.80	<0.2ppm	2583.40	
	Mean value 409.85 Std dev 23.54			1342.26 15.24	1.00 0.06	306.17 13.06		2581.97 6.47	2714.65 15.77
Seawater	M2: 17.38	<0.2ppm	<0.2ppm	3517.43	0.155	18.76	<0.2ppm	8880.60	5839.80
	M3: 15.82	<0.2ppm	<0.2ppm	3567.39	0.129	10.90	<0.2ppm	8934.20	6179.20
	Mean value 16.60 Std dev 1.10	<0.2ppm	<0.2ppm	3566.99			<0.2ppm	9046.70	
				3550.60 28.73	0.14 0.02	14.83 5.56		8953.83 84.77	6009.50 239.99
Peat filtered water	M1: 29.72	<0.2ppm	<0.2ppm	246.35	0.044	55.38	<0.2ppm	68.86	41.41
	M2: 30.09	<0.2ppm	<0.2ppm	236.61	0.057	55.65	<0.2ppm	65.35	38.75
	M3: 30.10	<0.2ppm	<0.2ppm	257.65		54.77	<0.2ppm	69.12	37.70
	Mean value 29.97 Std dev 0.21			246.87 10.53	0.051 0.01	55.27 0.45		67.77 21.10	38.29 1.91
Samples	(Se)		(Na)		(Hg)		(Zn)		
Cold water	M1: <0.2ppm		M1: 76930		M1: <0.2ppm		M1: <0.2ppm		
	M2: <0.2ppm		M2: 78916		M2: <0.2ppm		M2: <0.2ppm		
	M3: <0.2ppm		M3:		M3: <0.2ppm		M3: <0.2ppm		
	Mean value Std dev		Mean value 79724 Std dev 1142.68		Mean value Std dev		Mean value Std dev		
Seawater	M1: <0.2ppm		M2: 139760		M1: <0.2ppm		M1: <0.2ppm		
	M2: <0.2ppm		M3: 132182		M2: <0.2ppm		M2: <0.2ppm		
	M3: <0.2ppm		Mean value : 135971		M3: <0.2ppm		M3: <0.2ppm		
	Mean value Std dev		Std dev: 5358.45		Mean value Std dev		Mean value Std dev		
Peat filtered water	M1: <0.2ppm		M1: 507.9		M1: <0.2ppm		M1: <0.2ppm		
	M2: <0.2ppm		M2: 520.46		M2: <0.2ppm		M2: <0.2ppm		
	M3: <0.2ppm		M3: 518.53		M3: <0.2ppm		M3: <0.2ppm		
	Mean value Std dev		Mean value : 515.36 Std dev: 7.23		Mean value Std dev		Mean value Std dev		



2 - Interprétation et Discussions

Les résultats obtenus lors de cette étude exploratoire montrent une diversité et une richesse organique en éléments chimiques des eaux constitutives de l'argile de Manicouagan. À la seule exception de l'eau de tourbière dont le pH mesuré est acide, les autres eaux peuvent être intégrées à des formules cosmétiques ou tout simplement être destinées à des spas et aux bains aux effets thérapeutiques.

Par ailleurs, ces eaux sont exemptes de métaux lourds ou leur présence est très en deçà des exigences requises par Santé Canada et sont par conséquent propres à une utilisation sécuritaire et bénéfique.

Les analyses microbiologiques effectuées sur les eaux constitutives montraient également une certaine innocuité si elles sont bien traitées.

En définitive, les eaux présentent un potentiel commercial ; mais la compagnie doit envisager des études plus approfondies pour être en conformité avec les agences de réglementation avec de procéder à la commercialisation.

	Total Aerobic	Total Coliform	Yeast & Mold	Total <i>Pseudomonas</i>	Total <i>Staphylococcus</i>	Total <i>Salmonella</i>
--	------------------	-------------------	-----------------	-----------------------------	--------------------------------	----------------------------

Water samples in CFU/ml						
7. Seawater	22267	1567	10	0	0	140
8. Peat-filtered water	2277	0	0	10	0	40
9. Cold water	4600	9667	0	10	0	0



Annexes



McGill

Denise Saulnier
Argile eau mer Inc.
164, rue Baie-St-Ludger
Pointe-aux-Outardes, QC, G0H 1H0

April 4th, 2011

Dear Denise,

Please find attached the analysis results conducted on the three different water samples you provided us. All the analysis were conducted using standard procedures. The pH determination was done using a pH meter based on the method DOTD Designation TR430-90. All the samples were under normal range.

The water samples were analysed using Method 200.7 by inductively coupled plasma optical emission spectrometer using a Varian Vista-MPX CCD system for concentration in Al, As, Ca, Cd, Cr, Fe, Pb, Mg, K, Se, Na, Hg and Zn. The results are expressed as parts per million (ppm or µg/mL sample volume). Toxic elements such as As, Cd, Pb, Se, Hg and Zn were present in trace undetectable amounts. Cr was present only in very small amounts (0.01- 1.065ppm). There were significant amounts of Al, Ca, Fe, and Na in all the three samples with the amounts much higher in sea and river waters than in Toubiere (Peat Filtered water).

The photosynthetic pigments chlorophyll and carotenoids were analyzed based on the method of Evans 1988. There were similar levels of chlorophyll in River (0.71 µg/L) and Peat filtered water (0.69µg/L) with almost twice these amounts in Sea water samples (1.80µg/L). The levels of carotenoids were very low (0.02µg/L) in all the samples. The presence of low levels of chlorophyll and carotenoids is a desired quality.

Total dissolved organic carbon (TOC) was determined using Gas Chromatography. The TOC amounts were 293.47 mg C/L and 211.9 mg C/L in Sea and River waters respectively, while the amount in peat filtered water was 30.22 mg C/L. However, the amounts of carbohydrates was higher in Peat filtered water (7328.89 µg/L), followed by Sea water (4632.59 µg/L) and River water (211.90 µg/L). Peat filtered water could have higher amounts of non-carbohydrate organic matter.

If you have any questions please do not hesitate to contact me on 514 398 7754 or e-mail:
stan.kubow@mcgill.ca

Yours sincerely
Stan Kubow PhD
Associate Professor of Dietetics and Human Nutrition



QUÉBEC BIODIVERSITÉ

Société de valorisation



McGill

**School of Dietetics and
Human Nutrition**

**Faculty of Agricultural
and Environmental Sciences**

McGill University
Macdonald Campus

**École de diététique et
nutrition humaine**

**Faculté des sciences de
l'agriculture et de l'environnement**

Université McGill
Campus Macdonald

Tel.: 514-398-7842
Fax: 514-398-7739

21,111 Lakeshore
Ste-Anne-de-Bellevue
Québec, Canada H9X 3V9

Denise Saulnier
Argile eau mer Inc.
164, rue Baie-St-Ludger
Pointe-aux-Outardes, QC, G0H 1H0

April 4th, 2011

Dear Denise,

Please find attached the analysis results conducted on the three different water samples you provided us. All the analysis were conducted using standard procedures. The pH determination was done using a pH meter based on the method DOTD Designation TR430-90. All the samples were under normal range.

The water samples were analysed using Method 200.7 by inductively coupled plasma optical emission spectrometer using a Varian Vista-MPX CCD system for concentration in Al, As, Ca, Cd, Cr, Fe, Pb, Mg, K, Se, Na, Hg and Zn. The results are expressed as parts per million (ppm or µg/mL sample volume). Toxic elements such as As, Cd, Pb, Se, Hg and Zn were present in trace undetectable amounts. Cr was present only in very small amounts (0.01- 1.065ppm). There were significant amounts of Al, Ca, Fe, and Na in all the three samples with the amounts much higher in sea and river waters than in Toubiere (Peat filtered water).

The photosynthetic pigments chlorophyll and carotenoids were analyzed based on the method of Evans 1988. There were similar levels of chlorophyll in River (0.71 µg/L) and Peat filtered water (0.69µg/L) with almost twice these amounts in Sea water samples (1.80µg/L). The levels of carotenoids were very low (0.02µg/L) in all the samples. The presence of low levels of chlorophyll and carotenoids is a desired quality.

Total dissolved organic carbon (TOC) was determined using Gas Chromatography. The TOC amounts were 293.47 mg C/L and 211.9 mg C/L in Sea and River waters respectively, while the amount in peat filtered water was 30.22 mg C/L. However, the amounts of carbohydrates was higher in Peat filtered water (7328.89 µg/L), followed by Sea water (4632.59 µg/L) and River water (211.90 µg/L). Peat filtered water could have higher amounts of non-carbohydrate organic matter.

If you have any questions please do not hesitate to contact me on 514 398 7754 or e-mail:

stan.kubow@mcgill.ca

Yours sincerely,

Stan Kubow PhD
Associate Professor of Dietetics and Human Nutrition



Water Analysis for Argile eau mer

Parameters to analyze:

pH

Chlorophyll a (µg/L)

Samples	pH	Samples	Chlorophyll
Cold water/river water	M1: 8.06 M2: 8.06 M3: 8.10 Mean value: 8.07 Std dev:0.02	Cold water/river water	M1:0.72 M2:0.88 M3:0.54 Mean value: 0.71 Std dev: 0.17
Seawater	M1: 8.04 M2: 7.90 M3: 7.83 Mean value:7.92 Std dev:0.11	seawater	M1: 2.12 M2: 1.49 Mean value : 1.80 Std dev: 0.44
Peat filtered water	M1: 5.92 M2: 5.92 M3: 5.91 Mean value:5.91 Std dev:0.01	Peat filtered water	M1: 0.66 M2: 0.68 M3: 0.739 Mean value : 0.69 Std dev: 0.04

Carbohydrates (µg/L)

Carotenoids (µg/L)

Samples	Carbohydrates	Samples	Carotenoids
Cold water/river water	M1:2226.67 M2:1813.33 M3:1946.67 Mean value:1995.56 Std dev:210.95	Cold water/river water	M1:0.01 M2:0.02 M3:0.03 Mean value:0.02 Std dev:0.01
seawater	M1:4600.00 M2:4626.67 M3: 4671.11 Mean value: 4632.59 Std dev: 35.92	seawater	M1:0.02 M2: 0.02 Mean value : 0.02 Std dev: 0.003
Peat filtered water	M1:7862.22 M2:7200.00 M3: 6924.44 Mean value: 7328.89 Std dev: 481	Peat filtered water	M1:0.01 M2:0.02 M3:0.03 Mean value:0.02 Std dev: 0.01



Total Organic Carbon (mg C/L)

Samples	Total Organic carbon
Cold water/river water	M1: 210.6 M2: 212.5 M3: 212.6 Mean value : 211.90 Std dev: 1.13
seawater	M1: 294 M2: 292.3 M3: 294.1 Mean value : 293.47 Std dev: 1.01
Peat filtered water	M1: 30.35 M2: 30.62 M3: 29.69 Mean value: 30.22 Std dev: 0.39

Minerals (ppm or µg/mL)

Samples	Al	(As)	(Cd)	(Ca)	(Cr)	(Fe)	(Pb)	(Mg)	(K)
Cold water	M1: 385.2	<0.2ppm	<0.2ppm	1326.23	0.957	295.70	<0.2ppm	2574.90	2725.80
	M2: 412.26	<0.2ppm	<0.2ppm	1356.59	1.065	302.00	<0.2ppm	2587.60	2703.50
	M3: 432.09	<0.2ppm	<0.2ppm	1343.97	0.992	320.80	<0.2ppm	2583.40	
	Mean value 409.85 Std dev 23.54			1342.26 15.24	1.00 0.06	306.17 13.06		2581.97 6.47	2714.65 15.77
Seawater	M2: 17.38	<0.2ppm	<0.2ppm	3517.43	0.155	18.76	<0.2ppm	8880.60	5839.80
	M3: 15.82	<0.2ppm	<0.2ppm	3567.39	0.129	10.90	<0.2ppm	8934.20	6179.20
	Mean value 16.60 Std dev 1.10	<0.2ppm	<0.2ppm	3566.99			<0.2ppm	9046.70	
				3550.60 28.73	0.14 0.02	14.83 5.56		8953.83 84.77	6009.50 239.99
Peat filtered water	M1: 29.72	<0.2ppm	<0.2ppm	246.35	0.044	55.38	<0.2ppm	68.86	41.41
	M2: 30.09	<0.2ppm	<0.2ppm	236.61	0.057	55.65	<0.2ppm	65.35	38.75
	M3: 30.10	<0.2ppm	<0.2ppm	257.65		54.77	<0.2ppm	69.12	37.70
	Mean value 29.97 Std dev 0.21			246.87 10.53	0.051 0.01	55.27 0.45		67.77 21.10	38.29 1.91



QUÉBEC BIODIVERSITÉ

Société de valorisation

Samples	(Se)	(Na)	(Hg)	(Zn)
Cold water	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev	M1:76930 M2:78916 M3: Mean value 79724 Std dev 1142.68	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev
Seawater	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev	M2: 139760 M3: 132182 Mean value :135971 Std dev:5358.45	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev
Peat filtered water	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev	M1:507.9 M2:520.46 M3: 518.53 Mean value : 515.36 Std dev: 7.23	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev	M1: <0.2ppm M2: <0.2ppm M3: <0.2ppm Mean value Std dev



Protocoles expérimentaux pour les eaux

• **Détermination du pH des eaux**

Le pH des eaux est mesuré à l'aide d'un pH mètre dans l'eau distillée et dans une solution de CaCl_2 (0,1M). Un rapport *eau à analyser*-solution de 1:1 sert à la mesure du pH dans l'eau, comme il est décrit par la méthode 84-001 de Sheldrick (1984). Une solution de 0,01 M CaCl_2 a été utilisée avec un rapport *eau à analyser*-solution de 1:2 selon la méthode 84-002.

• **Extraction et Dosage des pigments photosynthétiques**

Chlorophylles et Caroténoïdes

Le protocole est celui de Evans (1988)

Introduire 1ml d'*eau à analyser* dans un tube Falcon renfermant 3ml de DMSO

Agiter pendant 1mn dans un vortex et à l'abri de la lumière

Centrifuger (vit : 2000tr.min⁻¹ pendant 5mn)

Recueillir le surnageant pour servir à la première détermination de la chlorophylle a

Mesurer l'absorbance à 665nm

Mélanger le culot avec de l'acétone (3ml), de l'hexane (1ml) et de l'eau (1ml). Obtention de deux phases renfermant chacune une quantité précise de chlorophylle a

Absorbance de la première phase (acétone et eau) est mesurée à 664nm

La deuxième phase (hexane) permet de mesurer à la fois la 3^{ème} fraction de chlorophylle a et les caroténoïdes grâce aux absorbances respectives de 661nm et 480nm.

Mesure des concentrations :

Chlorophylle a

	1 ^{ère} détermination	2 ^{ème} détermination	3 ^{ème} détermination
(Chla)	$A_{665} / 72.8$	$A_{664} / 73.6$	$A_{661} / 83.3$

Concentration de la chlorophylle est la somme des trois modes en tenant compte de toutes les dilutions

Caroténoïdes

$$(\text{Car}) = \frac{(A_{480} - 0.033A_{661})}{193}$$



- **Dosage des carbohydrates**

Prélever 200 μ l d'échantillon dans un tube et le placer dans un bain d'eau glacée

Ajouter 900 μ l d'un réactif A (4 ml H₂O + 24 ml H₂SO₄ concentré). Agiter très prudemment.

Laisser le mélange à température pièce jusqu'à l'obtention d'une température de 23°C.

Placer le mélange dans un bain-marie pendant 20 min.

Refroidir à 20°C grâce à l'eau du robinet.

Ajouter 20 μ l d'un réactif B (0.3 g cystéine HCl in 10 ml H₂O). Agiter et laisser pendant 30 min. à l'obscurité et à température du laboratoire.

Préparer deux courbes d'étalonnage à 415 et 380 nm avec des concentrations de glucose allant de 1 à 5 ml (en démarrant avec une solution de 1 mg/ml)

La quantification des sucres présents dans l'échantillon se fait se fait par la lecture sur la courbe d'étalonnage du glucose établi aux deux absorbances (380 et 415 nm).

Mesurer l'absorbance à 415 et à 380 nm.

La courbe d'étalonnage est réalisée grâce à 1, 2, 3, 4 et 5 μ l d'une concentration de glucose.

Pour doser tous les sucres présents, effectuer un scan de 350nm à 600nm.



Évaluation de la quantité de métaux lourds et éléments minéraux dans les échantillons d'eaux constitutives de l'argile

Méthodologie : Les métaux lourds contenus dans le produit fini ont été analysés individuellement et conformément aux normes officinales édictées par le document référentiel de la Direction des Produits de Santé Naturels (*Preuves attestant de la qualité des produits de santé naturels finis* - http://www.hc-sc.gc.ca/dhp-mps/alt_formats/hpfb-dgpsa/pdf/prodnatur/eq-paq-fra.pdf). La technique de détection utilisée est la spectroscopie d'émission avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)

Pour être conforme aux spécifications de Santé Canada, ces résultats doivent être exprimés par rapport au poids moyen d'un adulte et à la posologie et la quantité initiale utilisée pour chaque utilisation selon le calcul proposé ci-dessous.

Exemple de calcul de la teneur en plomb d'un produit de santé naturel fini à l'intention des adultes :

Poids du comprimé : 250 mg

Posologie recommandée : 2 comprimés/3 fois par jour

Quantité de plomb dans le produit 0,002 mg Pb/g (2 ppm) de produit

Quantité de Pb ingérée par jour : 0,003 mg ou 3 µg

Quantité de Pb ingérée par jour selon le poids corporel : 0,043 µg/kg p.c./jour (le seuil de tolérance de la DPSN est de 0,29 µg/kg p.c./jour)

Nota : Ce calcul considère que le poids moyen d'un adulte est de 70 kg. Si le produit est destiné à des enfants, il faut utiliser le poids corporel approprié à l'âge de l'enfant pour l'usage ou fin recommandé.

Fiche technique Argileeaumer Inc

Eau froide

I-Identification du produit et de la Société

Nom du produit : eau froide (rivière)

Nom du fournisseur/du fabricant, adresse et no de téléphone d'urgence : Voir en dessous.

N° d'enregistrement :

Catégorie : Produit naturel

Produit(s) comparables :

Usage du produit: divers

II-Composition - Identification des constituants

Données physiques

- Apparence/ Couleur: normale
- Seuil de l'odeur (ppm): Pas disponible
- État physique: liquide
- pH (de l'eau): 8.0 à 20°C

Composition organique :

La détermination de la composition organique a été effectuée suivant les protocoles définis par l'Association of Analytical Communities (AOAC).

Composés	Teneur (µg/L)
Carbohydrates	1995.6
Protéines (%)	< 0.63
Chlorophylle	0.71±0.17
Caroténoïdes	0.02±0.01
Carbone organique total (mgC/L)	221.9±1.1

Remarque: Les renseignements contenus dans la fiche technique s'appliquent aux eaux associées à l'argile de Manicouagan.

Éléments chimiques

L'analyse des éléments chimiques présents dans l'eau froide a été effectuée grâce à la méthode 200.7 par ICP-OES utilisant un équipement de type Varian Vista -MPX CCD.

Éléments	Quantité (ppm)
Al	409.8±23.54
As	<0.2
Cd	<0.2
Ca	1326.26±15.24
Cr	1.00±0.06
Fe	306.17±13.06
Pb	<0.2
Mg	2581.97±6.47
K	2714±15.77
Se	<0.2
Na	79724±1142.7
Hg	<0.2
Zn	<0.2

* **Ingrédients d'importance dermatologique** - L'eau froide en provenance de la rivière Manicouagan renferme une diversité de micro-éléments tels le sodium, le calcium, le fer, le potassium et le magnésium. Ce sont des éléments très recherchés pour les soins et les traitements corporels. Par exemple, l'adoucissement et le raffermissement de la peau avec le calcium. De plus les métaux lourds sont absents.

Tests d'innocuité :

L'analyse des métaux lourds (Pb, As, Cd, Hg et Cr) a également permis de montrer que les échantillons d'eau froide étaient exempts de métaux lourds ou difficiles à détecter avec la méthode ICP-OES.

Données microbiologiques :

L'analyse microbiologique révèle la présence d'une flore normale comparable et acceptable. Il serait toutefois impératif de procéder à un prétraitement pour se débarrasser des coliformes totaux. Selon toutes les

Type d'eau	Compte aérobic total	Coliformes totaux	Levures et Champignons	<i>Pseudomonas</i> total	<i>Staphylococcus</i> total	<i>Salmonelles</i> totales
Eau froide	4600	9667	0	10	0	0

Clause d'exonération de responsabilités:

Les renseignements fournis dans la fiche technique ont été préparés à partir de résultats de recherche effectués avec la collaboration de nos partenaires scientifiques et compilés par la Compagnie Québec Biodiversité Enr. Par conséquent, ils sont exacts et fiables du point de vue technique. Aucune garantie expresse ou implicite n'est émise et ni le fournisseur ni Québec Biodiversité Enr. ne sera responsable en cas de perte, blessures ou dommages indirects résultant de l'utilisation du produit.

Préparé par :
Cherif Aidara, Ph.D
Président Québec Biodiversité Enr.

Fiche technique Argileeaumer Inc

Eau de tourbière

I-Identification du produit et de la Société

Nom du produit : eau de tourbière

Nom du fournisseur/du fabricant, adresse et no de

Téléphone d'urgence : Voir en dessous.

N° d'enregistrement :

Catégorie : Produit naturel

Produit(s) comparables :

Usage du produit: divers

II-Composition - Identification des constituants

Données physiques

- Apparence/ Couleur: normale
- Seuil de l'odeur (ppm): Pas disponible
- État physique: liquide
- pH (de l'eau): 5.9 à 20°C

Composition organique :

La détermination de la composition organique a été effectuée suivant les protocoles définis par l'Association of Analytical Communities (AOAC).

Composés	Teneur (µg/L)
Carbohydrates	7328.9±481
Protéines (%)	< 0.63
Chlorophylle	0.7±0.04
Caroténoïdes	0.02±0.01
Carbone organique total (mgC/L)	30.2±0.4

Remarque: Les renseignements contenus dans la fiche technique s'appliquent aux eaux associées à l'argile de Manicouagan.

Éléments chimiques

L'analyse des éléments chimiques présents dans l'eau de tourbière a été effectuée grâce à la méthode 200.7 par ICP-OES utilisant un équipement de type Varian Vista -MPX CCD.

Éléments	Quantité (ppm)
Al	29.97±0.21
As	<0.2
Cd	<0.2
Ca	246.9±10.5
Cr	0.05±0.01
Fe	55.3±0.5
Pb	<0.2
Mg	67.8±21.1
K	38.3±1.9
Se	<0.2
Na	515.4±7.2
Hg	<0.2
Zn	<0.2

* **Ingrédients d'importance dermatologique** - L'eau de tourbière renferme une diversité de micro-éléments tels le sodium, le calcium, le fer, le potassium et le magnésium. Ce sont des éléments très recherchés pour les soins et les traitements corporels. Par exemple, l'adoucissement et le raffermissement de la peau avec le calcium.

Tests d'innocuité :

L'analyse des métaux lourds (Pb, As, Cd, Hg et Cr) a également permis de montrer que les échantillons d'eau de tourbière étaient exempts de métaux lourds ou difficiles à détecter avec la méthode ICP-OES.

Données microbiologiques :

L'analyse microbiologique révèle un compte aérobic normal et acceptable total. Il serait toutefois impératif de procéder à un prétraitement pour se débarrasser des *bactéries aérobic totales*, des *Pseudomonas* et surtout des *Salmonelles*.

Type d'eau	Compte aérobic total	Coliformes totaux	Levures et Champignons	<i>Pseudomonas</i> total	<i>Staphylococcus</i> total	<i>Salmonelles</i> totales
Eau de tourbiere	2277	0	0	10	0	40

Clause d'exonération de responsabilités:

Les renseignements fournis dans la fiche technique ont été préparés à partir de résultats de recherche effectués avec la collaboration de nos partenaires scientifiques et compilés par la Compagnie Québec Biodiversité Enr. Par conséquent, ils sont exacts et fiables du point de vue technique. Aucune garantie expresse ou implicite n'est émise et ni le fournisseur ni Québec Biodiversité Enr. ne sera responsable en cas de perte, blessures ou dommages indirects résultant de l'utilisation du produit.

Préparé par :
Cherif Aidara, Ph.D
Président Québec Biodiversité Enr.

Fiche technique Argileeaumer Inc

Eau de mer

I-Identification du produit et de la Société

Nom du produit : eau de mer

Nom du fournisseur/du fabricant, adresse et no de

Téléphone d'urgence : Voir en dessous.

N° d'enregistrement :

Catégorie : Produit naturel

Produit(s) comparables :

Usage du produit: divers

II-Composition - Identification des constituants

Données physiques

- Apparence/ Couleur: normale
- Seuil de l'odeur (ppm): Pas disponible
- État physique: liquide
- pH (de l'eau): 7.9 à 20°C

Composition organique :

La détermination de la composition organique a été effectuée suivant les protocoles définis par l'Association of Analytical Communities (AOAC).

Composés	Teneur (µg/L)
Carbohydrates	4632.6±35.92
Protéines (%)	< 0.63
Chlorophylle	1.8±0.44
Caroténoïdes	0.02±0.01
Carbone organique total (mgC/L)	293.9±1.0

Remarque: Les renseignements contenus dans la fiche technique s'appliquent aux eaux associées à l'argile de Manicouagan.

Éléments chimiques

L'analyse des éléments chimiques présents dans l'eau de mer a été effectuée grâce à la méthode 200.7 par ICP-OES utilisant un équipement de type *Varian Vista -MPX CCD*.

Éléments	Quantité (ppm)
Al	16.6±1.1
As	<0.2
Cd	<0.2
Ca	3550.6±28.7
Cr	0.14±0.02
Fe	14.83±5.56
Pb	<0.2
Mg	8953.8±84.8
K	6009.5±240
Se	<0.2
Na	135971±5358.5
Hg	<0.2
Zn	<0.2

** Ingrédients d'importance dermatologique - L'eau de mer renferme une diversité de micro-éléments tels le sodium, le calcium, le fer, le potassium et le magnésium. Ce sont des éléments très recherchés pour les soins et les traitements corporels. Par exemple, l'adoucissement et le raffermissement de la peau avec le calcium.*

Tests d'innocuité :

L'analyse des métaux lourds (Pb, As, Cd, Hg et Cr) a également permis de montrer que les échantillons d'eau de mer étaient exempts de métaux lourds ou difficiles à détecter avec la méthode ICP-OES.

Données microbiologiques :

L'analyse microbiologique révèle un compte aérobic total élevé. Il serait toutefois impératif de procéder à un prétraitement pour se débarrasser des *bactéries aérobic totales*, des coliformes totaux et surtout des Salmonelles.

Type d'eau	Compte aérobic total	Coliformes totaux	Levures et Champignons	<i>Pseudomonas</i> total	<i>Staphylococcus</i> total	<i>Salmonelles</i> totales
Eau de mer	22267	1567	10	0	0	140

Clause d'exonération de responsabilités:

Les renseignements fournis dans la fiche technique ont été préparés à partir de résultats de recherche effectués avec la collaboration de nos partenaires scientifiques et compilés par la Compagnie Québec Biodiversité Enr. Par conséquent, ils sont exacts et fiables du point de vue technique. Aucune garantie expresse ou implicite n'est émise et ni le fournisseur ni Québec Biodiversité Enr. ne sera responsable en cas de perte, blessures ou dommages indirects résultant de l'utilisation du produit.

Préparé par :
Cherif Aidara, Ph.D
Président Québec Biodiversité Enr.

C
P
D
M



CÔTE-NORD

Rapport rédigé pour le compte de :

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

**Travaux d'investigations et essais
d'extraction in situ d'argile grise non-
consolidé du quaternaire dans le
quartier Baie-St-Ludger, Pointes-Aux-
Outardes, MRC de Manicouagan,
Côte-Nord, Québec**

Rédigé par :

Eric Hurtubise, Pgeo (#912)

Directeur général

Corporation de Promotion du Développement Minéral

De la Côte-Nord

Baie-Comeau, février 2011

1 2 7 6 4 1 9

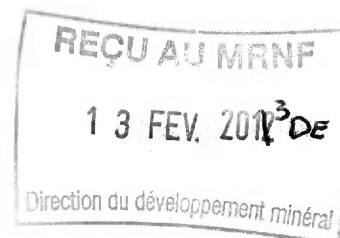


TABLE DES MATIÈRES

1.0	Introduction, but et mandat	1
2.0	Localisation, accès et titres miniers	2
3.0	Milieu physiographique (topographie, géologie, milieu naturel)	6
4.0	Travaux antérieurs	8
5.0	Description des travaux	9
5.1	«Sondage» pour amorcer une évaluation «maison» d'un bloc de ressource	10
5.2	Essais de pompage in situ	12
5.3	Essais de pompage non-en-place	14
5.4	Extraction pour la constitution d'un lot dans le but d'une homologation pour des produits de santé naturelle du site projeté d'exploitation commerciale	15
6.0	Conclusion / recommandation	16

Liste figures :

•	Figure 1 : Localisation général	2
•	Figure 2 : Localisation régionale sur fond d'image extrait de Google earth	3
•	Figure 3 : Localisation régionale sur fond topo du feuillet SNRC fédéral 22F/01	4
•	Figure 4 : Propriété minière Baie-St-Ludger de Argile Eau Mer	5
•	Figure 5 : Milieu naturel du site d'intervention hiver 2011. Extrait de Google earth	6
•	Figure 6 : Carte des dépôts de surface. Extrait de SIF 22F/01 du MRNF	7
•	Figure 7 : Exemple des dépôts meubles rencontré lors de l'intervention hiver 2011	7
•	Figure 8 : Localisation des divers travaux de l'intervention hiver 2011, sur fond de photo aérienne noir et blanc	9
•	Figure 9 : «Sondage» avec excavatrice, #01	10
•	Figure 10 : Argile atteinte au fond de l'excavation, #01	11
•	Figure 11 : Tuyau (utilisé comme caisson) en position verticale, déposé sur l'argile avant le remblaiement tout autour	13
•	Figure 12: Pompe mise en place dans le «caisson» pour le test in situ	14
•	Figure 13 : Pompe utilisée pour le test avec en arrière plan le bac contenant l'argile liquéfié par l'excavatrice.	15
•	Figure 14 : Vue d'ensemble de l'opération d'extraction réalisée de façon «traditionnelle»	16

1. INTRODUCTION, BUT ET MANDAT

Le présent rapport fait état de travaux de terrain, qui ont eu lieu lors des deux premières semaines de janvier 2011, menée par la compagnie Argile Eau Mer, sur le claim CDC 2254245, de leur propriété de Baie-St-Ludger dans la municipalité de Pointe-aux-Outardes, MRC Manicouagan, région Côte-Nord. Le lieu des travaux fut sélectionné sur la base de deux raisons majeures. La première est qu'en raison du phénomène d'érosion des berges une distance d'au minimum 200m de la rive doit être respectée. La seconde est la présence sur le terrain d'anciens canaux d'irrigation qui pouvaient être très utiles pour limiter la venue d'eau dans les excavations réalisées.

La matière minérale visée consiste en de l'argile grise non-consolidée mise en place durant la période quaternaire, à la faveur de la transgression marine nommée «Mer de Goldwaith». Le matériel sera utilisé à des fins cosmétiques, thérapeutiques et pharmacologiques.

Les travaux se subdivisent en 4 interventions distinctes. La première a consisté en une série de petites excavations profondes ponctuelles (qu'on pourrait qualifier de «sondage») dans le but éventuel de faire une évaluation «maison» sur un bloc de ressource homogène. Cette homogénéité concerne tout autant les caractéristiques bio-physico-chimique de l'argile que la disposition de l'argile sur le terrain. Comme tout autre entreprise qui exploite une ressource minérale, la connaissance de cette homogénéité est essentielle dans la planification de l'exploitation, donc de la rentabilité et dans le cas précis de Argile Eau Mer, pour que les produits demeurent conformes à la fiche technique commercialisée.

La seconde intervention a consisté en la préparation du terrain (instauration d'un «puits»), qui donne accès à l'argile en permanence et mener par la suite des essais de pompage in-situ. L'extraction par pompage est la méthode que souhaiterait utiliser Argile Eau Mer pour limiter au minimum l'exposition de l'argile à l'air avant sa transformation ainsi que limiter sur le terrain les manipulations et la main-d'œuvre qui fut jusqu'à présent lourdement nécessaire pour extraire l'argile.

La troisième intervention fut l'extraction par la méthode d'excavation classique, d'une quantité significative de matériel dans le but d'un essai de pompage *ex situ* mais en portant le mieux possible, l'argile à l'état quasi liquide.

La quatrième et dernière intervention fut l'acquisition d'un lot significatif de matériel du lieu où se déroulera dans l'avenir toutes les activités d'extraction de la société, dans le but d'une homologation pour des produits de santé naturelle. Le matériel fut acquis en respect de l'article 69 de la Loi sur les mines (L.R.Q.,c. M13-1) qui stipule que le détenteur de claim peut extraire jusqu'à 50 tonnes de matériel pour l'exécution de divers tests sans autorisation préalable du ministre.

L'auteur du présent rapport a exécuté la supervision et le contrôle global des travaux dans le cadre de ses fonctions d'aide et d'encadrement à tout promoteur du domaine minéral qui en fait la demande à la Corporation de promotion du développement minéral de la Côte-Nord dont l'auteur est directeur général (OGQ # 912).

2. LOCALISATION, ACCÈS ET TITRES MINIERS

Le titre minier d'où provient la ressource est situé dans le secteur Baie St-Ludger de la municipalité de Pointe-aux-Outardes, localisée dans la MRC Manicouagan sur la Côte-Nord (figure 1). Il s'agit du claim CDC 2254245. On y accède facilement via les routes municipales asphaltées depuis la route provinciale 138.

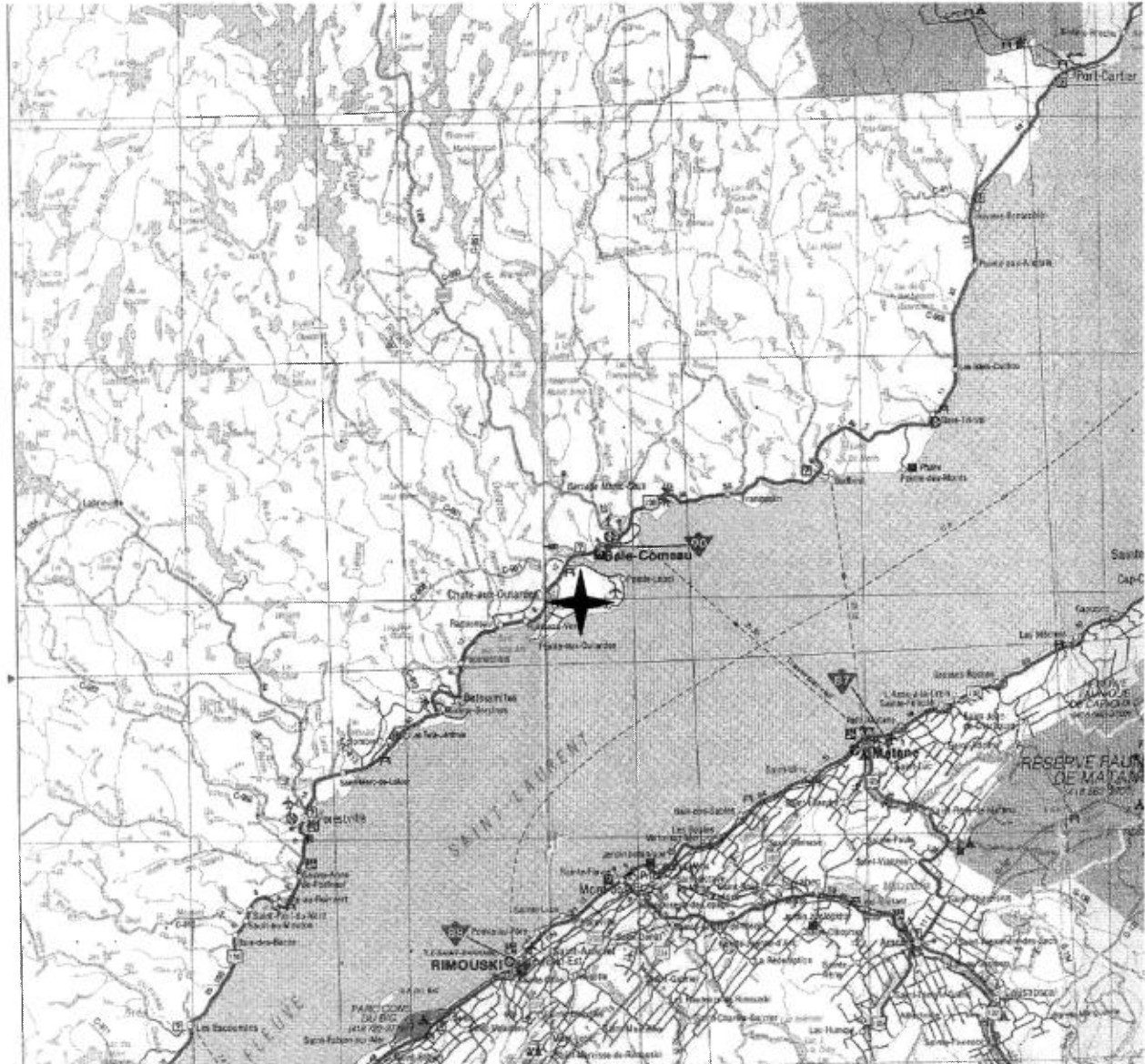


Figure 1 : Localisation générale



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

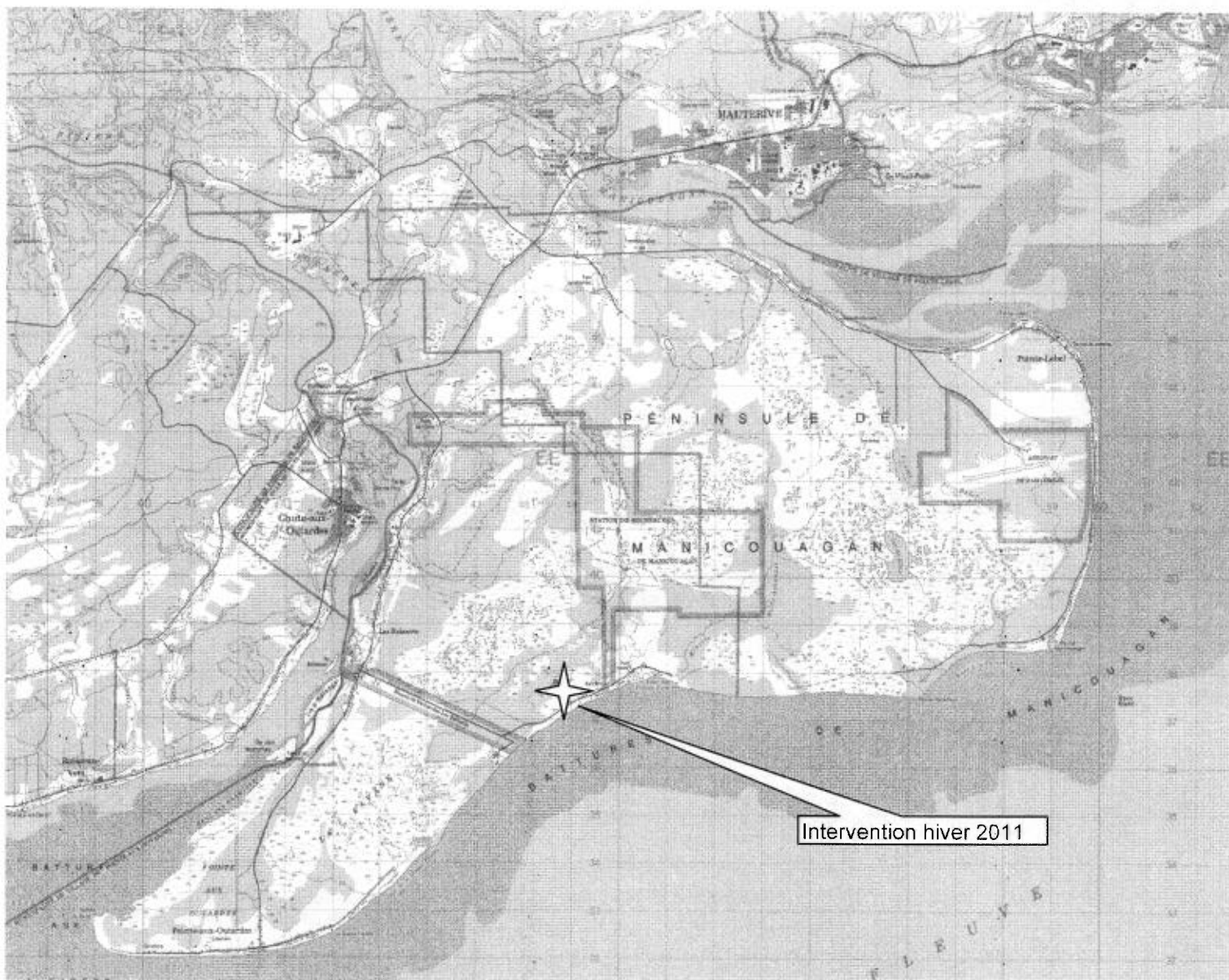


Figure 3 : Localisation régionale sur fond topo du feuillet SNRC fédéral 22F/01

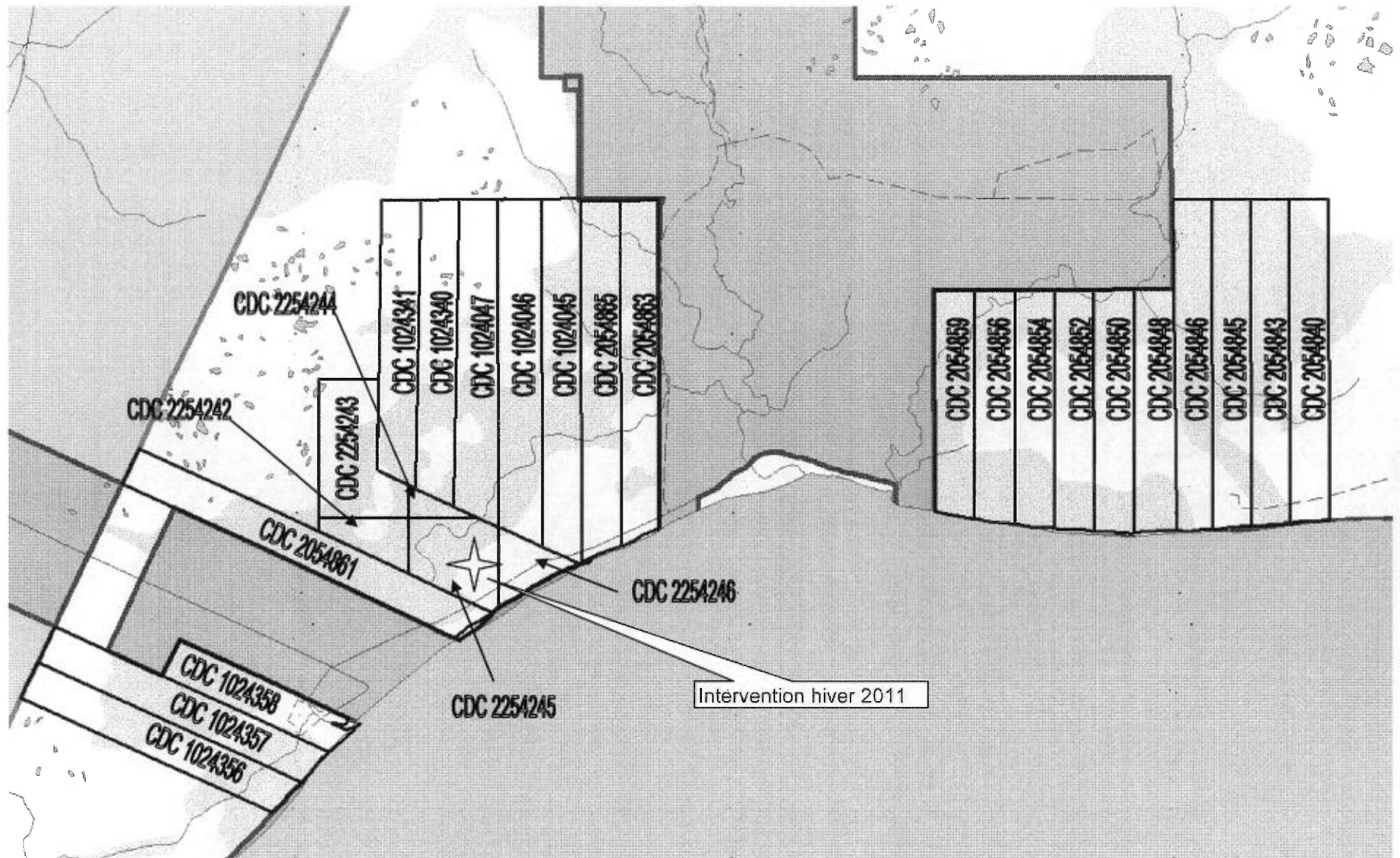


Figure 4 : Propriété minière Baie-St-Ludger de Argile Eau Mer

3. MILIEU PHYSIOGRAPHIQUE (Topographie, géologie, milieu naturel)

Le terrain qui fait l'objet des travaux est presque parfaitement plat. Ce qui est normal étant donné que ce sont des dépôts meubles du quaternaire qui sont ici visés. Le terrain se trouve à environ 10 m au-dessus du niveau du fleuve.

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 tranchées de drainage ont été aménagées dans le but d'une exploitation jamais concrétisée. La tourbière du type ombrotrophe. C'est-à-dire composée de sphaigne. C'est ce type qui est recherché par les exploitants. Contrairement aux autres tourbières de la région aucun plan d'eau (marelles, lagon) ne s'y trouve. L'absence d'eau et le type de tourbière lui confère un potentiel écologique très faible. Les arbres entourant la tourbière sont presque tous des résineux.

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 3). En dessous d'eux, sous plus ou moins une grande épaisseur, l'argile marine constitue le substratum (figure 4). 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 5). 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.

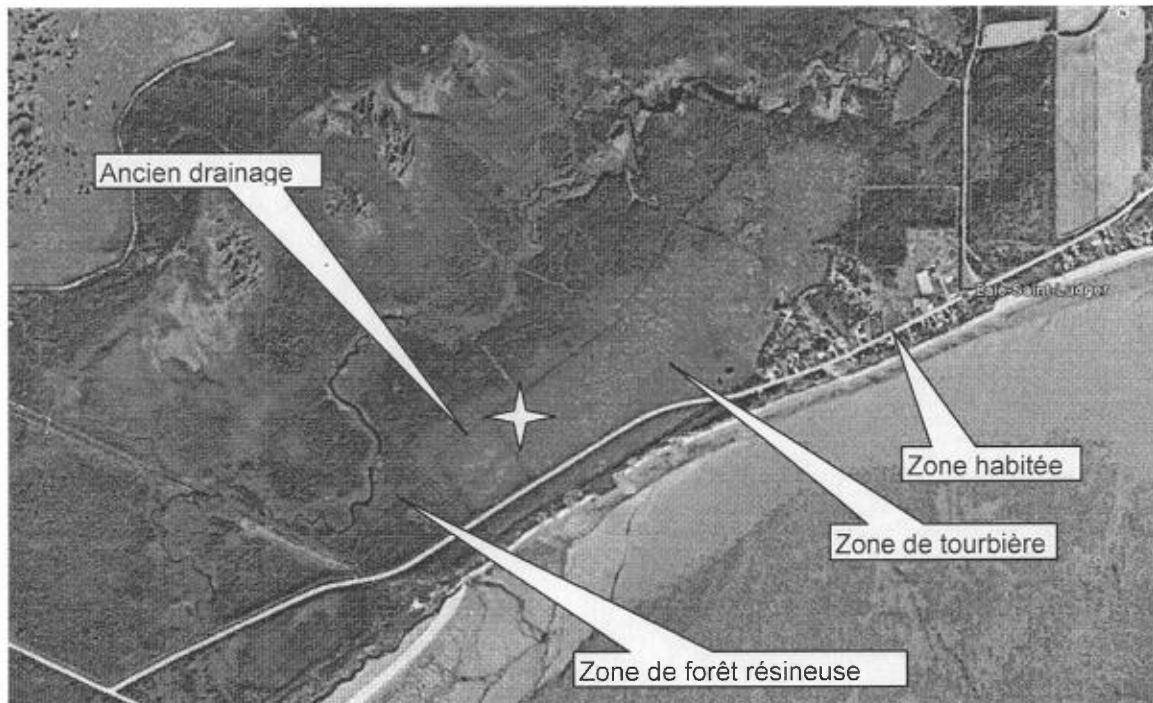


Figure 5 : Milieu naturel du site d'intervention hiver 2011. Extrait de Google earth

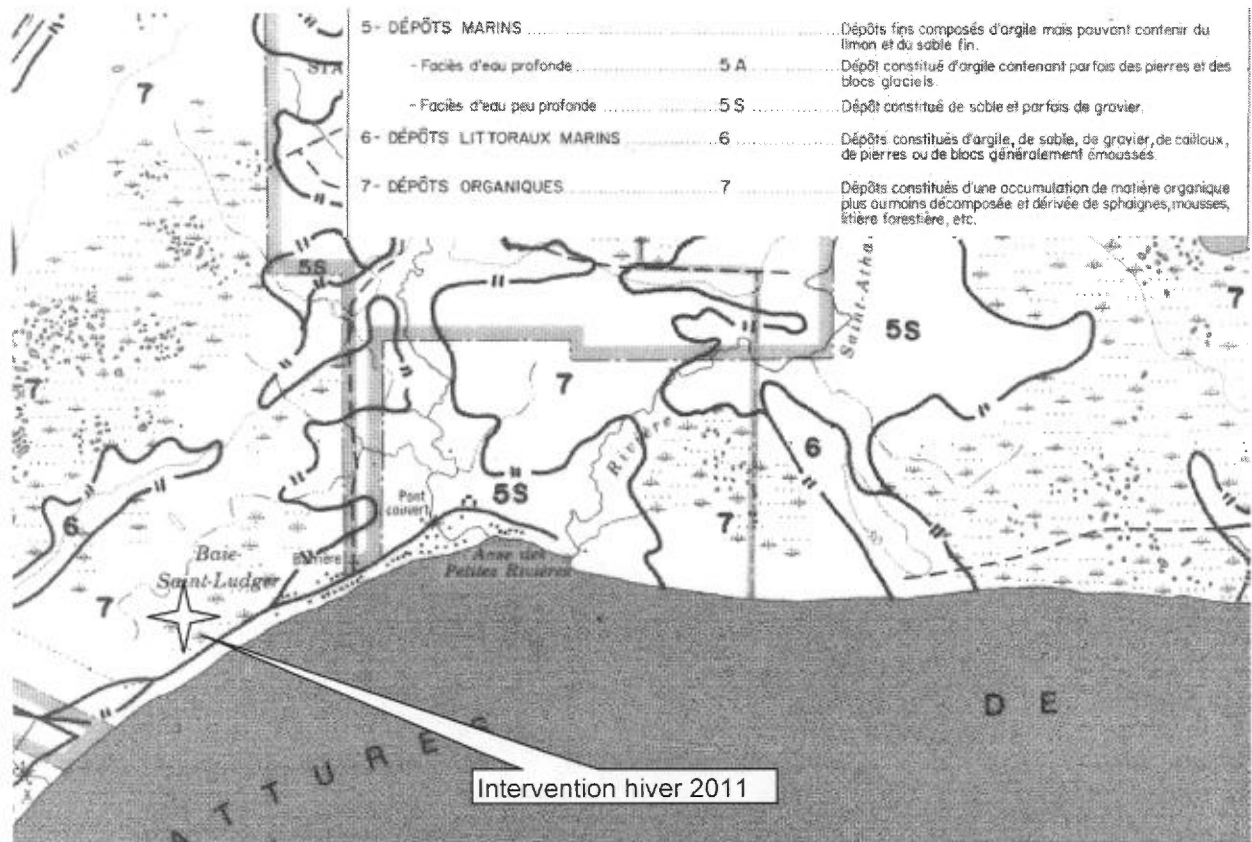


Figure 6 : Carte des dépôts de surface. Extrait de SIF 22F/01 du MRNF

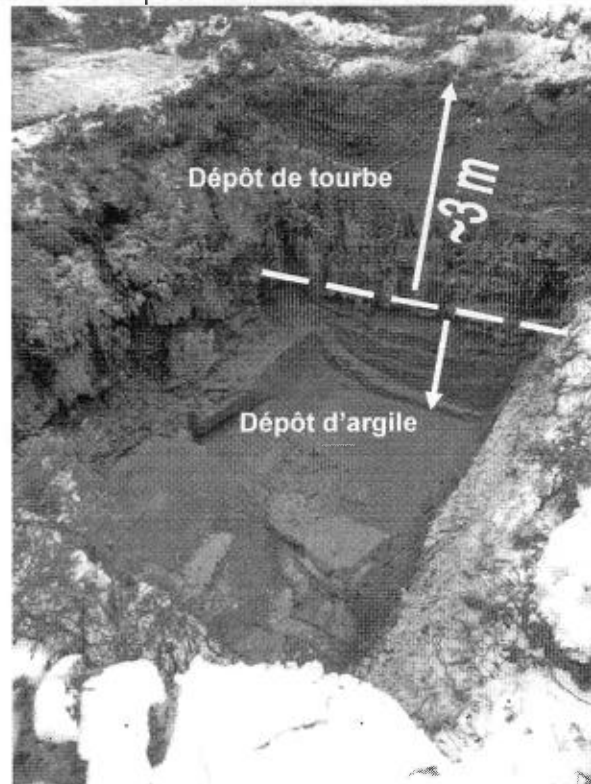


Figure 7 : Exemple des dépôts meubles rencontré lors de l'intervention hiver 2011

4. TRAVAUX ANTÉRIEURS

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 géo-scientifique 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 finalement la plus récente avant celle de l'hiver 2011 fut 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 plus récemment à l'automne 2006. La dernière intervention, avant celle du présent rapport, fut une campagne de forage carotté réalisé en 2009. Elle avait pour but de mieux connaître le site qui fera éventuellement, l'objet d'une exploitation commerciale (récurrente et standardisée).

Finalement, l'ensemble du matériel, issus des diverses extractions et échantillonnages ont été ou seront utilisés pour mener toutes les études nécessaires à la qualification commerciale finale

de l'argile marine vers des produits thérapeutiques, cosmétiques, pharmacologiques, de santé animale et de fertilisation.

5. DESCRIPTION DES TRAVAUX

La présente section décrit les travaux qui ont eu lieu lors de l'intervention hiver 2011 (figure 8). Il est très important de souligner que leurs localisations respectent la distance de 200 m de la rive, en conformité avec les politiques municipales, régionales et provinciales sur l'érosion des berges. La localisation des travaux fut également choisie par rapport aux forages (étoile rouge) # TF-03-09 qui présentent une bonne épaisseur d'argile de la qualité recherchée par Argile Eau Mer (voir rapport LVM Tehnisol). Finalement préalablement aux interventions à caractère minier (sondage, essai de pompage, extraction) des tranchées de drainage ont été implantées en plus de celles existantes qui ont été partiellement réhabilitées.

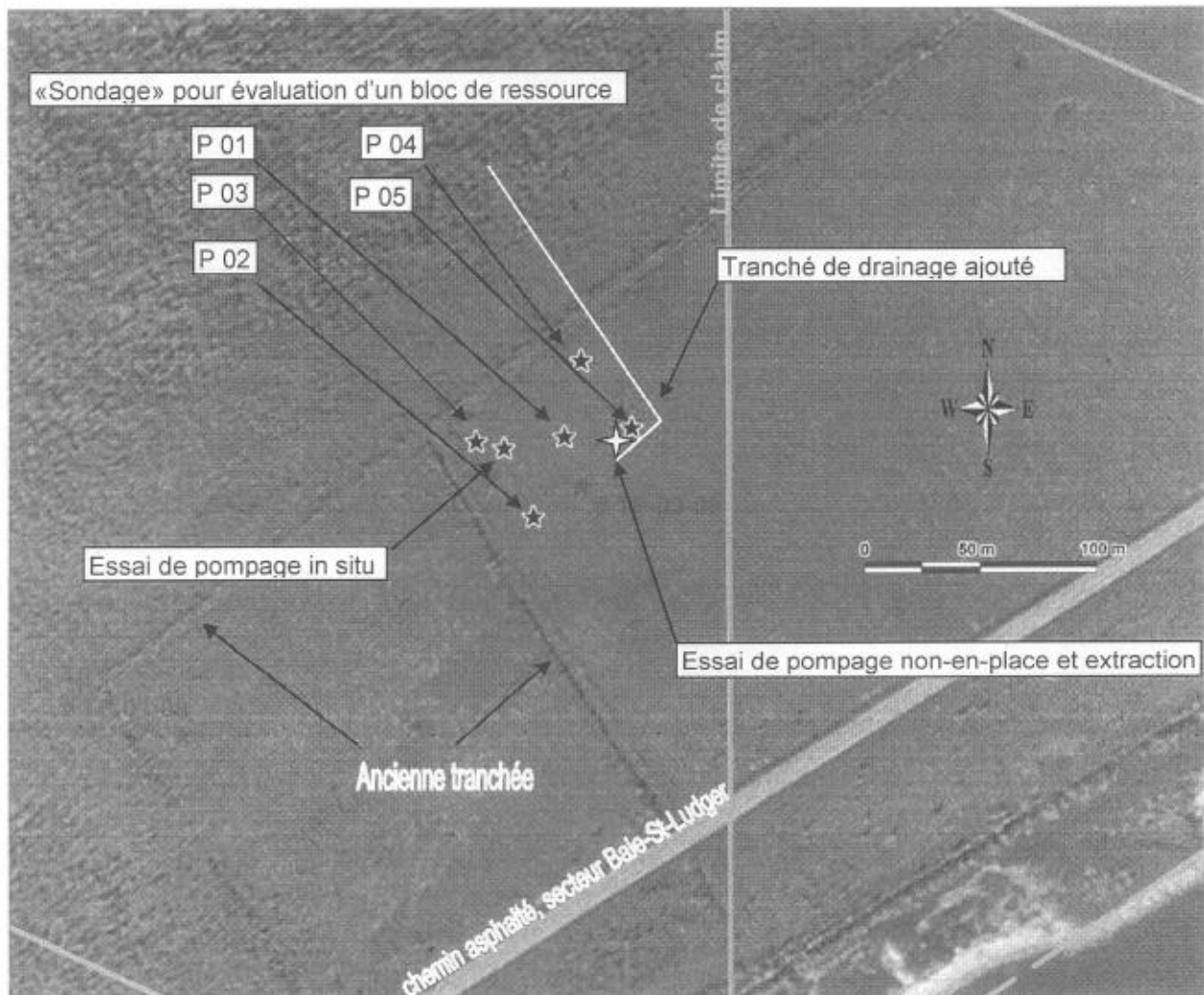


Figure 8 : Localisation des divers travaux de l'intervention hiver 2011, sur fond de photo aérienne noir et blanc

5.1. «Sondages» pour amorcer une évaluation «maison» d'un bloc de ressource

Cette intervention a consisté par des échantillonnages ponctuels, le plus profond possible, avec l'aide d'une excavatrice (figure 9 et 10). Pour certains spécialistes dans le domaine, c'est ce qu'on pourrait qualifier de «sondage». Cinq sites ont été investigués. Soit 4 répartis aux quatre coins d'un carré d'environ 50 m d'arrêtes et un dernier, environ au centre (voir figure 8). Une fois atteint l'argile avec l'excavatrice, un échantillon a été récolté par section de trois mètres jusqu'à maximum de capacité de l'excavatrice. Ainsi, seulement 3 mètres d'épaisseur d'argile (épaisseur mesurée depuis la partie supérieure du dépôt d'argile vers le fond) ont pu être investigués. Au total c'est 15 échantillons qui ont été récoltés.



Figure 9 : «Sondage» avec excavatrice, #01



Figure 10 : Argile atteinte au fond de l'excavation, #01

Globalement le but de ces sondages est d'amorcer une qualification «maison» d'un bloc de ressource. On entend par «maison» la collecte de données qui correspondent aux besoins spécifiques d'opération de la société mais qui ne sont pas aussi rigoureux, standardisés et répétitifs que ne le demandent les normes professionnelles pour la qualification de bloc de ressource. Dans l'avenir, ce site devrait être celui d'où tout le matériel transformé et vendu par la société proviendra. Il devient donc primordial pour la bonne marche des opérations de la société et sa rentabilité de bien connaître sous le plus d'aspects possibles, le site source du matériel et qu'en plus ses aspects demeurent presque parfaitement homogènes sur une durée d'exploitation raisonnable (minimum 25 ans). Dans le cas contraire un autre site (tout de même à l'intérieur de la propriété minière Baie-St-Ludger de la société) devra être identifié. C'est ainsi que pour en arriver à cette qualification, diverses interventions doivent être menées dans le cadre

des spécifications recherchées par Argile Eau Mer, et chacune doit être positive pour passer à la suivante (go-no-go).

L'une des spécificités nécessaires à la société est la plasticité de l'argile. C'est-à-dire la facilité à laquelle l'argile peut devenir liquide. Tous les 15 échantillons ont été évalué «maison» sur cette aspect et tous ont répondu favorablement. Après réflexion, l'auteur estime que la méthode utilisée pour procéder à l'échantillonnage n'est totalement représentatif du mètre extrait par l'excavatrice. Ainsi une fois sortie du trou, seulement un prélèvement ponctuel était réalisé sur la masse d'argile déposée en surface et non un échantillon recoupant perpendiculairement le dépôt. Pour que l'échantillon soit parfaitement représentatif, l'auteur estime qu'il aurait fallu faire un prélèvement (via une rainure perpendiculairement aux couches de matériel meuble) directement sur la paroi d'argile au fond du trou. Évidemment, comme la présente intervention était également la première à être faite de cette façon, elle était en quelque sorte expérimentale. Dans l'avenir il faudrait sérieusement envisager de faire l'échantillonnage directement sur la paroi, ce serait ainsi parfaitement représentatif du dépôt d'argile.

Une seconde est la présence de lentilles de sable intercalées dans les dépôts d'argile. L'incorporation de sable même très fin, à travers l'argile lors des travaux d'extraction serait équivalant à ajouter un contaminant dans le matériel de la société. Ce que bien sûr la société cherche à limiter au maximum.

Sur les 5 sondages dans le P03, seulement une lentille de sable fut observée dans les 3 mètres d'argile que l'excavatrice réussissait à excaver dans chacun des sondages. La position de la lentille est à environ 2 m du sommet de l'argile. Dans tous les sondages environ 3 m de tourbière était rencontrée avant d'atteindre l'argile. La variation dans le sondage P03 démontre qu'il existe des variations sur des distances relativement proches d'un lieu d'excavation à l'autre.

«Sondage»	UTM Est	UTM Nord
P01-2011	548604	5437557
P02-2011	548591	5437523
P03-2011	548566	5437555
P04-2011	548611	5437590
P05-2011	548633	5437561

Tableau 1 : Position UTM NAD83 (zone 19) des «sondages»

5.2. Essais de pompage in situ

L'une des principales tâches à exécuter pendant les présents travaux était de réaliser un essai de pompage in situ ; c'est-à-dire d'évaluer le mieux possible s'il était possible de pomper directement l'argile à partir de la source dans le sol. Une telle méthode permettrait une extraction sur une base commerciale qui n'exposerait pas le matériel à l'air, donc aux possibilités de contamination pathogène et aux effets de l'oxydation sur les éléments chimiques contenus dans l'argile.

Le test fut mené à proximité du sondage # 03 (voir figure 8). Spécialement pour le test une ouverture jusqu'à l'argile fut créer avec une excavatrice mais pas très profonde

dans l'argile. Par faciliter les opérations du test, un tuyau de 4 pieds de diamètre par 10 pieds de long fut placé à la verticale debout (figure 11 et 12). Le principe du tuyau était de placer sur le terrain «une sorte de caisson» qui permettrait d'isoler l'ouverture de la partie tourbe environnante aussi si possible de tout apport d'eau qui pourrait provenir de la tourbe. Donc le tuyau fut quelque peu enfoncé dans l'argile et remblayé tout autour. Après l'avoir laissé en place 24 heures avant le pompage, il est devenu évident que le tuyau ne fut pas suffisamment enfoncé puisque l'eau l'avait rempli jusqu'au niveau de la nappe phréatique dans la tourbière environnante.



Figure 11 : Tuyau (utilisé comme caisson) en position verticale, déposé sur l'argile avant le remblaiement tout autour



Figure 12 : Pompe mise en place dans le «caisson» pour le test in situ

La pompe utilisée pour le test est de type centrifuge immerisible, modèle DL 705 de la compagnie Toyo, d'une capacité de 300 gallons minutes et 12 m de hauteur de tête. Malheureusement après plus de 2 heures d'essais aucune argile n'avait été pompée. La pompe n'est pas en cause puisque l'eau dans le caisson a été pompée avec vigueur et rapidité. Ce qui se dégage du test est que le simple fait de déposer une pompe sur l'argile ne suffit pas à la pomper. L'argile doit être à tout prix mise à l'état quasi-liquide préalablement pour pouvoir la déplacer par la méthode du pompage. De cet échec en a résulté l'essai non-en-place, qui fut mené quelques jours plus tard.

5.3. Essais de pompage non-en-place (figure 13)

Étant donné l'échec du test in-situ, il devenait évident qu'avant de conclure sur la possibilité ou l'impossibilité du pompage de l'argile pour des opérations d'extraction commerciale, il devait y avoir un test de pompage non-en-place mais une fois remanié dans un contenant intermédiaire avant que l'argile soit transférée dans des contenants en vue de son transport vers l'usine. Pour ce test, l'intervention débute par une extraction classique à l'excavatrice. Par la suite, le matériel est déposé dans un grand récipient, le matériel est remanié grossièrement avec l'aide de l'excavatrice jusqu'à ce

que l'argile atteigne la meilleure liquidité possible dans les circonstances du test. Ce qui fut fait avec une assez bonne réussite. Par la suite, avec une pompe de type à diaphragme, de marque Wacker, modèle PDI3A, avec une hauteur d'aspiration de 6 mètres, un débit de 150 l/min et une vitesse de 335 tours secondes (figure 13), le test fut mené avec un relatif succès. Le pompage ne fut que de quelques secondes mais il a tout de même pu être fait. Ce fut un test concluant.



Figure 13 : Pompe utilisée pour le test avec en arrière plan le bac contenant l'argile liquéfié par l'excavatrice.

5.4. Extraction pour la constitution d'un lot dans le but d'une homologation pour des produits de santé naturelle du site projeté d'exploitation commerciale

Comme dernière tâche lors de l'intervention à l'hiver 2011, extraction d'environ 30 tonnes de matériel. Tout le matériel fut recueilli dans des seaux de 20 litres (figure 14). Cette argile servira aux démarches d'Argile Eau Mer pour faire homologuer son produit comme produit de santé naturelle car la société désirait que l'argile provienne spécifiquement du futur site d'exploitation commerciale.

Cette tâche démontre clairement que la méthode traditionnelle d'extraction peut demander beaucoup de manipulation, avec toutes les contraintes qui s'y rattachent: grande quantité de main-d'œuvre dans un court laps de temps ; logistique de transport très compliquée ; exposition à de possibles contaminations de tous types et de tous les niveaux. Cette multitude de contraintes expliquent bien la raison des tests de pompage précédents qui en élimineraient fort probablement une grande partie.



Figure 14 : Vue d'ensemble de l'opération d'extraction réalisée de façon «traditionnelle»

6. CONCLUSION / RECOMMANDATION

Les 4 interventions menées sont selon l'auteur, fort concluantes pour l'avenir de la société Argile Eau Mer spécifiquement en regard d'une future opération commerciale d'extraction. C'est-à-dire pour la première, malgré des lacunes dans la campagne de «sondage» avec excavatrice, cette intervention a démontré avec succès que cette façon peut être utilisée avec rapidité avec peu de moyens (l'excavatrice comme seule machinerie), à tout moment dans l'année et à des coûts moindres que ceux avec une foreuse carotté spécialisée pour le matériel meuble, comme cela devait être le cas ici. Surtout du fait que la profondeur d'investigation n'a pas aller à plus de 5 m de profond dans le dépôt d'argile pour définir un bloc très intéressant de ressource! Ce que l'auteur recommande est une excavatrice de plus grande capacité pour pouvoir atteindre les 5 m recherchés. Ensuite, à la lumière des ouvertures précédentes qui démontrent que l'argile est stable sur un assez long laps de temps, l'auteur suggère la mise en

place d'une procédure sécuritaire (tel que l'utilisation d'un harnais) pour que l'échantillonnage puisse se faire directement à la main, au fond de l'ouverture sur les parois excavées de l'argile, par rainures verticales disposées perpendiculairement aux couches d'argile. Pour ce qui est des résultats qui découlent des 15 échantillons récoltés lors cette intervention, tous ont démontrés un niveau de plasticité qui satisfait les critères de Argile Eau Mer.

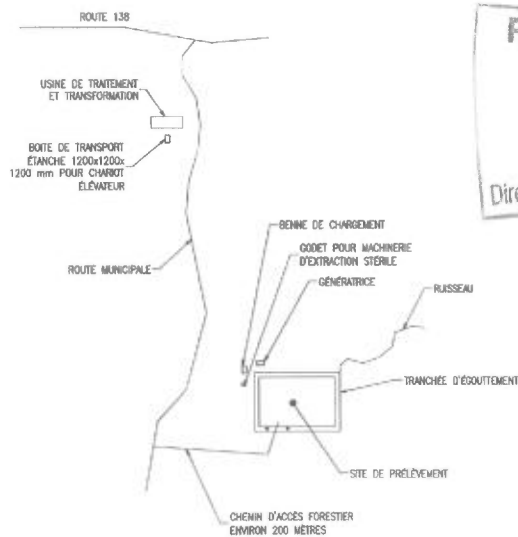
Pour le test de pompage in situ, ce ne fut clairement pas un succès. Aucune argile n'a été pompée. Donc pour l'auteur la conclusion est simple ; dans le cadre des moyens que peut consacrer Argile Eau Mer pour l'extraction commerciale de l'argile, il n'est pas recommandé de continuer dans la voie du pompage in situ pour définir une méthode d'extraction. Il risque d'y avoir beaucoup d'argent et de temps investis avant d'en arriver à une possibilité de pompage et que malheureusement cette possibilité peut être non abordable pour Argile Eau Mer.

Pour le test de pompage non-en-place ce fut par contre un succès. Même si la quantité ne fut pas énorme, étant donné la puissance de la pompe et du niveau de liquéfaction qui a pu être développer, la démonstration de la méthode a été faite. Pour Argile Eau Mer, cette méthode signifie que le matériel sera exposé aux éléments extérieurs pendant un certain moment. Il faudra qu'elle en évalue les impacts sur la qualité du produit final. Ça peut devenir une faiblesse dans la chaine du produit pour la société. En plus de cette faiblesse, l'auteur en dénote une seconde dans cette «chaîne» d'action appliquée à la méthode d'exploitation : elle concerne l'excavatrice. Ainsi pour éviter des contaminants d'origine totalement externe au site que pourrait transporter l'excavatrice sans le savoir, l'auteur recommande d'utiliser un godet en acier inoxydable dont Argile Eau Mer serait propriétaire, donc elle contrôlerait la qualité. Ensuite, étant donné les limites à utiliser l'excavatrice (brassage avec le godet) pour rendre liquide l'argile dans un contenant intermédiaire avant d'être pomper dans des contenants pour le transport à l'usine, l'auteur recommande que pour le contenant intermédiaire, qu'un système puissant de malaxage y soit incorporé et utiliser à la place de l'excavatrice pour rendre parfaitement liquide l'argile.

Pour l'extraction traditionnelle peu de commentaires peuvent être émis étant donné que cette méthode devrait disparaître en regard des tests positifs mentionnés précédemment. Par contre, une constatation est faite sur les contenants utilisés pour transporter l'argile. Si la méthode du pompage à partir d'un bac intermédiaire est appliquée, l'auteur recommande que l'argile soit pompée dans des contenants en acier inoxydable, déplaçables par chariot élévateur et qu'ils soient équipés des dispositions nécessaires pour qu'ils se vidangent facilement à l'usine avec le minimum d'intervention humaine, au lieu d'une multitude de seaux comme dans l'excavation traditionnelle qui a été menés à la fin. De plus, l'auteur recommande également qu'un chemin d'accès soit mis en place depuis la route asphaltée menant au secteur de Baie-St-Ludger jusqu'au futur site d'extraction commerciale. Cela faciliterait l'ensemble des opérations et ce avec un minimum de main-d'œuvre (meilleure mécanisation, automatisation et standardisation).

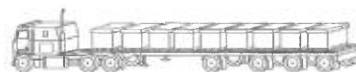
ERIC HURTUBISE
 Eric Hurtubise Geo (#912 OGQ)
 Directeur général
 Corporation de Promotion du
 Développement Minéral
 de la Côte-Nord

NE PAS MESURER - S'IL Y A DOUTE DEMANDER



PLAN DE LOCALISATION
ECH: AUCUNE

RECU AU MRNF
1 3 FEV. 2012³ DE
Direction du developpement minéral

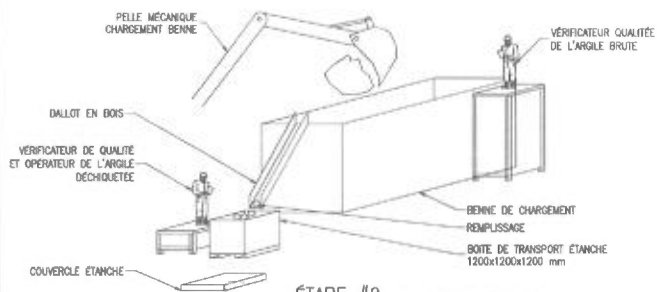


TRANSPORT DU MATERIEL ENTRE SITE DE PRELEVEMENT ET USINE DE TRAITEMENT ET TRANSFORMATION

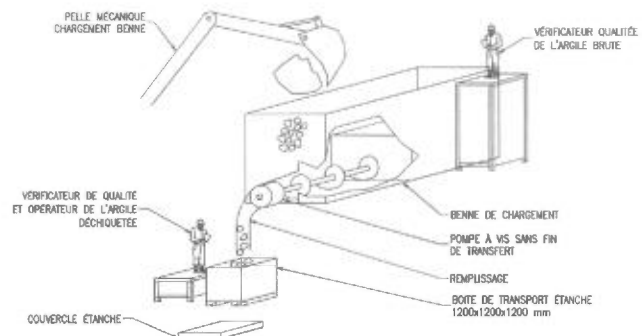
1 2 7 6 4 1 9

GODET POUR MACHINERIE D'EXTRACTION STERILE

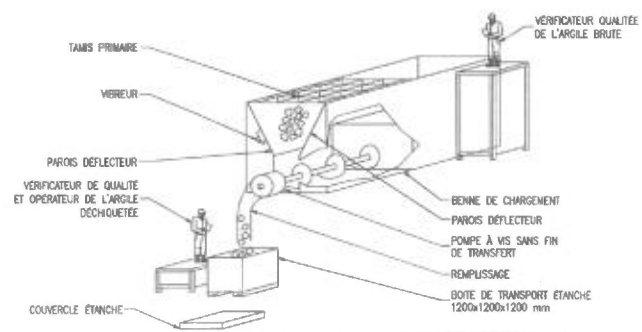
ÉTAPE #1 - ACHAT DE GODET STERILE



ÉTAPE #2 - ACHAT BENNE DE CHARGEMENT



ÉTAPE #3 - ACHAT POMPE A VIS SANS FIN



ÉTAPE #4 - ACHAT DE PAROIS DEFLECTEUR POUR MODIFICATION DE LA BENNE DE CHARGEMENT ET TAMIS PRIMAIRE

GRUPE-CONSEIL
TDA

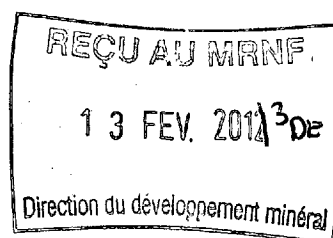
26, boulevard Cornéou
Dole-Cornéou (Québec) Q4Z 3A8
Té: (418)286-0711 Fax: (418)286-8971
info@gctda.com www.gctda.com

**NE PAS UTILISER
POUR CONSTRUCTION**

EN PREPARATION		
REF	DATE	DESCRIPTION
projet: ARGILE EAU DE MER AMENAGEMENT SITE EXTRACTION		
MECANIQUE		
MECANIQUE		
VUE EN PLAN SCHEMA DE PROCEDURE		
révisé par: REAL DUCAS Ing.		
dessiné par: S.G.		
validé par:		
autorisation construction de l'entreprise par:		
N° de permis: 4097	N° de permis: 4097	Date de validité: MO1
INDIQUEE		
1		

Travaux de recherches et développements et essais d'extraction
de l'argile – Rapport des essais. N/D 4097, Réal Dugas, Ing.
Groupe Conseil TDA, Mars 2011. 18 pages

1 2 7 6 4 1 9



2.0 DESCRIPTION DES PRODUITS FABRIQUÉS PRÉSENTS ET FUTURS

Depuis plusieurs années, madame Denise Saulnier s'intéresse à l'argile marine de Manicouagan pour ses propriétés thérapeutiques et en 1994, elle a créé Argile Eau Mer inc.

En 2009-2010, le Groupe-conseil TDA a aidé Argile Eau Mer inc. à dessiner sur plan une partie de son procédé de fabrication qui alors, consistait à affiner l'argile sèche et humide pour faire des préparations de savons, de crèmes revalorisantes, de boues humides et sèches pour les salons de thalassothérapie, cosmétique et autres. Une grande partie de ces produits qui naturellement touchent la peau, doivent être stérilisés. La préparation des plans de procédé nous a permis très certainement de mieux comprendre les besoins de l'entreprise.

L'argile de Pointe-aux-Outardes se retrouve sous une couche de tourbe de 1 à 3 mètres et sur une profondeur d'environ 10 mètres, selon la localisation exacte du site d'exploitation. La péninsule de Manicouagan a été créée par les mouvements des grands glaciers lors de l'ère glaciaire, donc, l'argile et ses eaux ont été protégées des contaminations par les pluies et l'air. Le but d'Argile eau mer est de prélever directement l'argile en minimisant le contact des contaminants externes (sable, tourbe, eaux de surfaces) , incluant l'air ambiant et le rayonnement UV. Ainsi, Argile Eau Mer cherche à élargir sa clientèle et à développer de nouveaux produits dans les domaines du pharmaceutique et des produits de santé naturels.

3.0 EXPLICATION DES MÉTHODES ACTUELLES D'EXTRACTION

Jusqu'à maintenant, l'extraction de l'argile se réalise l'hiver. La difficulté première est l'accès au site d'exploitation qui se retrouve à plus ou moins 200 à 500 mètres de la route principale, à l'intérieur de la tourbière. L'hiver, un chemin de glace est réalisé afin de permettre à un camion de se rapprocher du site d'extraction. Ensuite, à l'aide d'une pelle mécanique, la couche superficielle de matières végétales est enlevée pour accéder à l'argile. Celle-ci est extraite à son tour par la pelle mécanique et transférée dans la benne du camion pour être transportée jusqu'à l'usine de transformation.

4.0 RECHERCHE D'UNE POMPE ET MÉTHODOLOGIE D'EXTRACTION

En 2009, Argile Eau Mer a mandaté la firme Dessau afin de proposer une méthode d'extraction pour l'argile. Nous avons pris connaissance de ce rapport et avons entrepris des recherches de procédé dans le même sens des propositions soumises. Tel que décrit dans le rapport, nous avons les mêmes intrants, soient :

- La solution doit être simple (équipements, infrastructures et personnel).
- La solution doit être la plus économique possible.
- La solution doit permettre l'extraction de l'argile à partir de la surface (pas de galerie souterraine); les sous-sols contiennent beaucoup d'eau.
- La solution doit éliminer à la source les contaminations externes.
- La solution doit maintenir l'argile en milieu fermé (sans contact avec l'air ambiant et des rayons UV).
- La solution doit tenir compte du transport de l'argile vers l'usine de transformation.

Il est très difficile de développer une solution qui répondra à tous ces critères, principalement le contact avec l'air ambiant. Nous sommes donc partie de la solution proposée par Dessau qui est la construction d'une cloche déposée sur le site d'exploitation et suffisamment grande pour contenir les équipements de prélèvement de l'argile. De plus, comme les analyses sur l'argile démontrent une grande quantité d'eau liée, un seul brassage de la matière permet la liquéfaction de l'argile, facilitant le pompage.

Cependant, il faut autant que possible, éviter d'ajouter de l'eau de l'extérieur, même déminéralisée et stérilisée, car une partie du procédé consiste à faire des produits secs., 100% naturels donc sans ajout de d'autres matières. Ajouter de l'eau augmenterait les coûts de séchage. Notons que le simple brassage d'un échantillon a permis la malléabilité de l'argile et la mise au repos a permis de retrouver la mémoire élastique du matériel et sa résistance. En effet, le matériel de départ est extrêmement ductile et lié. L'argile peut facilement supporter un poids important tant qu'elle n'est pas brassée.

Une fois liquéfiée, l'argile pourrait être ensachée dans des sacs sous vide et ainsi éviter le contact avec l'air. En mars 2010, nous avons donc proposé une solution d'essais qui, croyait-on, rencontrerait les différents critères. La solution finale, tirée du rapport de Dessau, consisterait en :

- La construction d'une cloche en acier inoxydable avec ventilation HEPA pour se rapprocher d'un procédé pharmaceutique.
- L'installation d'un groupe électrogène dans un conteneur à l'extérieur de la cloche pour l'apport de l'énergie requise au pompage.
- La fabrication d'une trappe au sol pour les prélèvements et la construction d'un plan sur roue pour le déplacement de la pompe.
- L'achat d'une pompe qui pourrait liquéfier et pomper l'argile dans les sacs.
- Moyen de transport pour apporter tout le matériel sur le site.

Afin de réduire les coûts et comme il s'agit d'un essai, nous avons voulu imiter les critères mentionnés ci-dessus par des méthodes plus simples. Nous avons donc proposé la construction d'un plancher de bois, protégé par un abri en toile. Cependant, le temps doux de l'automne 2010 nous a fait reporter les essais en 2011.

En 2011, nous avons procédé à un essai plus simple, soit d'essayer la pompe sélectionnée directement attachée sur la pelle mécanique.

Essai # 1 :

Avant tout, pour permettre l'essai et le creusage, des fossés ont été creusés autour d'un claim pour permettre l'écoulement de l'eau et en même temps, couper les veines d'eau qui auraient noyé notre puit d'essais. La pompe de l'essai numéro 1 est une pompe submersible comprenant un agitateur. Nous croyions que l'agitateur permettrait de liquéfier l'argile et ainsi la pomper. Une pompe de plus grande capacité que requise a été louée pour l'essai. La pompe est de marque TOYO et le modèle DL-7.5 d'un débit de 1,1 m³/min à 12 m de tête (nous avons joint une copie des spécifications à l'annexe 1).

Malheureusement, cet essai a été infructueux et la pompe n'a pas été en mesure de liquéfier l'argile (voir photos de l'essai en annexe 2).

Essai # 2

Un deuxième essai a été fait avec un brassage préalable de l'argile avec la pelle mécanique.

La pompe essayée est une pompe submersible comprenant un agitateur pour rendre soluble l'argile. L'essai n'a pas mieux réussi.

Essai # 3

Un troisième essai a été tenté avec un autre type de pompe. Cette fois, avec un modèle à diaphragme et le résultat a été aussi infructueux.

Nous avons pu constater que si on ne procède pas à une liquéfaction importante, il ne sera pas possible de pomper l'argile. De plus, il a été observé un apport continu d'eau de la tourbière, apport d'eau non désiré. Il est donc important de sortir l'argile rapidement si l'on liquéfie car de l'eau non désirée risque de contaminer le matériel (voir section suivante).

5.0 ANALYSE DU SITE D'EXTRACTION ET PRÉPARATION DU MILIEU

Au préalable, pour la réalisation des essais, une portion du claim de Argile Eau Mer a été analysée soit une surface de 50 mètres par 50 mètres. Afin de déterminer la profondeur de l'argile, la qualité et la quantité du site, cinq forages à l'aide d'une pelle mécanique ont été effectués et, entre autres, les informations suivantes ont été notées :

- L'eau de tourbière est importante.
- L'argile est à une profondeur variable mais à environ 1 à 2 mètres dans ce secteur.
- Une lentille de sable est présente à profondeur variable.
- Il y a plus de trois mètres d'épaisseur d'argile.

Cependant, comme la compagnie exploite environ de 100 à 200 tonnes par an et considérant que 1 m³ représente environ 1 tonne d'argile, il sera possible d'exploiter ce secteur pour une période de 25 ans, en tenant compte que des espaces seront requis entre chaque extraction.

Dans la préparation du terrain, il a été constaté qu'en réalisant des tranchées, les veines d'eau étaient coupées. Même si les tranchées se remplissent rapidement d'eau, il est possible de limiter la migration de l'eau vers le site d'exploitation en utilisant la dite argile pour colmater la tranchée sur tout le pourtour de la zone d'exploitation. Et cela, en conservant seulement une route d'accès.

6.0 RECHERCHE DE POMPES DE TRANSFERT

Malgré que les essais de pompage direct n'ont pas été une réussite, nous avons également fait une recherche pour une pompe qui permettrait le transfert de l'argile à partir d'une réserve établie.

Nous pensons qu'une pompe à cavité progressive (à vis) pourrait fonctionner. Cette pompe permet l'entraînement de matières solides. Le seul problème envisageable est l'approvisionnement de la dite pompe. Un réservoir avec une pompe à vis dans le fond permettrait le transfert vers de plus petits réservoirs et le transport vers l'usine de transformation. Nous craignons que la viscosité du produit empêche le matériel de glisser vers la vis après un temps de repos et crée un vide entre le matériel et la pompe (voir croquis à la page suivante).

L'ajout d'un système générant des vibrations pourrait régler ce problème. Différents équipements permettent de générer des vibrations, soit de la plus simple, l'utilisation d'une masse de caoutchouc sur la paroi jusqu'à des vibrateurs mécaniques.

Vous trouverez à l'annexe 3 une description de cette pompe.

7.0 POMPAGE DES EAUX INTERSTITIELLES

Pour Argile Eau Mer, les eaux non liées ont aussi une grande importance car il y a trois types d'eau libres et l'eau liée à l'argile qui peuvent être trouvées et prélevées, soient :

- L'eau de tourbière qui a été filtrée et qui n'est pas en surface
- L'eau nichée des grands glaciers : eau glaciaire
- L'eau salée.
- Les eaux interstitielles liées .

Des puits ont été réalisés sur la zone d'exploitation pour permettre de recueillir les eaux désirées. Ces eaux ont des propriétés particulières qui peuvent être utilisées pour différents traitements et générer ainsi d'autres gammes de produits

Trois pompes ont été analysées; préparées et mises à l'essai en usine mais seulement deux ont été expérimentées sur le terrain.

La pompe #1, modèle à diaphragme, exige la présence d'un compresseur et risque le gel. Le déplacement d'un compresseur n'est pas évident, donc, solution non retenue.

La pompe #2, modèle péristaltique, a été essayée mais le NPSH (suction) requis étant trop important, celle-ci n'a pas fonctionné.

La pompe #3, modèle pompe de transfert centrifuge, a fonctionné et permet le pompage.

Les essais ont été facilement réalisés, les différentes étapes étant petites et légères, elles demandaient une très petite génératrice de 1 500 watts. Le pompage a également permis de vidanger les puits afin de prendre des échantillons représentatifs à analyser pour finaliser la caractérisation des eaux.

8.0 Validation

Pour valider les connaissances acquises et vérifier les hypothèses, il a été nécessaire de consulter des experts en géologie, en minéralogie et en ingénierie avant de proposer un schéma de procédé.

Des essais dans le réservoir sur le site avec une pompe munie d'une vis sans fin et un remaniement de l'argile avec le godet de la pelle mécanique permettent de penser que l'argile peut se liquéfier permettant ainsi qu'une partie du procédé pourrait être fermé. Le transport du matériel jusqu'à l'usine se ferait également en milieu fermé. Ces essais doivent être reconfirmés avec un pompage à la verticale plutôt qu'à l'horizontale. Lors de la reprise des essais, les suggestions issues des diverses consultations pourront être davantage validées.

9.0 CONCLUSION

- Le schéma de procédé proposé remplit trois objectifs de départ: la solution est simple (équipements, infrastructures et personnel), elle est économique et elle permet l'extraction de l'argile à partir de la surface. Elle correspond donc aux moyens de l'entreprise.
- Malheureusement, réaliser l'extraction dans un milieu complètement fermé est très difficile. Elle peut être réalisable dans le temps mais pas actuellement avec un déficit technologique difficile à combler avec les moyens financiers mis à disposition. Cependant, il est possible au moins de contrôler les contaminants solides, en se procurant, entre autres des équipements neutres comme un godet de pelle mécanique, un réservoir et une pompe de transfert, tous en acier inoxydable.
- En définitive, avec les connaissances acquises du terrain (lentilles de sable, eaux de tourbière...) c'est une bonne chose que la liquéfaction n'ait pas fonctionné car la lisière de sable se serait mélangée avec l'argile, rendant ainsi le matériel indésirable impossible à enlever. Les échantillons auraient été contaminés empêchant la poursuite du travail de l'entreprise.
- À travers ces essais, nous avons réalisé la qualification d'un bloc de ressource pour une période de 25 ans avec assèchement partiel du claim d'exploitation via des fossés rendant possible l'installation d'un procédé.
- L'échantillonnage de l'argile venant d'un bloc de ressource qualifié permet à l'entreprise de finaliser le travail d'homologation de ses produits
- Le pompage des eaux libres et liées avec la pompe que nous avons trouvée est un autre objectif atteint.

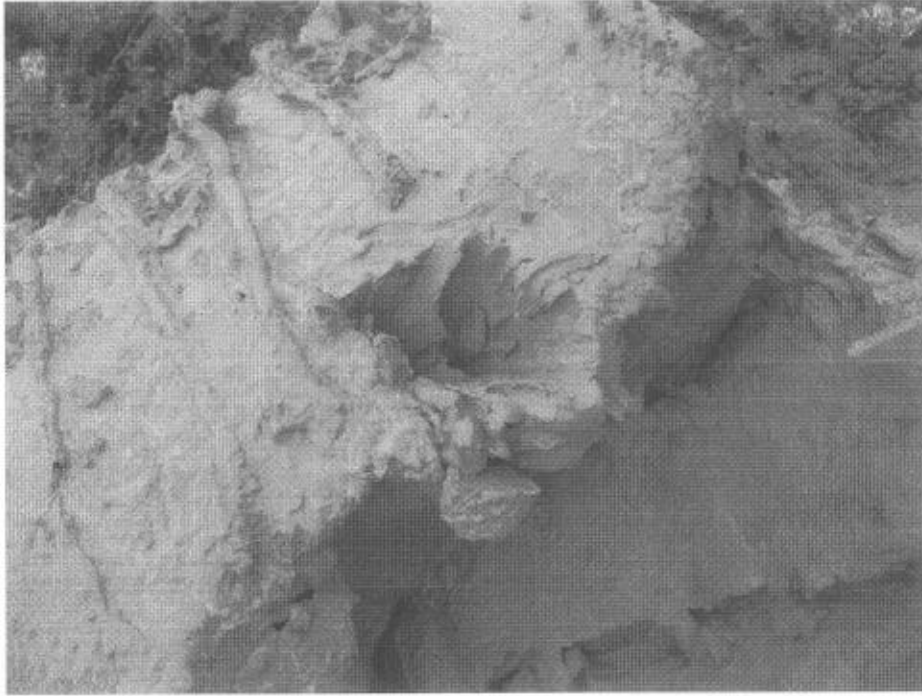
Espérant le tout à votre entière satisfaction, nous vous prions d'agréer, Madame, l'expression de nos sentiments les meilleurs.



Fossé rempli d'eau



Puits de pompage de l'argile



Motte d'argile pour prise d'échantillons



Creusage des puits d'échantillonnage



Profondeur des puits d'échantillonnage et de qualification de la ressource



Prise d'échantillons



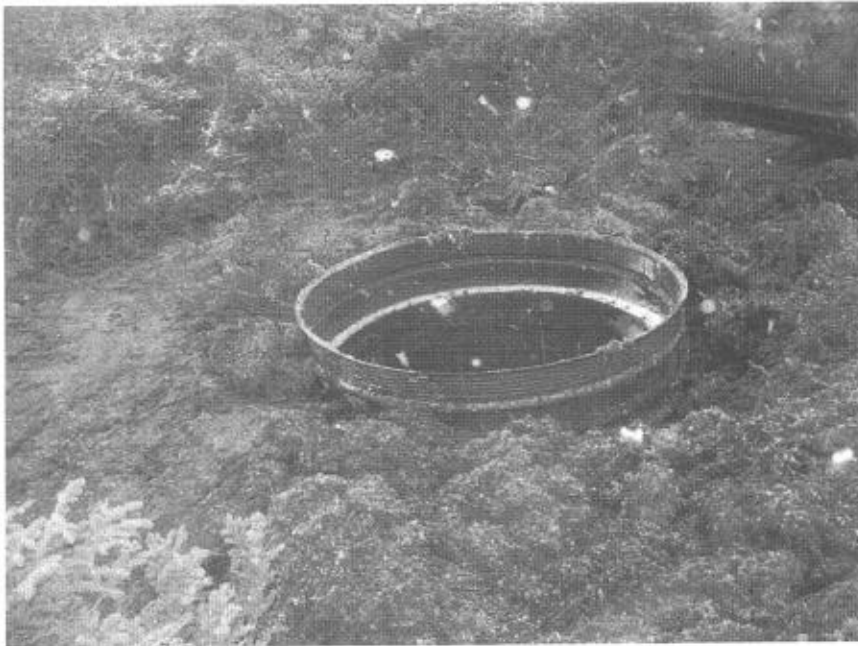
Profondeur



Fossés remplis d'eau



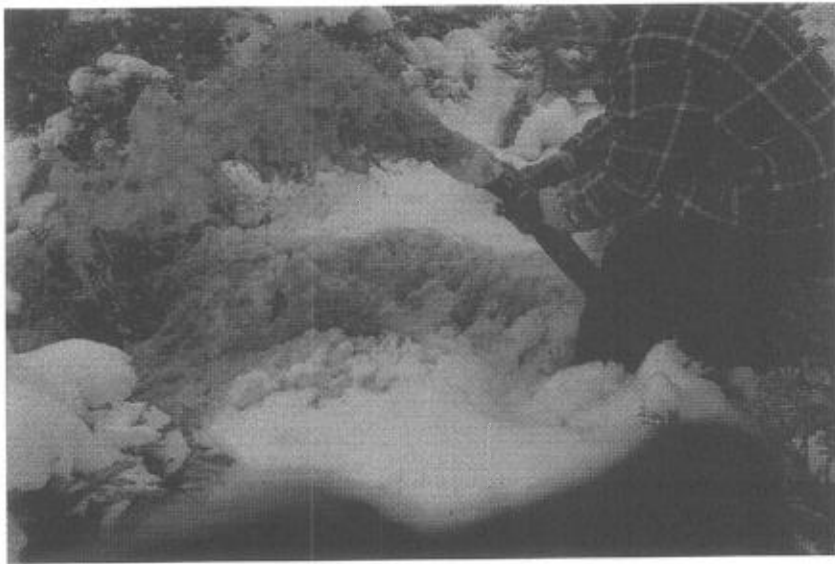
Installation du puits de pompage



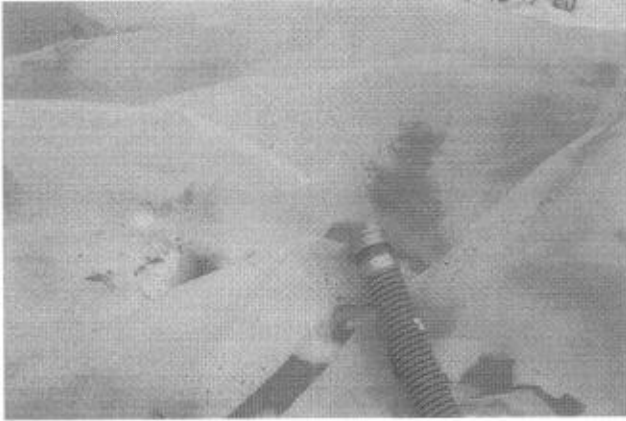
Puits ré-enterré



Insertion de la pompe d'essai # 1



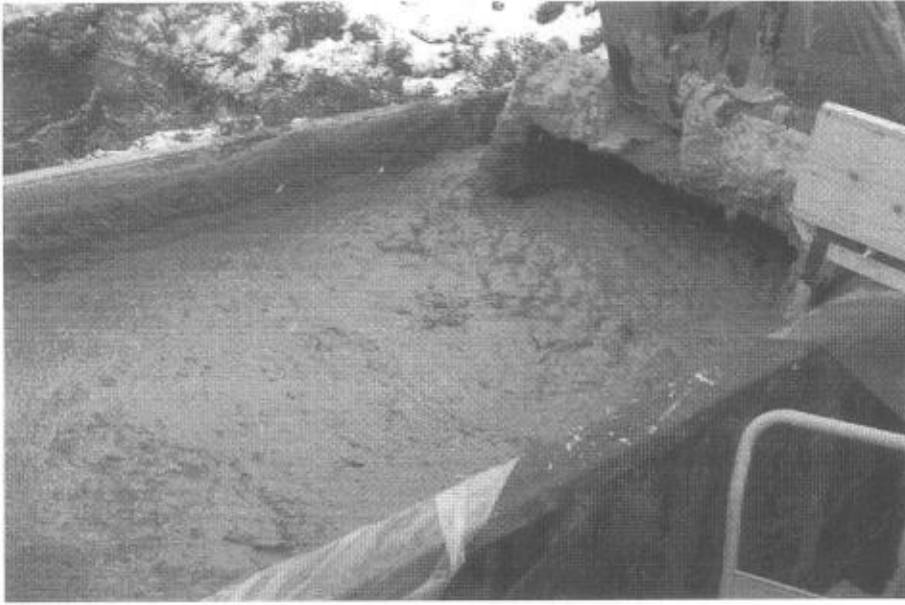
Pompage de l'eau dans le puits



Pompage de l'argile, essai raté



Ensachage de l'argile pour transport



Pour ensachage de l'argile



164 rue de la Baie Ludger
Pointe-aux-Outardes (Qc.) G0H 1H0
Téléphone: 418 567 9620
Télécopie : 514 593 4261
Courriel: infos@argileeauemer.ca

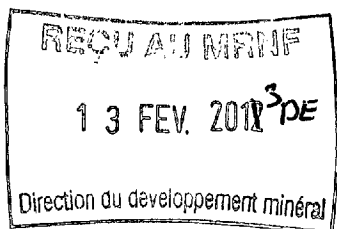
**RAPPORT FINAL DU PROJET POUR UN PROCÉDÉ PILOTE
D'EXTRACTION, POUR LA CARACTÉRISATION DE L'ARGILE
DE MANICOUAGAN ET DES EAUX CONSTITUTIVES AINSI QUE
POUR INVENTORIER DES MÉTHODES INDUSTRIELLES POUR
LA CONSERVATION DES PRODUITS FINIS.**

Par: Denise Saulnier, représentante autorisée

AVRIL 2011

Confidentiel

1 2 7 6 4 1 9



Description des travaux réalisés et des résultats.

Le projet visait 3 objectifs:

1) Concevoir un procédé industriel pilote d'extraction de l'argile sensible et des eaux constitutives qui serait fonctionnel à l'année pour éliminer les contaminations extérieures venant de l'air et du sol (sable, tourbe, eau de surface) Correspondre aux principes de développement durable en faisant des extractions sans traces et une restauration écologique des sites

Les activités réalisées pour remplir cet objectif sont les suivantes:

1.1 Se donner les connaissances des couches du terrain pour installer le procédé par une première qualification d'un bloc de ressources. Des forages pour échantillonner de l'argile sensible et installer 3 puits (crépines) pour prélever des échantillons d'eaux de mer, glaciaires et de tourbières ont eu lieu à l'hiver 2009

1.1.1. Les résultats sont donnés dans deux rapports. Le premier porte sur le terrain et quantifie les différentes couches de tourbe, de sable et d'argile sensible répertoriées dans les 3 forages. Les caractéristiques granulométriques, le niveau de liquidité et de plasticité de l'argile analysée en laboratoire sont données. Le deuxième rapport porte sur une proposition de procédé qui doit être validée par des essais compte tenu des contraintes du sol et du niveau de liquidité de l'argile.

Ces essais doivent avoir lieu à l'hiver 2010 en raison de la profondeur des tourbières et de l'abondance d'eau qui s'y trouve qui empêche la circulation de la machinerie lourde. Le sous-traitant abandonne les travaux qui sont repris par un autre groupe conseil d'ingénieurs. L'absence de gel hivernal oblige de remettre les essais à l'hiver 2011.

1.2. Le retour sur les rapports déposés et l'étude de la proposition de procédé font que des conditions préalables doivent être réalisées avant de procéder à des essais. On procède alors à des cartographies du terrain par stéréoscopie pour acheminer les eaux vers la tourbière plutôt que vers la rive pour éviter l'érosion des berges. Une deuxième qualification du bloc de ressource a lieu mais dans un espace plus circonscrit avec échantillonnage et étalonnage pour connaître la résistance au cisaillement. On veut aussi savoir si l'argile peut se liquéfier. Des canaux sont ensuite creusés autour du bloc de ressources.

1.2.1 Les résultats sont que toutes les conditions ont été réalisées avec succès sur le terrain. Les essais sont rendus possible parce que le terrain circonscrit s'assèche progressivement et on a installé un réservoir posé directement sur l'argile pour la pomper. Trois rapports en font état, un à l'interne, un autre émis par le géologue senior qui supervisait les travaux et le 3ième par l'ingénieur chargé de projet. S'ajoutent des cartes pour donner une connaissance approfondie d'un bloc de ressource qualifiée pour 25 ans.

Cependant, des lentilles de sable et des veines d'eau à des profondeurs variables dans le terrain circonscrit remettent en question le pompage de l'argile "in situ" donc de la proposition de procédé.

1.3. Plusieurs essais de pompage et échantillonnage en vrac d'une quantité d'argile ont lieu avec diverses pompes de capacités différentes mais on ne réussit pas à liquéfier suffisamment l'argile. On décide alors d'échantillonner en introduisant un réservoir et en liquéfiant l'argile avec le godet de la pelle mécanique. Ce système permet alors de pomper l'argile à l'horizontale avec un vis sans fin.

Les résultats font que seul un schéma de procédé très simple est possible avec les connaissances techniques actuelles et les moyens financiers dont dispose l'entreprise. Avec ce procédé qui prévoit un chemin d'accès, l'extraction serait possible à l'année. Les contaminations seraient contrôlées, pas éliminées et une partie seulement du procédé fonctionnerait en circuit fermé. L'échantillonnage a aussi permis à l'entreprise d'avoir des échantillons en quantité suffisante pour mettre des produits de santé naturels sur le marché parce que l'homologation des produits à partir de la matière provenant de ce bloc de ressources.

1.4 Des essais de pompage des eaux libres et liées ont été réalisés avec diverses pompes avec succès

Les résultats sont que l'entreprise pourra avoir des échantillons lui permettant de développer des gammes de produits à base d'eaux. Dans l'ensemble les activités correspondent à des principes de développement durable et permettent de faire une restauration écologique du site.

2. Le 2^{ième} objectif visait à conserver la totalité des propriétés thérapeutiques dans les produits de boue marine à usages cosmétiques et thérapeutiques et faire la démonstration des propriétés naturelles de l'argile et des eaux associées intrinsèque (eaux liées) et extrinsèques (eaux libres).

2.1 **Les activités** ont consistées à caractériser l'argile et les eaux associées extraites à partir de plusieurs échantillonnages suivis d'analyses de laboratoires.

La première série d'analyses microbiologiques a été faite après les forages pour l'argile et les vidanges des crépines pour les eaux. Aucune bactérie pathogène n'a été détectée sauf la possibilité des "e-coli" dans le forage no.2 qui serait attribuable à l'eau de surface utilisée pour forer. Une deuxième série d'analyses a été effectuée pour identifier la présence de métaux lourds suivie d'une autre série d'analyses microbiologiques sur des produits finis stérilisés pour établir leur durée de vie. Une troisième série d'analyses microbiologique a été faite pour établir la durée de vie des poudres, des liquides et des boues stérilisés sur une période de 20 mois. Une fiche technique sur l'argile a alors été produite. Une quatrième série d'analyse a été faite sur les eaux au niveau microbiologique suivie d'une cinquième série pour identifier la présence d'acides humiques, les métaux

lourds et les éléments chimiques. Le tout s'est terminée par une fiche technique sur les eaux.

Cette caractérisation a servi à demander l'homologation des produits. Comme l'argile de Manicouagan est une nouvelle matière première dont il fallait démontrer l'efficacité comme produit de santé naturel, il a été nécessaire de faire des rapports sur les preuves, sur l'innocuité et sur les spécifications des produits finis avec des références d'articles scientifiques sur les effets thérapeutiques de l'argile. Deux recherches ont été faites par INRST pour apporter des références à la demande. -

2.2. Les résultats démontrent l'atteinte de l'objectif. En effet, les caractéristiques et propriétés granulométriques, physicochimiques et microbiologiques ont été identifiées et quantifiées dans la matière à l'état brute 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 a été établie. Les fiches techniques démontrent que les caractéristiques et propriétés des produits finis stérilisés et conditionnée selon les différentes techniques correspondent aux réglementations de Santé-Canada pour des produits de soins de santé naturels. Une demande d'homologation et de licence de mise en marché a été déposée. De plus, les eaux ayant été caractérisée, on peut passer à l'étape de développement de produits.

Le seul point non réalisée est celle de la caractérisation de la matière brute sans contact avec des contaminations extérieures à la matière.

3. Trouver des méthodes de conservation industrielles appropriées.

3.1. Les activités ont consistés à trouver les équipements industriels et les procédés de conservation adéquats pour obtenir la licence d'exploitation pour des produits de santé naturels. Des équipements tels que le mixeur planétaire, une unité mobile de stérilisation munie d'un SAS ainsi qu'un système d'aération et de ventilation ont été installés pour éviter les contaminations permettant ainsi que des procédures de conservation soient suivies et indiquées dans le cahier des charges. Plusieurs procédures opératoires normalisées et des fiches techniques ont été produites pour assurer la traçabilité de la matière dans toutes les phases: de l'entreposage jusqu'à la livraison des produits. Un rapport de l'assurance qualité des produits a été envoyé à Santé Canada avec les procédures opératoires et les fiches techniques.

3.2 Les résultats se sont traduits par l'obtention d'une licence d'exploitation pour la fabrication de produits de santé naturels. Les méthodes de conservation industrielles des produits finis ont donc été satisfaisants.

Conclusion sur la réalisation des objectifs

Il est juste d'écrire que presque tous les objectifs ont été réalisés. En effet, tel que démontré dans les résultats de la réponse précédente, l'élimination des contaminations extérieures à la source dans l'argile sensible et l'ingénierie détaillée d'un procédé qui fonctionnerait en système fermé n'ont pas été réalisées. Les raisons sont en grande partie

liées aux conditions de terrain inconnues dans l'hypothèse de départ, à une insuffisance technologique et au manque de ressources financières de l'entreprise. Par contre, les réalisations du travail sur le terrain pour qualifier un bloc de ressources non envisagées dans les objectifs ajoute de la valeur, permet à l'entreprise d'installer un procédé simple et économique et de poursuivre sa recherche lorsque le marché sera suffisant pour installer un procédé sans contaminations.

En ce qui concerne *le 2ième objectif*, comme le démontre la réponse précédente, tous les objectifs ont été réalisés: la caractérisation de l'argile dans les produits finis a été finalisée avec une date de péremption pour les produits.

La caractérisation des eaux libres a aussi été faite et les perspectives de développement de produits sont très intéressantes. Les résultats de la caractérisation ont permis de faire une demande d'homologation des produits finis de cataplasmes, de pansement liquide, de bain thérapeutique et savons thérapeutiques à la direction des produits des produits de santé naturels.

Le 3ième objectif a aussi été atteint puisqu'une licence d'exploitation pour la fabrication de produits de santé naturels a été émise par Santé-Canada ce qui signifie que les méthodes industrielles de stérilisation et de conservation sont adaptés aux produits finis.

AMÉLIORATIONS TECHNOLOGIQUES

1. Amélioration des connaissances du terrain, de la matière première caractérisée, des méthodes industrielles de conservation des produits finis. Cette amélioration s'est traduit par l'obtention d'une licence d'exploitation et d'un schéma de procédé.

2. Les améliorations techniques mentionnées plus haut permettent d'augmenter les capacités d'affaires pour développer le segment de marché des produits de santé naturels qui est en expansion actuellement. De plus, la caractérisation des eaux libres et liées permettra de développer des nouveaux produits et d'en offrir à des fabricants de produits cosmétiques et thérapeutiques. Tous les produits cosmétiques et thérapeutiques sont fabriqués avec de l'eau. Or, les eaux glaciaires et de tourbières ne sont pas sur le marché. Leur présence constituera donc une innovation. Finalement, l'installation de méthodes industrielles techniques de conservation permet d'offrir la fabrication à façon puisque nous avons maintenant les connaissances, les équipements et le procédé pour le faire.

3. La capacité de l'entreprise à réaliser des projets de RS&DE a beaucoup augmenté. Les différents rapports qu'il a été nécessaire de lire lorsqu'ils venaient des sous-traitants en ingénierie, en chimie, en microbiologie, en géologie permet de développer des capacités conceptuelles et rédactionnelles. De plus, les rapports sur les preuves, sur l'innocuité, sur les spécifications des produits traitant la peau a aussi développer les capacités de l'entreprise. Les trois recherches effectuées par l'Institut national de la recherche scientifique et technique du CNRC (une sur les procédés, deux sur les effets thérapeutiques de l'argile a aussi élargit les capacités conceptuelles de l'entreprise_

4. Amélioration des connaissances concernant les réglementations pour les produits de santé naturels. Cette connaissance de la réglementation du Canada s'est élargie à celle des pays européens et asiatiques concernant entre autres le cahier des charges, la traçabilité des produits et l'assurance qualité des produits finis.

5. -L'obtention d'une licence d'exploitation et d'une licence de mise en marché influenceront les capacités de l'entreprise à développer de nouveaux marchés, à offrir des nouveaux produits et à développer la fabrication à façon avec l'assurance qualité des produits.

-L'installation progressive d'un procédé pilote d'extraction facilitera l'offre des produits parce qu'il sera fonctionnel à l'année. De plus, l'incertitude concernant les conditions de terrain étant levées, le travail d'extraction sera facilité puisque les quantités déterminées correspondent à la qualité des produits.

- Le développement d'une gamme de produits à base de 4 types d'eaux différentes issues du gisement est très innovateur et prometteur. Cela influencera les activités futures de l'entreprise.

IMPACT DE L'AIDE DES CONSEILLERS DU CNRC, DU MDEIE ET DU SAE

L'impact de l'aide des conseillers a été considérable. Sans leurs supports et la rapidité à répondre aux demandes, le projet n'aurait pu avoir lieu. L'expertise des conseillers a servi à orienter et structurer le projet dans toutes ses phases, du début jusqu'à la fin. Par exemple, le fait que le conseiller du CNRC-PARI ait demandé trois recherches documentaires à l'Institut de la recherche technique et scientifique a servi à l'acquisition de connaissances importantes pour le procédé et pour l'homologation des produits.

Connaissant le projet, les conseils sont collés aux besoins de l'entreprise. Les conseillers lisent chaque rapport et peuvent donc répondre aux problèmes ponctuels qui sont exposés. Ils contribuent ainsi à améliorer la productivité puisque leurs connaissances ont un effet direct sur l'aménagement du projet.

Sans leur compréhension pour reporter les dates de finalisation du projet, de réaménager la demande initiale pour permettre de réaliser des forages et installer des puits d'eaux les résultats auraient été très amoindris. Par exemple, le fait que la conseillère du SAE aide à orienter le projet lors du changement des sous-traitants pour le procédé d'extraction et de changer les protocoles en conséquence a été salutaire. En effet, la firme d'ingénieurs étant de la région, les rencontres de planification et la réorientation des activités étaient facilitées et faisait qu'on pouvait faire plus en moins de temps.

L'impact du suivi financier de la conseillère du MDEIE a grandement aidé à terminer le projet et à préciser la stratégie d'affaires puisqu'une planification du travail et des dépenses était rendue nécessaire pour finaliser le projet et informer les organismes subventionnaires.

Quant à la propriété intellectuelle, les conseils du conseiller du CNRC ont été constants tant pour savoir quelle type de propriété intellectuelle pouvait être recherchée à-travers les travaux réalisés que pour surveiller si les contrats des sous-traitants respectaient cette propriété.

Tenant compte de tous les aspects mentionnés, on peut affirmer que les capacités financières internes de l'entreprise se sont améliorées notamment par la planification stratégique et les relations avec le marché.

En conclusion

Sans le soutien financier du CNRC-PARI, du MDEIE Côte-Nord et du SAE-ID MANICOUAGAN et l'expertise de leurs conseillers, Argile eau mer n'aurait pas fait ce bond qualitatif dans son développement. Les retombées serviront l'entreprise dans son développement pour plusieurs années.

1



6.4. Rapport faisant suite au programme ECH6. Programme ECH7PPE2: 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 2010

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2010 AU 31 DÉCEMBRE 2010

Denise Saulnier

Par : Denise Saulnier, présidente

Août 2011

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

1 2 7 6 4 1 9

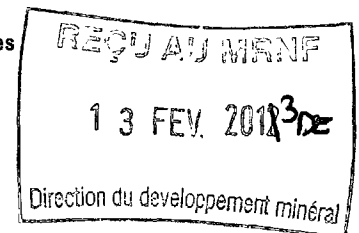


TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

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.10
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.18
3.1. Résultats quant à l'avancement technologique obtenu	
3.2. Résultats quant aux objectifs	
4. RECOMMANDATIONS	P. 33
4.1 Pour les poudres	
4.2 Pour les boues	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE	P. 35

Sommaire technique T-661

5.4 .RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX DU PROJET RS&DE

Code de projet : ECH7 PPE3

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.
Réal Dugas, Ingénieur, Groupe Conseil TDA

Date de début du projet: Décembre 2008

Date de fin du projet présumée : Décembre 2015 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 et 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 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 sans 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

Le projet vise quatre progrès technologiques :

1) Concevoir un procédé industriel pilote d'extraction de l'argile sensible et des eaux constitutives par pompage ou succion. Les caractéristiques requises du procédé sont:

- D'être fonctionnel à l'année
- D'éliminer les contaminations extérieures venant de l'air et du sol (sable, tourbe, eau de surface).
- De correspondre aux principes de développement durable en faisant des extractions sans traces et en procédant à une restauration écologique des sites

2) Conserver la totalité des propriétés thérapeutiques dans les produits de boue marine à usages cosmétiques et thérapeutiques en:

- Faisant la démonstration des propriétés naturelles de l'argile et des eaux associées intrinsèque (eaux liées) et extrinsèques (eaux libres) par des analyses bactériologiques et chimiques.
- Conservant à l'argile et aux eaux liées les caractéristiques qui leur sont propres, initiales et uniques.
- Procédant à l'extraction des eaux constitutives du gisement, celles qui sont liées et qui sont libres. L'avancée technologique se situe dans les gammes de produits que ces eaux peuvent générer puisque nous sommes en présence de quatre types d'eaux dont les caractéristiques d'au moins trois d'entre elles sont uniques donc pas connues sur le marché.

3) Trouver des méthodes de conservation industrielles appropriées pour des produits de santé naturels. Les étapes vont du site d'extraction à l'entreposage des produits à l'usine jusqu'aux tablettes des distributeurs. La finalité est d'obtenir la licence d'exploitation de Santé Canada en faisant reconnaître:

- Les méthodes de transport
- La traçabilité des produits lors de l'entreposage par la codification
- La normalisation des procédures par l'élaboration de fiches techniques.

4) Procéder à l'ingénierie préliminaire et détaillée du procédé en qualifiant d'abord un bloc de ressources et faire une extraction sans trace dans l'optique d'un développement durable de la ressource .

1.4. Savoir technologique ou base de connaissances : objectifs spécifiques du projet rs&de

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

La plupart des argiles dans le monde sont extraites dans un milieu sec. Elles sont ensuite raffinées en poudre pour être humidifiée par une eau ayant de propriétés thérapeutiques. Dans le cas de l'argile marine de Manicouagan, l'extraction se fait dans un milieu humide, une tourbière en surface et un fond marin en profondeur et ce qui est extrait est une boue ou une argile sensible en raison de sa liquidité. Il y a un intérêt thérapeutique et commercial à garder la boue telle qu'elle existe dans le gisement pour préserver son caractère unique et spécifique.

Ce nouveau procédé par succion ou encore par pompage pose donc des défis technologiques en raison de la nature rhéologique réversible de l'argile. En effet, même si l'argile se liquéfie elle se massifie après un temps de repos. Comment alors maintenir la liquéfaction constante lors du pompage et de la succion? Quel degré de viscosité doit être maintenu? Est-ce que la densité de l'argile qui est élevée sera une contrainte au pompage? D'autre part, le degré de liquidité sera-t-il suffisant pour arriver à pomper ou aspirer l'argile? Sera-t-il constant sur les sites d'extraction? Trouverons-nous des couches autres que l'argile sensible à des profondeurs différentes? La nature rhéoépaississante colmatra-t-elle les pompes? Les quantités qu'on pourra extraire seront-elles suffisantes? Devrons-nous ajouter de l'eau? Laquelle? En quelle quantité? Est-ce qu'on peut parvenir à extraire et à entreposer l'argile sans qu'elle entre en contact avec l'eau, la tourbe et l'air? Réussirons-nous à extraire l'argile sans la mettre en contact avec aucune contamination? Quel entreposage devons-nous utiliser pour éviter ces contaminations lors du transport et de l'entreposage?

Les réponses à ces questions constituent les incertitudes technologiques à surmonter.

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 ainsi que de la minéralogie. Le défi auquel ces domaines du savoir sont confrontés relèvent de la nature de l'argile sensible et de ses propriétés thixotropiques et rhéologique réversible. Elle se liquéfie par des manipulations mécaniques et se massifie lorsqu'elle est au repos. Arriver à pomper cette argile sensible sans la mettre en contact avec des contaminations venant de la terre, des eaux de surface et de l'air constitue une innovation technologique. Les méthodes industrielles utilisées pour installer des équipements et organiser des moyens de transport qui impliquent des poids considérables déposées sur de l'argile sensible représente une incertitude technologique considérable.

Faire une extraction sans trace dans l'optique d'un développement durable de la ressource est également une problématique à résoudre.

Les réponses à ces questions contribueront à résoudre les incertitudes technologiques:

1. Comment maintenir la liquéfaction constante lors du pompage et de la succion?

2. Quel degré de viscosité doit être maintenu?
3. Est-ce que la densité de l'argile qui est élevée sera une contrainte au pompage?
4. Le degré de liquidité sera-t-il suffisant pour arriver à pomper ou aspirer l'argile? Sera-t-il constant sur les sites d'extraction?
5. Trouverons-nous des couches autres que l'argile sensible à des profondeurs différentes?
6. La nature rhéoépaississante colmatra-t-elle les pompes?
7. Les quantités qu'on pourra extraire seront-elles suffisantes?
8. Devrons-nous ajouter de l'eau? Laquelle? En quelle quantité?
9. Est-ce qu'on peut parvenir à extraire et à entreposer l'argile sans qu'elle entre en contact avec l'eau, la tourbe et l'air? ?
10. Réussirons-nous à extraire l'argile sans la mettre en contact avec aucune contamination?
11. Quel entreposage devons-nous utiliser pour éviter ces contaminations lors du transport et de l'entreposage?

Les incertitudes technologiques qui se présentent lors de l'extraction sont les suivantes:

- On doit d'abord enlever la couche de tourbe dont l'épaisseur est variable. Ensuite, il faut enlever les couches de sable qui elles aussi ont des hauteurs variables.
- Finalement, lorsqu'on arrive à la couche d'argile sensible, elle se liquéfie lorsqu'elle est maniée.

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 elle 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.

Le retour sur les rapports déposés et l'étude de la proposition de procédé font que des conditions préalables doivent être réalisées avant de faire des essais. On procède alors à des cartographies du terrain par stéréoscopie pour acheminer les eaux vers la tourbière plutôt que vers la rive pour éviter l'érosion des berges. Une deuxième qualification du bloc de ressource a lieu mais dans un espace plus circonscrit avec échantillonnage et étalonnage pour connaître la résistance au cisaillement. On veut aussi savoir si l'argile peut se liquéfier.

1.5. Améliorations / Cibles escomptées

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

La caractérisation des composants internes de la boue marine ainsi que des eaux de tourbières, de mer et de rivières obtenues par un procédé d'extraction qui respecte l'ensemble de ses composants naturels comporte des aspects innovateurs en soi.

Les procédés d'extraction et de traitement qui transforment la matière première doivent constamment s'ajuster à la nature de cette matière et de ses eaux pour qu'on obtienne de nouveaux produits possédant les propriétés recherchées. Ces recherches donnent lieu à des innovations technologiques spécifiques nécessaires à la mise en place d'un procédé d'extraction et de production en liaison avec les nouveaux produits que l'on veut obtenir.

La demande mondiale pour des produits de santé naturels d'origine marine qui traitent les vivants est en croissance constante d'où la nécessité de produits issus d'un territoire unique exempt de pollution. Comme la technologie d'extraction vise à éliminer toute contamination pour obtenir des produits à l'état originel et que la méthode d'extraction visée est sans trace, tant le produit que la façon de l'obtenir sont innovateurs.

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 elle 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 en cosmétique 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 dispose de 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 des activités menées durant l'année

De janvier à mars 2011

Les étapes suivantes sont effectuées en janvier 2011

- Drainage du terrain pour caractériser le site de l'essais.
- Caractérisation du terrain
- Qualification d'un bloc de ressource pour évaluer les quantités sur une période de 20 ans.
- Cartographie par stéréoscopie produite afin de connaître les dénivellations de terrain.

Des canaux sont ensuite creusés autour du bloc de ressources.

Les résultats sont que toutes les conditions ont été réalisées avec succès sur le terrain. Les essais sont rendus possible parce que le terrain circonscrit s'assèche progressivement et on a installé un réservoir posé directement sur l'argile pour la pomper Trois rapports en font état, un à l'interne, un autre émis par le géologue senior qui supervisait les travaux et le 3ième par l'ingénieur chargé de projet.

S'ajoutent des cartes pour donner une connaissance approfondie

d'un bloc de ressource qualifiée pour 25 ans. Cependant, des lentilles de sable et des veines d'eau à des profondeurs variables dans le terrain circonscrit remettent en question le pompage de l'argile "in situ" donc de la proposition de procédé.

Plusieurs essais de pompage et échantillonnage en vrac d'une quantité d'argile ont lieu avec diverses pompes de capacités différentes mais on ne réussit pas à liquéfier suffisamment l'argile. On décide alors d'échantillonner en introduisant un réservoir et en liquéfiant l'argile avec le godet de la pelle mécanique. Ce système permettra de pomper l'argile à l'horizontale avec un vis sans fin et de faire une proposition de procédé.

Les résultats font que seul un schéma de procédé très simple est possible avec les connaissances techniques actuelles et les moyens financiers dont dispose l'entreprise. Avec ce schéma qui prévoit un chemin d'accès, l'extraction serait possible à l'année. Les contaminations seraient contrôlées, pas éliminées et une partie seulement du procédé fonctionnerait en circuit fermé. L'échantillonnage a aussi permis à l'entreprise d'avoir des échantillons en quantité suffisante pour mettre des produits de santé naturels sur le marché. Les échantillons analysés en laboratoire pour faire la demande d'homologation des produits de santé naturels provenaient de ce bloc de ressources.

Des essais de pompage des eaux libres et liées ont été réalisés avec diverses pompes avec succès. Les résultats sont que l'entreprise pourra avoir des échantillons lui permettant de développer des gammes de produits à base d'eaux.

Dans l'ensemble, les activités correspondent à des principes de développement durable et permettent de faire une restauration écologique du site.

Avril à décembre 2011

La caractérisation de l'argile et des eaux associées extraites à partir de plusieurs échantillonnages suivis d'analyses de laboratoires a été réalisée. Il reste à trouver le traitement adéquat et les spécifications appropriés pour en faire des produits finis. Quant aux méthodes industrielles de conservation, les résultats se sont traduits par l'obtention d'une licence d'exploitation pour la fabrication de produits de santé naturels. Les méthodes de conservation industrielles des produits finis ont donc été satisfaisantes bien qu'il reste à résoudre certaines problématiques liées au transport du site d'extraction à l'usine.

Des rapports du géologue, de l'arpenteur géomètre, du chargé de projet en ingénierie et des responsables du projet chez AEM avec photos ont ensuite été réalisés.

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

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2011																															Nom.heures	Payées		
	Échantillonnage 7 et procédé pilote d'extraction 3																																		
ECH 7-PPE3	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				
	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	L				
Travail de Jocelyne Bouchard										8						8																	16	224	
Travail de Sylvie Bouchard			8	8	8	8				8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8		160	2128	
Travail de Jean-Claude Deroy			8														8	8	8	8	8			8	8	8	8	8					88	1200	
Travail de Philippe Mimeault			8	8	8	8				8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8		160	2160	
Travail de Denise Saultnier			8	8	8	8	6					8	8	8			8	8	8	8			8	8	8	8	8	8	8	8	2		160	7800	
TOTAL	0	0	32	24	24	24	6	0	0	24	16	24	24	24	0	0	40	32	32	32	24	8	8	32	32	32	32	32	8	2	16	584	13512		
Travail de Solange Bouchard							8																										32	480	
Congés payés																																			
Vacances																																			

Semaine du 3 au 7 janvier

Préparation des installations et des équipements pour le creusage de canaux: délimitation des canaux, de leur profondeur et du sens de l'écoulement des eaux. (S.B., P.M. et D.S.) Creusage des canaux: Démantèlement de la pelle mécanique, entrée des données pour rapport et supervision des travaux. Échantillonnage, détermination d'un bloc de ressources. Installation du réservoir. Planification du travail de la semaine suivante. Rapport du travail Préparation de la 1ère série d'essais

Semaine du 10 au 14 janvier

Location de la pompe et de la génératrice. Livraison de la pompe et génératrice à l'usine avec des boyaux. Préparation de la pompe et attachement de la pompe à des boyaux. Préparation de l'essais à l'usine. Transcription des données pour le rapport à remettre au géologue et à l'ingénieur.

Semane du 17 au 23 janvier

Premier essais (Voir le rapport) Échec de l'essais. Nouveaux essais à l'usine avec des échantillons prélevés lors de l'essais pour savoir si l'argile peut se liquéfier suffisamment pour être pompée. (Voir le rapport). S'en suit de nouvelles recherches sur les pompes avec l'ingénieur chargé de projet. en prenant comme base les expériences de liquéfaction à l'usine Réunions et discussion avec l'ingénieur et le géologue et préparation pour le 2ième essais. Entrée des données pour la rapport et planification du travail pour la semaine suivante

Semaine du 24 au 31 janvier

Le but était d'extraire une quantité suffisante d'argile au moyen de pelle mécanique et par la même occasion faire un autre essai avec un autre type de pompe Voici une description des 6 jours nécessaires pour faire l'extraction. Les deux premières journées ont été consacrées à organiser les équipements nécessaires pour faire l'essais. Une dalle d'écoulement a été construite. Les contenants (sacs et barils) ont été transportés sur le site d'extraction avec la pelle mécanique et un réservoir pour mettre l'argile une fois extraite. Les 26-27-28 et 31 janvier ont été consacrés à faire l'essais et à transporter les échantillons du site d'extraction vers l'usine. Nous avons sélectionné une boîte de camion d'une dimension de 14' de longueur x 7' de largeur avec des coté de 3.5' de hauteur pour une contenance approximative de 12.5 verges cubes et un poids de 18 tonnes. Arrivé au site nous avons utilisé le traineau en acier d'une dimension de 8' largeur x 12' de longueur pour transporter la boîte de camion. Une plaque d'acier de 8' de largeur x 20' de longueur pour soutenir la pelle et tout le matériel et outillage nécessaire sur le site d'extraction.

Semaine du 24 au 31 janvier (suite)

Arrivé à l'endroit prévu, nous avons fait l'installation de la boîte de camion, le traîneau a été installé parallèle à la boîte de camion, la plaque d'acier qui sert à supporter la pelle et une dalle d'écoulement accrocher à la boîte de camion pour faciliter le remplissage des contenants des contenants. Des photos de l'installation ont été prises. Nous avons délimité une parcelle de terrain d'environ 14'x14' à environ 5' du fossé existant, Le but était de garder une bande de terrain qui servirait de barrage afin d'éviter l'apport d'eau provenant du fossé. Nous avons alors débuté le creusage jusqu'à l'argile. Nous avons dû aller un peu plus profond que prévu environ (2') du à la présence de sable juste au centre du trou d'extraction. Une autre excavation de 6' a été creusée dans un coin du trou d'extraction afin de diriger l'eau pour l'installation future d'une pompe à eau de 3' pour éviter les surprises du lendemain. On devait faire un remplissage des contenants de 5 gallons et par la suite le remplissage des sacs de plastiques. L'essai devait précéder le remplissage car si la pompe réussissait à faire son travail, le remplissage allait se faire avec celle-ci. Sinon, on devait le faire manuellement ce qui nécessitait beaucoup plus de temps. Arrivé sur le site nous avons constaté que les veines d'eau aperçus la veille n'avaient pas apporté un apport d'eau extrême preuve que la bande de terrain de 5' qui a été conservée entre le fossé et le trou d'extraction a été efficace. Tous les préparatifs étant faits l'extraction de l'argile a débuté. En discutant avec l'opérateur de la pelle nous avons pris la décision dans un premier temps de ne pas installer la pompe à eau et de faire un test avec la pelle pour éliminer l'eau qui s'était accumulé et le résultat a été concluant. En enlevant des couches d'argile dans l'excavation, nous avons constaté qu'elle se tenait. L'argile se tenait et formait un rouleau tel qu'un gâteau roulé. En voyant cette situation nous avons chargé la boîte de camion et brassé à l'intérieur avec le godet de liquéfier l'argile pour faciliter le remplissage et faire l'essai de la pompe. Nous avons réussi à liquéfier mais il y avait présence de morceaux. Nous avons alors procédé à l'essais de pompage. Celui-ci a été fait avec une pompe à diaphragme de 3" modèle WACKER NEUSON PDI 3A. Nous avons réussi à pomper l'équivalent d'un seau de 5 gallons. Le premier essai a été fait avec le tuyau d'aspiration enfoncer directement dans l'argile on pouvait voir un peu d'aspiration mais aucun liquide ne sortait de la pompe. Le tuyau d'aspiration de la pompe a été mis dans le godet de la pelle qui avait été chargé d'eau pour le nettoyage de la pompe. Elle s'est rechargée et nettoyée. Le tuyau à la sortie a été démonté. Des nouveaux essais en aspirant de l'air et de l'argile en même temps ont été faits et il y a eu un léger écoulement puis rien. On pouvait apercevoir à l'intérieur du tuyau d'aspiration une couche de gel d'environ 1/4" d'épaisseur. Ces essais sont non concluants dus à la viscosité de l'argile, le froid, la capacité de la pompe, le poids de l'argile... Après l'essais, nous avons remis le travail au lendemain. Il a alors été nécessaire de réliquéfier l'argile et la mettre dans le réservoir. Le remplissage des contenants de 5 gallons a débuté et nous avons fait le transport jusqu'à la route avec 2 motoneiges et traîneaux et chargé dans 2 camions 1/2 tonne et remorques, de dimension de 7'x14'. Le processus de remplissage des seaux de 5 gallons a débuté. Les 250 seaux étant remplis, leur transport vers les camions a débuté suivi du transport vers l'usine. Le remplissage des sacs d'une capacité d'environ 25 à 30 kg a débuté (150), suivi du transport vers la route et ensuite vers l'usine. L'utilisation de barils est plus efficace et demande moins de manipulation que celui de petit contenant. des équipements vers la route et le remplissage du trou d'extraction. Environ 150 sacs ont été remplis, 7 barils de 45 gallons ont été remplis. Ils ont été remorqué à la route avec le traîneau et chargé dans la remorque avec la pelle puis transporté à l'usine. Le puit qui avait été installé antérieurement a aussi été rempli avec la pelle. Environ 6,5 tonnes sont emmagasinés là pour de futurs essais et 2,5 tonnes ont été déposés sur une toile et recouvertes avec une autre toile. On a ensuite remis le travail au lendemain pour remplir l'excavation, remonté la pelle mécanique, transporté les équipements et mettre une installation sécuritaire avec des panneaux d'avertissement de danger. En conclusion, Le tout s'est bien déroulé. Voir le rapport.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS FEVRIER 2011																															Nom.heures	Payées
	Échantillonnage 7 et procédé pilote d'extraction 3																																
ECH 7-PPE3	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					
Travail de Jocelyne Bouchard		8					8																									16	224
Travail de Sylvie Bouchard		8					8						8												8							32	672
Travail de Jean-Claude Dero	8	8					8		8					8		8		8					8									64	960
Travail de Philippe Mimeault		8	8						8	8	8						4	8						8	8	8			8			84	1320
Travail de Denise Saulnier		8	8	8	8	8			8	8	8					8	8	8	8	8				8	8	8			9			137	6400
TOTAL	8	40	16	8	8	8	24	0	24	16	16	0	0	16	0	16	12	24	8	8	0	8	16	16	24	0	0	17	0	0	0	333	9576
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard				8																												32	480
Congés payés																																	
Vacances																																	
Semaine du 1 au 4 février	Désinstallation des équipements de remplissage et transport à l'usine (J.C.D) Nettoyage du terrain pour la restauration des sites (J.B.-S.B-J.C.D.-P.M. D.S.) Analyse du travail effectué par P.M. et D.S. en prévision des rencontres avec l'ingénieur et le géologue Rencontres avec Réal Dugas et Éric Hurtubise pour le rapport et le schéma de procédé.																																
Semaine du 7 au 10 février	Préparation pour les essais de pompage des eaux: Recherche d'un ski-doo, de pompes, d'une génératrice et d'un traineau (J.B.-S.B-J.C.D.) Planification des essais de pompage des eaux et mise en état des équipements (J.C.D.-P.M. D.S) Discussion avec le chargé de projet de Québec Biodiversité pour l'envoi d'échantillons des eaux pour analyse et préparation (P.M. et D.S) Entretien avec l'ingénieur pour valider les essais à inclure dans le procédé. Planification du travail.																																
Semaine du 14 au 18	Des essais de pompage des eaux libres et liées ont été réalisés avec diverses pompes avec succès. Les résultats sont que l'entreprise pourra avoir des échantillons lui permettant de développer des gammes de produits à base d'eaux (Voir le rapport) (S.B.-J.C.D.P.M.DS) Préparation et envoi d'échantillons au laboratoire de l'Université McGill pour analyses) Voir le rapport de caractérisation. (P.M. et D.S.) Discussion avec le micro-biologiste pour le rapport de caractérisation et envoi de documents pour la caractérisation.																																
Semaine du 21 au 25	Dans l'ensemble, les activités correspondent à des principes de développement durable et permettent de faire une restauration écologique du site. Poursuite du travail pour finaliser la caractérisation des eaux.																																

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MARS 2011																															Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 7 et procédé pilote d'extraction 3																																	
ECH 7-PPE3	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 Jocelyne Bouchard	8						8									8	8	8															40	560
Travail de Sylvie Bouchard	8						8									8	8	8															40	784
Travail de Jean-Claude Deroy	8						4									8																	20	300
Travail de Philippe Mimeault	8						8									8	4																28	420
Travail de Denise Saulnier	8	8					8	8	8	8	8					8	8		8	6			8	6	3					3		106	5280	
TOTAL	40	8	0	0	0	0	36	8	8	8	8	0	0	0	0	40	28	16	8	6	0	8	6	3	0	0	0	0	3	0	0	234	7344	

Travail pour les rapports des 4 programmes																																		
Travail de Solange Bouchard				8								8																					40	600

Congés tenés

Vacances

Semaine du 1 au 4 mars

Réunion d'équipe (J.B.-S.B.-J.C.D.-P.M. D.S.) pour déterminer la procédure d'entreposage préservant la qualité et l'innocuité des matières, intrants et des produits fabriqués. Il fut alors déterminé que:

Les matières sont entreposées dans des contenants identifiés.

Une fois que les produits aient été étiquetés et emballés, ces derniers seront entreposés dans le local d'entreposage.

Pour chaque lot de production, il faudra compléter la fiche d'entreposage.

Une fois par mois, l'opérateur chargé de l'entreposage doit faire le relevé de la température et de l'humidité.

Si un problème est relevé (lecteur non fonctionnel ou perte d'électricité par exemple), il le notera sur la fiche d'entreposage et il avisera immédiatement le responsable.

Si une action corrective est apportée, elle doit être obligatoirement relevée sur la fiche d'entreposage dans la section Liste des actions correctives

Une fois qu'un lot de production ait été écoulé totalement, la fiche d'entreposage est archivée dans le dossier entreposage.

Toutes les archives sont sous la responsabilité directe du responsable Assurance Qualité

Une fiche technique est élaborée et D.S. inscrit la procédure pour la normaliser et la mettre dans le cahier des charges.

Deux autres réunions d'équipe pour déterminer la tracabilité des matières entreposées et des échantillons afin d'inscrire la procédure dans le cahier des charges. Il fut alors décidé la procédure qui suit: (J.B.-S.B.-J.C.D.-P.M. D.S.)

Aire d'entreposage, au sous-sol, température entre 4 et 6 degrés celcius, sans humidité.

Un thermostat mesure la température de l'aire d'entreposage et le degré d'humidité. L'aire contient :

- De la matière brute, des produits semi-finis, des produits finis (gros volume) étiquetés et emballés d'argile (poudre et boue).
- Des échantillons de matière brute, de produits semi-finis et finis sont aussi entreposés.
- Des contenants pour les gros volumes (big-bag, fûts, seaux), des matières d'emballage (gros volumes) et des palettes

Dépendant des contenants, l'entreposage se fait empilés, dans des bacs, des étagères et des comptoirs.

Semaine du 7 au 18 mars

Au 1er étage :

Matières premières incluant l'argile pour les opérations de mélange

Produits finis étiquetés et emballés issus d'opérations de mélange et échantillons issus des lots de fabrication de produits d'opération de mélange dans des contenants fermés hermétiquement. L'entreposage se fait dans des étagères, des armoires et des comptoirs.

À l'extérieur :

Entreposage de la boue extraite dans un réservoir d'environ 100 tonnes. Son contenu est identifié à partir de la date d'extraction et du claim sur lequel la boue a été extraite
Entreposage sous une toile de plastique ou dans un entrepôt non-chauffé :

- 1) Des fûts identifiés MATIÈRE REJETÉE numérotés à partir de la date d'extraction et du claim sur lequel la boue a été extraite : MR 2007 CDC00045
- 2) Des fûts identifiés ARGILE SÈCHE-PRODUITS SEMI-FINIS NON-CONFORME : 2007 CDC00045 AS.PSF- LF-NC(JJ/MM/AA)
- 3) Des fûts identifiés BOUE-PRODUITS SEMI-FINIS NON-CONFORME : 2007 CDC00045 AS.PSF- LF-NC(JJ/MM/AA)
- 4) Des fûts identifiés POUDRE D'ARGILE-PRODUITS FINIS NON-CONFORME : 2007 CDC00045 PFET (JJ/MM/AA) LF-NC (JJ/MM/AA)
- 5) Des fûts identifiés BOUE –PRODUITS FINIS NON-CONFORME : 2007 CDC00045 BFA (JJ/MM/AA) LF-NC (JJ/MM/AA)

N.B. Cette matière sera récupérée soit pour la fertilisation des sols, soit pour d'autres usages telles que le remplissage des sites exploités parce qu'elle ne contient pas de pathogène.

Au sous-sol :

- 6) Un espace identifié MATIÈRE 1ÈRE contient des fûts et ils sont numérotés à partir de la date d'extraction et du claim sur lequel la boue a été extraite : MR 2007 CDC00045
- 7) Un espace identifié ARGILE SÈCHE-PRODUITS SEMI-FINIS contient des sacs (big-bags) et des bacs identifiés argile sèche-produits semi-finis et ils sont numérotés à partir de la date d'extraction et du claim sur lequel la boue a été extraite ainsi que la date du lot de fabrication : 2007 CDC00045 AS.PSF-LF(JJ/MM/AA).
- 8) Un espace identifié BOUE-PRODUITS SEMI-FINIS contient des fûts, des seaux, des bacs identifiés boue affinée- semi-finie. Le contenant est identifié à partir de la granulométrie et de la liquidité. Ils sont numérotés à partir de la date d'extraction et du claim sur lequel la boue a été extraite ainsi que de la date d'entreposage : 2007 CDC00045 BSF- G90-L 30% LF(JJ/MM/AA)..
- 9) Un espace identifié POUDRE D'ARGILE –PRODUITS FINIS entreposés dans des fûts, des seaux, des bacs, des sacs. Les produits sont emballés et étiquetés. (Voir la fiche technique) sont prêts pour la livraison. Ce sont des produits qui ont été étuvés. Ils sont numérotés à partir de la date d'extraction et du claim sur lequel la boue a été extraite ainsi que la date de l'étuvage et de l'entreposage : 2007 CDC00045 PFET (JJ/MM/AA) LF(JJ/MM/AA) .
- 10) Un espace identifié BOUE –PRODUITS FINIS entreposés dans des fûts, des seaux, des bacs, des sacs... Les produits sont emballés et étiquetés (Voir la fiche technique) Ce sont des produits qui ont été mis en autoclaves.. Ils sont numérotés à partir de la date d'extraction et du claim sur lequel la boue a été extraite ainsi que la date de la sortie de l'autoclave et de l'entreposage : 2007 CDC00045 BFA (JJ/MM/AA) LF (JJ/MM/AA)
- 11) Un espace identifié ÉCHANTILLONS DE MATIÈRE EXTRAITE qui contient 3 échantillons de 1 kg de matière brute étiqueté et numéroté : ECH MB 2007 CDC00045
- 12) Un espace identifié ÉCHANTILLONS DE MATIÈRE EXTRAITE SUSPECTE qui contient 3 échantillons de 1 kg de matière brute étiqueté et numéroté : ECH MBS 2007 CDC00045
- 13) Un espace identifié ÉCHANTILLONS D'ARGILE SÈCHE-PRODUITS SEMI-FINIS qui contient 3 échantillons de 350 gr du lot de fabrication
- 14) Un espace identifié ÉCHANTILLONS D'ARGILE SÈCHE-PRODUITS SEMI-FINIS NON-CONFORME qui contient 3 échantillons de 350 gr d'argile concassée
- 15) Un espace identifié ÉCHANTILLONS BOUE-PRODUITS SEMI-FINIS qui contient 3 échantillons de 350 gr du lot de fabrication
- 16) Un espace identifié ÉCHANTILLONS BOUE-PRODUITS SEMI-FINIS NON CONFORME qui contient 3 échantillons de 350 gr de boue affinée
- 17) Un espace identifié ÉCHANTILLONS DE POUDRE D'ARGILE–PRODUITS FINIS qui contient 3 échantillons de 350 gr du lot de fabrication présentant une non-conformité
- 18) Un espace identifié ÉCHANTILLONS DE POUDRE D'ARGILE–PRODUITS FINIS NON CONFORME qui contient 3 échantillons de 350 gr du lot de fabrication
- 19) Un espace identifié BOUE –PRODUITS FINIS: qui contient 3 échantillons de 350 gr du lot de fabrication.
- 20) Un espace identifié BOUE –PRODUITS FINIS NON-CONFORME qui contient 3 échantillons de 350 gr du lot de fabrication présentant une non-conformité

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2011																														Nom.heures	Payées	
	Échantillonnage 7 et procédé pilote d'extraction																																
ECH 7-PPE3	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 Jocelyne Bouchard																																	
Travail de Sylvie Bouchard																																	
Travail de Jean-Claude Derooy																																	
Travail de Philippe Mimeault																																	
Travail de Denise Saulnier						8	8	8				8	8																		40	2000	
TOTAL	0	0	0	0	0	8	8	8	0	0	0	8	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	40	2000	
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard				8							8														8						32	480	
Congés légers																																	
Vacances																																	

Travail de Denise Saulnier

Différents rapports sont rédigés. Celui de l'année 2010 est finalisé. Des rapports spécifiques au SAE-CNRC et MDEIE selon les objectifs définis, leur sont envoyés. Finalement le rapport de temps et de description des travaux pour l'année 2011 est complété. De plus, les rapports de l'ingénieur et du géologue sont étudiés pour la poursuite du travail.

3. RÉSULTATS

3.1. Résultats quant à l'avancement technologique obtenu pour qualifier un bloc de ressources

3.1.1. DÉTERMINATION ET QUALIFICATION D'UN BLOC DE RESSOURCES AVEC ESSAIS DE DRAINAGE DU TERRAIN-

Description des travaux exécutés le 4 et 5 janvier 2011 sur le site TF-03-09 dans le but de faire les préparatifs pour un essai de pompage de l'argile. Un plan sera joint au rapport du Groupe TDA pour l'illustration des travaux réalisés.

La dimension approximative du site est d'environ de 20X20 mètres. Le début des travaux s'est fait au fossé # 1.

Le **fossé # 1** a été creusé de côté ce qui a augmenté la difficulté de creusage due au manque de stabilité de la pelle mécanique. Étant donné que ce fossé a une sortie vers le fleuve, il a été colmaté pour diminuer le débit de l'eau à l'endroit indiqué sur le plan par B1(bouchon #1). En creusant le fossé, la profondeur de l'argile a été vérifiée à 3 endroits différents. On arrive approximativement aux mêmes résultats que ceux énoncés dans le rapport.

Le **Fossé # 2** a été colmaté pour éviter le trop grand débit d'eau tel que spécifié sur le plan en B2. Lors du début des travaux de creusage du fossé #2, une veine d'eau majeure d'environ l'équivalent d'un tuyau de 4" de diamètre, est apparue. Les travaux ont été abandonnés, à cet endroit dû à la trop forte accumulation d'eau.

Le **fossé # 3**, a été creusé afin de permettre l'écoulement de l'eau. Selon le plan de localisation du Groupe Cadoret minute: 6128, il était indiqué une dénivellation de 2 mètres. Ce fossé a été creusé sur une distance d'environ 40 mètres jusqu'au point le plus bas. Nous avons alors colmaté l'ancien fossé tel qu'indiqué sur le croquis en B3. Dès que ce fossé a été complété, nous avons eu un bon drainage tel que prévu.

Un autre fossé, le no. # 4 a été creusé afin de diminuer la quantité d'eau sur le site. Il est d'une profondeur d'environ 2 mètres. Ce fossé a été arrêté à une distance d'environ 5 mètres du puits TF-03-09. Quatre sondages ont été fait dans ce fossé S-04-11; S-05-11; S-06-11; et S-07-11.

Les 4 sondages correspondent aux résultats précédents.

De retour au fossé # 2, nous avons pris la décision de creuser un nouveau fossé à environ 2 mètres à l'intérieur du site pour faciliter le travail et éviter les inconvénients rencontrés au fossé # 1 et par le fait même économiser du temps de travail de pelle mécanique. La profondeur de ce fossé est de 2.5 mètres. Les sondages effectués au fossé # 2 sont S-08-11, S-09-11, S-10-11, S-11-11 et les résultats sont similaires aux autres sondages.

En conclusion :

11 sondages ont été effectués en creusant les fossés et ces sondages démontrent que l'argile sur le site se situe approximativement à la même profondeur et est de bonne qualité. Ces sondages sont identifiés sur le terrain par les piquets numérotés à l'intérieur du site. L'identification est : S = sondage 01= numéro du sondage 11= année 2011. La couche de sable est inégale à certains endroits mais le maximum est de 0.5 mètre.

Lors du creusage des fossés, il y avait apparence d'écoulement d'eau, le fond des fossés était visible. Après environ 2 heures, on pouvait voir l'écoulement de l'eau. Le lendemain on pouvait y apercevoir environ 1 mètre d'eau et à l'autre bout du fossé # 3, on y apercevait une saturation. Pour le futur, il serait possible d'installer un système de pompage à grand débit au bout du fossé # 3 ou à la jonction du fossé # 2 et # 3 pour diminuer la quantité d'eau si cela s'avère nécessaire.

Nous avons creusé 5 puits pour prendre 3 échantillons d'environ 1 kg d'argile sensible dans chacun des puits. Les données seront fournies par E. Hurtubise, Géologue sénior du Fond d'exploration minérale de la Côte-Nord dans son rapport.

Le tuyau du fossé de 4 pieds de diamètre par 3 mètres de longueur qui servira de puit d'extraction a été installé sur l'argile sans difficultés et est prêt pour les essais du pompage qui se feront dans la semaine du 16 janvier 2011.

3.1.2 RÉSULTATS DU PREMIER ESSAIS

Les travaux énoncés précédemment ont fait l'objet d'une analyse lors d'une rencontre de l'équipe chargée du projet. La location de la pompe à boue et de la génératrice est effectuée et les équipements seront livrés à l'usine.

L'organisation se fait de la façon suivante: La pompe est attachée à un tuyau carré de 4' de diamètre avec une longueur de 6 mètres environ. Un pic est installé au bout du tuyau pour lui permettre de pénétrer et liquéfier l'argile. L'ensemble sera fixé au bras du godet de la pelle mécanique afin qu'elle descende dans le réservoir pour pomper.

Exécution

L'ensemble des équipements sont transportés sur le site d'extraction. L'essai se fait en présence de 2 techniciens de TDA, du conducteur de la pelle mécanique et de deux représentants d'AEM. Le premier constat est que le réservoir est rempli à la moitié d'eau démontrant qu'il n'est pas étanche. On fait le branchement de la pompe à la génératrice et on évacue les eaux avec la pompe à boue dans 1 minute. On tente alors de pomper l'argile. Il sort de l'eau argileuse mais aucune argile liquide. On tente ensuite de liquéfier l'argile avec le boyau et le pic pendant 15 minutes et on fait un nouvel essai mais le résultat est encore négatif. On constate une résistance lors des essais pour liquéfier, on réussit difficilement à enfoncer davantage le boyau et le pic. L'essai se termine par un lavage de la pompe dans un des canaux. Lorsqu'on enfonce la pompe dans le canal, on rencontre de la boue de tourbe qu'elle évacue rapidement, ce qui démontre que la puissance de la pompe n'est pas en cause.

L'essais démontre que:

- L'agitateur qui précède la pompe n'est pas suffisant pour liquéfier l'argile. La force mécanique qui est appliquée n'est pas assez grande et ne couvre une grande surface.
- Une frappe sur l'argile peut la rendre plus molle mais elle ne peut l'homogénéiser
- La capacité de la pompe est suffisante mais comme l'argile n'est pas assez liquide, est en mottes, celle-ci bloque la pompe ce qui fait que rien ne sort dans les boyaux. Ce type de pompe n'est donc pas adapté pour le pompage.
- Nous savons que l'argile peut se pomper lorsqu'elle rencontre la viscosité suffisante et que sa thixotropie la transforme en liquide puisqu'on réussit à la pomper à l'usine.
- Les conditions de terrain mouillé, la hauteur de 5 à 6 mètres de la tourbe jusqu'à l'argile sensible rendent le pompage encore plus difficile.

Suite à ces essais, il est décidé d'explorer une nouvelle avenue: une liquéfaction avec un agitateur à ciment et une pompe à diaphragme.

Pour cela, il a été nécessaire de faire des expériences.

Première expérience

Trou	Épaisseur Couche d'argile	Résultats après l'agitation de l'argile
PO3	1-2 mètres	Aucun sable n'est perçu ni aucune eau qui ne serait pas interstitielle. Après 1 minute d'agitation, l'argile reste visqueuse. Après 2 minutes, elle se liquéfie.
PO3	2.3.mètres	Un peu d'eau à la surface. Pas de sable. Très liquide après 1 minutes d'agitation, coule facilement.
PO3	1-2 mètres	Un peu de sable, pas d'eau, visqueuse, coule plus difficilement

Cette expérience démontre que l'argile échantillonnée peut devenir très liquide et homogène donc elle peut se pomper. Il faut que les agitateurs s'exercent sur une grande surface. La présence de sable influence la liquéfaction.

On décide d'expérimenter un vibreur à ciment de 10" dans des 5 et 45 gallons remplis d'argile à l'usine avec ajout d'eau pour savoir si cela peut influencer la liquéfaction. Si on réussit on pourrait utiliser le vibreur pour liquéfier l'argile avant l'essais de pompage sur le terrain. Voici les résultats:

Deuxième expérience

Essais	Quantité d'argile/ contenant	Temps de vibration avec montée et descente du vibreur dans l'argile	Quantité d'eau ajoutée	Résultats après vibration
No.1	5gallons	1 minute	500ml	L'argile passe de consistance à vase visqueuse. Trop épaisse pour être pompée
No 2	5 gallons	2 minutes	150ml	Vase visqueuse et plus homogène
No 3	45 gallons	2min.13	2" d'eau surnageant	Vase visqueuse jusqu'à 1' dans l'argile. On ne peut descendre plus bas.
No4	Retour à No.2	2 min.	500 ml	L'eau reprend sa place après une minute. L'argile reste trop visqueuse pour être pompée.

3.1.3 RÉSULTATS DU DEUXIÈME ESSAIS

Préparation

La préparation des contenants pour transporter l'argile (sacs de plastique, seau de cinq gallons et de 45 gallons) a également été faite. Le transport des échantillons se fait par deux motoneiges du site d'extraction avec traîneaux jusqu'au chemin principal. On procède ensuite à l'embarquement des contenants sur une remorque traînée par un camion jusqu'à l'usine pour entreposage.

3.2. Deux méthodes: deux plans

Lors d'une rencontre des chargés de projet, il fut discuté de deux méthodes pour échantillonner.

Une première qui consistera à aller chercher l'argile avec une pelle mécanique et qui ira la déposer dans une boîte de camion qui serait installée sur le site à environ 5 pieds de l'excavation. La boîte a une dimension de 14' de longueur x 7' de largeur avec des côtés de 3.5' de hauteur pour une contenance approximative de 12.5 verges cubes et un poids de 18 tonnes. Les contenants seraient ensuite mis dans un traîneau pour être transporté par motoneige jusqu'au chemin principal. Advenant que la première méthode ne marche pas;

Une deuxième façon consisterait à fabriquer une dalle d'écoulement en triangle d'environ 4 pieds de longueur, 3 pieds en haut qui irait en rétrécissant jusqu'à 1 pied en bas avec des côtés d'environ 10 pouces. Le haut serait fixé à la boîte qui contient de l'argile et descendrait jusqu'à 15 pouces du sol et serait alors porté par 2 pattes de la même longueur fixées au sol. L'espace entre la dalle et le contenant servirait à remplir les seaux de 5 gallons et les sacs de plastique. Le bras de la pelle remplirait l'équipement d'argile qui descendrait par gravité jusqu'au seau et au sac. L'équipement en bois est recouvert de plastique pour éviter les contaminations et pour faciliter la descente de l'argile.

Dans les 2 méthodes, on doit recouvrir la boîte dans laquelle l'argile doit être mise avec du plastique pour éviter les contaminations. On procéderait au transport de la façon décrite plus haut.

Essai de pompage : description de la méthode utilisée pour procéder aux essais et faire l'extraction des échantillons

Préparation

Un camion passe à l'usine pour récupérer tous les contenants et le matériel nécessaire pour l'échantillonnage. On procède à une vérification des équipements et des installations.

Arrivé au site, la pelle mécanique a déchargé le fardier. Premièrement un traîneau en acier d'une dimension de 8' de largeur x 12' de longueur a servi à transporter la boîte de camion, une plaque d'acier de 8' de largeur x 20' de longueur pour soutenir la pelle et tout le matériel et outillage nécessaire sur le site d'extraction.

Arrivé à l'endroit prévu, l'installation de la boîte de camion a été faite et le traîneau a été installé parallèle à la boîte de camion. La plaque d'acier qui sert à supporter la pelle et une dalle d'écoulement accrochée à la boîte de camion qui allait servir le lendemain pour faciliter le remplissage des contenants ont également été mis en place. Le godet a descendu un peu plus profond que prévu, environ 2' en raison de la présence de sable

juste au centre du trou d'extraction. Un trou plus profond d'environ 6'a également été creusé dans un coin du trou d'extraction afin de diriger l'eau pour l'installation future d'une pompe a eau de 3' au cas où il y aurait accumulation d'eau le lendemain

L'équipe de travail composé de 12 personnes se rend jusqu'au site d'extraction pour débiter le remplissage des contenants et leur transport pour l'entreposage à l'usine La logistique de la journée était de procéder au remplissage des contenants de 5 gallons et par la suite au remplissage des sacs de plastiques pour terminer avec les contenants de 45 gallons et faire un nouvel essai avec la pompe a diaphragme.

Arrivé sur le site , on constate que les veines d'eau aperçus la veille n'avait pas apporté un apport d'eau important ce qui a fait la preuve que la bande de terrain de 5' qui a été conservé entre le fossé et le trou d'extraction a été efficace .Tous les préparatifs étaient faits lorsque l'extraction de l'argile a débuté .

Après discussion avec l'opérateur de la pelle mécanique, une décision a été prise pour que, dans un premier temps, la pompe à eau ne soit pas installée et de faire un test avec la pelle pour éliminer l'eau qui s'était accumulé. Le résultat a été concluant . Avec le godet de la pelle, une tentative a été faite pour liquéfier l'argile et y prenant que des petites couches minces avant de la charger dans le godet mais le résultat a été que l'argile se tenait et formait un rouleau tel qu'un gâteau roulé peut-être en raison du froid. Constatant cette situation, la boîte de camion a été chargée et l'argile a été liquéfiée, à l'intérieur de la boîte avec le godet pour faciliter le remplissage et faire l'essai de la pompe. L'argile s'est liquéfiée mais il y avait présence de morceaux qui ne voulaient pas se dissoudre donc absence d'homogénéité.

Le remplissage des contenants de 5 gallons a débuté et nous avons fait le transport jusqu'à la route avec 2 motoneiges et traîneaux . Ils ont ensuite été chargé dans 2 camions de ½ tonne et remorques. Le processus de remplissage des sceaux (environ 2 heures) était plus vite que celui du transport des sceaux vers les camions dû a la manipulation.

Essais

Un essai de pompage a été fait avec une pompe a diaphragme de 3"modèle WACKER NEUSON PDI 3A nous avons réussi à pomper l'équivalent d'un sceau de 5 gallons .

Le premier essai a été fait avec le tuyau d'aspiration enfoncer directement dans l'argile on pouvait voir un peu d'aspiration mais aucun liquide ne sortait de la pompe. Le tuyau de la pompe a été démonté à la sortie. Un nouvel essai a été fait en aspirant de l'air et de l'argile en même temps et il y a eu un léger écoulement.

L'essai a ensuite été arrêté. Le tuyau d'aspiration de la pompe a été plongé dans le godet de la pelle qui avait été chargé d'eau pour le nettoyage. La pompe s'est rechargée et nettoyée. On pouvait apercevoir à l'intérieur du tuyau d'aspiration une couche de gel d'environ ¼" d'épaisseur

Cet essai est non concluant. La viscosité de l'argile, la liquéfaction insuffisante, l'absence d'homogénéité, le froid, la capacité de la pompe, le poids de l'argile et d'autres facteurs à analyser font que d'autres méthodes doivent être explorés.

Tous les sceaux (250) étant remplies et comme plus de la moitié restait encore sur place, le premier transport vers l'usine s'est effectué. Nous avons arrêté le remplissage des sacs pour aller remplir le puits qui avait été installé antérieurement. Environ 6.5 tonnes d'argile sont emmagasinées dans ce puits pour de futurs essais.

Le remplissage des sacs d'une capacité d'environ 25 à 30 kg a débuté. Le remplissage s'est arrêté à 14 heures afin de garder du temps pour le transport de l'argile et des équipements vers la route. Nous avons procédé immédiatement au remplissage du trou d'extraction pour profiter de la lumière du jour, éviter les accidents et respecter les normes environnementale. Environ 150 sacs ont été remplis et 7 barils de 45 gallons ont été remorqués à la route avec le traîneau d'acier. Les barils ont été déposés sur la remorque avec la pelle mécanique. Il est à remarqué que l'utilisation de barils est plus efficace, demande moins de temps et de manipulation que celui dans de petits contenants. Par contre, ils demandent de la machinerie lourde pour l'embarquement et le transport.. L'entreposage et la manipulation à l'usine est aussi plus difficile.

En ayant un plan de remplacement en cas d'échec de pompage, on peut affirmer que le tout s'est bien déroulé. L'absence de veine d'eau majeure au trou d'extraction a facilité le travail. Une quantité d'environ 15 tonnes a été transporté vers l'usine en plus de l'emmagasinage dans le puit et la récupération du matériel restant sur le terrain évalué à environ 2 tonnes.

En conclusion :

Une rencontre réunissant les responsables de projet chez AEM et TDA avec la participation du géologue, a servie à évaluer l'ensemble du travail depuis l'intervention du Groupe TDA dans le dossier. Un bilan a été dressé, des hypothèses et des perspectives pour la poursuite du travail ont été amenées. Parmi les aspects positifs, on note la préparation du site et la détermination d'un bloc de ressources circonscrit. Cette connaissance approfondie du terrain et de la matrice argileuse démontrent l'utilité d'avoir procédé à des essais avant de faire l'ingénierie préliminaire. Le fait qu'Argile eau mer dispose d'échantillons pour l'homologation de l'argile de Manicouagan comme produits de santé naturels était aussi nécessaire à la poursuite de son développement puisque toutes les analyses de laboratoires qui ont été présenté à Santé-Canada ont été réalisés à partir du bloc de ressources qui a été qualifié.

Bien que les essais de pompage n'aient pas réussis, des connaissances sur les équipements de liquéfaction et sur les types de pompes ont été développés. Des hypothèses pour utiliser des pompes à piston et une liquéfaction avec des vis sans fin et terriers mécaniques sont suggérés. On a aussi émis des hypothèses quant à une extraction à la pelle mécanique jumelée à du pompage pour le remplissage des contenants déposés sur une plate-forme mobile pour le transport et l'entreposage. L'ensemble est pensé en fonction d'éviter les contaminations.

3.2 Résultats quant à la caractérisation des eaux : les fiches techniques

Les essais de pompage se sont poursuivis en février pour extraire des eaux de mer, glaciaire et de tourbières afin de les caractériser. On a identifiés des pompes pour les essais. Lors des essais, on a considéré qu'il y a des lentilles de sable et des veines d'eau dans la profondeur des couches de terrain qui peuvent intervenir à des distances de mètres. Cette variabilité remet en question le plan prévu par la firme Dessau et oblige à repenser le procédé d'extraction de l'argile mais aussi des eaux. Les résultats des pompages ont donné lieu à des analyses de laboratoires qui se sont traduites par des fiches techniques

3.2.1 Fiche technique Argileeaumer Inc : Eau de mer

I-Identification du produit et de la Société

Nom du produit : eau de mer

Nom du fournisseur/du fabricant, adresse et no de

Téléphone d'urgence : Voir en dessous.

N° d'enregistrement :

Catégorie : Produit naturel

Produit(s) comparables :

Usage du produit: divers

II-Composition - Identification des constituants

Données physiques

- Apparence/ Couleur: normale
- Seuil de l'odeur (ppm): Pas disponible

- État physique: liquide
- pH (de l'eau): 7.9 à 20°C

Composition organique :

La détermination de la composition organique a été effectuée suivant les protocoles définis par l'Association of Analytical Communities (AOAC).

Composés	Teneur (µg/L)
Carbohydrates	4632.6±35.92
Protéines (%)	< 0.63
Chlorophylle	1.8±0.44
Caroténoïdes	0.02±0.01
Carbone organique total (mgC/L)	293.9±1.0

Remarque: Les renseignements contenus dans la fiche technique s'appliquent aux eaux associées à l'argile de Manicouagan.

Éléments chimiques

L'analyse des éléments chimiques présents dans l'eau de mer a été effectuée grâce à la méthode 200.7 par ICP-OES utilisant un équipement de type *Varian Vista – MPX CCD*.

Éléments	Quantité (ppm)
Al	16.6±1.1
As	<0.2
Cd	<0.2
Ca	3550.6±28.7
Cr	0.14±0.02
Fe	14.83±5.56
Pb	<0.2
Mg	8953.8±84.8

K	6009.5±240
Se	<0.2
Na	135971±5358.5
Hg	<0.2
Zn	<0.2

* **Ingrédients d'importance dermatologique** - L'eau de mer renferme une diversité de micro-éléments tels le sodium, le calcium, le fer, le potassium et le magnésium. Ce sont des éléments très recherchés pour les soins et les traitements corporels. Par exemple, l'adoucissement et le raffermissement de la peau avec le calcium.

Tests d'innocuité :

L'analyse des métaux lourds (Pb, As, Cd, Hg et Cr) a également permis de montrer que les échantillons d'eau de mer étaient exempts de métaux lourds ou difficiles à détecter avec la méthode ICP-OES.

Données microbiologiques :

L'analyse microbiologique révèle un compte aérobic total élevé. Il serait toutefois impératif de procéder à un prétraitement pour se débarrasser des *bactéries aérobic totales*, des coliformes totaux et surtout des Salmonelles.

Type d'eau	Compte aérobic total	Coliformes totaux	Levures et Champignons	<i>Pseudomonas</i> total	<i>Staphylococcus</i> total	<i>Salmonelles</i> totales
Eau de mer	22267	1567	10	0	0	140

Clause d'exonération de responsabilités:

Les renseignements fournis dans la fiche technique ont été préparés à partir de résultats de recherche effectués avec la collaboration de nos partenaires scientifiques et compilés par la Compagnie Québec Biodiversité Enr. Par conséquent, ils sont exacts et fiables du point de vue technique. Aucune garantie expresse ou implicite n'est émise et ni le fournisseur ni Québec Biodiversité Enr. ne sera responsable en cas de perte, blessures ou dommages indirects résultant de l'utilisation du produit.

3.3.2 Fiche technique Argileeaumer Inc : Eau de tourbière

I-Identification du produit et de la Société

Nom du produit : eau de tourbière

Nom du fournisseur/du fabricant, adresse et no de

Téléphone d'urgence : Voir en dessous.

N° d'enregistrement :

Catégorie : Produit naturel

Produit(s) comparables :

Usage du produit: divers

II-Composition - Identification des constituants

Données physiques

- Apparence/ Couleur: normale
- Seuil de l'odeur (ppm): Pas disponible
- État physique: liquide
- pH (de l'eau): 5.9 à 20°C

Composition organique :

La détermination de la composition organique a été effectuée suivant les protocoles définis par l'Association of Analytical Communities (AOAC).

Composés	Teneur (µg/L)
Carbohydrates	7328.9±481
Protéines (%)	< 0.63
Chlorophylle	0.7±0.04
Caroténoïdes	0.02±0.01

Carbone organique total (mgC/L)	30.2±0.4
------------------------------------	----------

Remarque: Les renseignements contenus dans la fiche technique s'appliquent aux eaux associées à l'argile de Manicouagan.

Éléments chimiques

L'analyse des éléments chimiques présents dans l'eau de tourbière a été effectuée grâce à la méthode 200.7 par ICP-OES utilisant un équipement de type *Varian Vista -MPX CCD*.

Éléments	Quantité (ppm)
Al	29.97±0.21
As	<0.2
Cd	<0.2
Ca	246.9±10.5
Cr	0.05±0.01
Fe	55.3±0.5
Pb	<0.2
Mg	67.8±21.1
K	38.3±1.9
Se	<0.2
Na	515.4±7.2
Hg	<0.2
Zn	<0.2

** Ingrédients d'importance dermatologique - L'eau de tourbière renferme une diversité de micro-éléments tels le sodium, le calcium, le fer, le potassium et le magnésium. Ce sont des éléments très recherchés pour les soins et les traitements corporels. Par exemple, l'adoucissement et le raffermissement de la peau avec le calcium.*

Tests d'innocuité :

L'analyse des métaux lourds (Pb, As, Cd, Hg et Cr) a également permis de montrer que les échantillons d'eau de tourbière étaient exempts de métaux lourds *ou difficiles à détecter* avec la méthode ICP-OES.

Données microbiologiques :

L'analyse microbiologique révèle un compte aérobie normal et acceptable total. Il serait toutefois impératif de procéder à un prétraitement pour se débarrasser des *bactéries aérobie totales, des Pseudomonas* et surtout des Salmonelles.

Type d'eau	Compte aérobie total	Coliformes totaux	Levures et Champignons	<i>Pseudomonas</i> total	<i>Staphylococcus</i> total	<i>Salmonelles</i> totales
Eau de tourbière	2277	0	0	10	0	40

Clause d'exonération de responsabilités:

Les renseignements fournis dans la fiche technique ont été préparés à partir de résultats de recherche effectués avec la collaboration de nos partenaires scientifiques et compilés par la Compagnie Québec Biodiversité Enr. Par conséquent, ils sont exacts et fiables du point de vue technique. Aucune garantie expresse ou implicite n'est émise et ni le fournisseur ni Québec Biodiversité Enr. ne sera responsable en cas de perte, blessures ou dommages indirects résultant de l'utilisation du produit.

3.2.3. Fiche technique Argiléeaumer Inc : Eau glaciale

I-Identification du produit et de la Société

Nom du produit : eau froide (rivière)

Nom du fournisseur/du fabricant, adresse et no de

téléphone d'urgence : Voir en dessous.

N° d'enregistrement :

Catégorie : Produit naturel

Produit(s) comparables :

Usage du produit: divers

II-Composition - Identification des constituants

Données physiques

- Apparence/ Couleur: normale
- Seuil de l'odeur (ppm): Pas disponible
- État physique: liquide
- pH (de l'eau): 8.0 à 20°C

Composition organique :

La détermination de la composition organique a été effectuée suivant les protocoles définis par l'Association of Analytical Communities (AOAC).

Composés	Teneur (µg/L)
Carbohydrates	1995.6
Protéines (%)	< 0.63
Chlorophylle	0.71±0.17
Caroténoïdes	0.02±0.01
Carbone organique total (mgC/L)	221.9±1.1

Remarque: Les renseignements contenus dans la fiche technique s'appliquent aux eaux associées à l'argile de Manicouagan.

Éléments chimiques

L'analyse des éléments chimiques présents dans l'eau froide a été effectuée grâce à la méthode 200.7 par ICP-OES utilisant un équipement de type Varian Vista – MPX CCD.

Éléments	Quantité (ppm)
Al	409.8±23.54
As	<0.2
Cd	<0.2
Ca	1326.26±15.24
Cr	1.00±0.06

Fe	306.17±13.06
Pb	<0.2
Mg	2581.97±6.47
K	2714±15.77
Se	<0.2
Na	79724±1142.7
Hg	<0.2
Zn	<0.2

* **Ingrédients d'importance dermatologique** - L'eau froide en provenance de la rivière Manicouagan renferme une diversité de micro-éléments tels le sodium, le calcium, le fer, le potassium et le magnésium. Ce sont des éléments très recherchés pour les soins et les traitements corporels. Par exemple, l'adoucissement et le raffermissement de la peau avec le calcium. De plus les métaux lourds sont absents.

Tests d'innocuité :

L'analyse des métaux lourds (Pb, As, Cd, Hg et Cr) a également permis de montrer que les échantillons d'eau froide étaient exempts de métaux lourds ou difficiles à détecter avec la méthode ICP-OES.

Données microbiologiques :

L'analyse microbiologique révèle la présence d'une flore normale comparable et acceptable. Il serait toutefois impératif de procéder à un prétraitement pour se débarrasser des coliformes totaux. Selon toutes les

Type d'eau	Compte aérobic total	Coliformes totaux	Levures et Champignons	<i>Pseudomonas</i> total	<i>Staphylococcus</i> total	<i>Salmonelles</i> totales
Eau froide	4600	9667	0	10	0	0

Clause d'exonération de responsabilités:

Les renseignements fournis dans la fiche technique ont été préparés à partir de résultats de recherche effectués avec la collaboration de nos partenaires scientifiques et compilés par la Compagnie Québec Biodiversité Enr. Par conséquent, ils sont exacts et fiables du point de vue technique. Aucune garantie

expresse ou implicite n'est émise et ni le fournisseur ni Québec Biodiversité Enr. ne sera responsable en cas de perte, blessures ou dommages indirects résultant de l'utilisation du produit.

3.3 Résultats quant aux objectifs

Nous sommes à l'étape de la conception du procédé qui remplacera l'extraction à la pelle mécanique. Celle-ci comporte les désavantages d'être possible seulement en hiver à des degrés de température de gel élevé pour permettre la circulation de la machinerie lourde comme la pelle mécanique.

D'autre part, les défis technologiques que pose ce nouveau procédé par succion ou encore par pompage qui est lié à la nature rhéologique réversible de l'argile, oblige également à réviser les essais proposés. Il y a des facteurs inconnus qui ne sont pas encore maîtrisés qui sont relatifs 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. La sécurité des travaux est aussi mise en cause.

Compte tenu de l'ensemble de ces facteurs, il est apparu raisonnable que pour avancer technologiquement, de procéder à des essais intermédiaires afin de repenser l'ensemble des facteurs avant de faire de penser à installer un procédé fixe sur le terrain.

4. RECOMMANDATIONS

Pour le développement du procédé

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

- 1) Construire un chemin d'accès à l'argile et aux eaux
- 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:

- faire une extraction sans trace dans l'optique d'un développement durable de la ressource;
- résoudre les problèmes technologiques que posent un nouveau procédé 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
- faire un essai expérimental 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 sa nature.
- poursuivre l'objectif d'extraire l'argile sans la mettre en contact avec aucune contamination.
- étudier le transport et l'entreposage pour éviter ces contaminations lors des tests expérimentaux

5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE

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

- Médiagraphie et explication de la nature de la recherche
- Rapport d'étape de Denise Saulnier

RÉSUMÉ DES QUALIFICATIONS ET EXPÉRIENCES DU PERSONNEL IMPLIQUÉ À LA RS/DE : 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

✍ Olivier Thomas, Ingénieur civil, et Jean François Picard , Bac. En Géologie :: Conseiller du Programme d'aide à la Recherche Industrielle PARI-CNRC, Conseil National de recherche du Canada assisté de Messieurs Sylvain Saint-Gelais et du conseiller technique de PARI

✍ Éric Hurtubise, Géologue résident sénior, Corporation du développement minéral

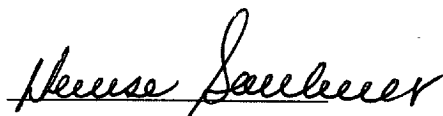
✍ Réal Dugas, chargé de projet de la Firme TDA

N.B. Voir le rapport des experts et les rapports déposés auprès des organismes d'aides.

Argile eau mer

6.11 (SUITE DU PROGRAMME UP5) PROGRAMME UP6 : CONCEPTION D'UNE UNITÉ PILOTE D'UN PROCÉDÉ DE FABRICATION INDUSTRIEL, INGÉNIERIE ET ESSAIS DES ÉQUIPEMENTS SUR DE NOUVEAUX ÉCHANTILLONS D'ARGILE MARINE. 42 PAGES EXCLUANT L'ANNEXE : 1 PAGES SAULNIER, DENISE, ANNÉE 2011

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2011 AU 31 DÉCEMBRE 2011



PAR : DENISE SAULNIER, PRÉSIDENTE

Juin 2012

www.argileeaumer.ca

1276419

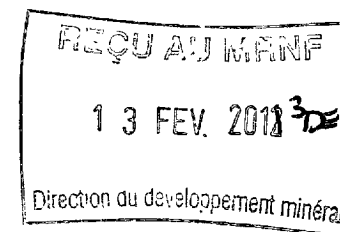


TABLE DES MATIÈRES

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.9
2.1 DESCRIPTION DES TRAVAUX DU 1 JANVIER 2011 AU 31 DÉCEMBRE 2011 :	
2.2 DESCRIPTION DES TRAVAUX AVEC FEUILLES DE TEMPS	
3. RÉSULTATS.....	p.24
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.38
4.1 POUR LA PHASE SÈCHE ET HUMIDE DU PROCÉDÉ	
4.2 POUR LES PRODUITS	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE.....	p.40

RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX SUR LE PROJET

CODE DE PROJET : **UP6**

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

Nom des chargés de projet :

- Julie Beaulieu, Philippe Mimeault et Denise Saulnier pour Argile eau mer
- Réal Dugas, ingénieur et Groupe Conseil d'ingénieurs de TDA
- Yacine Boumghar, phd en chimie, MBA Centre de Chimie et de Pétrochimie du Québec

Date de début du projet: 20 janvier 2006

Date de fin du projet prévue : Janvier 2014

Tél. : 418.567.9620

Fax : 514.5934261

Courriel : infos@argileeaumer.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 consistera à conserver les propriétés thérapeutiques de l'argile contenues dans la phase liquide et la phase solide. La prévention des contaminations doit être présente dans toutes les phases du procédé. Les principales caractéristiques sont :

- 1) La mise en place progressive d'une unité pilote mécanisée et semi-automatisée de traitement de l'argile qui fonctionne en circuit fermé.
- 2) L'identification des étapes, des contraintes et des obstacles techniques à surmonter pour parvenir à implanter cette unité pilote.
- 3) l'exploration de solutions techniques et les adaptations technologiques à faire pour la mise en place du procédé qui correspond aux bonnes pratiques de fabrication.

Le procédé de traitement à implanter repose sur le principe de la micronisation de l'argile .La micronisation comprend les étapes suivantes :

- Broyage par écrasement ou désagrégation
- Séparation des particules selon la granulométrie par tamisage, aspiration ou centrifugation.
- Méthodes de contrôles du Ph, de la viscosité, de la granulométrie et du niveau de liquidité
- Procédures d'entreposage des produits selon leur état: de brut à semi-finis et de semi-finis à finis
- Mise en place d'un laboratoire pour effectuer les contrôles, procéder à la stérilisation et au conditionnement des produits en salle propre munie d'un SAS
- Adaptation de méthodes industrielles pour l'emballage, l'étiquetage et la livraison des produits.

4) L'obtention d'une licence d'exploitation pour la fabrication de produits de santé naturels

La licence d'exploitation de procédé de fabrication de produits d'argile marine sensible pour des usages en santé humaine, animale et en fertilisation des sols doit être définie en fonction de procédures opératoires normalisées et en fiches techniques. Celles-ci doivent respecter les principes de traçabilité des produits, la séparation des aires de fabrication, l'innocuité des produits. L'élimination des contaminations est basée sur des méthodes de fabrication et de conservation prévues à la source puisque ce sont des produits de santé.

L'avancement recherché se situe au niveau de

- L'identification des caractéristiques techniques du procédé en système fermé, mécanisé et semi-automatisé.
- La mise en place progressive du procédé avec validation à chacune des phases.
- L'homologation d'une nouvelle matière première comme produits de santé naturels.

Les activités de l'année 2011 sont relatives à la validation du procédé dans son ensemble et aux méthodes de contrôles des produits en laboratoires.

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.

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 euro-

péens 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.

L'avancement recherché se situe 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.

Les activités de l'année 201 sont relatives à la mise en place des équipements et du matériel à installer pour éviter les contaminations dans les produits finis.

L'installation du laboratoire avec la mise en place d'une phase de conditionnement et d'une phase stérile doit être validée par une assurance qualité afin d'établir de bonnes pratiques de fabrication. Une licence d'exploitation pour la fabrication de produits de santé naturels est l'objectif à atteindre

1.3 INCERTITUDES ET CONTRAINTES TECHNOLOGIQUES

Les contraintes technologiques liées à la micronisation, à stérilisation, au conditionnement, à l'entreposage, à la conservation des produits et à leur emballage et étiquetage constituent les incertitudes à résoudre dans le présent programme

Des incertitudes technologiques persistent quant à l'ingénierie relative au procédé puisque les phases sèches et humides et leurs liaisons ne fonctionnent pas en continue et en circuit fermé prévues dans les objectifs initiaux. Le procédé fonctionne actuellement par batch.

D'autres incertitudes technologiques apparaissent ou encore restent à lever :

- Dans les ajustements techniques mécaniques et les inter- relations entre les machines. Malgré tous les efforts mis pour ajuster le broyeur secondaire au fonctionnement de la phase sèche, l'usure des pièces internes est telle que le broyeur n'arrive

pas à microniser plus de 250kg sans que des morceaux de pièces passent dans l'argile fabriquée. L'incertitude technologique consiste à savoir si nous arriverons à microniser à un pourcentage de particules exigées avec une machine qui ne contaminera pas le produit.

- Dans la nature rhéoépaississante de la boue
Les diverses études effectuées sur la viscosité n'ont pas réussi à éviter le colmatage des circuits dans lesquels plusieurs pompes diverses et de capacités différentes sont en action

L'agglomération bloque et risque d'endommager les circuits en raison de l'abrasivité. L'incertitude reste même si plusieurs avancées ont été réalisées pour résoudre le problème.

- La nature rhéologique réversible du produit
Des recherches plus avancées pour résoudre la constance du niveau de liquidité et de viscosité ont été réalisées dans l'année en cours

- La réversibilité des produits complique les contrôles et les procédures opératoires. L'incertitude reste quant aux solutions à apporter pour assurer la reproductivité.
- Dans les produits finis ? Les temps de broyage correspondent généralement à la séparation granulométrique espérée. Cependant, les analyses au sujet de la séparation correspondante à des minéraux définis reste à faire ainsi que les procédures opératoires pour normaliser le pourcentage minéralogique de ces séparations. Pour lever ces incertitudes, une séparation par hydrocyclone ou autres procédés de tamisage doit être expérimentée après le broyage. L'ensemble de ces interventions pose des incertitudes quant à la conservation des propriétés initiales après ces opérations et l'identification de la nature des changements qui s'opèrent. Ces problématiques font que la formulation des produits ayant les caractéristiques désirées par les marchés internationaux reste incertaines ainsi que la manière d'obtenir ces caractéristiques.
- Dans le procédé comme tel.
Actuellement, tel qu'il est organisé, des unités futures peuvent être installées en fonction des marchés pour développer le procédé. La conception du développement du procédé reste incertaine quant à l'ingénierie détaillée au niveau mécanique et électrique? Est-ce que les essais avec les différentes machines donneront les résultats escomptés? Quel ajustement technologique devra-t-on faire? Les produits d'argile conserveront-ils leurs propriétés initiales après ces opérations? Quels seront la nature des changements s'il y en a?

1.4. Avancement scientifique ou technologique

L'avancement recherché se situe 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 la deuxième unité du procédé soit celle des produits finis liés :
 - à leur entreposage
 - aux opérations de mélange
 - à la stérilisation,
 - à leur conditionnement
 - à l'emballage
 - à la livraison
- La liaison de la première unité à la deuxième.
- L'obtention de la licence d'exploitation par Santé-Canda incluant l'élaboration de procédures opératoires normalisées, des fiches techniques en relation et un programme de formation pour les employés.

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 avant de passer à l'étape de l'implantation.
- 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 l'installation d'un laboratoire avec salle blanche
- Consultation d'experts en génie civil, en génie mécanique et électrique et en dermocosmétique.

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.

2. DESCRIPTION DES TRAVAUX DANS L'ANNÉE

2.1. Description des travaux du 1 janvier 2011 au 31 décembre 2011

De janvier à mai 2011 : Procédures opératoires normalisées, fiches techniques et essais.

Les procédures opératoires normalisées ont été appliquées à l'ensemble du procédé en assurant la qualité de fabrication par des fiches techniques du site d'exploitation. Suite à l'extraction de nouveaux échantillons en janvier, les procédures d'entreposage ont été vérifiées et révisées. L'entreposage de l'argile brute, des produits semi-finis et des produits finis a été codifiée afin d'assurer la traçabilité essentielle au cahier de charge.

La phase sèche du procédé a été ajustée. Plusieurs tests pour corriger l'usure prématurée des pièces du micropulvérisateur ont été faits selon une procédure établie par le technicien du fournisseur. Pour corriger l'usure, un tamis placé à l'entrée de la matière dans le broyeur a été fabriqué à l'interne pour empêcher les particules grossières de pénétrer. Plusieurs tamis de tailles différentes ont été expérimentés avec comme résultat d'occasionner une contamination de l'argile. Elle a été retirée.

Suite à une correspondance avec le représentant-fournisseur, 250kg d'argile sèche a été envoyée chez Hosokawa Micron au New-Jersey pour faire des tests témoins dans leur usine pilote avec le même micropulvérisateur. À l'usine, le broyeur a été démonté. Il a été constaté que le dôme, les marteaux et les tamis étaient complètement usés. La capacité du moteur semblait être insuffisante. Les résultats des tests ont été envoyés par Hosokawa micron confirmant qu'avec le même micropulvérisateur, l'usure des pièces principales (tamis, marteaux et dôme) était de 90% après broyage des 250kg. Des suggestions quant à l'installation de nouvelles pièces ont été faites.

Devant la complexité de la problématique et le peu d'informations quant aux techniques de réparation du broyeur, une décision a été prise afin de faire venir le technicien d'Hosokawa pour réparer la machine et donner une formation aux employés

De mai à août 2011 : Ajustements techniques, licence d'exploitation et essais avec le micropulvérisateur.

La licence d'exploitation est redemandée 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 juillet 2011. Des procédures de contrôle de la viscosité, du PH, du niveau de liquidité ont été appliquées à chaque type de produits. Ces études beaucoup plus contrôlées ont donné lieu à des normes inscrites dans le cahier de charges et de laboratoire.

D'autre part, en prévision de la visite du technicien d'Hosokawa, la préparation du broyeur a été effectuée. Des tests ont été effectués. Des pièces nécessaires à la réparation ont été commandées. Deux jours ont suffi au technicien pour remonter le broyeur. Comme il manquait des pièces, la machine n'a pas été remontée complètement entraînant un manque de preuves pour démontrer

l'inefficacité de la machine. Dans la même période, plusieurs ajustements techniques ont été faits (pose d'escaliers sécuritaires, de verrous, de supports, de prise électrique...) dans toutes les phases du procédé.

De août à décembre 2011 :

Les ajustements techniques se sont poursuivis avec un suivi du cahier de charge pour remplir adéquatement les fiches. Suite à la réception des pièces, le micro-pulvérisateur a été remonté. Une procédure d'essais basée sur temps de broyage/vérification des pièces a été élaborée suivie d'essais. Les résultats sont qu'après un broyage de 250kg, l'usure des pièces débute représentant un danger de contamination par le débris de pièces se retrouvant dans l'argile broyée. Ce risque constant de contamination (confirmée par le fournisseur) fait que le micropulvérisateur a été classé comme matériel consommé.

2.2. Description des travaux de chaque travailleur : feuilles de temps

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2011																															Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 6																																	
UP6	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						
Travail de Jocelyne Bouchard	8		8	8				8	8	8	8				8	8	8	8					8	8	8								112	1344
Travail de Philippe Mimeault				8				8						8	8	8	4					8											52	780
Travail de Jean-Claude Deroy														8								8											16	240
	8	0	8	16	0	0	0	16	8	8	8	0	0	8	24	16	12	8	0	0	16	8	8	8	0	0	0	0	0	0	0	180	2364	

Semaine du 1 au 4 février

Travail de Sylvie Bouchard: 24 hrs

Les procédures opératoires normalisées ont été expliquées pour l'ensemble du procédé en assurant la qualité de fabrication requise qui est consignée dans des fiches techniques. Celles-ci ont été étudiées pour savoir comment les remplir selon une procédure établie.

Travail de Philippe Mimeault: 8 hrs

Semaines du 7 au 11 février

Travail de Sylvie Bouchard: 32 hrs

Suite à l'extraction de nouveaux échantillons, les procédures d'entreposage ont été vérifiées et révisées. L'entreposage des échantillons, des produits semis-finis et finis a été refait avec une nouvelle codification de façon à assurer la traçabilité des produits. Le cahier des charges a été modifié en conséquence.

Travail de Philippe Mimeault: 8 hrs

Semaines du 14 au 18 février

Travail de Sylvie Bouchard: 32 hrs

P.M. travaille à l'ajustement de la phase sèche du procédé. Ensuite le travail en équipe conduit à la conception et à la fabrication d'un tamis pour éviter que des particules autres que l'argile (sable, petits cailloux et galets, petits coquillages...) entrent dans le micro-pulvérisateur. Il a été placé à l'entrée de l'argile dans le broyeur. Plusieurs essais pour corriger l'usure prématurée des pièces ont été faits selon une procédure fixée par le technicien-fournisseur.

Travail de Philippe Mimeault: 28 hrs

Travail de Jean-Claude Deroy: 8hrs

Semaines du 21 au 25 février

Travail de Sylvie Bouchard: 24 hrs

La mise en application de la procédure a débuté par un premier essai avec un tamis de maille 32. Détermination des quantités à expérimenter: 245 kg

Travail de Philippe Mimeault: 8hrs

Unités de mesure pour arriver à des conclusions traduisibles dans des résultats certains: rapport temps/ usure des pièces/type de tamis

Travail de Jean-Claude Deroy: 8hrs

Mise en application de la procédure par un premier essai.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MARS 2011																															Nom.heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 6																																
UP6	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 Jocelyne Bouchard																																0	
Travail de Sylvie Bouchard		8	8	8				8	8	8	8			8	8						8	8	8	8	8			8	8	8	8	144	2036
Travail de Jean-Claude Deroy		8	8	8			4	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	6								130	1950
Travail de Philippe Mimeault		8	8					8	8	8	8			8	8		4				8	8	8	8	8				4	8	8	128	2160
Travail de Denise Saulnier																																0	
	0	24	24	16	0	0	4	24	24	24	24	0	0	24	24	8	12	8	0	0	24	24	24	22	16	0	0	8	12	16	16	402	6146
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard				8								8														8						40	600
Congés fériés																																	
Vacances																																	
Semaine du 1 au 4 mars																																	
Travail de Sylvie Bouchard: 24 hrs	Les résultats montrent qu'en s'usant des débris sont rejetés. Ils viennent contaminer l'argile broyée. Ces résultats ont été constatés en mesurant le poids initial des pièces qu'il a été nécessaire de démonter par rapport au résultat final après le premier essais.																																
Travail de Philippe Mimeault: 8 hrs	Entrée des données des mois de février et mars pour le travail de fin d'année.																																
Travail de Solange Bouchard																																	
Semaine du 7 au 11 mars																																	
Travail de Sylvie Bouchard: 32 hrs	Il fut alors décidé de remonter les pièces dans le broyeur afin de procéder à un 2ième essais avec le même tamis et les mêmes mailles. On voulait mesurer jusqu'à quel temps l'usure des pièces seraient maximales. La même protocole était appliqué. 251 kg d'argile ont été mis à l'essais.																																
Travail de Philippe Mimeault: 8 hrs	Entrée des données des mois de février et mars pour le travail de fin d'année.																																
Travail de Solange Bouchard																																	
Semaines du 14 au 18 mars																																	
Travail de Sylvie Bouchard: 32 hrs	Les résultats sont encore plus concluants. Après avoir démonté les pièces principales du broyeur, le tamis rejetait encore plus de son contenu dans le matériel. Le risque de contamination augmentait. Les clients qui expérimentaient le produit risquaient de le rejeter s'ils faisaient l'analyse des contaminats.																																
Travail de Philippe Mimeault: 28 hrs	Entrée des données des mois de février et mars pour le travail de fin d'année.																																
Travail de Jean-Claude Deroy: 8hrs																																	
Travail de Solange Bouchard																																	
Semaines du 21 au 25 mars																																	
Travail de Sylvie Bouchard: 24 hrs	Faisant un constat, il fut alors décidé de procéder à un dernier essais avec un tamis de taille 32 avec des mailles beaucoup plus grande																																
Travail de Philippe Mimeault: 8hrs	Suite à cette planification du travail, on décida de consulter des experts pour savoir comment résoudre le problème avant de procéder à un nouvel essais. On décida alors de remonter le broyeur et de consulter les fournisseurs.																																
Travail de Jean-Claude Deroy: 8hrs	Entrée des données des mois de février et mars pour le travail de fin d'année.																																
Travail de Solange Bouchard																																	
Semaines du 21 au 25 mars																																	
Travail de Sylvie Bouchard	L'inscription des données a été effectuée par S.B qui suggéra à P.M de soumettre à l'assurance qualité les résultats des tests avant de poursuivre. L'enregistrement électronique des résultats et des constats furent acheminés à D.S pour évaluation.																																
Travail de Philippe Mimeault	Entrée des données des mois de février et mars pour le travail de fin d'année.																																
Travail de Solange Bouchard																																	

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2011																														Nom.heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 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		
UP6	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			
Travail de Jean-Claude Deroy					8	8	8	8				8	8	8				8	8	2								8				
Travail de Philippe Mimeault				8	8	8	8	8				8	8	8	8			8	8	8	8	8						8	8	8		
Travail de Denise Saulnier				8								8	8															8				
	0	0	0	16	16	24	24	24	0	0	0	24	24	32	24	0	0	16	16	18	16	16	0	0	0	8	16	32	16	0	0	
	Travail pour les rapports des 4 programmes																															
Travail de Solange Bouchard				8							8							8								8						
Congés légiés																																
Vacances																																
Semaine du 4 au 8 avril																																
Travail UP6	P.M. informe D.S des problèmes sur le broyeur/micropulvériseur. On rejoint le représentant qui lui contacte le fournisseur pour exposer la																															
Travail de Sylvie Bouchard, 24 hrs	problématique. S'en suit une correspondance électronique et d'un dernier essais pour vérifier la température du moteur après un temps donné																															
Travail de Philippe Mimeault, 40 hrs	de fonctionnement. Le moteur commence à chauffer après 2 hrs pour une quantité broyée de 246 kg.																															
Travail de Denise Saulnier, 8 hrs	La procédure normalisée pour l'entreposage est vérifiée et ajustée afin de ranger la matière extraite. Les fiches techniques sont étudiées.																															
Travail de Jean-Claude Deroy, 32 hrs	Réunion d'équipe pour la planification du travail de l'entreposage selon les BPF et explication du rôle de l'assurance-qualité.																															
Travail de Solange Bouchard, 8 hrs	Entrée des données pour le rapport.																															
Semaine du 12 au 15 avril																																
Travail de Sylvie Bouchard, 32 hrs	Réaménagement de l'entreposage selon les procédures opératoires normalisées. Les fiches techniques sont remplies pour le cahier																															
Travail de Philippe Mimeault, 32 hrs	des registres. L'assurance-qualité procède à l'inspection et signe les fiches du registre et l'inscrit dans le rapport de l'audit.																															
Travail de Jean-Claude Deroy, 24 hrs	J.C.D organise les postes de travail dans la phase sèche																															
Travail de Denise Saulnier, 16 hrs																																
Travail de Solange Bouchard, 8 hrs	Entrée des données pour le rapport.																															
Semaines du 18 au 22 avril																																
Travail de Sylvie Bouchard, 24 hrs	Poursuite de l'entreposage selon les procédures opératoires normalisées. Les fiches techniques sont remplies pour le cahier																															
Travail de Philippe Mimeault, 40 hrs	des registres. P.M. surveille les travaux, inscrit la codification dans les fiches et fait rapport à l'assurance-qualité.																															
Travail de Jean-Claude Deroy, 8 hrs	Finalisation du poste de travail dans la phase sèche																															
Travail de Solange Bouchard, 8 hrs	Entrée des données pour le rapport.																															
Semaines du 25 au 29 avril																																
Travail de Sylvie Bouchard, 24 hrs	Finalisation de l'entreposage. Codification- Entrée dans les fiches techniques et le cahier des registres																															
Travail de Philippe Mimeault, 24 hrs																																
Travail de Jean-Claude Deroy, 8 hrs	Organisation du poste de travail dans la phase humide.																															
Travail de Denise Saulnier, 8 hrs	L'assurance-qualité procède à l'inspection et signe les fiches du registre et l'inscrit dans le rapport de l'audit.																															
Travail de Solange Bouchard, 8 hrs	Entrée des données pour le rapport.																															

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MAI 2011																															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		
Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MAI 2011																															Nom.heures	Payées
UP6	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 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		
	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 Julie Beaulieu																										8	8					16	240
Travail de Sylvie Bouchard			8	8	8	8																										32	448
Travail de Jean-Claude Deroy			8	8	8	8				8		8	8																			56	840
Travail de Philippe Mimeault			8	8	8	8	8			8	8	8	8																			72	1080
Travail de Denise Saulnier		8									8	8											8			8	7		8			47	2638
	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	8	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	8	7	0	8	0	0	223	5246

Congés férés

Vacances

Semaine du 2 au 6 mai

Travail de Sylvie Bouchard: 32 hrs

À l'interno, le broyeur a été démonté. Il fut alors constaté que le dôme et les marteaux étaient complètement usés. La capacité du moteur semblait insuffisante.

Travail de Jean-Claude Deroy: 32 hrs

250 kg ont été envoyés chez le fournisseur Hosokawa afin qu'il fasse des essais en avril. Revision de ces tests pour savoir comment les faire en usine.

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

Planification du travail pour faire fonctionner la phase sèche sans utiliser la micropulvériser. On fait des ajustements techniques pour utiliser

Travail de Denise Saulnier: 8 hrs

le broyeur artisanal et on vérifie le fonctionnement du tamis.

Semaine du 10 au 23 mai

Travail de Jean-Claude Deroy: 24 hrs

Pour vérifier si l'usure se poursuivrait, on remonta le micropulvériser et on a fait un test

Travail de Philippe Mimeault: 32 hrs

Le diamètre des conduits de ventilation a été augmentée afin de diminuer la vitesse du système de dépoussiérage

Travail de Denise Saulnier: 16 hrs

Réunion d'équipe pour vérifier les résultats et planifier le travail.

Semaine du 23 au 30 mai

Travail de Julie Beaulieu: 16 hrs

Analyse des problèmes, hypothèses et planification. Correspondance avec le fournisseur. Poursuite de la rédaction du rapport.

Travail de Denise Saulnier: 31 hrs

Face à ces difficultés techniques, on décida alors de faire venir un technicien pour réparer le micro-pulvériser et donner une formation aux employés.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2011																														Nom.heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 6																																
UP6	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			
	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 Julie Beaulieu	8	8	8			8	8	8	8	8		4	8	8	8		4							8				8	8			120	2000
Travail de Jocelyne Bouchard	8	8				8	8																	8							40	560	
Travail de Sylvie Bouchard	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8				8	8	8	8	8			8	8	8	8	176	2576
Travail de Jean-Claude Deroy	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8				8	8	8	8	8			6			150	2250	
Travail de Philippe Mimeault	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8				8	8	8	8	8				8	8	8	168	2880
Travail de Denise Saulnier	8	8	8			8	8	8	8	8		4	8	8	8		4							8	8			7	8	8	135	6350	
	48	48	40	0	0	48	48	40	40	40	0	8	40	40	40	24	32	0	0	24	24	24	32	48	0	0	29	32	24	16	0	789	16616

Congés fénés

Vacances

La licence d'exploitation a été redemandée à Santé-Canada avec l'ensemble des procédures opératoires normalisées et des fiches techniques afin de remplir adéquatement le cahier des charges, fiches techniques. Chaque employé prend connaissance des procédures opératoires pour remplir les fiches techniques qui concernent leurs domaines d'activités.

Semaine du 1 au 3 juin

Travail de Julie Beaulieu: 24 hrs

Travail de Jocelyne Bouchard: 16 hrs

Travail de Sylvie Bouchard: 24 hrs

Travail de Jean-Claude Deroy: 24 hrs

Travail de Philippe Mimeault: 24 hrs

Travail de Denise Saulnier: 24 hrs

Poursuite et finalisation de l'élaboration de l'ensembl Annexe 1: Plans et diagramme de procédés; Fiche inspection du bâtiment

AEM 02 Plan du système de ventilation, de filtration et de circulation d'air du Groupe conseil TDA

AEM 03 Vérification du système ventilation, de filtration et de circulation d'air

AEM 04 Analyses de l'eau de puit et vérification du système de plomberie

Fiche d'entretien de la filtration, de la ventilation, de la circulation d'air et du chauffage

AEM001 - Entreposage des matières, intrants et produits

AEM001.1-Préparation de l'argile extraite pour entreposage

AEM002 - Contrôle anti-parasitaire

Voir résultat du rapport de contrôle parasitaire fait par Nord extermination, Jean-Cyr Plante, 465 des Cèdres, Baie-Comeau (Québec), G5C 1S5

AEM 003.1 Caractéristiques des équipements avec procédures de nettoyage pour chacun

Fiches techniques des équipements avec procédures de nettoyage

JCD poursuit l'installation du poste de travail dans la phase humide.

Semaine du 6 au 10 juin

Travail de Julie Beaulieu: 40 hrs

Travail de Jocelyne Bouchard: 16 hrs

Travail de Sylvie Bouchard: 40 hrs

Travail de Jean-Claude Deroy: 40 hrs

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

Travail de Denise Saulnier: 40 hrs

AEM003 - Procédures de nettoyage des équipements

Fiches techniques de chacun des équipements

AEM 004 Étalonnage des balances et de la remplisseuse (pompe)

Fiche d'étalonnage des balances

AEM 004.1 Étalonnage du ph mètre, du viscosimètre et du tamis

Fiche d'étalonnage de la replisseuse

analyses granulométriques.

Fiche de contrôle du ph

AEM 004.2 Mesure de la viscosité

Fiche du contrôle de la viscosité

AEM 004.3 Équip.04-412- Ph mètre 013

Fiche du contrôle de la granulométrie.

AEM 004.4 Détermination du pourcentage d'humidité

Procédures

Semaine du 12 au 17 juin	AEM 005 C.V. du responsable du Rapport sur l'assurance qualité, C.V. de la responsable de l'assurance et du contrôle qualité temps plein et C.V. des membres du personnel
Travail de Julie Beaulieu: 28 hrs	Fiche de formation . Fiche de suivi de formation
Travail de Jocelyne Bouchard: 16 hrs	AEM005 Formation BP Curriculum vitae du préposé à l'assurance qualité qui a rempli le RAQ
Travail de Sylvie Bouchard: 40 hrs	Curriculum vitae de la préposé à l'assurance qualité qui est Curriculum vitae des employés
Travail de Jean-Claude Derooy: 40 hrs	Certificat d'attestation de formation sur les BPF de D.S. et J. B. Fiches de formation suivie par chaque employés-es
Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs	AEM 005 Programme de formation des employés Fiche de plaintes de produits
Travail de Denise Saulnier: 29 hrs	AEM006 - Approbation des matières, intrants et produit Fiche d'inspection matière première
	AEM007- Analyses des lots de fabrication des produits Certificat d'analyses
	AEM008. Approbation c
	Liste des fournisseurs des matières premières
	Fichè technique des matières et intrants dans les produits de mélange
	AEM 003.1 Procédures de nettoyage des équipements incluses: Fiches de nettoyage des murs, portes et fenêtres.
	Fiche de nettoyage des planchers Fiche de nettoyage des équipements et fiches techniques des équipements
	AEM009 - Fiche de vérification des mesures d'hygiène du personnel
	AEM 010 à Fiches maîtresse d'entreposage de l'ensemble du matériel entreposé
Semaine du 20 au 24 juin	Fiche maîtresse d'enregistrement de la fabrication de la phase sèche
Travail de Julie Beaulieu: 8 hrs	Fiche maîtresse d'enregistrement de la fabrication de la phase humide
Travail de Jocelyne Bouchard: 8 hrs	Fiche maîtresse d'enregistrement des opérations de mélange
Travail de Sylvie Bouchard: 40 hrs	Fiche maîtresse de conditionnement et Fiche de vérification des contenants et emballage
Travail de Jean-Claude Derooy: 40 hrs	La PON AEM015 détaille la procédure d'auto-inspection Rapport annuel de l'audit interne
Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs	AEM016 - Notification des incidents/ éc Fiche Retraits/Rappels
Travail de Denise Saulnier: 16 hrs	AEM010 - Appr Fiche inspection matière première
	AEM014 - Emb Fiche inspection visuelle des contenants, bouchons et autres matériels de fermeture
	AEM007 - Analyses des lots de produits finis. Certificat d'analyses des laboratoires SM et Bodycote
	AEM 001à 0016 qui contiennent des éléments relatifs à des analyses et contrôles internes accompagnés des fiches
	JCD finalise l'installation du poste de travail dans la phase humide.
Semaine du 27 au 30 juin	Fiche de contrôle du pH. Fiche inspection visuelle et olfactive
Travail de Julie Beaulieu: 16 hrs	Poids du produit fini AEM007 - Certificat d'analyses des laboratoires de l'Université Mc Gill
Travail de Sylvie Bouchard: 32 hrs	AEM017 - Stabilité du produit fi Fiche à produire sur les changements concernant les analyses et contrôles à l'interne
Travail de Jean-Claude Derooy: 6 hrs	Certificat de stabilité du laboratoire de la Faculté d'Agriculture et d'Alimentation de l'Université Mc Gill.
Travail de Philippe Mimeault: 32 hrs	AEM018 - Conservation des échantillons. Fiche maîtresse d'entreposage des échantillons d'opérations de mélange
Travail de Denise Saulnier: 25 hrs	Fiche maîtresse d'entreposage des échantillons de produits d'argile
	AEM001 à AEM018 Voir le cahier du Régistre des fiches et documents: AEM019 - Tenue des registres
	AEM016 - Retraits/Ra; AEM020-Fabrication et conditionnement des produits finis dans des conditions stériles
	Fiche de vérification des conditions stériles. Certificat d'analyses microbiologiques du laboratoire Bodycote
	Fiches techniques de l'autoclave, des étuves, de l'unité mobile stérile et du SAS.
	Envoi de l'ensemble de la documentation à Santé-Canada pou le renouvellement de la licence d'exploitation.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2011																												Nom.heures	Payées			
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 6																																
UP6	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 Julie Beaulieu					8	8	8	8	8																							40	600
Travail de Sylvie Bouchard	8				8	8	8	8	8			8	8	8	8	8															88	1232	
Travail de Jean-Claude Deroy					8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8	160	2400	
Travail de Philippe Mimeault					8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8	160	2260	
Travail de Denise Saulnier					8	8																								16	800		
	8	0	0	40	40	32	32	32	0	0	24	24	24	24	24	0	0	16	16	16	16	16	0	0	16	16	16	16	16	0	0	464	7292

Congés fériés

Vacances

Semaine du 4 au 8 juillet

Travail de Julie Beaulieu: 40 hrs

Travail de Sylvie Bouchard: 40 hrs

Travail de Jean-Claude Deroy: 40 hrs

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

Travail de Denise Saulnier: 16 hrs

Les résultats des tests dans l'usine pilote ont été réenvoyés à l'usine avec des conseils pour remplacer les tamis, les marteaux et le dôme afin de servir de prototype pour le travail du technicien. Celui-ci devait venir pour remonter le micro-pulvérisateur.

retour des 255 kg des USA: 50 En prévision de la visite du technicien pour la réparation du micropulvérisateur, une inspection et un démantèlement du broyeur a été effectué. Tous les employés Rs&De et de la fabrication devaient être là pour comment opérer la machine et tenter de trouver des solutions

Deux jours ont suffi au technicien effectuée ainsi qu'une commande de pièce pour la réparation

Une formation a été donnée aux employés suivie d'une discussion pour savoir comment résoudre les problèmes du broyeur.

Voir le compte rendu en annexe.

Après avoir fait l'objet d'une autre recherche, les pièces ont été commandées.

Semaine du 11 au 15 juillet

Travail de Julie Beaulieu: 40 hrs

Travail de Jean-Claude Deroy: 40 hrs

Travail sur la liquidité et la viscosité des produits à partir des PONS. Inscription dans des fiches technique.

Essais pour mesurer la viscosité, le PH et la teneur en eau. Voir les PONS et les rapports en annexe.

Étude du programme CEDFOB et cueillette des échantillons représentatifs

Semaines du 18 au 29 juillet

Travail de Jean-Claude Deroy

Travail de Philippe Mimeault

Vérification de la phase humide du procédé en raison du colmatage des pompes. Plusieurs ajustement techniques doivent être faits afin de résoudre le problème du colmatage.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2011																															Nom. heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 6																																
UP6	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 Julie Beaulieu	8	8	8	8	8																											40	1356,4
Travail de Sylvie Bouchard	8	8	8	8	8																		8	8	8	7						71	1068
Travail de Jean-Claude Déroy	8	8	8	8	8										8	8	8	8	8				8	8	8	8	8					120	1800
Travail de Philippe Mimeault	8	8	8	8	8			8	8																							56	896
Travail de Denise Saulnier	8	8	8	8	8			8	8																							56	1628,45
	40	40	40	40	40	0	0	16	16	0	0	0	0	0	8	8	8	8	8	0	0	16	16	16	15	8	0	0	0	0	343	6748,85	

Congés férés

Vacances

Semaine du 1 au 5 août

Travail de Julie Beaulieu: 40 hrs

Avant le départ de Julie Beaulieu, une formation a été donnée sur les mesures de la viscosité, du PH et de la liquidité et le cahier des registres et du laboratoire.

Travail de Sylvie Bouchard: 40hrs

Des normes d'expérimentation représentatives sont inscrites dans les fiches techniques, le cahier de charge et le laboratoire. Voir le protocole dans le rapport.

Travail de Jean-Claude Déroy: 40hrs

Chaque employé/ées impliqués dans le travail de RS&DE ont suivi la formation pour savoir comment se retrouver dans le cahier des charges ou des registres. Une planification du travail pour remplir les fiches techniques en prévision du renouvellement de la licence d'exploitation a été

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

entreprise. Philippe Mimeault sera responsable de remplir les fiches et de les présenter à l'assurance qualité pour les remplir

Travail de Denise Saulnier: 40 hrs

entreprise. Philippe Mimeault sera responsable de remplir les fiches et de les présenter à l'assurance qualité pour les remplir

Semaine du 8 au 12 août

Travail de Philippe Mimeault: 16 hrs

Réunion de travail pour la révision, la planification et la vérification du travail à faire dans la prochaine période. La fréquence et la manière de vérifier les

Travail de Denise Saulnier: 16hrs

fiches techniques sont planifiés. Sylvie Bouchard prendra des notes, Philippe Mimeault entrera ces notes à l'ordinateur et vérifiera la conformité avec les Pons. Le travail sera ensuite revu par l'assurance qualité pour apposer la signature. Le procédé sera revu dans son ensemble en commençant par la phase humide

Semaine du 15 au 19 août

Travail de Jean-Claude Déroy: 40hrs

Afin de réaliser un environnement de travail durable et sain, plusieurs ajustements ont alors été faits pour augmenter l'efficacité et la sécurité des équipements (pose de verrous, de supports, de prises électriques...) dans toutes les phases du procédé. Une dalle d'écoulement a été installée dans la phase humide sur l'attrito afin de prévenir le colmatage des pompes.

Semaine du 22 au 26 août

Travail de Sylvie Bouchard: 31 hrs

Poursuite du travail dans la phase humide sous la supervision de Sylvie Bouchard. Un équipement provenant de la période artisanale a été réintroduit et ajusté comme pré-mélange. L'argile durcie n'arrivait pas à se liquéfier en la barsant avec le mélangeur d'entrée. Des ajustements ont été à ce mélangeur d'entrée pour prévenir l'écoulement des huiles qui auraient pu tomber dans l'argile en risquant de contaminer les produits.

Travail de Jean-Claude Déroy: 40hrs

L'adaptation du système de pompage et la correction de l'attrito au niveau de la tête avec fabrication d'une pièce et essais complète les ajustements à la phase humide. Les beerings du micropulvérisateur ont roulé dans l'huile pour faire tourner le moteur en prévision des tests

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2011																														Nom.heures	Payées		
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 6																																	
UP6	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				
Travail de Sylvie Bouchard													8	8	8	8	8															40	500	
Travail de Jean-Claude Déroy													8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8	120	1500	
Travail de Philippe Mimeault													8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8	120	2000	
Travail de Denise Saulnier													8	8	8	8	8			8	8	8	8	8								80	2078	
		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	32	32	32	32	32	0	0	24	24	24	24	24	0	0	16	16	16	16	16	0	360	6078

Congés férés

Vacances

Semaine du 12 au 16 septembre

Travail de Sylvie Bouchard: 40hrs

P.M. recherche et commande de l'amperemètre, des tuyaux pour le bac noir et des screen 062 pour la deuxième série d'essais.

Travail de Jean-Claude Déroy: 40hrs

Les tuyaux et une grille à mailles plus grosses pour le dessus du bac d'alimentation/hop. sont installés pour le 1er essais.

Travail de Philippe Mimeault: 40hrs

Première série d'essais sur le micropulvériseur avec des screen 032.

Travail de Denise Saulnier: 40hrs

Élaboration d'un nouveau protocole d'essais avec le micropulvériseur. En attendant les nouvelles pièces pour celles supposées être en

mesure de prévenir l'usure des pièces, le technicien du fournisseur avaient laissés 3 tamis de maille de formes différentes pour les expérimenter afin de savoir si avec l'usure des pièces, (dôme, marteaux, filtres) celles-ci contamineraient le produit. Trois essais avec 230 kg environ ont été faits. avec un tamis de maille 62. Après le premier essais, on constate une usure du dôme et du tamis mais l'usure se fait sur un côté seulement.

On suppose que ce déséquilibre des pièces pourrait faire en sorte qu'elles se contaminent. Après un deuxième essais (231kg), on constate le même phénomène et avec un tamis de laboratoire, on fait passer le matériel pour vérifier si des pièces passent dans des débris de mailles de 90 microns Comme ces débris sont minimes, on décide de faire un troisième test (230kg) pour savoir combien de matériel se contamine. Celui-ci démontre une usure très importante du dôme, des marteaux et du filtre autour de 90%. De plus, l'argile est contaminée et inutilisable.

Chaque essais fait l'objet d'une analyse et d'une entrée des données pour le rapport par P.M. et D.S.

Semaine du 19 au 23 septembre

Travail de Jean-Claude Déroy: 40 hrs

Les procédures opératoires d'entretien sont étudiées en fonction des derniers ajustements et équipements qui ont été installés.

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

Ces procédures sont suivies de l'entretien de chacune des machines et du nettoyage. Les fiches techniques sont remplies par P.M. et vérifiées par

Travail de Denise Saulnier: 40 hrs

D.S. Une correspondance à propos de la machine Hosokawa s'effectue afin d'évaluer les tests et de tenter de trouver les solutions appropriées. une réunion d'équipe est organisée pour planifier le travail quant au procédé de la phase humide.

Semaine du 19 au 23 septembre

Travail de Jean-Claude Déroy: 40 hrs

Adaptation du système de pompage et correction de l'attritor au niveau de la tête: fabrication d'une pièce comme évodoir.

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

Les ajustements techniques se sont poursuivis avec un suivi du cahier de charge pour remplir adéquatement les fiches techniques Avec le nouveau cahier des charges, un entretien et un nettoyage des locaux et des aires de fabrication doivent être planifiés à chaque semaine (planchers) et à chaque mois (fenêtres et murs) dans les aires de fabrication.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2011																														Nom.heures	Payées	
	UNITE PILOTE DE FABRICATION 6																																
UP6	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			
	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 Jocelyne Bouchard														8	8	8	8	8				8	8	8	8	8			8	8	8	104	1440
Travail de Jean Claude Derooy	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8				8	8	8	8	8			8	8	8	176	2560
Travail de Philippe Mimeault	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8				8	8	8	8	8			8	8	8	176	2560
Travail de Denise Saulnier	4																													5	9	408	
	20	16	16	16	0	0	16	16	16	16	16	0	0	24	24	24	24	24	0	0	24	24	24	24	24	0	0	24	24	29	0	465	6968

Vacances

Semaine du 1 au 4 novembre

Travail de Jean Claude Derooy: 32 hrs

Travail de Philippe Mimeault: 32 hrs

Travail de Denise Saulnier: 4hrs

Les mesures de contrôle des produits finis se poursuivent. On procède à l'évaluation du PH dans les produits finis. La procédure est étudiée pour la mettre en application. On prend les savons fermes et les boues comme produits à mesurer le PH. Les instruments sont préparés. On analyse les techniques utilisées auparavant. Le papier pH no.7010 pouvant donner une mesure de [7 à 14] était utilisé avec une goutte d'eau déminéralisée. Cette méthode contient néanmoins trop d'incertitude pour obtenir une valeur de pH la plus exacte et fiable possible. On l'abandonne

Semaine du 7 au 11 novembre

Travail de Jean Claude Derooy: 40 hrs

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

La mesure du pH de l'argile en boue et des savons fermes à différents moments pendant la cure et après a été expérimentée. La principale difficulté dans la mesure du pH d'un savon ferme réside dans l'impossibilité d'insérer l'électrode à l'intérieur du produit. Plusieurs techniques ont été testées pour obtenir un résultat près de la réalité. On procède alors à plusieurs entretiens avec Julie Beaulieu pour savoir comment expérimenter ces techniques. On opte pour cette méthode expérimentale: Le pH-mètre pH013 avec électrode externe et sonde à température est utilisé. 2 liquides d'étalonnage servent à ajuster l'appareil avant chaque mesure, voici leur numéro de lot : pH4lot102493EXP04/2011 pH7lot102358EXP04/2011. D'autres instruments de laboratoire sont utilisés : un couteau, de l'eau déminéralisée, du parafilm, des béchers, du papier kimwipe pour essuyer la verrerie. La méthode pour utiliser le pH-mètre est dans la Procédure Opératoire Normalisée AEM04.3 EQP 04-412 pH-mètre pH013.

Semaine du 14 au 18 novembre

Travail de Jocelyne Bouchard: 40 hrs

Travail de Jean Claude Derooy: 40 hrs

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

On procède ensuite à l'étalonnage du PH. • De petites quantités de solutions pH6,86 et pH4,01 (ou pH9,18) dans de petits béchers/contenants propres sont nécessaires. • Pour un étalonnage plus précis, il est recommandé d'utiliser deux béchers pour chaque solution tampon : le premier sert au rinçage de l'électrode et le second à l'étalonnage. Les risques de contamination de la solution tampon sont alors réduits au minimum. On met à « on » l'instrument. L'électrode est immergée dans la solution tampon pH6,86 et elle est agitée légèrement. Ensuite, on appuie sur le bouton « pH » pour obtenir la mesure de pH. À l'aide du tournevis, le « trimmer » ajustée à gauche jusqu'à ce la valeur de la solution tampon corresponde au pH à la température obtenue. L'électrode est ensuite immergée dans une solution tampon pH4,10 ou pH9,18 et agiter légèrement. L'étalonnage est effectué. Après une minute, ajuster le trimmer à droite. Après une minute, le trimmer est ajusté à droite. On vérifie le niveau d'électrolyte KCl et on le rajuste s'il est trop bas. L'étalonnage étant terminé, on répète cette procédure de mesure du PH sur tous les savons.

Semaine du 18 au 25 novembre

Travail de Jocelyne Bouchard: 40 hrs

On procède ensuite à la lecture des mesures des échantillons en trempant la sonde à pH et la sonde de température dans l'échantillon (bien mélangé auparavant) en prenant soin de bien immerger le bulbe de l'électrode à pH. On prends ensuite la mesure de pH lorsque celle-ci est stable.

Travail de Jean Claude Deroy: 40 hrs

On note aussi la température (en degrés Celcius) et la différence de potentiel (mV).

Travail de Philippe Mimeault: 40 hrs

Après chaque lecture, on retire les deux sondes (de la température et du pH) et les rince à l'eau distillée en les essuyant à l'aide d'un linge pour les lentilles

Pour les produits de l'argile en boue, cette méthode n'a pas eu besoin d'ajustement. Pour la question de la mesure du pH des savons fermes, par contre, la préparation des échantillons, ainsi qu'une validation des résultats avec le papier pH ont été faites

On suit la méthode de préparation de la PON échantillon de savon ferme (inspirée de ASTM D460-91) qui est la suivante :

On broye l'échantillon de savon ferme en petits morceaux. Pour conserver l'échantillon plus longtemps on le selle dans un contenant et le gardé dans un endroit frais et sec. Des échantillons de savons pour la peau mixte, sensible et fragile, sèche et grasse ont été testés. Chaque test demande 4 heures de travail. On nettoye les équipements et on procède ensuite à un deuxième test.

Semaine du 18 au 25 novembre

Travail de Jocelyne Bouchard: 24 hrs

La mesure du Ph des savons se poursuit. Les différentes préparations testées pour la mesure du pH des savons fermes est suivi pour tester les savons activités en forêt, activités de travaux de mécanique/peinture/jardinage, plein air et maternité/enfant.

Travail de Jean Claude Deroy: 24 hrs

On mets en solution dans l'eau à température ambiante un échantillon de 1 gramme de savon ferme (pH-mètre).

Travail de Philippe Mimeault: 24 hrs

On mets ensuite en solution dans l'eau à 50 degrés Celcius un échantillon de 1 gramme de savon ferme (pH-mètre et papier pH)

Travail de Denise Saulnier: 5 hrs

On procède à la fonte du savon ferme (pH-mètre) Une goutte d'eau déminéralisée avec papier pH est incorporé directement dans la barre

Le pH des produits de l'argile en boue se situait dans l'intervalle [7,68-7,97] (voir cahier de Laboratoire II

Les cataplasmes pour chevaux de la Belgique avaient un pH de 7,80, ce qui était conforme.

Le pH des savons fermes, en fonction de la durée de cure et de la méthode de mesure est présenté dans les résultats du rapport

Devant la complexité ds méthodes de contrôledes produits finis, on décide de remettre le contrôle de la viscosité en 2012.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2011																															Nom.heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 6																																
UP6	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 Jocelyne Bouchard	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8		8	8	8	8	8	8	8	200	3000
Travail de Jean-Claude Deroy	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8		8	8	8	8	8	8	8	200	3200
Travail de Philippe Mimeault	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8			8	8	8	8	8		8	8	8	8	8	8	8	200	3200
Travail de Denise Saulnier									6							8							8									78	1328
	24	24	0	0	24	24	24	24	30	0	0	24	24	24	24	32	0	0	24	24	24	24	32	0	32	32	32	32	32	32	678	10728	
Travail de Solange Bouchard					8						0	8							8	0	0	0	0		0		8				32	979,2	
Vacances	4% du salaire de Solange Bouchard lui ont été donné pour compenser les congés fériés des dernières années.																																
Semaine du 1 au 2 décembre																																	
Travail de Jocelyne Bouchard	Deuxième série d'essais sur le micropulvérisateur avec le screen 62. Un protocole comportant les éléments suivants a été élaboré en équipe afin que ceux qui font l'essais puissent mesurer et quantifier les résultats. On veut broyer environ 2000 kg en faisant six essais à chaque essais, on veut vérifier la granulométrie du matériel – si elle commence à changer, c'est mauvais signe. À chaque 2h pour le premier jour, vérifier la grille/screen essayer de broyer 250 kg par jour. Vérifier le diamètre du screen avec une loupe. En comparant le taux critique d'usure obtenue avec le 032, on peut faire la transposition sur le 062. - Si l'ampérage augmente, avec une alimentation en poudre constante, c'est un indicateur qu'il y a une résistance anormale dans le broyeur – possible que ce soient les « beerings » Si la température des beerings augmente (grand écart entre les 2), ça peut être un indicateur (normalement 140 Fahrenheit maximum). Si le couvercle est trop chaud, ça peut être un indicateur pour le « liner »																																
Travail de Jean-Claude Deroy																																	
Travail de Philippe Mimeault																																	
Semaine du 5 au 9 décembre																																	
Travail de Jocelyne Bouchard	Première série de tests avec 252 kg. Vérification du screen aux 2 heures et démontage du dôme pour vérifier les marteaux. Entrée des résultats																																
Travail de Jean-Claude Deroy	Réunion d'équipe pour analyser les résultats et inscrire les données. Nettoyage et remontage du dôme pour le deuxième essais.																																
Travail de Philippe Mimeault	Deuxième série de tests avec 253 kg. Vérification du screen aux 2 heures et démontage du dôme pour vérifier les marteaux.																																
Travail de Denise Saulnier	Réunion d'équipe pour analyser les résultats et inscrire les données. Nettoyage et remontage du dôme pour le troisième essais																																
	Troisième série de tests avec 250 kg. Vérification du screen aux 2 heures et démontage du dôme pour vérifier les marteaux.																																
	Réunion d'équipe pour analyser les résultats et inscrire les données. Nettoyage et remontage du dôme pour le quatrième d'essais																																
	Quatrième série de tests avec 252 kg. Vérification du screen aux 2 heures et démontage du dôme pour vérifier les marteaux.																																
	L'assurance-qualité (AQ) vérifie la procédure et les résultats à chaque semaine et approuve le travail.																																
Semaine du 12 au 16 décembre																																	
Travail de Jocelyne Bouchard	Réunion d'équipe pour analyser les résultats et inscrire les données. Nettoyage et remontage du dôme pour le cinquième essais.																																
Travail de Jean-Claude Deroy	Cinquième série de tests avec 250 kg. Vérification du screen aux 2 heures et démontage du dôme pour vérifier les marteaux.																																
Travail de Philippe Mimeault	Les résultats des essais sont qu'après un broyage de 250kg, l'usure des pièces débute avec le danger de contaminer l'argile broyée																																
Travail de Denise Saulnier	Suite à une correspondance avec le technicien du fournisseur, il a été confirmé que le micropulvérisateur ne peut produire les trois tonnes prévues au départ sans que les pièces s'usent contaminant ainsi les produits. Voir le protocole et les résultats des essais.																																
	Comme ces diverses contaminations sont proscrites pour des produits de santé naturels, le micropulvérisateur a été classé comme matériel consommé.																																
Semaine du 19 au 23 décembre																																	
Travail de Jocelyne Bouchard	On procède au nettoyage des équipements, des aires de fabrication et du laboratoire. Les fiches techniques sont remplies et présentées à l'AQ																																
Travail de Jean-Claude Deroy	pour signature. Le responsable de l'entretien fait une tournée pour vérifier l'ensemble des équipements et remplit la fiche technique.																																
Travail de Philippe Mimeault	Une réunion d'équipe pour évaluer l'ensemble du procédé est organisée pour l'évaluation du travail dans l'année et les perspectives pour la prochaine																																
Travail de Denise Saulnier	année. Cette réunion servira à faire le rapport de l'audit pour le renouvellement de la licence d'exploitation.																																

3. RÉSULTATS

3.1. Résultats des ajustements technologiques

L'ensemble des tests sur les équipements sont concluants tant en ce qui a trait aux différents équipements dans les aires de fabrication que dans le laboratoire.

L'obtention de la licence d'exploitation de Santé Canada vient confirmer les qualités et caractéristiques du procédé. Des postes de travail ont été fabriqués 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.

3.2. Résultats des tests sur le procédé

Le broyeur secondaire Hosokawa présente des problèmes importants à résoudre tant par rapport à l'usure prématurée des pièces que par rapport à la capacité générale du système. Le dépoussiéreur présente également des difficultés quant au fonctionnement de la poulie pour faire descendre les poussières.

3.2.1 Tests fait chez Argile eau mer avant la visite d'un technicien D'Hosokawa : (Voir L'annexe 1 : Correspondance avec Hosokawa)

Les tests sont faits pour savoir si le poids perdus reste constant afin de mesurer le volume. Les tests visent également à voir l'usure du tamis

3.2.1.1 Premières séries de tests du 14 au 25 février : (245 kg)

Premier essais	Poids avant (Kg)	Poids Après (vol) (Kg)	Poids perdus (Kg)
Nombre de kg préparés	245 kg	196	49
Essais#1	49 kg	39,2	9,8

Essais #2	49 kg	39,2	9,8
Essais #3	49 kg	39,2	9,8
Essais#4	49kg	39,2	9,8
Essais #5	49 kg	39,2	9,8
Poids du tamis (g)	319,8 (g)	300,6 (g)	19,2 (g)

3.2.1.2 Deuxième séries de tests du 7 au 25 mars : (251 kg)

Deuxième essais	Poids avant (Kg)	Poids Après (Kg)	Poids perdus (Kg)
Nombre de kg préparés	251 kg	199	52 kg
Essais#1	50,2kg	39,8	10,4
Essais #2	50,2 kg	39,8	10,4
Essais #3	50,2 kg	39,8	10,4
Essais#4	50,2 kg	39,8	10,4
Essais #5	50,2 kg	39,8	9,8
Poids du tamis (g)	300 (g)	279 (g)	21, (g)

3.2.1.3 Troisième série de tests en avril et mai (246 kg)

Premier essais	Poids avant (Kg)	Poids Après (Kg)	Poids perdus (Kg)
Nombre de kg préparés	246 kg	122,5	49
Essais#1	49,2 kg	38,4	9,8
Essais #2	49,2kg	38,4	9,8
Essais #3	49,2kg	38,4	9,8
Essais#4	49,2kg	38,4	9,8
Essais #5	49,2 kg	38,4	9,8

Poids du tamis (g)	279 (g)	249 (g)	30 (g)
--------------------	---------	---------	--------

En conclusion : Le poids et le volume restent constants. Le tamis s'use de plus en plus entraînant une usure des marteaux et du dôme. Des indices nous permettent de supposer qu'il y a rejet des débris causant des contaminations

3.2.2. Présentation des tests fait chez HOSOKAWA lors de la visite du technicien en juillet 2011

The test has during approximatively 4 hours (10x 20mins of crushing) for a total amount of 246Kg of clay crushed. We cannot crush more than 20mins at a time because we need to empty the bag under the machine after 20-25kg of clay crushed.

Customer: Argile eau mer Inc.

Date: 23 avril 2011

Test Number: N/A

Mikro-Pulverizer

Run Number	1	2	3
Mill Type	#1SH	#1SH	#1SH
Material / Lot	Marine Mud	Marine Mud	Marine Mud
Hammers / Rows	6 / 1	6 / 1	6 / 1
Hammer Type	LFS	LFS	LFS
Rotor RPM	9 600	9 600	9 600
Amperage (Idle)	3.8 - 3.9	3.9 - 4.0	3.8 - 3.9
Amperage (Load)	5.1 - 5.2	6.0	7.9 - 8.1
Screen Perf.	0.032" Round	0.032" Round	0.032" Round

Cover Liner	Multiple Deflector	Multiple Deflector	Multiple Deflector
Air Cover Inlets	Closed	Closed	Closed
Feeder Type	K-Tron (LS)	K-Tron (LS)	K-Tron (LS)
Feeder Setting	500 → 750 Low	1000 → 1750 Low	400 → 450 High
Feed Amount (lb)	10,0	20,0	20,0
Time (min)	1,4	1,4	0,9
Capacity (lb/hr)	439	847	1 333
% < 325 Mesh (45 µm)	54,75%	44,70%	47,37%
% < 140 Mesh (105 µm)	99,55%	99,85%	99,47%
% < 100 Mesh (150 µm)	100,00%	100,00%	99,86%
COMMENTS			

Run Number	4	5	
Mill Type	#1SH	#1SH	
Material / Lot	Marine Mud	Marine Mud	
Hammers / Rows	6 / 1	6 / 1	
Hammer Type	LFS	LFS	
Rotor RPM	9 600	9 600	
Amperage (Idle)	3.7 - 3.8	3.7 - 3.8	
Amperage (Load)	7.9 - 8.1	7.6 - 7.8	
Screen Perf.	0.032" Round	0.032" Round	
Cover Liner	Multiple Deflector	Multiple Deflector	
Air Cover Inlets	Closed	Closed	
Feeder Type	K-Tron (LS)	K-Tron (LS)	

Feeder Setting	400 → 425 High	400 → 375 High
Feed Amount (lb)	253,6	253,8
Time (min)	8,8	9,5
Capacity (lb/hr)	1 732	1 611
% < 325 Mesh (45 µm)	52,99%	57,51%
% < 140 Mesh (105 µm)	99,68%	99,71%
% < 100 Mesh (150 µm)	99,94%	99,94%
COMMENTS		

Part	Weight Before (g)	Weight After (g)	Weight Loss (g)	% Loss
MD Liner - Hardened	569,4	569,0	0,4	0,07%
LFS Hammer Set	1542,3	1539,6	2,7	0,18%
LFS Hammer #1	256,6	256,1	0,5	0,19%
LFS Hammer #2	257,5	257,1	0,4	0,16%
LFS Hammer #3	256,8	256,3	0,5	0,19%
LFS Hammer #4	257,1	256,7	0,4	0,14%
LFS Hammer #5	257,8	257,3	0,5	0,19%
LFS Hammer #6	256,7	256,2	0,5	0,19%
0.032" Round Screen	319,8	305,6	14,2	4,44%

3.2.3. Tests faits sur le micropulvérisateur après la visite du technicien d'Hosokawa

3.2.3.1 Première série d'essais avec un tamis de 0,32 : Du 12 au 16 septembre : 3 essais avec 230 kg+231+230

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : première journée

Le 13 septembre 2011 : tamis 0,32

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
35 mins	45 kg	36	son anormal – surchauffe du moteur
38 mins	54 kg	43,2	Son anormal du moteur, température des bérings augmente
35 mins	50 kg	40	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
35min	53 kg	42,6	Son anormal du moteur, couvercle chaud
35 min	50 kg	40	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
Total : 178 minutes	230 kg essayés	201	Son anormal du moteur, couvercle très chaud

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : deuxième journée

Le 14 septembre 2011 : tamis 0,32

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
------------------	---------------------------------------	----------------------------------	--------------

35 mins	45 kg	46 kg	son anormal – surchauffe du moteur
38 mins	54 kg	43,5 kg	Son anormal du moteur, température des béring augmente
35 mins	50 kg	40 kg	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
35min	53 kg	42,6 kg	Son anormal du moteur, couvercle chaud
35 min	50 kg	40 kg	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
Total : 178 minutes	230 kg essayés	201kg	Son anormal du moteur, couvercle très chaud

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : troisième journée

Le 15 septembre 2011 : tamis 0,32

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
35 mins	45 kg	36	son anormal – surchauffe du moteur
38 mins	54 kg	43,2	Son anormal du moteur, température des béring augmente
35 mins	50 kg	40	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
35mins	53 kg	42,6	Son anormal du moteur, couvercle chaud
35 min	50 kg	40	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
Total : 178 minutes	231 kg essayés	201,8kg	Son anormal du moteur, couvercle très chaud

Premier essais	Poids avant	Poids Après	Poids perdus
	(Kg)	(Kg)	(Kg)
Nombre de kg préparés	230 kg	201	50,4
Poids du tamis (g)	319,8 (g)	300,6 (g)	19,2 (g)

Deuxième essais	Poids avant	Poids après	Poids perdus
	(Kg)	(Kg)	(Kg)
Nombre de kg préparés	230	201	50,4
Poids du tamis (g)	300,6 (g)	275(g)	25,6(g)

Troisième essais	Poids avant	Poids Après	Poids perdus
	(Kg)	(Kg)	(Kg)
Nombre de kg préparés	231	201,8	48,9
Poids du tamis (g)	275(g)	238(g)	37(g)

En conclusion : Le poids et le volume restent constants. Le tamis s'use de plus en plus entraînant une usure des marteaux et du dôme. L'usure des marteaux et du dôme s'amplifiant cela entraîne une usure accélérée du tamis. Nous nous permettons de vous signaler qu'il y a un rejet des débris causant des contaminations. Les essais s'arrêtent là. Après consultation auprès du technicien du fournisseur, il suggère de changer le tamis 0,32 par un tamis 0,62 ainsi que les marteaux et le dôme et de procéder à de nouveaux essais.

3.2.3.2 Deuxième série d'essais : Mois de décembre 2011

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : première journée

Le 5 décembre 2011 : tamis 0,62

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
35 mins	45 kg	39	son anormal – surchauffe du moteur
38 mins	54 kg	44	Son anormal du moteur, température des béring augmente
35 mins	50 kg	41	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
35min	53 kg	44	Son anormal du moteur, couvercle chaud
35 min	50 kg	41	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
Total : 178 minutes	252 kg essayés	220 kg	Son anormal du moteur, couvercle très chaud

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : deuxième journée

Le 6 décembre 2011 : tamis 0,62

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
35 mins	45 kg	39 kg	son anormal – surchauffe du moteur
38 mins	54 kg	44 kg	Son anormal du moteur, température des béring augmente
35 mins	50 kg	41 kg	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
35min	53 kg	32 kg	Son anormal du moteur, couvercle chaud
35 min	50 kg	40 kg	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
Total : 178 minutes	252 kg essayés	220g	Son anormal du moteur, couvercle très chaud

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : troisième journée

Le 7 décembre 2011 : tamis 0,62

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
35 mins	45 kg	39 kg	son anormal – surchauffe du moteur, on constate une usure des marteaux et du dôme
38 mins	54 kg	44 kg	Son anormal du moteur, couvercle en surchauffe
36mins	51 kg	41 kg	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe : température des béring augmente
35min	53 kg	32 kg	Son anormal du moteur, couvercle chaud

35 min	50 kg	40 kg	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe
Total : 178 minutes	253 kg essayés	220,2 kg	Son anormal du moteur, couvercle très chaud

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : quatrième journée

Le 8 décembre 2011 : tamis 0,62

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
35 mins	45 kg	39 kg	son anormal – l'usure du marteau et du dôme augmente
38 mins	54 kg	44 kg	Son anormal du moteur, température des béring augmente
35 mins	50 kg	41 kg	Son anormal du moteur, usure des marteaux et du dôme sur un côté seulement
35min	53 kg	32 kg	Son anormal du moteur, couvercle très chaud
35 min	50 kg	40 kg	Son anormal du moteur, température élevée des bearing
Total : 178 minutes	252 kg essayés	220kg	Son anormal du moteur, couvercle très chaud

ESSAIS SUR BROYEUR SECONDAIRE HOSOKAWA : cinquième journée

Le 12 au 16 décembre 2011 : tamis 0,62 et démontage des pièces à chaque essais

Temps de broyage	Poids de départ (matière non-affinée)	Poids à la fin (matière affinée)	Commentaires
35 mins	45 kg	39 kg	son anormal – surchauffe du moteur, usure des marteaux et

			du dôme sur un côté accentuée
38 mins	54 kg	44 kg	Son anormal du moteur, danger de rejet dans le matériel
35 mins	50 kg	41 kg	Son anormal du moteur, arrêt en raison de la surchauffe plus grande
35min	53 kg	32 kg	Son anormal du moteur, couvercle chaud, rejets augmentent
35 min	50 kg	40 kg	Son anormal du moteur, surchauffe des bearing
Total : 178 minutes	250 kg essayés	219,5kg	Son anormal du moteur, couvercle très chaud-arrêt des essais en raison du rejet des déchets
Poids du screen avant broyage:		321,5 g	Perte de poids
Poids du screen après 1 journée de travail:		300	21,5 g
Poids du screen après 2 journées de travail:		276,5g	23,5g
Poids du screen après 3 journées de travail:		253 g	32,8g
Poids du screen après 4 journées de travail:		200,8g	40g
Poids du screen après 5 journées de travail:		221,5 g	103,7g

En conclusion : Le poids après affinage reste constant sauf qu'il augmente par rapport aux essais avec le tamis 0,32. L'usure du tamis augmente aussi ainsi que celui du dôme et des marteaux qui s'usent plus sur un côté que sur l'autre. Même avec le changement de pièces, les rejets continuent faisant en sorte que l'équipement est retiré étant considéré comme entièrement consommé.

3.2.4 Tests fait sur la phase humide du 22 au 26 août 2011

Le test consiste à vérifier le temps de fabrication pour faire passer environ 1 tonne d'argile dans l'ensemble de la phase humide.

3.2.4.1. Test fait pour vérifier le pré-mélange avec la machine artisanale qui a été réintroduite dans le procédé Du 3 au 7 oct : 400 kg : pré-mélangeur

Il a été nécessaire de faire un pré-mélange de l'argile parce qu'elle était trop dure pour être brassée avec le mélangeur d'entrée. Nous avons ré-introduit un mélangeur

artisanal en faisant des ajustements pour prévenir l'écoulement des huiles qui auraient pu tomber dans l'argile en risquant de contaminer les produits. Nous avons fait un essai avec 200 kg pour vérifier les ajustements. Un peu d'huile a coulée. Nous avons donc ajoutée un scellant pour rendre étanche le pré-mélangeur. Nous avons fait un autre essais avec un autre 200 kg de boue. L'essais est concluant avec un temps de 1 heure environ pour pré-mélanger 200 kg.

3.2.4.2 Tests pour vérifier la relation entre le pré-mélangeur et le mélangeur quant à la qualité de l'argile : ajout de 300 kg avec mélangeur d'entrée

Des ajustements ont d'abord été fait au mélangeur d'entrée pour réduire le temps pour transportée et transvidée l'argile du pré-mélangeur au mélangeur d'entrée. 300 kg ont d'abord été préparée dans un pré-mélange (environ 1heure.30) et transvidée dans le pré-mélangeur (environ 1 heure) pour être mélangée (environ 2 heures)

3.2.4.3 L'adaptation du système de pompage et la correction de l'attritor au niveau de la tête avec fabrication d'une pièce et essais

Ce 300 tonnes a ensuite été passé à l'attritor muni d'une dalle d'écoulement qui a été conçu pour corriger le colmatage des pompes et des tuyaux. Ces ajustements étant faits, les 300 kg ont été broyés avec succès et sont sortis dans des réservoirs ce qui a nécessité environ 3 heures. Finalement un autre 312 kg ont été essayés pour vérifier le procédé d'ensemble : du pré-mélangeur au mélangeur passant par pompe vers le broyeur/tamiseur (ATTRITOR) en sortant dans le réservoir de sortie.

3.3 Résultats quant à la qualité des produits et à l'avancement technologique obtenu avec l'ensemble du procédé (Voir annexe 2 : fiches techniques)

L'agencement des machines en continu et en circuit fermé est réalisé en grande partie. Les ajustements techniques mécaniques et électriques que nous avons fait sur chacune des machines pour arriver à les inter-relier nous ont conduits à l'obtention de la licence d'exploitation et à la certification de notre procédé.

Après avoir installé les phases sèche et humides du procédé en rendant les aires de fabrication conformes aux bonnes pratiques de fabrication, nous avons réussi à faire l'effort technologique d'installer les unités de stérilisation et de conditionnement. Des conditions stériles de fabrication avec l'installation d'une chambre propre et d'un SAS confirment les avancées technologiques obtenues ainsi que la reconnaissance de l'argile comme ingrédient médicinal.

3.4. Résultats quant aux objectifs

La deuxième unité pilote mécanisée et semi-automatisée de traitement de l'argile en laboratoire est réalisée. Une aire de fabrication de produits de mélange effectués en laboratoire est également réalisé .

L'identification des étapes, des contraintes et des obstacles techniques à surmonter pour parvenir à implanter ces unités pilotes sont de plus en plus claires. Cependant, les difficultés se posent au fur et à mesure de leur développement et sont difficilement prévisibles. Ce n'est que par les tests que nous réussirons à les cerner davantage et à les identifier.

Les solutions techniques et les adaptations technologiques à faire pour la mise en place du procédé qui correspond aux bonnes pratiques de fabrication ont été résolues. Restent à effectuer les ajustements nécessaires pour les actualiser.

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 PONs et les fiches et identifier les problèmes qui se présenteront pour 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 être résolu ainsi que les problèmes que posent la rhéologie réversible du produit et le colmatage 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 résolus ainsi que la vérification de la mise à niveau des équipements.

Les pâles du mixeur planétaire ont été mis ajustés. Il faudra cependant vérifier son fonctionnement particulièrement quand nous fabriquons des grosses batch. L'installation d'un système de filtration d'air muni de filtre hepas peut également aider à résoudre la circulation des poussières dans l'air.

L'installation des aires des opérations de mélange et de stérilisation permet le fonctionnement d'un laboratoire de grade 300000. Avec la chambre propre mobile et le SAS, nous demanderons la certification d'un laboratoire de grade 100000. L'année 2012 mettra en opération ces avancés. 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 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.

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 2012, l'homologation des produits de cataplasmes, de pansement liquide, de

poudre et de bain thérapeutique devra se réaliser. Il sera alors nécessaire de 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. 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. Voir les fiches techniques dans l'annexe 2.

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.

Dans la fabrication, Il faudra poursuivre les analyses sur les séparations granulométriques qui peuvent générer plusieurs produits différents surtout si la séparation correspondent 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 exigences deviendra alors nécessaire. 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

LISTE DU PERSONNEL DU PROJET RS/DE

Prénom	Nom	Travaux réalisés dans le projet Rs/De
Julie	Beaulieu	Responsable des procédures opératoires normalisées 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
Sylvie et Joclyne	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



(Suite du programme CSTC2) PCMIC3: Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives. 28 pages. Saulnier, Denise. Année 2011

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2011 AU 31 DÉCEMBRE 2011

Denise Saulnier

Par : Denise Saulnier, présidente

Août 2011

Bureau de vente / Sales office
Tel : 514 593 4261 Fax : 418 567 1244
infos@argileeaumer.ca
denisesaulnier@argileeaumer.ca

Gisement et siège social / Deposit et installations
Tel. : (418) 567-9620 Fax : 514-593-4261
164 rue de la Baie Saint-Iudger, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1H0

www.argileeaumer.ca

1 2 7 6 4 1 9

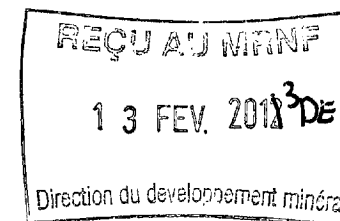


TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

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. 22
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. 27
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 : PCMIC3

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, microbiologiste pour Biodiversité

Yacine Boumghar, Ingénieur chimiste et MBA du CEPROCQ

J.François Wilhelmy

Date de début du projet: 1 janvier 2009

Date de fin du projet présumée : Janvier 2015

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 représente 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 contiennent 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 a 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 à adopter 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 voire 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

La nécessité de trouver la technique de stérilisation et les méthodes industrielles de conservation après utilisation qui soient les plus efficaces et les plus naturelles possible pour la clientèle des produits de soins de santé naturels s'avère essentielle.

D'autre part, le contenu interne de l'argile pose des difficultés quant à la connaissance des traitements à exercer pour lui conserver ses propriétés. Une problématique quant à l'origine de l'argile marine et des ses eaux libres et liées et leurs dépôts dans leurs milieux se posent également. L'ensemble de ces connaissances font appel à des expertises provenant de la microbiologie, de la chimie et de la biochimie pour que la formulation des produits soit conforme aux techniques de conditionnement. Celles-ci demandent des connaissances par rapport à des conservateurs à inclure dans les produits et à des conditions à respecter quant aux contenants et à leur remplissage. L'entreposage des produits aux températures, à l'humidité et à la luminosité qui conviennent ainsi que les conditions de livraison font également partie des connaissances à développer.

Cette première génération de produits correspond à a demande mondiale croissante pour des produits naturels d'origine marine qui traitent les vivants.

Argile eau mer souhaite trouver des techniques de stérilisation et/ou de conservation les plus efficaces et les moins coûteuses pour fabriquer des produits à base de boue qui peuvent inclure les eaux libres et liées. Des méthodes d'applications industrielles adaptées aux eaux constitutives

doivent également être appliquées pour compléter le procédé pilote de fabrication afin d'offrir à la clientèle des produits qui conservent leurs propriétés originelles.

1.4. Savoir technologique ou base de connaissances : objectifs spécifiques du projet rs&de

Des incertitudes technologiques existent dès l'étape de la caractérisation car à chaque extraction, il est nécessaire de procéder à des analyses pour savoir si l'argile marine et ses eaux libres et liées contiennent des contaminations pathogènes, des métaux lourds, de l'amiante et des coliformes de types "e coli". Quelle est la méthode de traitement à utiliser pour les éliminer si elles sont présentes représente au départ un obstacle pour des produits de santé naturelle.

D'autre part, les contenants utilisés seront-ils à l'abri des contaminations? Causeront-ils dans le temps des problèmes bactériens? Trouverons-nous des spores? Quel sera le temps de longévité des produits dans différents contenants par rapport également au traitement de conditionnement exercé sur les différents produits? Pourrons-nous trouver des technologies de conservation sans stérilisation pour diminuer les coûts de production. Une recherche sur les contenants s'avère donc nécessaire pour lever ces incertitudes.

Réussirons-nous à conserver toutes les propriétés naturelles aux produits finis après la stérilisation à la vapeur et à l'étuve ? Si non, qu'est-ce qui aura été modifié?

Ces différentes transformations correspondront-elles à la nature des produits? Quels seront les ajustements à faire sur les produits pour les rendre conformes à ces exigences et aux réglementations de différents pays.

Est-ce que la fiche technique démontrant les composants des produits comme produits de santé naturels sera suffisante pour assurer une présence de marque et de qualité sur le marché mondial?

Comme c'est un nouvel ingrédient médicinal, réussirons-nous à obtenir la licence de mise en marché à partir de preuves scientifiques pouvant démontrer:

- les allégations de traitement des douleurs musculaires et articulaires, du soulagement de l'arthrose, arthrite et rhumatismes par des cataplasmes
- les allégations pour le traitement des maladies de peau et des enflures, brûlures et irruptions cutanées par des pansements liquides

- les allégations pour le soulagement temporaire des irritations mineures cutanées et la cicatrisation des coupures, écorchures, brûlures et coups de soleil par des bains thérapeutiques
- les allégations concernant le savon thérapeutique pour aider à soulager les irritations mineures cutanées et agir en synergie avec l'argile
- La dose recommandée pour démontrer l'efficacité et l'innocuité de ces produits

Les composants internes des eaux constitutives doivent donc être connues, particulièrement celles relatives à la microbiologie, avant d'y appliquer une technique de conservation et de stérilisation. Cette technique représente un défi par rapport aux liaisons que l'on doit faire avec l'ensemble du procédé d'extraction et de fabrication pour trouver les bonnes méthodes de traitement et les mécaniser. Une problématique quant à leurs origines et leurs dépôts dans leurs milieux se pose également. L'ensemble de ces connaissances font appel à des expertises provenant de plusieurs milieux : microbiologie, biochimie, chimie, physique, géologie, pharmacologie et autres disciplines liées à la thérapeutique et au dermo-cosmétique.

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

La mise en valeur de l'argile marine sensible de Manicouagan, des eaux libres et des eaux liées par la caractérisation de leurs composants internes comporte des aspects innovateurs en soi puisque c'est une matière première inconnue du marché de laquelle des produits nouveaux sortent selon le procédé d'extraction et de traitement qu'on applique à la matière pour obtenir les usages recherchés.

Les usages valorisés jusqu'à maintenant sont en cosmétique et en thérapeutique donnant des produits à l'état de poudre, de boue, de liquide et de pierres. Des produits de boue minérale en santé animale et d'argile sèche en fertilisation des sols sont également en développement et en expérimentation. L'ensemble de ces produits traitant les vivants sont en demande constante sur les marchés mondiaux. Avec l'ajout des eaux de tourbières, glaciaire, et de mer à l'eau liée à la boue, les produits se diversifieront poursuivant ainsi leur innovation. À notre connaissance, aucune eau glaciaire et de tourbière n'ont été commercialisées jusqu'à maintenant.

Comme il n'y a pas de modèle technologique à suivre pour le développement de ces produits, on doit alors s'inspirer des techniques industrielles pour le traitement de matière comparable en fonction des valeurs d'usages des produits. La base scientifique pour l'amélioration technologique proposée repose sur différents domaines de savoir :

- Le développement de produits à base d'argile fait appel à des expertises en microbiologie, en biochimie, en physique, en cosmétologie ainsi qu'à la thérapeutique humaine, animale et végétale de divers domaines de sciences appliquées. Les sciences relatives à la santé sont interpellées.
- Argile eau mer veut faire reconnaître ses produits comme produits de santé naturels et obtenir l'homologation des produits pour leur mise en marché. La société veut aussi étendre sa propriété intellectuelle au-delà des marques de commerce qu'elle possède. Le développement de ses nouveaux produits peut donner lieu à de nouvelles marques de commerce, des brevets, des droits d'auteur ...

2. DESCRIPTION DES TRAVAUX

2.1. Description des travaux du 1 janvier 2011 au 31 décembre 2011

De janvier à avril 2011 :

Une première demande **traditionnelle** a été adressée à Santé-Canada pour la reconnaissance des formes posologiques suivantes: gel, suspension, poudre et barre de savon.

Pour faire cette demande, il a été nécessaire de produire un rapport sur les preuves démontrant l'efficacité de l'argile de Manicouagan, un rapport sur l'innocuité des produits, un rapport sur les références et quatre rapports sur les spécifications des produits finis de gel (cataplasme), de suspension (pansement liquide), de poudre (bain thérapeutique) et savon thérapeutique. Le sous-traitant n'ayant pas produit les rapports adéquats pour la Direction des produits de santé naturels, ceux-ci ont été produits à l'interne tant pour la conception et la rédaction que pour la présentation électronique des formulaires. La supervision du travail a été assurée par un Phd

spécialisé en technologie marine qui a établi les relations avec les laboratoires de l'Université McGill et assuré les analyses de laboratoire pour la caractérisation de l'argile et des eaux constitutives du gisement avec fiches techniques.

Avril à septembre 2011

La demande traditionnelle d'homologation pour les produits de santé naturels d'argile a été refusée par Santé-Canada. Suite à une correspondance électronique sur les raisons du refus, la DPSN recommande de faire d'abord une demande pour faire reconnaître l'argile marine de Manicouagan comme ingrédient médicinal et de faire ensuite une demande non-traditionnelle parce que notre matière première est nouvelle. Il faut donc que ses caractéristiques spécifiques soient reconnues comme médicinales par des preuves scientifiques.

Les caractéristiques physiques (rhéologie, surface de dispersion, niveau de liquidité et de plasticité, ph, viscosité...) chimiques (complexe de minéraux tels que le fer, le calcium, potassium, manganèse, sodium, silice, aluminium et traces de zinc...), bactériologiques (absence de métaux lourds, de bactéries pathogènes, d'amiante...) et granulométriques doivent être scientifiquement prouvées.

S'en suit une recherche sur les types d'argile utilisées en thérapeutiques pour établir la comparaison afin de faire la preuve que l'argile de Manicouagan comporte des ressemblances thérapeutiques avec les argiles reconnues par les pharmacopées et par des articles scientifiques. Il est aussi fait état de ses différences avec les autres argiles mais celles-ci sont surtout démontrées au niveau de la provenance, du milieu géographique que du point de vue médicinal.

La demande pour mettre l'argile comme ingrédient médicinal est acceptée par la DPSN fin août.

Septembre à décembre

Suite à cette acceptation, une demande d'homologation **non traditionnelle** est présentée à la DPSN pour faire reconnaître le gel d'argile comme cataplasme à utiliser pour soulager les douleurs musculaires et articulaires, les entorses et foulures, les cas de bursites, tendinites et les cas d'arthrite, d'arthrose et de rhumatismes. Des articles scientifiques et les rapports énumérés plus haut sont invoqués comme preuves à l'appui.

La demande 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 est en cours.

2.2. Description du travail du personnel en RS&DE

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2011																															Nom.heures	Payées
	Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation-3																																
PGMIC3	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		
	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	L		
Travail de Julie Beaulieu																					8			5								13	
Travail de Denise Saunier			8	8						8	8										8			8				8			8	64	3200
Travail de Philippe Mimeault																					8											8	120
Congés fériés	0	0	8	8	0	0	0	0	0	8	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24	0	0	13	0	0	0	8	0	0	8	85	3320
Vacances																																	

Les 4 et 10 et 11 janvier

Une accusation à l'effet que l'argile contenait de l'amiante a fait en sorte que nous avons contacté le Consortium de recherche minérale pour démontrer cette absence. Il était aussi nécessaire de démontrer l'absence de fibres d'amiante pour maintenir la licence d'exploitation et obtenir l'homologation des produits comme produits de santé. Plusieurs entretiens ont eu lieu avec le COREM à cet effet. De la documentation a aussi été envoyée avec des analyses.

2 tonnes d'échantillons avec contenants ont été mis à l'écart pour démontrer cette absence.

Le 21 janvier

Travail d'équipe pour analyser comment faire une demande non traditionnelle pour obtenir l'homologation d'un produit de santé naturel. Une conférence téléphonique suivi de courriels ont établis la démarche.

Les 2 4 et 28 et 31 janvier

Ces 3 jours ont été réservés a des recherches sur comment faire la demande à Santé-Canada

Valeur établie des échantillons d'argile entreposés pour analyses sur l'absence d'amiante :

248,22 \$contenants + 2304 pour entreposage de 5000 pots d'argile.

Valeur établie à 2552,22 \$ dans matériel consommé

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS FEVRIER 2011																															Nom.heures	Payées
PCMIC3	Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation-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					
Travail de Julie Beaulieu	8						8																					8			24		
Travail de Philippe Mimeault	8						8																					8			24	300	
Travail de Denise Saulnier	8						8	8				8	4	8	8							8	8					4			72	3600	
	24	0	0	0	0	0	24	8	0	0	0	8	4	8	8	0	0	0	0	0	8	8	0	0	0	0	0	20	0	0	0	120	3900
Travail de Solange Bouchard				8								8															8				32	480	
Congés fériés																																	
Vacances																																	
	De janvier à avril 2011 :																																
Le 28 février	Une première demande traditionnelle a été adressée à Santé-Canada pour la reconnaissance des formes posologiques suivantes: gel, suspension, poudre et barre de savon. J.B. avec P.M. ont complété les formulaires D.S. les a révisé																																
Les 1 et 7 février	Une recherche documentaire importante sur des livres, revues et articles scientifiques était nécessaire pour démontrer que l'argile de Manicouagan pouvait être un ingrédient médicinal et un produit de santé naturel.																																
Les 8 au 22 février	Pour faire cette demande, il a été nécessaire de produire un rapport sur les preuves démontrant l'efficacité de l'argile de Manicouagan, Voir le rapport annexé																																

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MARS 2011																															Nom.heures	Payées
	Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation-3																																
PCMIC3	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 Julie Beaulieu				7								5						7														19	
Travail de Denise Saulnier			8	8	8	8						5	8	8	8			8										8	3	8	8	96	4800
Travail de Philippe Mimeault			8															8										8	4			28	420
	0	0	8	23	8	8	0	0	0	0	0	10	8	8	8	0	0	23	0	0	0	0	0	0	0	0	0	16	7	8	8	143	5220
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard			8								8							8								8						40	600
Congés fériés																																	
Vacances																																	

Le rapport sur l'innocuité des produits a nécessité 47 hrs et le rapport sur les références a été produit pendant 34 heures.

Quatre rapports sur les spécifications des produits finis de gel (cataplasme), de suspension (pansement liquide), de poudre (bain thérapeutique) et savon thérapeutique ont demandé 39 heures. L'ensemble de ces rapports peuvent être consultés sur demande.

Le sous-traitant n'ayant pas produit les rapports adéquats pour la Direction des produits de santé naturels, ceux-ci ont été produits à l'interne tant pour la conception et la rédaction que pour la présentation électronique des formulaires. La supervision du travail a été assurée par un Phd spécialisé en technologie marine qui a établi les relations avec les laboratoires de l'Université McGill et assuré les analyses de laboratoire pour la caractérisation de l'argile et des eaux constitutives du gisement avec fiches techniques.

Voir son rapport. 200 kg d'argile stérilisée et 100 litres d'eaux constitutives ont été envoyés aux laboratoires et 100 litres d'eaux de mer, glaciaires et de tourbières ont été conservées en entreposage pour analyses futures

Valeur établie des échantillons d'argile analysée et pour démontrer leur qualité

Les 200 kg d'argile stérilisés et 100 litres d'eaux envoyés pour en laboratoire externes pour analyses : valeur de 400\$+217\$

Valeur établie à 617 \$ dans matériel consommé.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2011																														Nom.heures	Payées	
	Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation-3																																
PCMIC3	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 Julie Beaulieu																															0		
Travail de Denise Saulnier																	8	8	8	8												32	1600
Travail de Philippe Mimeault																																	
Congés légers																																	
Vacances																																	
Travail de revision et d'orientation	D.S. Étude des nouvelles conditions pour une demande de PSN non traditionnelle.																																
	La demande traditionnelle d'homologation pour les produits de santé naturels d'argile a été refusée par Santé-Canada. Suite à une correspondance électronique sur les raisons du refus, la DPSN recommande de faire d'abord une demande pour faire reconnaître l'argile marine de Manicouagan comme ingrédient médicinal et de faire ensuite une demande non-traditionnelle parce que notre matière première est nouvelle. Il faut donc que ses caractéristiques spécifiques soient reconnues comme médicinales par des preuves scientifiques. Une nouvelle recherche pour des articles scientifiques sur l'argile et les boues est demandée à l'Institut de la recherche technologique et scientifique.																																

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2011																														Nom.heures	Payées
PCMIC3	Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation-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		
Travail de Julie Beaulieu	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	0	
Travail de Denise Saulnier																8	8	8	8												32	1600
Travail de Philippe Mimeault																																
Congés fériés																																
Vacances																																
Travail de revision et d'orientation	D.S. Étude des nouvelles conditions pour une demande de PSN non traditionnelle.																															
	<p>La demande traditionnelle d'homologation pour les produits de santé naturels d'argile a été refusée par Santé-Canada. Suite à une correspondance électronique sur les raisons du refus, la DPSN recommande de faire d'abord une demande pour faire reconnaître l'argile marine de Manicouagan comme ingrédient médicinal et de faire ensuite une demande non-traditionnelle parce que notre matière première est nouvelle. Il faut donc que ses caractéristiques spécifiques soient reconnues comme médicinales par des preuves scientifiques. Une nouvelle recherche pour des articles scientifiques sur l'argile et les boues est demandée à l'Institut de la recherche technologique et scientifique.</p>																															

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS MAI 2011																														Nom.heures	Payées							
PCMIC3	Prévention des contaminatipns et méthodes industrielles de conservation-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								
	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 Julie Beaulieu																																			8	8	16	240	
Travail de Denise Saulnier																																			8	8	16	800	
travail de Philippe Mimeault																																			8		8	120	
	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	0	0	0	0	0	0	0	16	24	40	1160

Les caractéristiques physiques (rhéologie, surface de dispersion, niveau de liquidité et de plasticité, ph, viscosité...) chimiques (complexe de minéraux tels que le fer, le calcium, potassium, manganèse, sodium, silice, aluminium et traces de zinc...), bactériologiques (absence de métaux lourds, de bactéries pathogènes, d'amiante...) et granulométriques doivent être scientifiquement prouvées. La demande pour mettre l'argile comme ingrédient médicamenteux est formulée.

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2011																														Nom.heures	Payées		
	Prévention des contaminatipns et méthodes industrielles de conservation-3																																	
PCMIC3	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				
Travail de Julie Beaulieu																8				8	8	8	8							8	8		56	1000
Travail de Denise Saulnier																8				8	8									8	8		40	400
Travail de Philippe Mimeault																											8	8					16	120
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	16	0	0	0	16	16	8	8	0	0	0	8	8	16	16	0	112	1520	
Travail de Solange Bouchard			8			8					8							8						8								40	600	
J.B. travaille à l'envoi: 56 hrs	La demande pour faire reconnaître l'argile de manicoouagan comme ingrédient médicinal exige que son efficacité soit démontrée à partir																																	
D.S. travaille en revision 40 hrs	d'argile semblable dont les propriétés thérapeutiques sont reconnues justifiant ainsi des allégations médicinales.																																	
P.M. travaille sur le rapport: 16 hrs	S'en suit une recherche sur les types d'argile utilisées en thérapeutiques pour établir la comparaison afin de faire la preuve que l'argile																																	
S.B. entre les données de temps	de Manicoouagan comporte des ressemblances thérapeutiques avec les argiles reconnues par les pharmacopae et par des articles scientifiques .																																	
	Il est aussi fait état de ses différences avec les autres argiles mais celles-ci sont surtout démontrées au niveau de la provenance																																	
	, du milieu géographique que du point de vue médicinal. P.M.																																	

Description du programme		FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2011																														Nom.heures	Payées	
PCMIC3		Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation-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		
	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 Julie Beaulieu	8										8	8	8	8	8												8	8	8				72	960
Travail de Denise Saulnier	8																																8	212.55
Travail de Philippe Mimeault	8																																8	300
Congés fériés	24	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	8	8	8	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	8	8	0	0	0	0	88	1472.55
Vacances																																		

J.B.: 72 hrs 303 kg sont étudiées par J.B. pour tenter de trouver des solutions pour prévenir les contaminations en aérobies. Ces contaminations constituent le principal problème à résoudre pour faire reconnaître l'argile comme PSN. S'ajoute à ce travail des procédures pour un cahier de laboratoire et un cahier des registres.

Valeur établie des échantillons pour analyse sur la présence ou non de contaminants aérobies et envoi

Juillet	43,40 : contenants	303,00 \$:argile	346,40 \$:total
---------	--------------------	-------------------	------------------

Description du programme	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2011																														Nom.heures	Payées	
	Prévention des contaminatipns et méthodes industrielles de conservation-3																																
PCMIC3	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 Julie Beaulieu											8	8																				16	542,56
Travail de Denise Saulnier											8	8																				16	800
travail de Philippe Mimeault																																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	0	0	0	0	0	0	32	1342,56
Congés fériés																																	
Vacances																																	

J.B. et D.S. travaillent sur:

La demande pour faire reconnaître l'argile comme ingrédient médicinal est acceptée par Santé-Canada. Les conditions et les formulaires pour faire reconnaître le gel, la suspension et la poudre d'argile ainsi qu'un savon ferme est étudiée. On cherche à faire des rapports pour présenter une demande non traditionnelle.

3. RÉSULTATS

3.1. Résultats quant aux analyses

Les résultats sont contenus dans les fiches techniques sur l'argile ou boue marine

I-Identification du produit et de la Société

Nom du produit : Argile de Manicouagan

Nom du fournisseur/du fabricant, adresse et no de téléphone d'urgence : Voir en dessous.

N° d'enregistrement : CNF39406-0

Catégorie : Produit marin naturel

Produit(s) comparables : Bentonite, Montmorillonite

Usage du produit: Topique

II-Composition - Identification des constituants

Données physiques (Claim CDC 2054865 ; F-03-09)

- Humidité : 31.8-41.8%
- Limite de liquidité : 15-30%
- Indice de liquidité : 2.2-18.5%
- Apparence/ Couleur: homogène/gris
- Granulométrie (5 μ) : 50%
- Seuil de l'odeur (ppm): Pas disponible
- État physique: poudre, liquide (suspension), gel
- Viscosité: ND
- pH (de l'eau): 7.4- 7.9 à 22-23°C
- Indice de plasticité : 1-10%
- Solubilité dans l'eau : complète
- Cendres : 67-87%

Composition organique :

La détermination de la composition organique a été effectuée suivant les protocoles définis par l'Association of Analytical Communities (AOAC) et l'International Humic Substances Society (IHSS).

Composés	Teneur (mg.kg ⁻¹)
Carbohydrates (415nm)	1.1 – 1.6
Carbohydrates (380nm)	2.1 – 4.6
Protéines (%)	< 0.63
Chlorophylle	4.3-9.8
Caroténoïdes	0.5-1.0
Acide humique & fluviq (*10 ⁻⁶)	149

Remarque: Les renseignements contenus dans la fiche technique s'appliquent aux produits, disponibles sous forme de poudre, liquide (suspension) et de gel, et dilué conformément aux recommandations du fabricant.

Composition chimique :

L'une des caractéristiques particulières de l'argile de Manicouagan est sa forte teneur en silicates, en oxyde de fer et en alumine. Cette présence marquée d'oxyde de fer lui confère une coloration unique.

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

Minéralogie :

L'argile de Manicouagan est une argile limoneuse majoritairement constituée d'illite et de feldspath plagioclase. Ce type d'argile est très riche en potassium, en magnésium, en sodium et particulièrement en fer et calcium.

*Trace de microcline intermédiaire et phlogopite

Analyses spéciales : La caractérisation minéralogique en dispersion de couleurs – Méthode IRSST 244-2 a permis fibres d'amiante

Minéraux	Quartz	Albite	Illite	Hornblende	Chlorite	Apatite
Proportions (%)	21,36	29,0	31,16	15,06	1,5	0,5
SiO₂	100,00	68,0	34,00	51,00	30,0	-
Al₂O₃	-	20,0	30,0	5,0	20,0	-
Fe₂O₃	-	-	18,0	3,0	16,0	-
MgO	-	-	2,0	15,0	22,0	-
CaO	-	-	-	24,0	1,0	58,0
Na₂O	-	12,0	1,0	-	-	-
K₂O	-	-	9,0	-	-	-
TiO₂	-	-	2,0	-	-	-
P₂O₅	-	-	-	-	-	42,0
PAF	-	-	4,0	2,0	11,0	-

microscopie polarisante et par de montrer une absence totale de

Argile extraite	
Matériau gris	
Fibres d'amiante	Non détectées
Particules anguleuses, fragments et autres	>95%

Composition chimique :

L'une des caractéristiques particulières de l'argile de Manicouagan est sa forte teneur en silicates, en oxyde de fer et en alumine. Cette présence marquée d'oxyde de fer lui confère une coloration unique.

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

Tests d'innocuité :

L'analyse des métaux lourds a également permis de montrer que les échantillons d'argile de Manicouagan regorgeaient de quantités bien en deçà de la limite acceptée par le Bureau des Produits Naturels de Santé Canada soit le seuil de tolérance fixé à 0,29 µg/kg p.c./jour.

Métaux	Bain thérapeutique (poudre) (µg/kg p.c./jour)	Pansement liquide (suspension) (µg/kg p.c./jour)	Cataplasme (gel) (µg/kg p.c./jour)
Pb	0.0764	0.0871	0.0818
Ar	0.0594	0.0464	0.0683
Cd	0.0640	0.0724	0.0769
Hg	< 0.2	< 0.2	< 0.2

Données microbiologiques :

L'analyse microbiologique révèle la présence d'une flore normale comparable à celle observée dans toutes les argiles marines. Le contenu bactérien est relativement faible avec une absence totale des bactéries pathogènes. De plus une étude de vieillissement montre que l'argile peut-être conservée pendant 20 mois dans des conditions normales de température (4 à 6 degré C) et d'humidité.

Type d'échantillons	Compte aérobie total	Coliformes totaux	Levures et Champignons	<i>Pseudomonas</i> total	<i>Staphylococcus</i> total	<i>Salmonelles</i> totales
Série 1						
Bain thérapeutique (poudre)	6000	0	0	0	0	0
Cataplasme (gel)	0	0	0	0	0	0
Pansement liquide (suspension)	100	0	0	0	0	0
Série 2						
Bain thérapeutique	100	0	0	0	0	0

(poudre)						
Cataplasme (gel)	0	0	0	0	0	0
Pansement liquide (suspension)	0	0	0	0	0	0

Type d'échantillons	Total Aerobic	Total Coliform	Yeast & Mold	Total <i>Pseudomonas</i>	Total <i>Staphylococcus</i>	Total <i>Salmonella</i>
1. Gel/Cataplasms 20 months/glass	2700	0	0	0	0	0
2. Gel/Cataplasms 14 months/plastic	0	0	0	0	0	0
3. Suspension/ Liquid pansement 20 months/glass	0	0	0	0	0	0
4. Suspension/ Liquid pansement 20 months/glass	1000	0	0	0	0	0
5. Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 14 months/plastic	0	0	0	0	0	0
6. Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 20 months/glass	0	0	0	0	0	0

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 appliquées telles qu'elles ont été conçues pour obtenir la licence d'exploitation.
- 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 et de de l'extraction en passant par le transport et l'entreposage jusqu'au traitement dans le procédé de fabrication et de stérilisation .
- Poursuivre le développement d'un modèle technologique qui conserve ses propriétés originelles à l'argile marine issue de la réserve de la biosphère Manicouagan 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

4.2. Pour la stérilisation et la conservation des produits





- 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.
- 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

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



6.12 Suite des applications des échantillons pour le développement de gammes de produits à base d'argile. Rapport faisant suite au programme DGPM3- DGPM4 : produits moussants, produits à base d'eaux constitutives DGPE1, produits biologiques DGPBIO1 et cataplasme pour chevaux DGPC1.

Préparé et rédigé par Denise Saulnier, Coordonnatrice des programmes, pour l'année 2011, 33 pages.

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{ER} JANVIER 2011 AU 31 DÉCEMBRE 2011

Par : Denise Saulnier, présidente

Bureau de vente / Sales office
FAX 514. 593 4261
Infos@argileeaumer.ca
denisesaulnier@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 1H0

www.argileeaumer.ca

1 2 7 6 4 1 9 -

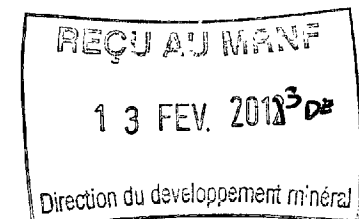


TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

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	
1.3.1 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 2011 au 1 juillet 2011	
2.2. Description de travaux de chaque travailleur- Calendrier et feuille de temps	
3. RÉSULTATS	P. 18
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. 33
4.1 Pour les savons fermes	
4.2 Pour la poursuite du programme	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE	P. 33

5.2. RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX SUR LE PROJET

Code de projet : DGPM4-DGPE1-DGBIO1-DGCC1

Nom du projet : Développement de gammes de produits : produits moussants, produits à base d'eaux constitutives , produits biologiques et cataplasme pour chevaux.

Nom des chargés de projet :

- Chérif Aidara, Phd en biotechnologie marine, Québec Biodiversité
- Sadi Mouadna, Phd Chimiste, Adlabo, (expertise externe)
- Pascal Giguère, baccalauréat en biologie moléculaires, CEDFOB
- Julie Beaulieu, baccalauréat en ingénierie de la bio. médicale
- Jocelyne Bouchard, expertise dans le travail de recherche.(expertise interne)

Date de début du projet: 15 décembre 2007.

Date de fin du projet : 15 décembre 2016

Tél. : 418.567.9620

Fax : 418.567.1244

Courriel : infos@argileeaumer.ca

DESCRIPTION TECHNIQUE

1. 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

Pour chacun des produits, il est nécessaire de procéder à des analyses bactériologiques pour certifier l'absence de contaminants pathogènes, de métaux lourds, d'amiante et de coliformes de types "e coli" ainsi qu'un nombre acceptables de bactéries aérobies. La méthode de traitement à utiliser pour éliminer ces contaminations, si elles sont présentes, représente au départ un obstacle à résoudre pour des produits de santé naturelle et dermocosmétiques. Il est aussi possible qu'aucune méthode de traitement soit viable quant à l'innocuité et aux coûts. En santé animale, les mêmes problématiques se posent.

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.

Plusieurs essais en laboratoires quant aux opérations de mélange doivent être effectuées 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 obstacles quant au respect des protocoles inscrits dans le cahier des charges. Des ajustements quant 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 qui doit être prise en compte pour que la stabilité perdure dans le temps et qu'aucune séparation des ingrédients ne s'effectue.

Les difficultés 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 des produits doit être assurée afin d'indiquer une date de péremption des produits ce qui représente des obstacles supplémentaires. Finalement, des preuves scientifiques démontrant les allégations d'efficacité des produits et des tests sensoriels complètent les obstacles à résoudre.

Améliorations / Cibles escomptées du programme de l'année

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 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.

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..

1.5 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 des activités menées dans l'année visée par la demande

De janvier à avril 2011 :

Ayant constaté une séparation des savons à main moussants, un protocole de retrait à l'interne a été établi suivi d'une codification de l'entreposage des échantillons. Aucun rappel de produits n'a été fait. Cependant, nous avons retracés tous les endroits où les échantillons avaient été annoncés. Un échantillonnage des eaux de mer, de tourbière et glaciaire a été effectuée à trois reprises afin de fournir des échantillons aux laboratoires. Des protocoles expérimentaux ont été établis. Ils concernaient une détermination du pH des eaux, l'extraction, le dosage des pigments photosynthétiques et l'évaluation de la quantité de métaux lourds et éléments minéraux dans les échantillons d'eaux constitutives de l'argile.

Suite à des discussions, il a été établi que cette étude exploratoire montre une diversité et une richesse organique en éléments chimiques des eaux constitutives de l'argile de Manicouagan. À la seule exception de l'eau de tourbière dont le pH mesuré est acide, les autres eaux peuvent être intégrées à des formules cosmétiques ou tout simplement être destinées à des spas et aux bains aux effets thérapeutiques. Comme ces eaux sont exemptes de métaux lourds et que leur présence est très en deçà des exigences requises par Santé Canada, elles sont par conséquent propres à

une utilisation sécuritaire et bénéfique. La fabrication d'une gamme de produits a alors été projetée. Cependant, les analyses microbiologiques effectuées sur les eaux constitutives montrent qu'on parviendra à une innocuité si des méthodes de traitement sont adaptées. Une recherche a donc été entreprise sur ces méthodes puisque les eaux présentent un potentiel commercial. Il reste à concevoir des études plus approfondies pour être en conformité avec les agences de réglementation avant de procéder à la commercialisation. Les fiches techniques produites viendront confirmer la pertinence des résultats.

D'avril à septembre 2011: Une demande pour des cataplasmes pour les chevaux de course a nécessité des recherches quant à la viscosité des produits, le niveau de liquidité nécessaire et le pH. L'efficacité devait être démontrée quant aux allégations de contrer les inflammations et soulager les douleurs musculaires et articulaires. Comme ces cataplasmes devaient être prêts à l'emploi et exportés, une recherche sur les contenants demandée par le client a également été entreprise pour assurer leur résistance au transport et une utilisation efficace lors du traitement en écurie.

La mise en place des mesures de contrôle de la qualité, à partir de la gestion de l'équipement de laboratoire a été entreprise. Un pH-mètre avec électrode externe a été ajouté au parc d'équipement. Du tape à autoclave a été utilisé, afin de s'assurer du bon déroulement de la stérilisation des produits. Les mesures de viscosité se sont avérées complexes en raison du nombre de variables pouvant affecter la viscosité de l'argile, soient la thixotropie (rhéologie) réversible, la température, l'historique des forces exercées sur le matériau, la présence de 3 phases (eau, air et argile), la préparation de l'échantillon, la méthode de mesure utilisée et la prise de mesure par l'expérimentateur.

Un rapport sur la viscosité détaille les démarches effectuées sur cet aspect. Il traite des tests de conversion analogique/numérique et des tests sur les différents produits de l'argile dans différentes conditions d'expérimentation, afin d'établir un standard interne. Le pourcentage d'humidité de différents produits a été effectué ainsi que des tests sur le pourcentage de particules dans 3 intervalles de granulométrie. Les résultats sont inscrits dans le cahier de laboratoire. Des recherches sur la granulométrie de phases humides ont fait ressortir trois options différentes : test en laboratoire externe ; essai de sédimentométrie ; tamisage en flux. Aussi, du point de vue de l'entretien des équipements, des démarches ont été effectuées pour commander des filtres HEPA pour la salle propre. Le seuil de pression critique à vérifier est 1 pouce par jauge d'eau (en anglais : *inche/water gauge*).

La mise en place de nouvelles procédures opératoires normalisées (PON) pour les mesures de la qualité (pourcentage d'humidité, viscosité, pH), a été effectuée. Une solution pour faire des analyses sur la potabilité de l'eau de puits suite à sa désinfection a été faite selon un protocole normalisé et instauré.

La cueillette du lédon du Groenland et d'autres espèces biologiques a été entreprise avec des recommandations de tests sur l'influence de la congélation pour la conservation de ces échantillons. La découverte de l'utilité d'un appareil remplisseur de pétri complète cette période.

Septembre à novembre 2011

La pratique de l'ensemble des normes de contrôles a alors été entreprise afin de respecter les procédures opératoires normalisées. Une formation plus poussée des employées affectées à la maîtrise de ces normes a été nécessaire afin de bien remplir les fiches techniques des registres. Des tests pour mesurer l'intégration de ces normes ont eu lieu suivi de rapports. Des recherches pour résoudre le problème de séparation des savons à main en relation avec la viscosité et la suspension ont été entreprises suivi d'une révision de l'entreposage des produits finis pour s'assurer que le % d'humidité et de température est adéquat. Une nouvelle codification a été faite. Des rencontres avec le CEDFOB ont été nécessaires pour intégrer la connaissance sur les nouveaux échantillons. Ceux-ci représentant des huiles, des poudres issues de plantes, fleurs, arbres et arbustes feront l'objet d'un rapport en 2012.

DGPM (DGPM 2) DGPEL DGPIBIO1 DG	Développement de gammes de produits																												FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2011																												Nom.heures	Payées
DGPC1	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		L	M	M	J	V							J	V																																											
Travail de Jocelyne Bouchard	8			8						8							8															32	448																									
Travail de Sylvie Bouchard	8			8	8					8							8	8							8							56	784																									
Travail de Philippe Mireault	8									8															8	8						32	480																									
Travail de Jean-Claude Deroy	8				8					8								8							6							38	720																									
Travail de Denise Saunier	8									8															8				7			31	1550																									
																																189	3982																									
Travail de Solange Bouchard				8						8							8								8							32																										
Congés fériés																																																										
Vacances																																																										

Semaines du 1 au 18 avril
Réunions d'équipe: les 1 et 11

Réunions d'équipes pour évaluer les plaintes des clients quant au savon liquide. Il y a une séparation ds ingrédients, nous cherchons à savoir pourquoi. Nous avons rappelé les produits en circulation pour mieux comprendre les causes et mis à l'écart les produits stockés. Une valeur de produits de 1671,33 a été retirée des lieux de vente à partir des rappels de produits. La même procédure a été appliquée pour les produits stockés à l'usine. Est-ce attribuable au pourcentage d'argile plus de 10% qui occasionne des problèmes de viscosité, de suspension et d'homogénéité ? Est-ce attribuable au contenant? Les savons avec lavande se séparent-ils plus que ceux aux agrumes?

Évaluations et révisions
les 4 et 5.

Des évaluations et des révisions des documents sont faites par J.B., J.C.D. et S.B. du procédé de leur fabrication.

- Le choix des ingrédients et la quantité à incorporer au mélange à chacune des étapes
- La température requise
- La cuisson de la base (au bain-marie) et le temps mesuré d'apparition de la trace
- La quantité d'eau distillée ou non pour la dilution
- L'ajout de l'argile (poudre ou boue) selon une granulométrie définie
- L'ajout des fragrances et/ou des eaux florales
- La détermination du temps de stabilité
- Les conditions et la température de la pièce de fabrication et ensuite de l'entreposage

Semaines du 18 avril et 29 avril
Codification et fiches techniques
Codification: les 18 et 19
Fiches techniques et rapport de non conformité: 26
Évaluation de l'A.Q. et cahier des charges:29

Les échantillons ont été codifiés et les fiches techniques ont été remplies. Un rapport de non-conformité à été produit. L'assurance qualité a révisé l'ensemble pour l'inscrire dans le cahier des charges

DGPM4 (DGPM3) DGPE1 DGPE101-DG4	Développement de gammes de produits																												FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2010														Nom.heures	Payées
DGPCC1	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						J	V																																				
Travail de Julie Beaulieu																		8	8	8	8	8											8	8		56	840							
Travail de Sylvie Bouchard																		8	8	8	8	8											8	8		56	784							
Travail de Philippe Mimeault																																				0								
				8							8						8								8											32	480							
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	16	16	16	16	16	16	0	0	0	0	0	0	0	16	16	0	0		112	1624							
Travail de Solange Bouchard	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	32	480								
Congés férés																																												
Vacances																																												

Les 4,11 et 18 avril

Révision de la documentation pour le développement d'une gamme d'eau micellaire. Il manque le traitement des eaux et d'une méthode de conservation. Des protocoles expérimentaux ont été établis. Ils concernaient une détermination du pH des eaux, l'extraction, le dosage des pigments photosynthétiques et l'évaluation de la quantité de métaux lourds et éléments minéraux dans les échantillons d'eaux constitutives de l'argile. Suite à des discussions, il a été établi que cette étude exploratoire montrent une diversité et une richesse organique en éléments chimiques des eaux constitutives de l'argile de Manicouagan. À la seule exception de l'eau de tourbière dont le pH mesuré est acide, les autres eaux peuvent être intégrées à des formules cosmétiques ou tout simplement être destinées à des spas et aux bains aux effets thérapeutiques. Comme ces eaux sont exemptes de métaux lourds et que leur présence est très en deçà des exigences requises par Santé Canada, elles sont par conséquent propres à une utilisation sécuritaire et bénéfique. La fabrication d'une gamme de produits a alors été projetée. Cependant, les analyses microbiologiques effectuées sur les eaux constitutives montrent qu'on parviendra à une innocuité si les méthodes de traitement sont adaptées. Une recherche a donc été entreprise sur ces méthodes puisque les eaux présentent un potentiel commercial. 650 litres ont été utilisés en échantillons pour les analyses (650X1=6500)

Les 19 au 22

Travail pour faire reconnaître l'argile comme ingrédient médicinal par Santé-Canada:
 * comparaison avec les types d'argile
 * allégations à partir d'articles scientifiques

Le 25-28-29

Protocole de cueillette de produits forestiers non ligneux en collaboration avec le Centre de recherche CEDFOB
 Cueillette des échantillons sous la direction du CEDFOB

DGPM4(DGPM3) DGPE1 DGPSIG1 DG	Développement de gammes de produits																												FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2011												Nom.heures	Payées
DGPCC1	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				J	V	S				M	J	V	S				M	J	V	S																
Travail de Julie Beaulieu									8	8	8																						24	813,84								
Travail de Sylvie Bouchard									8	8	8	8	8																			8	8	8	64	960						
Travail de Jean-Claude Derox									8	8	8	8	8																			8	8	8	64	600						
Travail de Philippe Mirneau																8	8	8	8	8												8	8	8	128	1664						
Travail de Denise Saulnier																8	8	8	8	8													7			63	2750					
	0	0	0	0	0	0	0	0	24	24	32	24	24	0	0	16	16	16	16	16	0	0	15	8	8	8	8	8	0	0	32	32	24	343	6787,84							
Congés fériés																																										
Vacances																																										
Les 8 et 9																																Cueillette d'échantillons pour le programme CEDFOB- La cueillette du lédon du Groenland et d'autres espèces biologiques a été entreprise avec des recommandations de tests sur l'influence de la congélation pour la conservation de ces échantillons. La découverte de l'utilité d'un appareil remplisseur de pétri complète cette période.										
Le 10																																Réunion d'équipe pour planifier le travail quant au programme CEDFOB et pour des essais pour la formulation des produits à partir des normes de liquidité et de viscosité avant le départ de J.Beaulieu.Mise au point de la liquidité et de la viscosité des catapalsmes et pansements liquides.										
Les 11 et 12																																Une solution pour faire des analyses sur la potabilité de l'eau de puits suite a sa désinfection a été faite selon un protocole normalisé et instauré.										
Semaine du 15 au 19																																Essais et no.de codification des produits finis pour la tracabilité										
Semaines 23 au 25																																Avec la licence d'exploitation, Denise Saulnier explique le cahier des charges et donne une formation sur les registres et les fiches technique à P.M. La mise en place des mesures de contrôle de la qualité, à partir de la gestion de l'équipement de laboratoire a été entreprise										
																																Le pourcentage d'humidité de différents produits a été effectué ainsi que des tests sur le pourcentage de particules dans 3 intervalles de granulométrie. : test en laboratoire externe ; essai de sédimentométrie ; tamisage en flux. Aussi, du point de vue de l'entretien des équipements, des démarches ont été effectuées pour commander des filtres HEPA pour la salle propre Le seuil de pression critique à vérifier est 1 pouce par jauge d'eau (en anglais : inche/water gauge).										
																																Les résultats sont inscrits dans le cahier de laboratoire. Des recherches sur la granulométrie de phases humides ont fait ressortir trois options différentes: la mise en place de nouvelles procédures opératoires normalisées (PON) pour les mesures de la qualité (pourcentage d'humidité, viscosité, pH),a été effectuée .										
																																D'autre part, à la réception des échantillons de cataplasmes de chevaux,le niveau de liquidité était trop élevée. Une recherche a été entreprise pour résoudre le problème et s'est résolue par l'envoi de 1001 kg en Belgique pour diminuer la liquidité. (Voir la correspondance avec Claude Lortie et Jean-Jacques Rahier à ce sujet.)										

DGP H 4 (DGP H 3) - DGP E 1 - DGP B I D 1 - D C	Développement de gammes de produits																												FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2011		Nom.heures	Payées
DGPCC1	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		
			J	V					J	V															J	V						
Travail de Jocelyne Bouchard	8	8	8	8				8	8	8	8	8																		72	960	
Travail de Sylvie Bouchard	8	8	8	8				8																						40	600	
Travail de Denise Sautier								8																						8	407,5	
	16	16	16	16	0	0	24	8	8	8	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	120	1967,5	
Congés fériés																																
Vacances																																
Semaine du 1 au 4	Poursuite du travail sur le cahier des registres. Détermination du travail à faire pour bien remplir les fiches techniques pour le laboratoire. pour les produits finis incluant conditionnement et livraison.																															
Semaine du 7 au 11	Des entretiens avec le CEDFOB pour intégrer les connaissances sur les nouveaux échantillons d'huiles et de poudres issues de plantes, fleurs, arbres et arbustes ont eu lieu. (7 nov.) Suite à ces rencontres, J.B. fait rapport pour la poursuite du travail à présenter à l'AQ pour l'année.																															

3. RÉSULTATS

3.1 RÉSULTATS DES ESSAIS :

3.1.1 Les mesures de viscosité :

Des tests ont d'abord été faits pour mesurer les intervalles de temps par rapport à la vitesse de rotation.

6	2,5		
8	4		
10	5		
12	10		
14	20		
16	50		
18	100		

Les valeurs de la viscosité ont ensuite été prises

Tableau I

Mobile : S04		4	RPM:	0,5
Temps	Couple de torsion		Visco	
s	%		cP	
0		22	90000	400000
30		30	120000	
60		34	136000	
90		26	103000	
120		24	98000	
150		31	124000	
180		30	121000	
210		28	110000	

Constante de torsion (tk):

Formule
tk
*SMC*10000/RPM

Tableau II

Mobile : S04	4	RPM:	1
--------------	---	------	---

Temps s	Couple de torsion %	Visco cP	
0	25	51000	200000
30	29	60000	
60	31	58800	
90	28	57000	
120	29	59000	
150	28	57000	
180	29	58000	

28-02-2011

Échantillon :		Savon liquide agrumes		Échantillon	
Mobile :	S05	RPM: 10	Mobile :		
Temps s	Couple de torsion %	Visco cP	Temps s		
0	48	16500	90		
30	47,5	18960	120		
60	47	18800	150		
90	46,7	18680	180		
120	46,7	18680	210		
150	46,5	18600	300		
180	46,4	18560	330		
210	46,2	18480	360		
270	46	18360	420		
300	45,5	18320	450		
330	45,7	18280	480		
360	45,7	18280	510		
660	45	18000	600		
690	44,8	17920	630		
720	43,7	17480	660		

erreur sur la mesure :

2000 formule

3.1.2 Évaluation du PH

pH

Température fin

21,2

(25 minutes pour la prise de données de la viscosité en fonction de la vitesse du mobile)

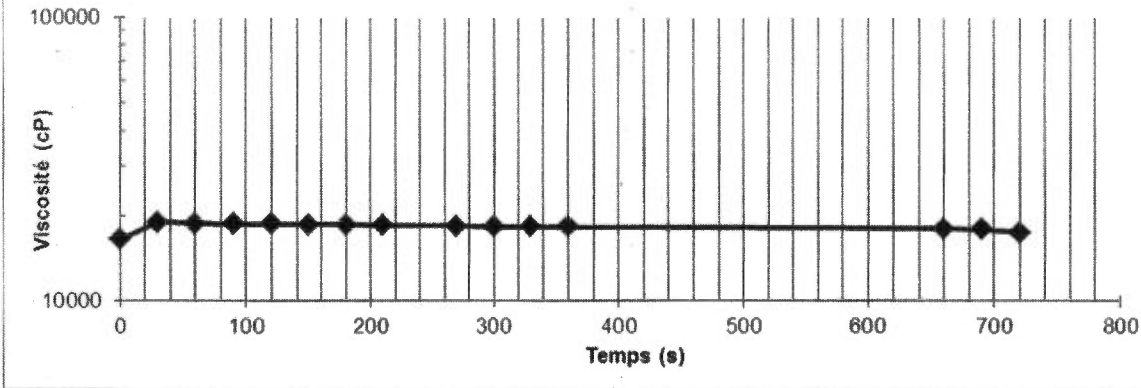
Couple de torsion %	Viscosité	
	cP	RPM
13,8	120000	0,5
21	84400	1
28,8	57600	2
30,6	48960	2,5
34,7	34700	4
36,7	29360	5
43,7	17480	10
51,9	10380	20
65	5200	50
78,4	3136	100
8,8	114000	0,3
14,2	984660	0,6
25,4	67730	1,5
32,1	42800	3
38,6	25730	6

	45,8	15260	12
	57,2	7626	30
	68,2	4546	60

Tableau des SMC	
Mobile	SMC
RV1	1
RV2	4
RV3	10
RV4	20
RV5	40
RV6	100
RV7	400

Graphique 1 : La viscosité du savon aux agrumes en fonction du temps

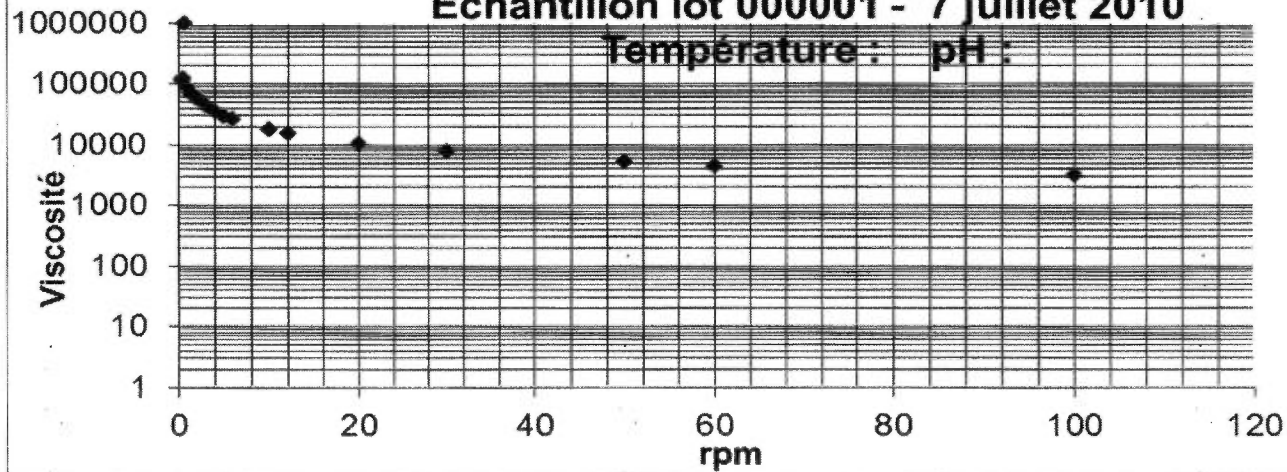
Échantillon lot 0000001 - 7 juillet 2010
Température : degrés Celcius / S0 / RPM :



Viscosité du savon aux agrumes en fonction du rpm

Échantillon lot 0000001 - 7 juillet 2010

Température : pH :



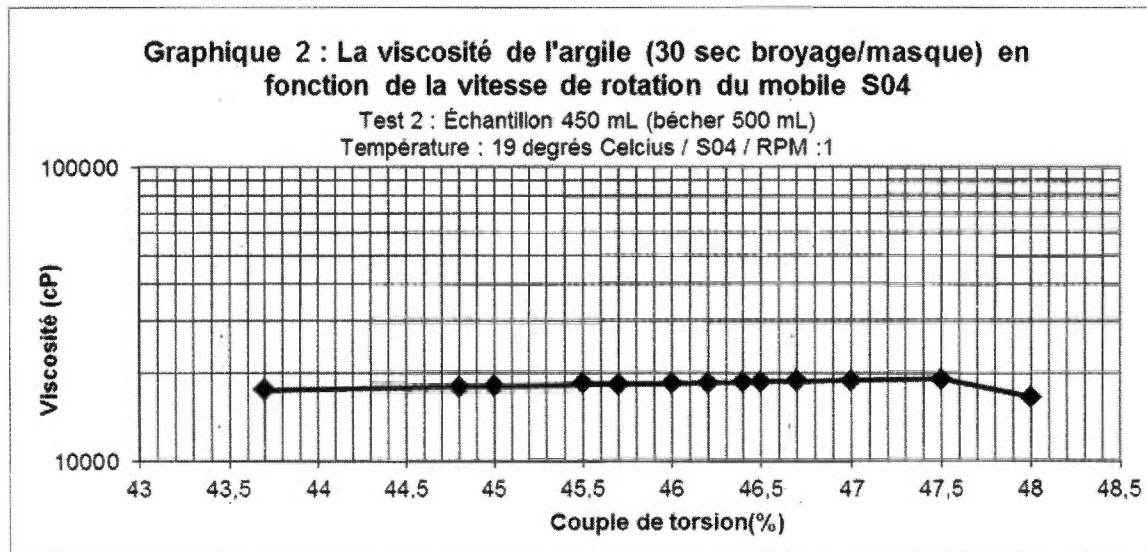
4-5/04 2011

Mois de mai 2011- Protocole d'essais pour les cataplasmes de chevaux

Tests	Niveau de liquidité	Adhérence	poids /volume	viscosité
Test 1	Environ 35%	Élevée	2kg/pochettes	84400
Test 2	Environ 32%	Élevée	2kg/pochettes	57600
Test 3	Environ 28 %	Moyen	2kg/pochettes	46960
Test 4	Environ 25%	Bas	2kg/pochettes	34700

Plus le niveau de liquidité et la viscosité augmente, plus l'adhérence diminue.

Mois d'août 2011 : Plusieurs mesures et graphismes semblables à ceux ci-dessous ont été prises pour évaluer la viscosité des cataplasmes et des pansements liquide en vue de l'homologation des produits. Ces mesures se trouvent dans le cahier de laboratoire et les registres tel que l'exemple plus bas le démontre



3.2 Résultats quant aux procédures opératoires normalisées

PON LABO-01 Détermination du pourcentage d'humidité

Description

Il s'agit de la détermination du pourcentage d'humidité des produits d'argile : cataplasme/gel, suspension/pansement liquide et masque.

Matériel

Contenant en verre ou en pyrex

Produit de l'argile à analyser

Étuve

Instrument pour transférer l'argile dans les contenants en verre

Balance

Minuterie

Opérations

- Se référer à la procédure pour utiliser l'étuve choisie.
- Se référer à la fiche technique correspondante pour l'utilisation de la balance
- Peser un contenant vide et noter la valeur de la masse
- Remplir le contenant d'un produit de l'argile
- Peser à nouveau le contenant (plein) à l'aide de la balance et noter la valeur de la masse
- Programmer la température de l'étuve à 120 degrés Celcius.
- Étuver le contenant pendant 1h.
- Retirer le contenant et le peser à nouveau à l'aide de la balance : prendre la valeur de la masse en note. Si l'échantillon ne semble pas sec, remettre à l'étuve de 20 à 30 min.

Calcul du pourcentage d'humidité

Le calcul du pourcentage d'humidité se fait selon l'équation suivante :

$$\text{Taux d'humidité (en \%)} = 100 * \left(\frac{m_h - m_s}{m_h - m_0} \right)$$

Où

m_h : masse du contenant avec l'échantillon humide
 m_s : masse du contenant avec l'échantillon sec
 m_0 : masse du contenant vide

PON : PH-Mètre

PON- AEM- EQP-04-412 : pH-mètre (pH-013)

Description

(inspirée de la version anglaise du manuel d'utilisateur en annexe)

Le pH-mètre pH-013 montré à la figure 1 permet la mesure du pH ($\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$), de la différence de potentiel et de la température d'une solution. Il n'est pas recommandé d'utiliser cet instrument pour la mesure du pH des solides

Les liquides d'étalonnage disponibles chez Argile Eau Mer Inc. en 2011 présentés à la figure 2 ont des pH de 4.00, 7.00 et 10.00. Dans les instructions du pH13, on peut faire la correspondance suivante :

pH6,86 : pH7
pH4,01 : pH4
pH9,18 : pH10

Une solution de chlorure de potassium (KCl) pour l'entreposage de l'électrode fait aussi partie du matériel d'entretien disponible chez Argile Eau Mer Inc. en 2011 comme montré à la figure 3 . Le panneau frontal montre les fonctions suivantes (voir figure 4) :

On/Off

pH : indique la mesure de pH effectuée par l'électrode

mV : indique la différence de potentiel

°C : température prise par la sonde

Spécifications techniques

1. Intervalle de mesures

pH := [0.00-14.00]

différence de potentiel en millivolts (mV) := [0-1999]

Température (degrés Celcius) := [0-100]

2. Précision sur les mesures

pH \pm 0.01

différence de potentiel \pm 0.1%

Température \pm 0.4 degrés celcius

3. Résolution

pH := 0.01

voltage : 1.0mV

température : 0.1 degrés Celcius

4. Affichage

Écran LCD analogique (4)

5. Source d'alimentation

batterie 9V

6. Conditions d'opération

Température de la pièce (0 à 50) degrés Celcius

Humidité plus petite que 95%

7. Résistance d'entrée

10 ohms

8. Dimensions

180 mm (L) x 83 mm (W) x 46 mm (H)

9. Poids

Instrument : 290 g

Global : 570 g

10. Étalonnage

a) un étalonnage à pH7

b) un étalonnage avec une solution acide (pH < 7) et une solution basique (pH>7)

c) précision + ou - 1pH

d) Pente [85-105]%

Les valeurs indiquées sont valables à la température ambiante (25 degrés Celcius).

11. Compensation de température

Automatique quand il y a une sonde à température (c'est le cas pour AEM)

Connexion de l'électrode et installation de la batterie

Électrode de pH : connectée à la prise du pH (voir figure 5)

Sonde de température (noire) : connectée à la prise à droite de l'instrument

Installation de la batterie : Ouvrir le couvercle et mettre la batterie (cathode et anode au bon endroit)

Étalonnage pH

- a) De petites quantités de solutions pH6,86 et pH4,01 (ou pH9,18) dans de petits béchers/contenants propres sont nécessaire
- b) Pour un étalonnage plus précis, il est recommandé d'utiliser deux béchers pour chaque solution tampon : le premier sert au rinçage de l'électrode et le second à l'étalonnage. Les risques de contamination de la solution tampon sont alors réduits au minimum.
- c) Mettre à « on » l'instrument
- d) Appuyer sur le bouton « pH » pour obtenir la mesure de pH.
- e) Immerger l'électrode dans la solution tampon pH6,86 et agiter légèrement.
- f) À l'aide du tournevis, ajuster le « trimmer » à gauche jusqu'à ce que la valeur de la solution tampon corresponde au pH à la température obtenue.
- g) Immerger l'électrode dans une solution tampon pH4,10 ou pH9,18 et agiter légèrement.
- h) Après une minute, ajuster le trimmer à droite comme expliqué en f).
- i) L'étalonnage est effectué.

Important :

L'étalonnage doit être refait à chaque fois que :

- L'électrode est remplacée
- À chaque mois
- L'électrode a été utilisée dans des conditions non favorables
- Une plus grande précision est requise

Entretien de l'électrode de pH

Durant le transport, de petites bulles peuvent se former à l'intérieur du bulbe qui mesure le pH. Dans ces conditions, l'électrode ne peut pas fonctionner de manière adéquate. Pour enlever ces bulles, il est possible de secouer de haut en bas l'électrode (comme avec

les thermomètres dans le milieu clinique). Si des électrodes rechargeables sont utilisées, il est important de s'assurer que le niveau de solution est respecté.

Si le capuchon de protection a été mis sans l'électrolyte (solution de chlorure de potassium KCl) ou si encore l'électrode n'a pas été utilisé depuis longtemps, l'électrode doit être réactivée en la laissant pendant plusieurs heures dans un bécher/contenant contenant de l'eau (normale, plate).

De manière générale, la différence de potentiel entre des mesures avec des solutions tampon pH7 et pH4 se situe dans l'intervalle 171 mV et 176 mV pour des électrodes de pH fonctionnant à des températures entre 20 et 25 degrés Celcius.

- a) Le câble utilisé pour la connexion de l'électrode de pH doit être intact
- b) Les prises pour connecter les câbles doivent être sèches et propres.
- c) Si l'électrode a été exposée à l'air de manière prolongée, les résultats obtenus sont obtenus de manière lente et présente une instabilité. Dans ce cas, un processus de déshydratation doit être fait. Il faut immerger l'électrode dans de l'eau distillée pour une nuit entière.
- d) S'il y a l'incrustation de sel inorganique à la surface du bulbe de l'électrode : l'efficacité de l'électrode devrait être retrouvée en immergeant l'électrode 5 min. dans les solutions de HCl (concentration 0.1 M (molaire)), NaOH (0.1M) et encore dans la solution HCl (0.1M). (en 2011, ceci n'est pas présent à AEM).
- e) Un film d'huile organique ou de graisse peut aussi affecter l'efficacité des lectures. Pour contrer cet effet, il est possible de rincer le bulbe avec une solution de méthanol 75% (0.25 eau pour 0.75 de méthanol). Il faut par la suite assécher le bulbe avec un linge doux et laver l'électrode en l'immergeant d'eau distillée pendant plusieurs heures.
- f) Le dépôt de protéines (s'il y a des mesures faites sur du lait ou du fromage) peut être éliminé avec un traitement avec de la pepsine et une solution de HCl. Ceci peut être fait juste avant l'utilisation. Ceci n'est pas applicable à AEM 2011. Pour de plus amples informations, consulter le manuel de l'utilisateur.

19 au 30-09-2011

PON-EQP-04-413 Mélangeur FMS30 Berkel

Description

La présente procédure explique le fonctionnement et les particularités du mélangeur FMS30 de Berkel. Il sert au mélange des ingrédients pour les savons chez Argile eau mer inc.

Opération de mélange

Le mélangeur (figure 1) offre 5 vitesses de mélange, dont « Blend » qui est la vitesse la plus faible.

Il est muni d'une minuterie de 15 minutes (figure 2) et d'une option « hold » sans minuterie (contrôle manuel du mélangeur).

Pour démarrer le mélangeur, appuyer sur « start ». Pour arrêter le mélangeur, appuyer sur « stop ».

Si la grille est ouverte ou encore que le bol est descendu à l'aide de la manivelle, le moteur est arrêté automatiquement. Il ne faut pas utiliser le hachoir lorsque le mélangeur est en fonction (pas applicable chez AEM).

Entretien

Si quelque chose obstrue le mélangeur : arrêter l'appareil, le débrancher et enlever l'obstruction.

S'assurer que le mélangeur est de niveau.

Lubrifier les glissières qui servent à monter et descendre le bol à chaque mois avec de la graisse.

Bien nettoyer avec de l'eau savonneuse et rincer à chaque utilisation et avant la première utilisation. Ne pas utiliser d'eau courante pour nettoyer le mélangeur (la portion moteur, etc.). Il doit être nettoyé avec un linge propre.

Le moteur n'a pas besoin d'entretien.

PON-EQP-04-410 Viscosimètre DV-I+

Description

Le viscosimètre Brookfield RVDV-I+ permet d'obtenir les mesures de viscosité, de contraintes de cisaillement associées (shear stress) en fonction de la vitesse de rotation des mandrins (mobiles ou encore *spindle*).

La viscosité est la mesure de la résistance à l'écoulement d'un matériau. Dans le cas de l'Argile de Manicouagan, les mesures de viscosité servent à établir un standard pour les produits suivants : cataplasme/gel ; suspension/pansement liquide ; masque. La viscosité pourrait être aussi prise à la fin du processus de saponification des savons d'argile en barre.

L'Argile de Manicouagan est constitué de 3 phases importantes : l'argile, l'eau et l'air (bulles). Il s'agit d'un matériau ayant un comportement thixotropique : quand une force est exercée sur ce dernier, l'argile solide se liquéfie. Il se solidifie par la suite. Le comportement suit une boucle d'hystérésis :

La boue est aussi considérée comme un fluide viscoélastique. Soumis à une déformation, Rhéofluidifiant

Fluide **viscoélastique** : Soumis à une déformation présentent à la fois un aspect visqueux (fluide) et un aspect élastique (solide caractérisé par son module de Young :). Réagissent de manière très différente si soumis à une sollicitation très rapide ou très lente de durée : Sollicitation lente : réponse élastique.

Sollicitation lente : réponse visqueuse.

L'Argile de Manicouagan a un comportement Non-Newtonien dépendant de la température, de l'historique des forces exercées sur elle, du pourcentage d'eau interstitielle, du pourcentage d'air, du taux de cisaillement appliqué à l'échantillon. Voilà pourquoi il est primordial de reproduire les conditions dans lesquelles elle a été extraite.

3.2 Résultats quant au programme d'extraction de composés aromatiques et thérapeutiques de végétaux de la forêt boréale et leur incorporation dans des produits de soins corporels à base d'argile :

Le programme comportait les éléments suivants : -Séchage (Optimisation des conditions de séchage); -Distillation (Détermination des rendements en huile essentielle pour chacune des distillations; -Analyse laboratoire pour connaître la composition des différentes huiles essentielles créées. La cueillette à laquelle des employés d'AEM ont participé a donné les résultats suivants :

Productivité de cueillette des différentes plantes

Espèce Masse récoltée (kg)	Temps de récolte (h* pers.)	Productivité (kg/h/pers.)
Verge d'or du Canada (<i>Solidago canadensis</i>)4,	01,	33,0
Myrique baumier (<i>Myrica gale</i>)3,	41,	32,7
Sureau rouge (<i>Sambucus pubens</i>)5,	13,	01,7
Mélèze laricin (<i>Larix laricina</i>)1,	71,	31,3
Tussilage (<i>Tussilago farfara</i>)6,	86,	31,1
Achillée millefeuille (<i>achillea millefolium</i>)4,	54	21,1
Thé du Labrador (feuilles) (<i>Rhododendron</i>)2,	13,	50,6
Aulne crispé (<i>Alnus viridis var. crispa</i>)5,	611,	50,5
Thé du Labrador (fleurs) (<i>groenlandicum</i>)1,	54,	80,3
Thé du Labrador (jeunes pousses) 6,	120,	30,3
Peuplier baumier (<i>Populus balsamea</i>)3,	315,	50,2

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.

1276419