

GM 72365

Le pouvoir absorbant des herbicides à base de glyphosate par les argiles, étude de cas avec les argiles de Manicouagan

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 

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À MONTRÉAL

**LE POUVOIR ADSORBANT DES
HERBICIDES À BASE DE
GLYPHOSATE PAR LES ARGILES.
ÉTUDE DE CAS AVEC LES ARGILES
DE MANICOUAGAN**

ESSAI
PRÉSENTÉ
COMME EXIGENCE PARTIELLE
DE LA MAÎTRISE EN SCIENCES DE L'ENVIRONNEMENT

PAR
Fabrice WABO KAMKUIMO
Février 2015

DOCUMENT CONFIDENTIEL



1571459-

Table de matières	
Listes des figures	II
Liste des tableaux	III
Liste des abréviations, sigles et acronymes	IV
Introduction	1
Problématique	4
Chapitre 1: Étude Bibliographique	6
I. Les pesticides et l'environnement naturel	7
1. Emploi des pesticides en agriculture	7
2. Contribution de Monsanto à l'agriculture moderne	9
3. Un herbicide mondialement utilisé: le glyphosate.....	10
II. Techniques de décontamination des environnements exposés au glyphosate et ses dérivés	11
1. Voie biologique	12
2. Dépollution des eaux contaminées par le glyphosate grâce aux boues d'Alun.....	13
3. Oxydation du glyphosate sur l'anode stable dimensionnelle DSA [®]	14
Chapitre 2 : Étude de l'adsorption du glyphosate sur les argiles de Manicouagan	16
I. Propriétés d'adsorption des argiles.....	17
II. Étude du pouvoir d'adsorption de l'argile de Manicouagan	18
1. Historique de l'argile de Manicouagan	18
2. Composition minéralogique des argiles de Manicouagan	19
3. Tests d'adsorption du glyphosate	20
Conclusion	26
Références bibliographiques	28

Listes des figures

Figure 1: Répartition des ventes de pesticides dans le secteur de la production végétale par types d'utilisation en 2011 (tiré de Bilan des ventes de pesticides au Québec, MDDEFP 2011).....	8
Figure 2: Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A_4 pesée.....	24
Figure 3: Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A_5 pesée	24
Figure 4 : Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A_6 pesée	25

Liste des tableaux

Tableau 1: Contribution de l'agriculture à l'économie de certains pays de différents continents (tiré de la revue Agriculture mondiale et européenne : défis du XXIe siècle, Jacques Le Cacheux ; 2011).....	3
Tableau 2: Contribution des activités agricoles à l'économie mondiale (tiré de la revue Agriculture mondiale et européenne : défis du XXIe siècle, Jacques Le Cacheux 2011).....	3
Tableau 3: Récentes techniques de remédiation de l'environnement pollué par le glyphosate	12
Tableau 4: Résultats d'analyse des argiles de Manicouagan par analyse par activation neutronique	19
Tableau 5: Composition minéralogique des argiles de Manicouagan.....	20
Tableau 6: Résultats de l'adsorption du glyphosate sur les argiles de Manicouagan.....	22

Liste des abréviations, sigles et acronymes

AAN : Analyse par Activation neutronique

AMPA : Acide Amino-Méthyl-Phosphonique

CATs: Californians for Alternatives to Toxics

CCME : Conseil Canadien des Ministres de l'Environnement

CG-ECD : Chromatographe à phase gazeuse à détection par capture d'électrons/détection par absorption d'électrons

DSA : Anode Stable Dimensionnelle

OGM : Organismes génétiquement modifiés

PIB : Produit Intérieur Brut

POEA : polyoxyéthylène amine

UQÀM : Université du Québec À Montréal

Résumé

L'utilisation des herbicides à base de glyphosate a eu un impact positif sur les rendements agricoles en Europe et principalement en Amérique. Au cours de ces dernières décennies, leur emploi a considérablement augmenté en raison de leur efficacité et des résultats obtenus. En Amérique du Nord, les herbicides à base de glyphosate sont actuellement les plus vendus et leur usage est multisectoriel. Étant donné que la littérature mentionne que des concentrations résiduelles de glyphosate et d'AMPA, son principal métabolite sont détectées dans les sols et les cours d'eau, et plus encore que le glyphosate et l'AMPA pourraient avoir des impacts sanitaires et environnementaux néfastes. Il est question de déterminer des différentes techniques de remédiation efficace et à moindre coût face à ce problème. Notre essai permet de faire un rappel sur les différents usages du glyphosate et de mentionner quels sont les impacts sanitaires et environnementaux concernés grâce à une revue de littérature. Cet essai va aussi montrer que les argiles ou les minéraux argileux pourraient être exploités dans la remédiation de notre environnement pollué par le glyphosate suite à une série d'expériences menée dans les laboratoires de chimie analytique et de biogéochimie environnementale de l'UQÀM.

Mots clés : agriculture, glyphosate, AMPA, herbicide, adsorption, argile, Manicouagan

Introduction

Grâce à l'agriculture industrielle, la population mondiale en forte croissance a pu être nourrie au cours des dernières décennies. La transition de pratiques agricoles familiales aux pratiques agricoles industrielles s'est accompagnée de l'utilisation de grandes quantités d'intrants dont les engrais chimiques, les pesticides et les semences provenant de l'industrie de la biotechnologie. Dans les années 1950-1960, le défi alimentaire fut l'objectif prioritaire des politiques publiques; cet objectif a entraîné un productivisme caractérisant les politiques agricoles des pays développés, suivi par de nombreux pays émergents. Ceci a permis une solution efficace et suffisante face à l'augmentation de la population mondiale et la persistance d'une insuffisance de l'offre alimentaire dans de nombreuses régions du monde (Cacheux, 2011). Désormais plusieurs pays se consacrent à l'agriculture dans un intérêt économique. L'agriculture ne contribue plus uniquement à l'alimentation des populations, elle contribue également à l'essor économique pour certains pays malgré que jusqu'à ce jour même si la famine n'est plus endémique nulle part, environ 1 milliard d'êtres humains disposent selon les institutions internationales, d'une alimentation insuffisante, en quantité et en qualité, pour être en bonne santé (Cacheux, 2011). Les tableaux 1 et 2 ci-après indiquent l'apport de l'agriculture sur le PIB de certains pays du monde. En Amérique du Sud, plusieurs pays pratiquent l'agriculture intensive et cette région est la principale région du monde où l'économie prospère grâce aux rendements agricoles. Ainsi s'en suit la déforestation et l'exploitation des surfaces déboisées à des fins agricoles. En 2005 le PIB lié aux activités sylvicoles et en emploi fut de 2,1% dans cette région. L'industrie agricole contribue assez à la production des richesses dans d'autres régions; en 2005 à Madagascar les activités agricoles ont contribué à 78% de son PIB annuel total; au Cambodge on note une contribution de 60,3% de la part de l'agriculture sur son PIB annuel total la même année.

L'analyse de J. Le Cacheux (2011) à propos de l'importance du secteur agricole sur le plan économique révèle que trois catégories d'économies nationales se distinguent; à savoir celles où l'agriculture est la principale activité économique; encore nombreuses, celles où l'agriculture a une place intermédiaire, généralement en régression et celles qui

ont déjà développé des activités industrielles et de services importants, dans lesquelles la part de l'agriculture est faible.

De nos jours, l'agriculture est une source de richesses à bien des endroits dans le monde, bien que sa contribution soit inégale dans la production des biens et services comme l'indiquent les tableaux 1 et 2 ci-dessous. L'agriculture moderne qui concerne la production végétale et animale utilise des terres arables et fertiles en utilisant des puissants pesticides et herbicides; à cet agriculture s'ajoute l'exploitation des forêts c'est-à-dire du bois et aussi des autres produits issus de la forêt, ce qui fait également une pression importante sur cette écosystème et il s'en suit de nombreux problèmes environnementaux et sanitaires liés à ces activités économiques. Dans sa revue de la littérature, De Schutter (2013) souligne que « L'agriculture industrielle a des coûts cachés pour la collectivité ». L'agriculture intensive dans les pays développés est en pleine essor suite aux progrès scientifiques; les techniques agricoles utilisent désormais de vastes superficies mettant de la pression sur les milieux naturels, forêts et cours d'eau, avec une progression des biotechnologies accompagnée de l'utilisation des OGM et de différents produits chimiques (De Schutter, 2013).

Tableau 1: Contribution de l'agriculture à l'économie de certains pays de différents continents (tiré de la revue Agriculture mondiale et européenne : défis du XXIe siècle, Jacques Le Cacheux ; 2011)

	Part dans le PIB	Part dans l'emploi
Allemagne	2,4	1,0
Brésil	20,8	6,6
Cambodge	60,3	33,7
Chine	44,1	12,7
États-Unis	1,9	1,3
France	4,2	2,4
Madagascar	78,0	28,7
Pakistan	42,1	22,7
Vietnam	59,9	21,7

Tableau 2: Contribution des activités agricoles à l'économie mondiale (tiré de la revue Agriculture mondiale et européenne : défis du XXIe siècle, Jacques Le Cacheux 2011)

	Part dans le PIB	Part dans l'emploi
Afrique	1,3	0,1
Amérique Nord et centre	1,0	0,7
Amérique du Sud	2,1	0,8
Asie	0,9	0,3
Europe	1,0	1,1
Océanie	1,0	0,8
Reste du monde	1,0	0,4

Cet essai fut réalisé dans le cadre d'une étude visant à la valorisation des argiles de Manicouagan dans des domaines autres que l'industrie cosmétique et principalement comme un remède pour la décontamination des sols pollués au glyphosate, en effet des tests d'adsorption du glyphosate effectués au cours de mon second stage ont donné des

résultats prometteurs. Ainsi, ma contribution scientifique est un document qui présente deux grandes parties distinctes mais complémentaires; il s'agit du chapitre 1 qui correspond à une synthèse de la littérature sur l'usage des herbicides à base de glyphosate dans l'agriculture industrielle, et les techniques de remédiation quant à la présence de ces composés dans l'environnement et du chapitre 2 qui est une partie expérimentale où j'ai effectué des tests en laboratoire sur le pouvoir de rétention des herbicides à base de glyphosate par un certain type d'argile (Manicouagan).

Problématique

L'agriculture industrielle a désormais recours à de nombreux produits agrochimiques depuis plusieurs décennies. L'utilisation intensive de ces produits a augmenté les préoccupations environnementales et sanitaires en raison de leurs effets néfastes sur les sols agricoles et les microorganismes qu'ils recèlent, ainsi que sur les cours d'eau situés à proximité des terres cultivées. Le glyphosate (N- (phosphonométhyl) glycine) est un herbicide à large spectre d'application, non sélectif, très efficace et employé avec succès dans le secteur agricole à travers le monde; En Amérique du Sud (Brésil, Argentine) par exemple, il est utilisé dans plus de 30 cultures contre les mauvaises herbes, principalement dans les plantations de canne à sucre et de soja (Aquino Neto *et Al*, 2009). Sa consommation a considérablement augmenté durant ces dernières années, par exemple en Argentine où elle est passée de 1 million de litres en 1991 à 180 millions en 2007 (M. Ndjeri-Ndjouhou, 2012). Cet herbicide est très soluble dans l'eau (12 g/l à 25°C), il a une faible toxicité et se dégrade rapidement dans les sols. Son principal métabolite est l'acide amino-méthyl-phosphonique (AMPA) dont la toxicité peut être plus élevée que celle du composé mère (Borggaard *et al.*, 2004). L'utilisation de cet herbicide a augmenté en raison de l'essor de la biotechnologie avec la mise au point des plantes transgéniques tolérantes à ce composé (M. Ndjeri-Ndjouhou, 2012). Le glyphosate est supposé être sans impact sur le règne animal étant donné qu'il agit sur le fonctionnement physiologique du règne végétal comme décrit dans les prochains paragraphes, pourtant plusieurs expériences *in vivo* et *in vitro* des études sur des animaux

ont révélé des effets mutagènes et carcinogènes du glyphosate ainsi que des impacts négatifs sur l'environnement et la vie aquatique (Aquino Neto *et Al*, 2009) (IRNS, 2009); un rapport de Californians for Alternatives to Toxics (CATs) indique que bien que la preuve que le glyphosate provoque le cancer ne soit pas encore établie, pourtant plusieurs études animales et épidémiologiques humaines ont indiqué une corrélation potentielle, précisant que le glyphosate contribuait à l'augmentation des risques de lymphome non hodgkinien, de myélome multiple, et des cancers du pancréas, de la thyroïde testiculaire¹. En général le glyphosate et les autres produits disponibles sur le marché contenant ce composé sont particulièrement préoccupants pour la santé humaine et de l'environnement, en raison de certaines preuves de cancérogénicité, de toxicité du système endocrinien, et de toxicité génétique avec l'homme (Smedbol E, 2013); des effets négatifs potentiels sur les espèces végétales et animales non-cibles en raison de la pulvérisation, la dérive, et la translocation; et enfin de l'impact potentiellement grave d'un grand nombre de ses additifs tels que le polyoxyéthylène amine (POEA), ce dernier a pour effet d'augmenter la toxicité du glyphosate sur les organismes vivants non ciblés (Smedbol E, 2013). Le conseil canadien des ministres de l'environnement (CCME) évoque qu'il ne faut pas sous-estimer les effets produits par les herbicides à base de glyphosate dans l'écosystème aquatique et principalement ceux dont la formulation commerciale contient le surfactant POEA (CCME, 2012). La demi-vie des formulations commerciales affichée par les fabricants est d'environ 7 à 70 jours. Pourtant, le glyphosate a également été classé comme «extrêmement persistant» par la US Environmental Protection Agency (Aquino Neto *et Al*, 2009). Ainsi, l'exposition des organismes non ciblés et sa persistance dans l'environnement dans les écosystèmes nordiques et du Sud également suscite notre questionnement scientifique ; comment faire pour dépolluer l'environnement des concentrations résiduelles en glyphosate et en AMPA après leur application?

¹ : http://www.alternatives2toxics.org/tox_profile-glyphosate.htm

Chapitre 1: Étude Bibliographique

I. Les pesticides et l'environnement naturel

1. Emploi des pesticides en agriculture

L'utilisation des pesticides datent des années 1940 et 1950 (Environnement Canada, 2001); ces pesticides sont employés de nos jours dans différents secteurs d'activités. Dans le secteur agricole, la consommation en pesticides est importante; elle contribue à augmenter la productivité agricole car elle optimise les rendements des cultures et rend efficace l'exploitation des sols. Elle permet également de diminuer des pertes d'aliments en cours de transport et d'entreposage (Environnement Canada, 2001). Pour la protection de la santé publique, les pesticides sont employés dans la lutte contre les parasites et de multiples vecteurs de maladie endémique dans les quatre coins du monde, avec pour exemple la lutte contre le paludisme par élimination du vecteur (l'anophèle femelle) dans la partie subsaharienne de l'Afrique. En général, les pesticides regroupent :

- Herbicides permettant d'éliminer les mauvaises-herbes,
- Fongicides permettant de diminuer les maladies des plantes et les produits de préservation du bois;
- Insecticides,
- Biocides utilisés en industrie pour détruire les microorganismes;
- Adjuvants, stérilisants de sol, les régulateurs de croissance des plantes;
- Rodenticides et répulsifs pour animaux
- le type d'utilisation « Autres », comprenant des antiseptiques et des assainisseurs d'air généralement utilisés dans le secteur industriel (Gouvernement du Québec, 2009).

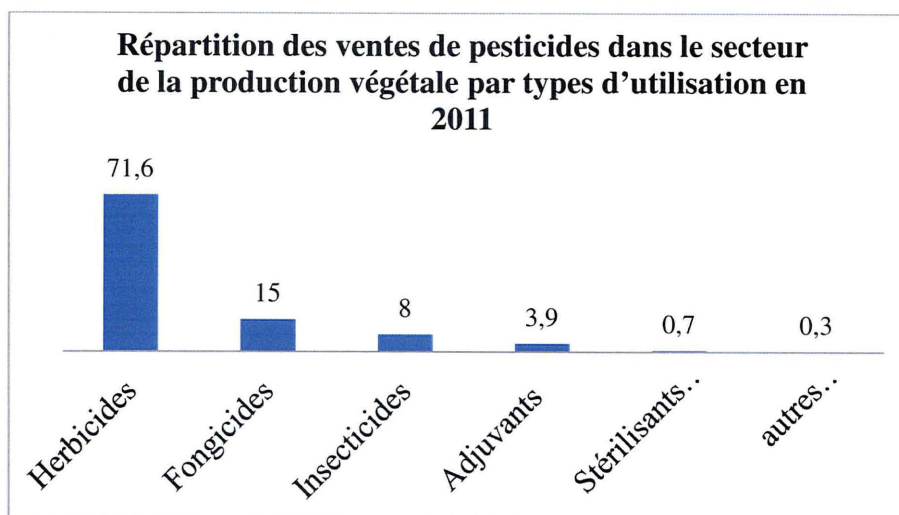


Figure 1: Répartition des ventes de pesticides dans le secteur de la production végétale par types d'utilisation en 2011 (tiré de Bilan des ventes de pesticides au Québec, MDDEFP 2011)

Les pesticides sont regroupés dans un sous-ensemble appelés composés chimiques toxiques bien qu'ils soient utilisés au sein de l'environnement naturel et artificiel (Environnement Canada, 2001). Quelques décennies après l'emploi des organochlorés qui ont été les premiers pesticides sur le marché mondial, des effets environnementaux ont commencé à se manifester. Ainsi, il y a eu une évolution dans les utilisations des pesticides avec une transition des organochlorés aux composés organophosphorés puis des organophosphorés aux carbamates, aux pyréthroïdes et actuellement aux pesticides naturels (Environnement Canada, 2001). En effet le but est de réduire l'empreinte de leur emploi sur l'environnement, des articles et revues scientifiques ont mentionné l'impact négatif des pesticides sur des organismes non ciblés, la détérioration des cours d'eau et des sols en proximité des zones d'emploi (Environnement Canada, 2001; Commissariat Général Français au Développement Durable, 2011). On connaît encore mal les incidences toxicologiques suite à l'exposition constante à de faibles concentrations de ces pesticides et également de leurs produits de dégradation retrouvés dans l'environnement. En 2001, près de 12% de l'ensemble du territoire canadien était aménagé par l'exploitation forestière, 7% à l'agriculture et 1% au développement industriel et urbain;

la même année le Québec comptabilisait des ventes de 3 573 443 Kg d'ingrédients actifs associée à tous ces travaux, notons que ce chiffre représente une baisse de vente de 11,4% par rapport à l'année 1992 (Gouvernement du Québec, 2009). Au Québec, de grandes quantités de pesticides ont été utilisées depuis plusieurs décennies. L'intensification de la production agricole a ainsi accru le risque de contamination de l'eau, comme c'est le cas de rivières à proximité des terres agricoles en France, aux USA et au Canada ((Ministère de l'écologie, du développement durable, des transports et du logement; 2009); (CCME, 2009); (Gouvernement du Québec, 2009)).où des concentrations en pesticides ont été décelées. Il faut noter que l'ingrédient actif est le seul constituant retenu pour calculer les quantités vendues, étant le seul dénominateur commun des différentes préparations commerciales et constituant l'élément porteur de l'activité antiparasitaire (Gouvernement du Québec, 2009). Déjà en 1990, l'Environmental Protection Agency des États-Unis a étudié la dégradation de la qualité de l'eau dans les cours d'eau, et les résultats indiquent que les pesticides représentaient 10 % des facteurs de stress à savoir: envasement 42 %, éléments nutritifs 28 %, agents pathogènes 20 %, enrichissement en matières organiques 15%, métaux 12 %, pesticides, matières en suspension 7 % et salinité 4 % (Gouvernement du Québec, 2009).

2. Contribution de Monsanto à l'agriculture moderne

Créée en 1901 à Saint-Louis au Missouri par le chimiste John Francis Queny, la Monsanto Chemical Company s'élargit rapidement en acquérant d'autres compagnies de fabrication de produits chimiques pour répondre à la demande du marché. En 1929, Monsanto acheta la Swan Chemical Company qui a mis au point les polychlorobiphényles (PCB) utilisés dans les transformateurs comme réfrigérants ininflammables; puis dans les années 1940, elle s'oriente dans la production des matières plastiques et synthétiques (styrène et polystyrène), ensuite dans les années 1960, Monsanto se concentre dans la fabrication des lubrifiants et de défoliant. Le défoliant ou agent orange utilisé par les USA lors de la guerre froide au Vietnam fut un succès dans la défoliation de grandes superficies de forêts. L'extension de la Monsanto Chemicals Company progressa par l'achat de Searle, producteur d'aspartame (édulcorant de synthèse) et des grosses compagnies de semences comme Holdens Foundation Seeds;

fournisseur de maïs cultivés dans 25 à 35% des plantations aux USA en 1997, du Delta et Pine Land; premier producteur de semences de coton aux USA et Semences Agrocères, premier producteur de semences de maïs au Brésil. La Monsanto Chemical Company continue de s'agrandir en acquérant d'autres grosses compagnies de l'industrie chimique et de la biotechnologie. Monsanto a révolutionné le domaine de l'agriculture moderne par la mise au point d'herbicides à base de glyphosate (Roundup) aujourd'hui commercialisés à travers le monde. D'après Monsanto, le glyphosate est un herbicide avec un profil écologique favorable: dégradé par les microorganismes une fois dans les sols; il se fixe dans les sols avec une faible possibilité de se transférer dans les eaux, c'est un produit non bioaccumulable (P. de Puytorac, 2000). Il devient rapidement le préféré des producteurs agricoles car le développement des plantes génétiquement modifiées et tolérantes au glyphosate leur permettraient de diminuer l'emploi des autres pesticides; un gain économique dans l'achat des produits industriels agricoles et en plus le glyphosate permet également l'exploitation des terres sans labour, un choix judicieux car la pratique de culture sans labour permet aux agriculteurs de réduire le temps de travail de même qu'une économie sur les coûts de mécanisation, ce qui permettrait une rapidité pour la préparation des sols et augmenterait la période d'exploitation des sols.

3. Un herbicide mondialement utilisé: le glyphosate

Vers la fin de la deuxième guerre mondiale, les herbicides ont eu une grande influence sur les pratiques agricoles. En 1974, Monsanto a lancé sur le marché ce qui deviendra son produit phare: l'herbicide Roundup. En effet, sa molécule active est le glyphosate, un dérivé de la glycine, il s'agit de l'herbicide par excellence, en raison de son prix abordable sur le marché et son large spectre d'applications, le glyphosate est utilisé pour le contrôle des mauvaises herbes dans les secteurs agricole, sylvicole et les environnements urbains. Cet herbicide est appliqué avec des adjuvants comme le polyoxyéthylène qui permettent au glyphosate de se diffuser à l'intérieur des cellules de la plante, ainsi transporté par la sève; le glyphosate circule jusqu'aux racines de la plante, il entraîne ainsi l'inhibition d'une enzyme liée à la synthèse des acides aminés et bloque la croissance végétale; provoque une nécrose des tissus pour finalement causer la mort de la plante (Helander *et Al.*, 2012). Le glyphosate tue les plantes en se liant et en inhibant

l'enzyme 5-énolpyruvylshikimate-3-phosphate synthase (EPSPS) de la voie shikimique pour la biosynthèse des acides aminés aromatiques, la phénylalanine, la tyrosine et le tryptophane (Helander *et Al.*, 2012). Ces acides aminés sont des éléments essentiels de toutes les protéines, et également les précurseurs des facteurs de croissance et des phytoalexines, des composés qui sont impliqués dans la défense de la plante contre les maladies. Or les animaux ne possèdent pas la voie shikimique et dépendent de l'obtention de ces acides aminés essentiels qu'ils doivent trouver dans leur alimentation². D'après son fabricant Monsanto et certains auteurs travaillant pour la plupart pour la compagnie, les principaux atouts du glyphosate résident dans son innocuité pour les animaux, les humains et l'environnement, il serait biodégradable, rapidement inactivé au contact du sol, non toxique et inoffensif. Grâce à la promotion de ces qualités, le glyphosate a connu un succès auprès des producteurs agricoles, il est également le favori pour les gestionnaires d'espaces publics, enchantés par sa supposée sécurité pour la santé. En moins de dix ans, le Roundup est devenu l'herbicide le plus vendu au monde, rapportant à Monsanto d'énormes profits qui en 2007 atteignirent 1,1 milliard de dollars (Gillam, 2008).

II. Techniques de décontamination des environnements exposés au glyphosate et ses dérivés

De nombreuses investigations sont actuellement menées pour remédier à la présence de composés organiques toxiques et persistants dans l'environnement en les dégradant. Il s'agit de techniques plus efficaces que les procédés chimiques et biologiques classiques utilisés dans les traitements des eaux usées. Ces approches permettront d'éliminer ou de convertir ces polluants en composés biodégradables ou moins nocifs pour le milieu naturel. L'électrochimie, l'électro-Fenton, l'ozonation, l'utilisation du Fenton et photo-Fenton, la photocatalyse et la photocatalyse hétérogène ont été fréquemment proposées pour le traitement de polluants organiques par de nombreux chercheurs (Voir tableau 3 ci-après).

² : <http://yonnelautre.fr/spip.php?article4468>

Tableau 3: Quelques récentes techniques de remédiation de l'environnement pollué par le glyphosate

Méthodes	auteurs
Cinétique de chloration de glyphosate et de ses sous-produits: approche de modélisation	Stephan Brosillon, Dominique Wolbert, Marguerite Lemasle, Pascal Roche, Akbar Mehrsheikh (2006)
Dégradation photocatalytique des organophosphorés et phosphonoglycine pesticides utilisant TiO ₂ immobilisé sur gel de silice	Glory Rose Mangat Echavia, Fumiko Matzusawa, Nobuaki Negishi (2009)
Decontamination of Aqueous Glyphosate, (Aminomethyl) phosphonic Acid, and Glufosinate Solutions by Electro-Fenton-like Process with Mn ²⁺ as the Catalyst	BEYTUL BALCI, MEHMET A. OTURAN, NIHAL OTURAN, AND IGNASI SIRE (2009)
La dégradation de la Commercial herbicide glyphosate par processus photo-Fenton: Évaluation des paramètres cinétiques et Toxicité	Danilo R. de Souza, Alam G. Trovó, Nelson R. Antoniosi Filho, Marcos A. A. Silva and Antonio E. H. Machado (2013)
Thèse: Synthèse et caractérisation de la birnessite électro-déposée : application à la dégradation du glyphosate	Marthe NDJERI-NDJOUHOU, 2012

1. Voie biologique

La souche bactérienne *Bacillus cereus* contribue à la métabolisation du glyphosate dans

les sols pollués (Jieyu Fan *et Al*, 2012). Elle provient de la souche bactérienne CB4, elle a été identifiée par séquençage de gènes de cette souche bactérienne CB4. En milieu expérimental, des conditions ont permis d'optimiser les performances de la métabolisation du glyphosate par cette souche bactérienne avec un pH initial de 6,0, une température d'incubation à 35°C, une concentration de glyphosate 6 g/l, une quantité d'inoculation de 5% et une durée d'incubation de 5 jours. Dans ces conditions optimales, CB4 utilise 94,47% du glyphosate, elle peut dégrader les concentrations de glyphosate jusqu'à 12 g/l. Les résultats indiquent deux voies simultanées pour dégrader le glyphosate en AMPA, glyoxylate, la sarcosine, la glycine et le formaldéhyde comme métabolites. La rupture du glyphosate dans *B. cereus* CB4 a été réalisée par l'activité de la C-P lyase et de l'activité de la glyphosate oxydoréductase (Jieyu Fan *et Al*, 2012). Étant donné que l'AMPA se retrouve parmi les produits de dégradation de *Bacillus Cereus*, cette voie de dégradation reste problématique vue que les revues de littérature indiquent que l'AMPA serait plus nocif que sa molécule mère le glyphosate (Helander *et Al*, 2012). D'autres bactéries ont été expérimentées dans le cadre de la décontamination des sols et des résidus de glyphosate dans les plantes, il s'agit des deux souches bactériennes isolées provenant de la rhizosphère à savoir *Pseudomonas aeruginosa* et *Bacillus megaterium* qui pourraient décomposer le glyphosate en cinq jours (Abdel-Megeel *et AL*, 2013). Les expériences réalisées ressortent que l'herbicide induit des mutations de l'ADN dans des sites différents des souches de champignons testés, en comparant avec le témoin non traité; par contre les métabolites de dégradation du glyphosate par ces souches bactériennes n'ont pas été énumérés par l'auteur.

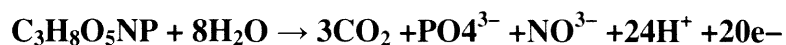
2. Dépollution des eaux contaminées par le glyphosate grâce aux boues d'Alun

Les boues d'Alun sont l'un des sous-produits des usines de traitement des eaux usées; elles sont obtenues lorsque le sulfate d'aluminium $Al_2(SO_4)_3$ est utilisé comme coagulant primaire pour flocculer ses eaux. La recherche de Hu *et al.* (2011) à l'Université College of Dublin, en Irlande a été axée sur l'identification des caractéristiques et de la capacité d'adsorption du phosphore sur les boues d'alun locale à Dublin. Auparavant, l'immobilisation du phosphore dans les zones humides a été améliorée par l'utilisation de

boues d'Alun déshydratées comme substrat artificiel. Étant donné que le phosphore et le glyphosate ont une affinité similaire pour les sites de sorption dans les sols (Helander *et Al*, 2012); il est supposé que les boues d'alun peuvent avoir le potentiel comme un adsorbant efficace et à faible coût pour extraire de glyphosate environnement aqueux. Ainsi, le but l'étude de Hu *et al.* (2011) est de justifier la faisabilité de la boue d'alun comme agent d'immobilisation du glyphosate et de promouvoir la réutilisation bénéfique des boues d'alun dans l'éventail de contrôle des polluants dans l'ingénierie environnementale. Les boues d'alun ont été employées sous forme de boues déshydratées (DAS) ou « gâteaux » et de boues liquides (LAS) dans les tests d'adsorption du glyphosate. Ainsi, des expériences ont été réalisées afin d'étudier les facteurs qui influent sur l'adsorption du glyphosate sur les boues d'alun et de fournir des informations, telles que le temps d'équilibre et initial, la gamme de concentrations de glyphosate appropriée pour les études d'équilibre qui en découlent. Les résultats indiquent que la boue d'alun a la capacité d'adsorption de 85,9 mg/g pour les DAS et 113,6 mg/g pour LAS. Cela a démontré le potentiel de la boue d'alun comme un adsorbant efficace et rentable pour l'enlèvement de glyphosate en comparaison avec d'autres adsorbants, tels que les sols, les substances humiques, minéraux argileux, et hydroxydes doubles couches (Hu *et Al*, 2011).

3. Oxydation du glyphosate sur l'anode stable dimensionnelle DSA[®]

Neto *et al.* (2009) de l'Université de São Paulo au Brésil ont mis au point un électrolyte composé d'électrodes de RuO₂ et IrO₂. Cet électrolyse a été réalisé sous contrôle galvano statique en fonction du pH, de la concentration de glyphosate, l'électrolyte de support, et l'intensité de courant. Ils ont conclu de leur expérience que : le Ti/Ir_{0.30}Sn_{0.70}O₂ est le meilleur matériau d'électrode pour oxyder le glyphosate, que l'oxydation est favorisée par de faibles valeurs de pH et principalement dans un milieu riche en ions chlorure. L'élimination complète du glyphosate est possible par une électrolyse qui dure près de 4 heures et dans un milieu avec une composition moyenne en ions chlorure le rendement de l'électrolyse du glyphosate en ions phosphate est de 91% et l'équation de la réaction chimique est celle ci-dessous :



Cette méthode de dégradation du glyphosate conduit à la formation de nitrate et de phosphate dans les sols. Ces deux substances chimiques sont encore moins nocives pour l'environnement par rapport au glyphosate, car elles sont facilement assimilables par les plantes et peuvent subir des dégradations plus avancées par des microorganismes pour faire partir du cycle de l'azote ou du phosphore.

D'autres techniques de remédiation des sols ou des eaux contaminés par le glyphosate et l'AMPA plus complexes sont présentées dans le tableau 3. Ces techniques de dépollution de l'environnement apparaissent assez complexes et nécessitent parfois une technologie de pointe impliquant des coûts élevés.

**Chapitre 2 : Étude de l'adsorption du glyphosate sur les argiles de
Manicouagan**

I. Propriétés d'adsorption des argiles

En raison de leur accessibilité facile puisqu'elles sédimentent près de la surface de la terre et leur coût abordable; les argiles jouent un rôle majeur dans la vie des humains, riche en minéraux (aluminium, fer, potassium, magnésium, calcium...), les propriétés des matières premières d'argile dépendent principalement des propriétés des minerais d'argile, de composition minérale totale, du degré de consolidation et des états de traitement (J. Konta, 1994). D'après Helander *et Al* (2012), les sols riches en minéraux cationiques (Fer et Aluminium) ont tendance à retenir le glyphosate, ainsi le glyphosate non dégradé est presque instantanément inactivé par sorption aux particules du sol en réduisant son transport dans la matrice du sol ou le lessivage sous forme soluble. Par ailleurs, d'autres auteurs tels que Barbro *et Al* (2012), Kelvin P. *et Al* (1994) ont développé des techniques d'analyses et principalement d'extraction du glyphosate présent dans les sols riches en minerais argileux et les résultats prouvaient que ces sols ne libéraient qu'une minorité des teneurs en glyphosate qu'elles contiennent. Helander *et Al* (2012), Borggaard *et Al* (2004,2008) mentionnent que le glyphosate et le phosphore sont en compétition car ils ont le même site d'adsorption dans les sols et que seul le pH du sol est un facteur limitant. Étant donné qu'une diminution du pH du sol favoriserait l'adsorption du glyphosate pourtant le phosphore est adsorbé à différentes valeurs du pH du sol. Ainsi, la littérature nous indique bien que les argiles de par leur teneur en minéraux favoriseraient la rétention du glyphosate. Ceci pourrait avoir un impact positif dans la remédiation de l'environnement, principalement des eaux de surface en proximité des terres agricoles qui sont enrichies par des concentrations résiduelles en glyphosate/AMPA. En France les teneurs en glyphosate et en AMPA sont respectivement les 3^{ème} et 1^{er} plus élevées de tous les pesticides mesurés en 2009 et sur toute la période 2007-2009 dans l'eau des cours d'eau de métropole française (Ministère de l'écologie, du développement durable, des transports et du logement; 2009). Au Canada et principalement au Québec, les herbicides à base de glyphosate devenus les plus fréquemment utilisés par les producteurs agricoles sont désormais une source de suspicions pour les chercheurs scientifiques. Des concentrations en glyphosate et également en acide aminométhylphosphonique (AMPA), son principal métabolite de

dégradation; sont détectées dans pratiquement tous les cours d'eau et les sols de la zone agricole (Giroux, 2012)

II. Étude du pouvoir d'adsorption de l'argile de Manicouagan

Durant mon dernier stage de maîtrise, j'ai eu à effectuer une série d'expériences sur des échantillons d'argiles provenant de la région de Manicouagan tels que décrite par le protocole ci-après, les analyses ont été effectuées en utilisant les locaux et le protocole du laboratoire de biogéochimie de l'environnement de l'UQÀM.

1. Historique de l'argile de Manicouagan

Les études géologiques indiquent qu'il y a environ 214 millions d'années la tombée d'une météorite fut à l'origine d'un énorme cratère, avec des débris projetés sur plusieurs kilomètres; puis ces débris de météorite furent transportés au fil du temps par les eaux des rivières Outardes et Manicouagan. Au fil du temps, des particules fines provenant de l'érosion des débris de météorite se formèrent et se sont alliées aux particules fines en suspension dans les cours d'eau de la région pour ensuite se sédimenter et former la Péninsule de Manicouagan reconnue comme patrimoine naturel mondial par l'UNESCO³. Ces sédiments sont des argiles marines glacières sensibles, constituées de roches granitiques typiques du bouclier canadien datant de l'ère précambrienne (4 milliards d'années). Le gel et le dégel des différentes glaciations sont les principaux mécanismes d'érosion constituant leur formation. Actuellement exploitées par **Argile-Eau-Mer**, leurs traitements et conditionnements donnent des produits valorisables en cosmétiques (dermo-cosmétiques, produits de santé naturelle, Spa et thalassothérapie), pour la santé animale et dans l'amendement des sols⁴. À ce jour, développer de nouveaux usages à cette argile est une préoccupation de l'entreprise **Argile-Eau-Mer**, le chercheur **Daniel Boudreau**, assistant de recherche à l'école Polytechnique de Montréal, est initiateur du projet de recherche de l'application aux traitements des eaux polluées par le glyphosate/AMPA, il s'est inspiré des revues de littératures mentionnant le pouvoir

³ : <http://www.argileeaumer.ca/>

⁴ : <http://www.argileeaumer.ca/>

d'adsorption du glyphosate sur les argiles minérales (Zamparas *et al*, 2013; M. Ndjeri-Ndjouhou, 2012) pour proposer ce questionnement scientifique : savoir si l'adsorption du glyphosate/AMPA par les argiles de Manicouagan serait possible.

2. Composition minéralogique des argiles de Manicouagan

L'analyse des argiles de Manicouagan a été réalisée par activation neutronique (AAN). Le principe de la méthode de l'analyse par activation est de procéder à l'irradiation d'une substance (argiles) avec des projectiles nucléaires dans un réacteur avec une source puissante de neutrons ou dans un accélérateur avec des particules chargées. Des réactions nucléaires s'effectuent lors de cette irradiation par activation des noyaux atomiques des éléments constituant l'échantillon; l'échantillon devient alors radioactif, ce qui permet de déterminer sa composition chimique (M. Ousmoï, 1998). Les résultats ci-dessous indiquent la composition chimique des argiles de Manicouagan. Les résultats d'analyse de chaque échantillon sont exprimés en µg de minéraux/g d'argiles. Dans chaque échantillon, les teneurs en fer (Fe), calcium (Ca) et en potassium (K) sont dominantes (Tableau 4).

Tableau 4: Résultats d'analyse des argiles de Manicouagan par analyse par activation neutronique

Analyse par activation neutronique ArgileResultatNAA_ULaval 2011-01-24 Page 2/2

No échantillon	La	Lu	Na	Nd	Ni	Rb	Sb	Sc	Se	Sm	Sr	Ta	Tb	Th	Tm	U	W	Yb	Zn
Argile extraction 2008	37.7	0.264	32459	32.0	52	88	0.049	14.4	< 32	5.91	470	0.54	0.63	7.98	0.30	1.33	0.44	1.71	82
Argile extraction 2003	40.5	0.271	32692	34.1	63	96	0.042	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	39.1	0.227	31606	31.9	66	105	0.056	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	39.6	0.212	32998	32.6	56	108	0.013	14.6	< 63	5.84	450	0.53	0.59	9.47	0.20	1.63	0.37	1.49	100
BX-N	403	1.89	229	163	179	8.5	8.43	65	3.0	22.6	138	4.38	3.22	54.0	1.49	9.3	11.4	12.0	107
BX-N	355	1.8	297	163	180	3.6	8	60		22	110	4.6	3	50	1.7	8.8	9	11.6	80
BX-N	18	0.18	148	7	16	0.6		7		13	9	0.4	0.3	6	0.2	1.5	1	1.5	15

Analyse par activation neutronique ArgileResultatNAA_ULaval 2011-01-24 Page 1/2

No échantillon	No labo UL	ug/g	Ag	As	Au	Ba	Br	Ca	Cd	Ce	Co	Cr	Cs	Eu	Fe	Hf	Hg	Ir	K
Argile extraction 2008	10ULAV1181	< 15	0.50	0.0017	815	0.94	31428	< 63	71.7	17.9	117	1.86	1.38	41026	5.29	< 0.71	< 0.006	23746	
Argile extraction 2003	10ULAV1182	< 23	0.45	0.0015	933	3.2	32019	< 1.4	76.8	19.2	120	1.98	1.47	43077	5.15	< 0.87	< 0.010	21674	
Forage 2009 F03 5 mètre	10ULAV1183	< 32	0.37	0.0018	816	0.62	28419	< 1.6	73.1	20.4	136	2.33	1.24	44838	3.61	< 0.98	< 0.012	21862	
Forage 2009 F01 8 mètre	10ULAV1184	< 36	0.29	0.0030	821	0.68	30405	< 7.3	75.2	20.3	136	2.42	1.26	44368	3.52	< 0.93	< 0.015	23936	
BX-N	10ULAV1185	< 46	1.27	0.0081	75	2.5	< 2700	< 12	587	36.8	291	0.39	4.76	171317	16.5	< 5.5	< 0.036		
BX-N		Seuils (valeurs recommandées)		115		30	1215		520	30	280	0.4	4.4	162058	15.2			415	
BX-N		Limite confiance 95%		6		9	357		23	7	31		0.3	1958	1.1			83	

Les argiles de Manicouagan apparaissent comme des argiles minérales composées de minéraux de Quartz et d'Albite, d'Illite, d'Hornblende, de Chlorite et d'Apatite (Tableau 5)

Tableau 5:Composition minéralogique des argiles de Manicouagan

COMPOSITION MINÉRALOGIQUE							
Mineral	Quartz	Albite	Illite/ Microcline/phiopopte	Hornblende	Chlorite	Apatite/	
Proportions (%)	21,36	29,0	31,2	15,06	1,50	0,50	
SiO ₂	100,00	68,0	34,0	51,00	30,00	-	
Al ₂ O ₃	-	20,0	30,0	5,00	20,00	-	
Fe ₂ O ₃	-	-	18,0	3,00	16,00	-	
MgO	-	-	2,0	15,00	22,00	-	
CaO	-	-	-	24,00	1,00	58,00	
Na ₂ O	-	12,0	1,0	-	-	-	
K ₂ O	-	-	9,0	-	-	-	
TiO ₂	-	-	2,0	-	-	-	
P ₂ O ₅	-	-	-	-	-	42,00	
PAF	-	-	4,0	2,00	11,00	-	

COMPOSITION CHIMIQUE							
Compound	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O
Quantity(%)	59,8	16,2	6,25	3,34	3,92	3,8	2,81
Compound	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	Cr ₂ O ₃	PAF	C _{100,0}	Others
Quantity(%)	0,66	0,21	0,09	0,02	1,78	0,22	0,9

3. Tests d'adsorption du glyphosate

a. Matériels et méthodes

Les appareils nécessaires qui nous ont permis d'effectuer nos manipulations en laboratoire sont les suivants :

- Une **balance électrique** utilisée pour peser des échantillons de faibles masses en g à en mg,
- Un **vortex** qui permet d'homogénéiser des mélanges contenus dans un falcon,
- Un **évaporateur** qui permet d'assécher les échantillons suivant le mode opératoire choisi,
- Une **roue d'extraction** où une fois la rotation actionnée permet d'homogénéiser les mélanges contenus dans un falcon pendant une durée donnée à vitesse constante,

- Un **bain ultrason** par l'effet mécanique d'ondes ultrasonores; il permet de mouvoir les particules les plus fines dans les solutions du falcon,
- Une **centrifugeuse** grâce à un mouvement de rotation, cet appareil sert à séparer les mélanges constitués de parties ayant une densité différente, ainsi nous effectuons des extractions au sein notre équipe à l'aide de ce dernier où l'utilisation permet l'obtention d'une phase solide et d'une phase solide,
- Un **GC-ECD** (Chromatographe à phase gazeuse à détection par capture d'électrons/détection par absorption d'électrons),

Nous disposons de sept échantillons d'argile provenant d'une même source : dépôts sédimentaires de la région de Manicouagan au Québec, mais ces argiles provenaient de différentes étapes de leur traitement industriel à savoir : A₁ : boue d'argile à 10 secondes, A₂ : boue d'argile à 20 secondes, A₃ : boue d'argile à 30 secondes (10 secondes, 20 secondes à 30 secondes correspondent la durée de purification des argiles lors du traitement industriel), A₄ : argile du premier broyage, A₅ : argile du second broyage A₆ : argile du dépoussiéreur et A₇ : argile concassée. Après pesage, ces échantillons d'argile ont été introduits dans un falcon, puis on y a rajouté la même quantité en glyphosate/AMPA et nous avons laissé le mélange au frais pendant 24h. Ensuite, nous avons effectué une extraction à l'eau nanopure, en mélangeant le mélange dans un vortex puis dans un bain ultra-son avant d'y faire une séparation de la phase solide et la phase liquide à l'aide d'une centrifugeuse réglée à 3000 tour/min. Le surnageant dans la phase liquide est prélevé pour être analysé au GC-ECD. Avant injection pour analyse au GC-ECD, nous avons procédé à une dérivation à l'aide des solutions de trifluoroéthanol (TFE) et d'anhydride trifluoroacétique (TFAA).

b. Résultats et discussions

Parmi les sept formes d'argiles de Manicouagan analysées, trois d'entre elles s'avèrent être idéales pour l'adsorption du glyphosate puisse être adsorbée; il s'agit de A₆, A₄ et A₅. Nous avons obtenu les résultats colligés au tableau 6 :

Tableau 6: Résultats de l'adsorption du glyphosate sur les argiles de Manicouagan

Argile du dépoussiéreur (g)	Quantité initiale (µg)	Quantité de glyphosate retenue (µg)	Pourcentage de glyphosate adsorbé %	Capacité d'adsorption (µg/g)
0,00	100	0,00	0,00	0,00
0,65		13,80	13,83	21,23
1,25		28,00	28,04	22,04
2,50		66,30	66,35	26,52
5,00		50,82	50,82	10,16
10,00		91,30	91,30	9,13

Argile du premier broyage (g)	Quantité initiale (µg)	Quantité de glyphosate retenue (µg)	Pourcentage de glyphosate adsorbé %	Capacité d'adsorption (µg/g)
0,00	100	0,00	0,00	0,00
0,65		26,64	26,64	40,98
1,25		32,62	32,62	26,10
2,50		54,56	54,56	21,82

5,00				
10,00		92,40	92,40	9,24

Argile du second broyage (g)	Quantité initiale (µg)	Quantité de glyphosate retenue (µg)	Pourcentage de glyphosate adsorbé %	Capacité d'adsorption (µg/g)
0,00	100	0,00	0,00	0,00
0,65		8,12	8,12	12,49
1,25		19,98	19,98	15,98
2,50		37,80	37,80	15,12
5,00		59,54	59,54	11,91
10,00		73,85	73,85	7,38

Les données recueillies ont été analysés pas le logiciel JMP (Outil d'analyse de données d'experts, conception des expériences) et il nous a permis de reproduire les graphiques suivants

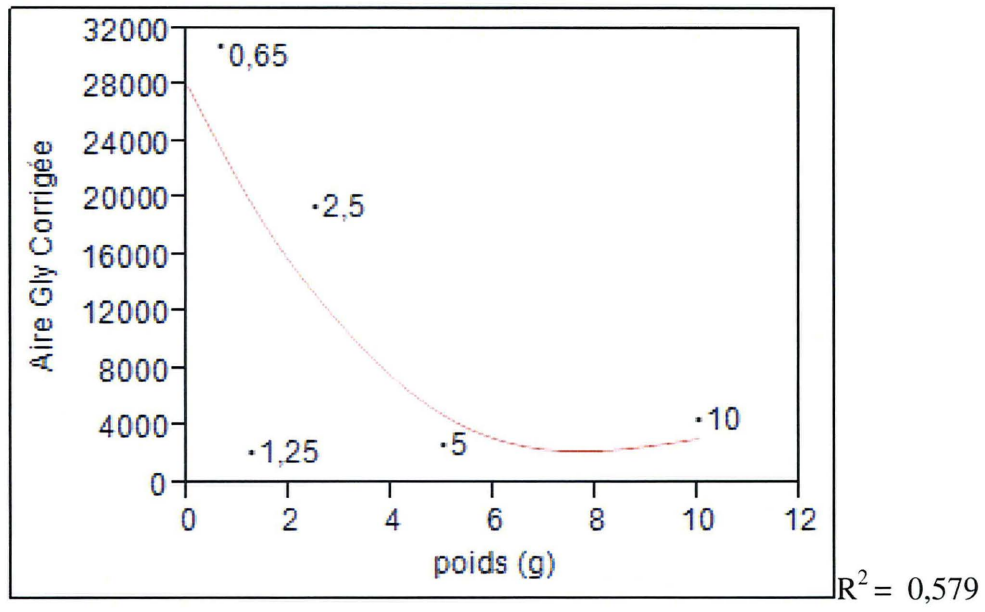


Figure 2:Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A₄ pesée

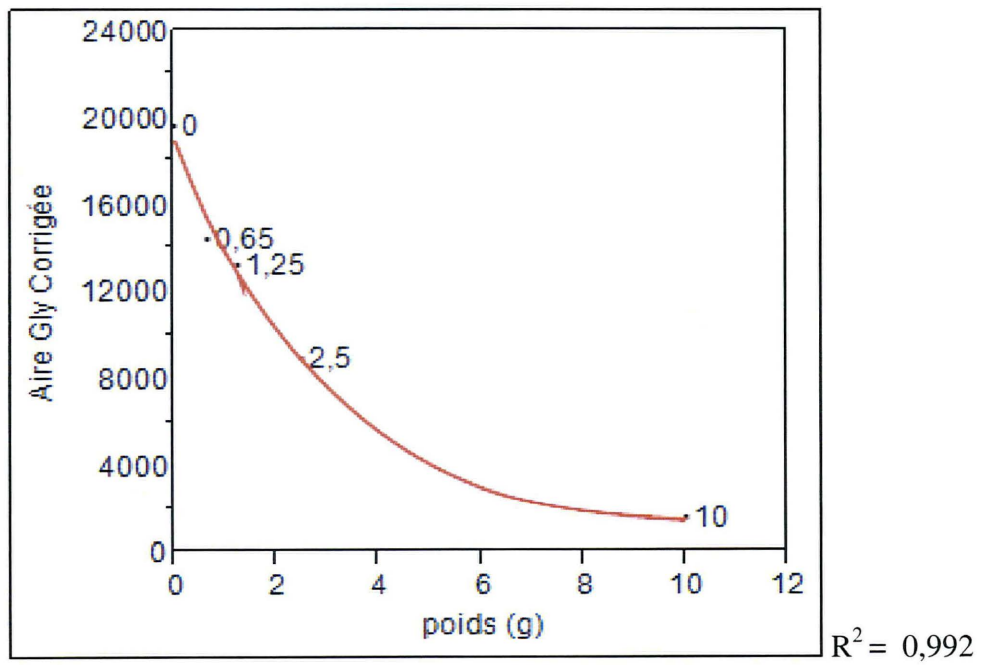


Figure 3:Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A₅ pesée

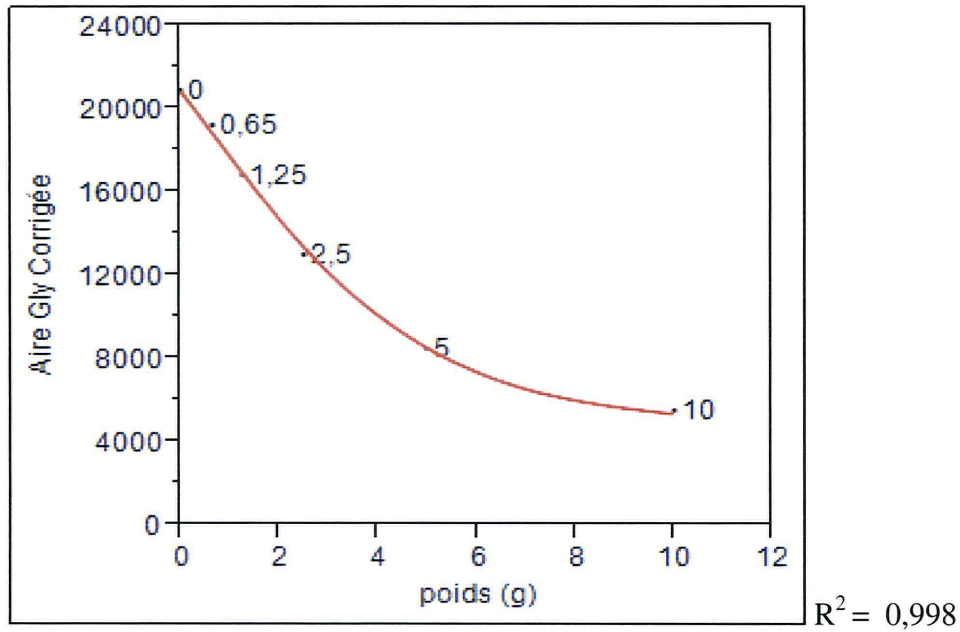


Figure 4 : Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A₆ pesée

- On constate qu'on peut déterminer la quantité de glyphosate adsorbée sur chaque argile entre 0 g et 4 g d'argile
- À partir d'une valeur de masse d'argile l'adsorption est maximale et présentée par le pallier parallèle à l'axe des abscisses

Plus on ajoute d'argile, plus la concentration en glyphosate analysée dans le surnageant après extraction diminue, ce qui signifie que l'argile retient le glyphosate dans nos conditions expérimentales définies; l'adsorption potentielle est présentée dans la dernière colonne de chaque tableau présentant nos résultats.

Conclusion

Les herbicides à base de glyphosate sont désormais incontournables en agriculture moderne; nombreux sont les agriculteurs qui recommandent leur emploi, vu qu'ils augmentent la productivité agricole en éliminant les espèces indésirables et également en augmentant les périodes de culture. L'emploi des herbicides à base de glyphosate est variée et multisectoriel : entretien de jardin, des aires d'entreposage, des sentiers, des voies ferrées et des trottoirs... Ainsi on note l'augmentation des quantités d'utilisation de ces herbicides et un risque croissant pour sa libération dans le milieu naturel (eaux de surface et les sols à proximité des zones agricoles). À cet effet, des chercheurs scientifiques (chimistes, biologistes...) ont entrepris des travaux concernant le traitement des eaux et des sols contaminés par le glyphosate/ AMPA dont les plus récents sont répertoriés dans le tableau 3. Même-ci ces méthodes soient efficaces, leur complexité et les coûts qu'elles engendrent ne laissent croire que la remédiation des aires contaminées soit envisageable par ces dernières. Notre étude a prouvé que les argiles ont un potentiel d'adsorption du glyphosate. Les résultats obtenus par des tests d'adsorption du glyphosate sur les argiles de Manicouagan sont prometteurs, l'utilisation des poussières d'argile nous a permis de stocker graduellement des concentrations en glyphosate comme décrites dans nos conditions expérimentales. Comme le glyphosate et l'AMPA font partie présentement des substances détériorant la qualité des eaux; l'utilisation des argiles de Manicouagan pour leur adsorption pourrait être une solution envisageable dans nos stations d'épuration ou de traitement des eaux destinées à notre consommation. Il serait important de déterminer à quelle étape de la chaîne de traitement devrait-on ajouter l'emploi du glyphosate dans les stations d'épuration ou de purification des eaux?

Références bibliographiques

- ABDEL-MEGEED A., S. M. W., AL-SHAHRANI H.O. AND ALI H.M. (2013). "Phyto-Microbial Degradation of Glyphosate in Riyadh Area . . . » **Volume 5, Issue 5:** pp.-458-466.
- Aquino Neto, S. and A. R. de Andrade (2009). "Electrooxidation of glyphosate herbicide at different DSA® compositions: pH, concentration and supporting electrolyte effect." Electrochimica Acta **54**(7): 2039-2045.
- Barbro Ulén, Gunborg Alex, Jenny Kreuger, Annika Svanbäck & Ararso Etana (2012): Particulate facilitated leaching of glyphosate and phosphorus from a marine clay soil via tile drains, *Acta Agriculturae scandinavica, Section B - Soil & Plant Science*, DOI:10.1080/09064710.2012.697572
- Conseil Canadien des Ministres de l'Environnement (2012). "Recommandations canadiennes pour la qualité des eaux : protection de la vie aquatique."
- De Souza Danilo R., a. A. G. T., b Nelson R. Antoniosi Filho, Marcos A. A. Silvac and Antonio E. H. Machadob (2013). "Degradation of the Commercial Herbicide Glyphosate by Photo-Fenton Process: Evaluation of Kinetic Parameters and Toxicity."
- De Schutter Olivier, « « L'agriculture industrielle a des coûts cachés pour la collectivité » », *Revue Projet*, 2013/1 N° 332, p. 5-10. DOI : 10.3917/pro.332.0005
- Gouvernement français, G. (2009). "Bilan de présence des micropolluants dans les milieux aquatiques continentaux Période 2007-2009."
- Helander, M., et al. (2012). "Glyphosate in northern ecosystems." Trends Plant Sci **17**(10): 569-574.
- Hu Y.S., Y. Q. Z., B. Sorohan (2010). "Removal of glyphosate from aqueous environment by adsorption using water industrial residual."
- Jacques Le Cacheux. *Agriculture mondiale et européenne : d' défis du XXIe siècle*. Revue de l'OFCE, Presses de Sciences Po, 2011, pp.197-234.
- Jacques, H. and C. Brett (2010). "" Les cultures de plantes tolérantes au glyphosate apportent des maladies et la mort" par le Dr. Mae-Wan Ho et Brett Cherry." <http://yonnelautre.fr/spip.php?article4468> visité le 24 nov. 14

Jieyu Fan, G. Y., Haoyu Zhao, Guanying Shi, Yucong Geng, Taiping Hou, and Ke Tao (2012). "Isolation, identification and characterization of a glyphosate-degrading bacterium, *Bacillus cereus* CB4, from soil."

Kelvin P. Spann & Phillip A. Hargreaves (1994). "The Determination of Glyphosate in Soils with Moderate to High Clay Content."

Konta, J. (1995). "<Clay and man- clay raw materials in the service of man Original Research Article .pdf>." Professor emeritus, Department of Petrology, Charles University, Albertov 6, 12843 Prague 2, Czech Republic.

MDDEFP (2012). "Présence de pesticides dans l'eau au Québec : Bilan dans quatre cours d'eau de zone en culture de maïs et de soya en 2008, 2009 et 2010."

MOHAMMED OUSMOÏ (1998) "ANALYSE PAR ACTIVATION NEUTRONIQUE DE L'ARGILE QUÉBÉCOISE UTILISÉE POUR LA FABRICATION DE LA CÉRAMIQUE AMÉRINDIENNE" Thèse de DOCTORAT PRÉSENTÉ AU DEPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

NDJERI-NDJOUHOU, M. (2012). "Synthèse et caractérisation de la birnessite électrodéposée: Application à la dégradation du glyphosate."

P. de Puytorac (2000). "Biotechnologie. Conséquences socio-économiques."

Pelletier, G. e. (2010). "Présence de pesticides dans l'eau du Québec rapport-mais-soya 2008, 2009, 2010."

SMEDBOL, É. (2013). "LA TOXICITÉ D'UN HERBICIDE À BASE DE GLYPHOSATE SUR LES ALGUES ET LES CYANOBACTÉRIES: DE LA CELLULE À LA COMMUNAUTÉ." MÉMOIRE PRÉSENTÉ COMME EXIGENCE PARTIELLE DE LA MAÎTRISE EN BIOLOGIE.

Zamparas, M., et al. (2013). "Phosphate adsorption from natural waters and evaluation of sediment capping using modified clays." Desalination and Water Treatment **51**(13-15): 2895-2902.

http://www.alternatives2toxics.org/tox_profile-glyphosate.htm visité le 24 nov. 2014

<http://www.argileeaumer.ca/> visité le 24 nov. 14

<http://yonnelaautre.fr/spip.php?article4468> visité le 24 nov. 14

Argile eau Mer

Rapport sur la conception d'une unité pilote d'un procédé industriel et essais de réaménagement des équipements dans le laboratoire, la salle blanche et le SAS.

Suite du Programme UP 9. Programme UP 10, 37 pages, année 2015 par Denise Saulnier, Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

157 1459 -





6.11 (Suite du programme UP9) Programme UP10 : Conception d'une unité pilote d'un procédé de fabrication industriel, ingénierie et essais des équipements sur de nouveaux échantillons d'argile marine.

Préparé et rédigé par Denise Saulnier, Coordinatrice des programmes pour l'année 2015 et Succession Denise Saulnier, avec la collaboration de Philippe Mimeault, adjoint à la direction

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1er JANVIER 2015 AU 31 DÉCEMBRE 2015

Par : Philippe Mimeault, adjoint à la direction

Bureau de vente / Sales office
Tél. : (418) 567-9620
Infos@argileeaumer.ca
philippemimeault@argileeaumer.ca

www.argileeaumer.ca

Gisement et siège social / Deposit et installations
Tél. : (418) 567-9620
164 Chemin de la baie, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1H0

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 Incertitudes et contraintes technologiques	
1.4. Les avancements technologiques	
1.5 Solutions / hypothèses à développer et à valider	
1.6 Incertitudes technologiques	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX.....	P. 7
2.1 Description synthétique du travail mensuel accompli	
2.2 Description du travail du personnel impliqué dans le projet RS&DE	
3. RÉSULTATS 2015	P.21
3.1. Analyse, essais et améliorations du procédé de stérilisation	
3.1.1 Réaménagement des équipements dans la salle blanche et protocole de nettoyage	
3.1.2 Divers tests effectués dans le laboratoire, la salle blanche et le SAS	
3.1.3 Recherche pour des nouveaux contenants	
3.1.4 Stérilisation aux rayons gamma	
3.1.5 Essais et recherche exploratoire pour effectuer des ajustements aux équipements lors d'une plus grande production	
3.2. Résultats quant à l'utilisation de l'argile comme fertilisant (eaux usées)	
3.3. Mise à jour des fiches maitresses des opérations de production des produits finis faits au laboratoire	
3.4. Résultats quant aux objectifs	
4. RECOMMANDATIONS.....	P.34
4.1 Pour le procédé : phase sèche et humide et opérations de mélange dans le laboratoire	
4.2 Pour les produits fabriqués avec le procédé	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE.....	P.35

RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX SUR LE PROJET

Code de projet : UP10

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 :

- Philippe Mimeault et Denise Saulnier pour Argile eau mer
- Réal Dugas, ingénieur civil et Groupe Conseil d'ingénieurs de TDA

Date de début du projet: 20 janvier 2006

Date de fin du projet prévue : Janvier 2017

Tél. : 418-567-9620

Courriel : infos@argileeaumer.ca

DESCRIPTION TECHNIQUE

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

1.1 Contexte du projet

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

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

Au cours des années précédentes, l'avancement a été de procéder à des ajustements technologiques sur diverses machines, de concevoir des pièces pour prolonger leur durée de vie et leur productivité. L'amélioration des postes de travail dans le laboratoire a aussi fait l'objet d'une identification et d'une mise en place des structures. Nous avons travaillé avec des firmes d'ingénierie pour la fabrication des pièces quand nous n'avions pas le matériel et les équipements requis. Souvent les pièces ont été fabriquées et mises à l'essai à l'interne avec des matériaux de récupération.

Pour éviter les contaminations croisées, chaque aire de fabrication doit être séparée des autres et le procédé s'effectue en continue sans retour en arrière. Aussi des ajustements techniques doivent être effectués dans les liaisons entre les machines et le passage d'une aire de fabrication à l'autre lorsqu'il y a un blocage de production. Le principe de séparation des aires de fabrication est essentiel pour le renouvellement de la licence d'exploitation qui fait état des mentions des changements et des nouvelles procédures. Le rapport de l'audit avec l'ensemble des fiches et procédures normalisées est venu confirmer l'assurance qualité- AQ du site. La licence a été émise au mois de septembre 2012, renouvelée en 2013 et 2014.

Le manque de capital a fait en sorte que la certification ISO recherchée en 2014 a dû être remise car le procédé d'ensemble devra alors être révisé de l'entreposage, à la fabrication jusqu'au conditionnement, l'étiquetage et la livraison des produits.

1.2 Démarches et actions initiales

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

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

1.3 Incertitudes et contraintes technologiques

Les travaux de la présente année sur le procédé pilote de fabrication se sont poursuivis dans le laboratoire, la salle blanche et le SAS en lien avec l'objectif d'identifier et d'éliminer les contaminations qui peuvent s'y produire lors de la fabrication des produits finis. Des modifications techniques et d'équipements seront aussi apportées dans les airs de fabrication du procédé humide, liquide, des poudres et des savons afin de réaliser un procédé en circuit fermé pour éviter les problèmes de contaminations croisées. Des sources potentielles de contaminations ont été vérifiées par l'utilisation de tests biologiques et chimiques sur les surfaces et les équipements ainsi que par des tests pour vérifier la qualité de l'air ambiant. Des réaménagements ou des ajustements ont été apportés aux équipements pour réduire les manipulations. L'achat et des essais avec de nouveaux contenants ont été effectués pour stériliser directement à l'autoclave les produits finis dans leur contenant. Ces expériences pourraient apporter des changements importants et innovants dans les procédures opératoires de la stérilisation des produits et des bonnes pratiques de fabrication (BPF et BPL). Cependant des incertitudes technologiques demeurent quant au choix de contenants capables de résister à la stérilisation à haute température essentielle pour la conservation des propriétés de l'argile et de ses eaux constitutives. D'autres incertitudes technologiques persistent quant à la rhéologie réversible du produit et le colmatage des pompes. Le niveau de liquidité et de viscosité continue de faire l'objet d'essais et d'études constantes pour que l'agglomération ne bloque pas et/ou n'endommage pas les circuits. D'autres travaux ont porté sur la capacité de production avec les équipements actuels. Une incertitude demeure quant à la capacité de répondre à une demande beaucoup plus importante du marché. Des réflexions, tests et recherches sont amorcées pour identifier les types d'améliorations qui devront être apportés aux équipements dans les aires de fabrication du procédé humide, liquide, des poudres et des savons. Le durcissement de l'argile quant à la résistance, le cisaillement, la couleur, les dimensions, le poids, la spécificité des produits obtenus et les équipements ajoutent des incertitudes ainsi que les pièces et équipements pour la stérilisation, le conditionnement et la conservation des produits. Quant au traitement des eaux usées, les résultats du rapport sur l'utilisation de l'argile à cette fin seront connus en début d'année. Un suivi du développement de cette nouvelle technologie pourra alors être envisagé.

1.4. Les avancements technologiques

Les avancements recherchés se situent au niveau de :

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

Les avancements technologiques de 2015 sont relatifs aux ajustements, à la conception, à la fabrication, à l'achat de pièces, de machines- outils et de tests pour prévenir les contaminations des produits finis dans le laboratoire, la salle blanche et le SAS. Le réaménagement des équipements dans la salle blanche, les essais sur le positionnement du SAS à l'entrée de l'autoclave, le changement de place des filtres Hepa afin de faciliter le travail en conditions stériles et l'identification des zones de turbulence avec de la glace sèche sous les filtres Hepa ont permis d'améliorer le fonctionnement des liaisons entre les machines, les techniques de travail et la productivité. L'utilisation de tests biologiques et chimiques sur les surfaces et les équipements ainsi que ceux sur la qualité de l'air ambiant ont permis eux aussi de réduire des sources potentielles de contaminations dans les produits finis et valider le processus de stérilisation des produits. Des recherches ainsi que des essais ont été faits pour trouver des contenants capables de supporter les hautes températures pour stériliser les produits finis dans leur contenant. La poursuite de cette recherche et des essais constitueraient une avancée importante quant à la réduction des risques de contaminations en éliminant des étapes dans la manipulation. Les mesures de contrôle des produits ont été réétudiées et testées pour s'assurer que les équipements utilisés donnaient des mesures de rendement de qualité. La poursuite des essais sur le durcissement de l'argile dans un four de laboratoire en variant les mélanges d'ingrédients se poursuivent pour un réservoir en argile. Les tests pour changer la couleur en augmentant la température ont permis de générer de nouveaux produits pour de nouveaux marchés. Des tests se poursuivent afin d'élargir cette avancée à de nouveaux types de produits. De plus la démarche spécifique pour conserver l'ensemble des propriétés des eaux interstitielles et des eaux libres dans les produits s'est poursuivie. Les recherches et les analyses de laboratoire réalisées sur l'activité biologique de ces eaux se poursuivent en liaison avec des études sur les méthodes de traitement adaptées et les équipements qui y correspondent pour les produits. De plus la recherche sur l'utilisation de l'argile de Manicouagan pour son pouvoir de rétention des herbicides à base de glyphosate est connue. Les résultats obtenus sont très prometteurs. L'utilisation de cette argile pourrait être une solution envisageable dans les stations d'épurations ou de traitement des eaux destinées à la consommation.

1.5. Solutions / hypothèses à développer et à valider

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

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

2. DESCRIPTION DES TRAVAUX

2.1. Description synthétique du travail mensuel accompli

JANVIER:

Réunion de planification mensuelle pour le programme en cours. Maintenance industrielle et inscription dans le cahier des charges. Préparation de la matière pour effectuer des tests d'humidité. Le viscosimètre a été monté pour de prochains tests pour l'homologation des produits de santé naturels. Nettoyage de la pièce des boues et à l'entretien général et l'ajustement technique du mélangeur secondaire. Finalisation du rapport 2014.

FÉVRIER :

On procède au calcul du pourcentage d'humidité, viscosité et granulométrie. On cherche à obtenir les équipements nécessaires pour effectuer des tests de sédimentométrie. Recherche d'expertise pour le choix de l'emballage, la durée de vie du produit en fonction de l'emballage et le procédé d'ensachage. Les tâches de maintenance industrielle, d'entretien, de nettoyage des machines et aires de fabrication se poursuivent. L'ensemble du travail est consigné dans le cahier de laboratoire et des charges.

MARS :

Établissement d'un protocole de nettoyage du laboratoire et de l'autoclave. Hypothèses pour le réarrangement des équipements en salle blanche. Observations en laboratoire des pratiques actuelles de fabrication des produits. Vérification du PH-mètre et des techniques de contrôle de la qualité : calcul du pourcentage d'humidité, viscosité. Recherche et achats d'indicateurs chimiques et biologiques pour valider le processus de stérilisation des produits. Évaluation de la possibilité de mise à l'échelle des équipements de laboratoire. Discussion autour de l'adaptation technique du poste de travail lié à la pompe doseuse. Suivi pour la mise à l'échelle du savon liquide.

AVRIL :

Application du protocole de nettoyage du laboratoire et de désinfection des pochettes. Surveillance pour le travail en conditions stériles dans la salle blanche lors d'un lot de production. Calcul du pourcentage d'humidité, viscosité. Recherche sur des indicateurs de contrôle d'environnement en laboratoire. Suivi sur les analyses de compte total microbien effectuées sur les produits finis. Des recherches sont amorcées pour la mise à l'échelle du procédé de stérilisation des produits.

MAI :

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail. Suivi des analyses microbiologiques. Discussion de l'ajout d'une mesure de contrôle de qualité pour la poudre. Discussion autour de la solubilité de l'argile dans l'eau. Réunion d'équipe pour la préparation du rapport sur le dernier lot de production. Recherche pour l'utilisation du mélangeur d'entrée pour la fabrication de produits autre que la boue.

JUIN :

Les filtres HEPA ont été changés de place afin de faciliter le travail en conditions stériles. Une recherche de fournisseurs d'alcool isopropylique est réalisée pour le nouveau procédé de désinfection des pochettes. Poursuite de la recherche sur des contenants (Nalgene) pour la stérilisation de plus grandes quantités de produits. Une recherche pour l'ajout d'une enveloppe chauffante au mélangeur planétaire est effectuée. Pour effectuer les tests de contrôle de la qualité microbiologique à l'interne, remettre en fonction l'incubateur et valider son fonctionnement pour de plus grandes productions. Préparation de rapports sur le dernier lot de production.

JUILLET :

La recherche pour l'utilisation du mélangeur d'entrée pour la fabrication de produits (autre que la boue) est complexifiée par l'ajout de nouvelles tâches. Une révision globale de tous les procédés de la chaîne de production est commencée. Inno-centre sera impliqué dans ce dossier. Des tests sont effectués afin d'évaluer la faisabilité de positionner le SAS contenant un filtre HEPA, à la sortie de l'autoclave, dans le cas où des pochettes non scellées seraient stérilisées à l'autoclave. Dans ce cas, le scellage serait réalisé à la sortie.

AOÛT :

La vérification du flux laminaire biologique dans la salle blanche a permis d'identifier des zones où l'air est turbulent : éviter de mettre des pochettes non scellées dans cette zone. Importance de placer la pompe doseuse sous le filtre HEPA. Utilisation des nouveaux indicateurs chimiques en ampoule pour valider les cycles de stérilisation plus courts. Les pochettes contenant du gel ne résistent pas à la stérilisation à de grandes températures de l'autoclave et de l'étuve. Solutions envisagées pour remplacer les pochettes : des bouteilles sans air et des sacs autoclavables en polypropylène.

SEPTEMBRE:

Commande de bouteilles en polypropylène pour la stérilisation des produits à l'autoclave. L'impact de cette bouteille réduirait les manipulations et les risques de contamination. Des tests (masque, gel, eaux de tourbières, bouteilles vides) sont effectués pour vérifier leur résistance à la chaleur et préserver l'intégralité des matières. Départ de la conseillère scientifique et technique. Transfert de connaissances.

OCTOBRE :

Recherche pour des pompes : les tests avec le viscosimètre ainsi que les conditions de succion et de décharge seront transmis au fournisseur. L'acquisition d'un manteau thermique pour le mélangeur planétaire Ross permettrait de fabriquer les savons en barre à plus grande échelle et de conserver les températures voulues dans le procédé de fabrication des savons liquides. Poursuite des recherches de contenants permettant la stérilisation des eaux (de mer; de tourbière; glaciaire). Les bouteilles (Nalgene) offrent plusieurs options à regarder.

NOVEMBRE :

Recherche d'un appareil pour mesurer le taux de sébum de la peau. Vérification des bonnes pratiques BPL et BPF. Mise à jour des fiches techniques du cahier des registres et de laboratoire. Stérilisation de boues. Entretien industriel.

DÉCEMBRE:

Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunion pour préparer la fermeture temporaire de janvier à mai 2016. Pour la reprise des activités en mai 2016, préparation du cahier des charges, des fiches techniques et des postes de travail afin de fournir les données exactes pour le renouvellement de la licence d'exploitation en juin 2016. Application du protocole de nettoyage pour le laboratoire et de l'unité de fabrication. Entretien industriel.

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

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2015																															Nombre heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
Description du programme	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		
UP10	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 Julie Beaulieu				2																												2	45,83 \$
Travail de Sylvie Bouchard																																0	- \$
Travail de Jean-Claude Dero				6							4	6													4	6						26	437,13 \$
Travail de Claude Saulnier																																0	- \$
Travail de Philippe Mimeault				2		4																			8	8						22	486,05 \$
Travail de Denise Saulnier				2																					8	8	8					26	861,74 \$
TOTAL	0	0	0	0	12	0	4	0	0	0	0	4	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	20	22	8	0	0	0	76	1 830,75 \$

JANVIER :

Semaine du 1er au 5

1 et 2 : congés fériés et vacances

Semaine du 5 au 12

Réunion de planification mensuelle pour le programme en cours. JCD fait la maintenance industrielle et remplit le cahier des charges.

Semaine du 19 au 26

Des tests d'humidité sont réalisés entre différents échantillons d'argile en boue par JCD sur les recommandations de JB.

Semaine du 26 au 30

Le viscosimètre a été monté pour de prochains tests par PM sur les instructions de JB.

Lecture sur les bonnes pratiques de fabrication par DS.

JCD procède au nettoyage de la pièce des boues et à l'entretien général.

Le mélangeur secondaire est nettoyé pour une vérification de son fonctionnement par JB

DS et PM finalisent le rapport 2014 sur le programme d'unité pilote de fabrication 9.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2015																												Nombre heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																														
Description du programme	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			
UP10	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		2																											2	44,00 \$	
																													0	- \$	
Travail de Jean-Claude Deroy		2		4															8							8	2	24	451,92 \$		
																													0	- \$	
Travail de Philippe Mimeault		2		8															8	8					8			34	646,00 \$		
Travail de Denise Saulnier		2		8																								10	364,58 \$		
TOTAL	0	8	0	20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	16	8	0	0	0	0	0	16	2	0	70	1 506,50 \$

FÉVRIER :

Semaine du 2 au 9

Réunion d'équipe pour la planification mensuelle du programme.

JCD, PM et DS procèdent au calcul du pourcentage d'humidité, de viscosité et de granulométrie.

Semaine du 19 et 20

JCD fait de la maintenance industrielle alors que PM et JB font une recherche auprès de l'ITEGA pour connaître leur expertise dans le choix de l'emballage, la durée de vie du produit en fonction de l'emballage et le procédé d'ensachage. Les tâches de maintenance industrielle, d'entretien, de nettoyage des machines et aires de fabrication se poursuivent.

Semaine du 26 au 28

PM cherche à obtenir les équipements nécessaires pour effectuer des tests de sédimentométrie.

JCD effectue la réparation du puits d'eau et de la pompe.

L'ensemble du travail est consigné dans le cahier de laboratoire et des charges.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MARS 2015																															Nombre heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																	
Description du programme	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			
UP10	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		2																															2	44,00 \$
Travail de Sylvie Bouchard																																	0	- \$
Travail de Jean-Claude Deroy		2				8						8								8											4	30	564,90 \$	
Travail de Claude Saulnier																																	0	- \$
Travail de Philippe Mimeault		2														8	8	8	8				8	8	8	8	8					74	1 406,00 \$	
Travail de Denise Saulnier		2																	8	8			4		8					4	34	1 239,58 \$		
TOTAL	0	8	0	0	0	8	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	8	8	16	24	0	0	12	8	8	16	8	0	0	0	8	140	3 254,48 \$	

MARS :

Semaine du 2 au 9

JB établie un protocole de nettoyage du laboratoire et de l'autoclave à partir des observations réalisées sur le travail en conditions stériles d'une opératrice. Nettoyage au complet du laboratoire, du SAS et de la salle blanche par JCD.

Semaine du 9 au 13

JCD poursuit le nettoyage des équipements en vue de leur réarrangement en salle blanche et la fabrication des produits.

Semaine du 17 au 21

PM vérifie le du PH-mètre et les techniques de contrôle de la qualité : calcul du pourcentage d'humidité, viscosité. Il observe en laboratoire les pratiques actuelles de fabrication des produits.

Réunion d'équipe (JCD-PM et D.S) pour rechercher des indicateurs chimiques et biologiques pour valider le processus de stérilisation des produits. On vérifie les bonnes pratiques BPL et BPF et le cahier de l'aire de vérification de l'étiquetage et de l'envoi des produits.

Semaine du 24 au 28

Les fiches d'enregistrement des produits sont révisées par DS en fonction des techniques de mesure de contrôle de qualité.

PM évalue la possibilité de mise à l'échelle des équipements de laboratoire.

PM et DS discutent de l'adaptation technique du poste de travail lié à la pompe doseuse et PM procède à des ajustements.

DS et PM évaluent la mise à l'échelle du savon liquide et on procède à des ajustements.

Le 31

Réunion d'équipe pour planifier le travail mensuel et pour la poursuite du travail à faire.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2015																														Nombre heures	Payées
AVRIL 2015																																
Description du programme	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																														Nombre heures	Payées
UP10	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			1			5	4	4					4	3									1					2				
Travail de Sylvie Bouchard																																
Travail de Jean-Claude Dero		8	5				3		8	8				3	8	8	8					8	4		8				8	8	8	
Travail de Claude Saulnier																																
Travail de Philippe Mimeault	8	8	2						8								8							8								
Travail de Denise Saulnier	3	3	1			2	4	2		2			2	3			4										2		1	1		
TOTAL	11	19	9	0	0	7	11	6	8	18	0	0	6	9	8	8	20	0	0	0	8	5	0	18	0	0	4	8	9	9	0	

AVRIL :

Semaines du 1er au 18

JCD : Application du protocole de nettoyage du laboratoire et de désinfection des pochettes.

JB : Surveillance pour le travail en conditions stériles dans la salle blanche lors d'un lot de production. Vérification des bonnes pratiques BPL et BPF.

DS et PM : Recherche sur des indicateurs de contrôle d'environnement en laboratoire. Achat des indicateurs chimiques pour faire des tests de cycle d'autoclave afin de valider le processus de stérilisation des produits.

Semaines du 19 au 30

Calcul du pourcentage d'humidité et de viscosité par JCD supervisé par PM.

Discussion en équipe de l'adaptation du poste de travail lié à la pompe doseuse. La mise à l'échelle du savon liquide serait pertinente dans la mesure où la demande du produit serait plus élevée. Des réflexions et recherches sont amorcées pour la mise à l'échelle du procédé de stérilisation des produits (équipements de stérilisation, centrifugeuses, équipements pour soulever des seaux, pompes, etc.).

JB et DS : Suivi sur les analyses de compte total microbien effectuées sur les produits finis.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MAI 2015																																
Description du programme	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
UP10	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	Nombre heures	Payées
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D		
Travail de Julie Beaulieu					2	2	1	1		1		2	2	2					1	1	1	2			6	3		1				28	616,00 \$
Travail de Sylme Bouchard				2																1					3	3	3	3				15	243,75 \$
Travail de Jean-Claude Deroy				2							2	2	2	4	4			3	4	2	2											27	484,20 \$
Travail de Claude Saulnier				2																												2	35,00 \$
Travail de Philippe Mimeault				1	2	4					3				1							1						4	2	2		20	361,90 \$
Travail de Denise Saulnier	4			1	2	2	1	1			4	2	2	2				3	2	1	1	2			6	3	2	1				42	1 093,75 \$
TOTAL	4	0	0	2	12	8	2	2	0	1	9	6	6	8	5	0	0	6	7	5	4	5	0	0	15	9	9	7	2	0	0	134	2 834,60 \$

MAI :

Semaines du 1er au 16

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail.

DS, JB et JCD : L'adaptation du chariot de transfert de l'autoclave, afin qu'il permette le déplacement des produits en conditions stériles, est envisagée : il s'agirait d'un chariot à flux laminaire.

DS, SB et JB : Suivi des analyses microbiologiques. Discussion de l'ajout d'une mesure de contrôle de qualité pour la poudre (masse volumique).

Vérification de la fiche de données de sécurité (FDS) : discussion autour la solubilité de l'argile dans l'eau.

Semaines du 17 au 31

Réunion d'équipe pour la préparation du rapport sur le dernier lot de production. Évaluation des méthodes industrielles de conservation des produits : révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits.

PM et DS : Recherche pour l'utilisation du mélangeur d'entrée pour la fabrication de produits autre que la boue.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2015																														Nombre heures	Payées	
Description du programme	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
UP10	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M			
Travail de Julie Beaulieu								4	2	2	1					3	1	4					1	1	2	2				3	2	28	547,56 \$
Travail de Sylvie Bouchard				2	2			4		2	2	2												1					2	6	23	339,77 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy			4	4						4	4	4					4	4	4					4	4	2	2		2	2	48	847,35 \$	
Travail de Claude Saulnier			4																				6						6		16	217,78 \$	
Travail de Philippe Mimeault									1				8			2	1							1	3					1	17	293,64 \$	
Travail de Denise Saulnier								2	6	2	2						4	3	2				4	1							26	646,31 \$	
TOTAL	0	0	8	6	2	0	0	10	9	10	9	14	0	0	0	5	10	11	6	0	0	1	15	9	7	2	0	0	13	11	0	158	2 892,40 \$

JUIN :

Semaines du 1er au 13

JB, JCD et PM : Les filtres HEPA ont été changés de place, afin de faciliter le travail en conditions stériles.

SB et PM : Une recherche de fournisseurs d'alcool isopropylique est réalisée pour le nouveau procédé de désinfection des pochettes (contenant les produits) : LabMat, LaboratoireMag Quebec, Lubri-Delta, Wal-Mart, Produits chimiques et sanitaires Hygipro.

DS : Planification et supervision du travail.

Semaines du 14 au 30

JB : Techniques de contrôle de la qualité : Les indicateurs biologiques vendus par les compagnies contiennent des bactéries prédéfinies. Les produits contaminés et expirés d'argile de Manicouagan pourraient être utilisés comme indicateurs biologiques à chaque lot d'autoclave (idéalement contenant toutes les levures, moisissures et bactéries retrouvées dans un produit contaminé). Cela permettrait de valider que les levures, moisissures et bactéries qui peuvent croître dans l'argile sont bien éliminées dans le processus de stérilisation. Toutefois, sans faire une analyse préalable d'un lot expiré, il n'est pas toujours possible de déterminer si le produit est contaminé, car pour le compte microbien, il n'y a pas toujours d'indicateur visuel sur l'argile. Lorsque les indicateurs visuels sont présents, on peut valider s'ils ont été éliminés par le procédé de stérilisation. Les indicateurs visuels possibles sont : taches brunes, taches blanches, taches noires, mousses (roses, ...).

DS et JB : Révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits : Sic Expert a fourni le prix pour deux moteurs supplémentaires pour faciliter le travail en salle blanche (1300\$ chacun) et pour une lampe U.V. pour la stérilisation de l'air (800\$). Par contre, l'utilisation d'U.V. comporterait davantage de risque pour la santé et la sécurité des opérateurs. Des recherches sur des contenants (Nalgene) pour la stérilisation de plus grandes quantités de produits continuent d'être réalisées (cplabsafety).

DS, JB et JCD : Évaluation de la possibilité de mise à l'échelle. Une recherche pour l'ajout d'une enveloppe chauffante au mélangeur planétaire est effectuée. Sans cette enveloppe, le savon en barre pourrait difficilement être produit dans le mélangeur car le procédé nécessite une température de plus de 40 degrés Celsius. La compagnie est contactée pour une soumission. Si les tests de contrôle de la qualité étaient faits à l'interne (compte total microbien, levures et moisissures), il faudrait remettre en fonction l'incubateur et valider son fonctionnement. Cela vaut la peine pour de plus grandes productions.

PM, CS et SB : Préparation de rapports sur le dernier lot de production.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2015																															Nombre heures	Payées		
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																		
Description du programme	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				
UP10	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V				
Travail de Julie Beaulieu	5	6				6	1	4	1				6	7	7					2	5												50	1 257,14 \$	
Travail de Sylvie Bouchard	8		5			1		2						4																				20	353,26 \$
Travail de Jean-Claude Deroy	3		4										6	8										8	8					6	6		49	1 037,11 \$	
Travail de Claude Saulnier												6	8																					14	317,59 \$
Travail de Philippe Mimeault		2	1			1	2	1					1		2	1	3			2	2		2				2	2	4	2	2		32	695,65 \$	
Travail de Denise Saulnier	4	6	2			6	1	4	1				6	7	7	3	2			2	5	5	4	1			4	5	6	2			83	1 973,50 \$	
TOTAL	20	14	12	0	0	14	4	11	2	0	0	0	25	34	16	4	5	0	0	6	12	5	14	9	0	0	6	7	10	10	8	248	5 634,26 \$		

JUILLET :

Semaines du 1er au 18

JB, DS et JCD : Recherche pour des pompes. La viscosité de l'argile est fournie aux fournisseurs (6000 à 150 000 centpoises environ), selon les tests réalisés avec le viscosimètre. 150 000 CPS est une viscosité très élevée. Les fournisseurs demandent des informations telles que "total friction loss suction", "total friction loss discharge", en bref, les conditions de suction et de décharge.

DS et PM : Une révision globale de tous les procédés de la chaîne de production est commencée.

DS, JB et JCD : Le manteau thermique pour le mélangeur planétaire Ross vaut autour de 4000\$ (230V, 3 phases, 60Hz). Il est recommandé de faire valider ce choix avant un achat éventuel. Ce manteau ferait partie des outils pour fabriquer les savons en barre à plus grande échelle. DS mentionne qu'il faudrait aussi des moules supplémentaires. Il serait aussi plus facile de conserver les températures voulues dans le procédé de fabrication des savons liquides.

Semaines du 19 au 31

DS et PM : La poursuite de la révision globale de tous les procédés de la chaîne de production est commencée. Inno-centre sera impliqué dans ce dossier.

JCD et PM : Des tests sont effectués afin d'évaluer la faisabilité de positionner le SAS, contenant un filtre HEPA, à la sortie de l'autoclave, dans le cas où des pochettes non scellées seraient stérilisées à l'autoclave. Dans ce cas, le scellage serait réalisé à la sortie. Le SAS se positionne bien à la sortie de l'autoclave. Le PVC ne subit pas de trop fortes températures.

DS : Suivi de la recherche pour l'utilisation du mélangeur d'entrée pour la fabrication de produits (autre que la boue) est complexifiée par l'ajout de nouvelles tâches.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2015																															Nombre heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
Description du programme	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		
UP10	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											2																					2	26,94 \$
Travail de Sylvie Bouchard																2			1	7	2											12	354,55 \$
Travail de Jean-Claude Deroy																		8	4					6	7							25	441,33 \$
Travail de Claude Saulnier																		8	4													12	188,46 \$
Travail de Philippe Mimeault			3	3	2	4	3			4	2	1	2	2																3		29	1 054,55 \$
Travail de Denise Saulnier			5	2		4															5							2				18	468,75 \$
TOTAL	0	0	8	5	2	8	3	0	0	4	4	1	2	2	0	0	2	16	9	7	7	0	0	6	7	0	0	2	0	0	3	98	2 534,57 \$

AOÛT :

Semaines du 1er au 15

PM et DS : Certains laboratoires vérifient le fonctionnement du flux laminaire de leur hotte biologique à l'aide de glace sèche et d'eau tiède.

JB suggère d'utiliser cette méthode étant donné que l'emplacement des filtres HEPA a été modifié. Grâce à la méthode pour vérifier le flux laminaire dans la salle blanche, les côtés de la scelleuse ont été identifiés comme des zones où l'air est turbulent : il est donc recommandé de ne pas mettre des pochettes non scellées dans cette zone afin de respecter les conditions stériles. De plus, JB suggère de déplacer la pompe doseuse sous un filtre, car cette dernière se trouve sous la barre, entre deux filtres HEPA.

Semaines du 16 au 31

CS : Des recherches pour des sacs autoclavables en polypropylène sont effectuées pour stériliser des plus grandes quantités dans un même contenant.

SB et JCD : Utilisation des nouveaux indicateurs chimiques en ampoule pour valider les cycles de stérilisation plus courts.

DS : Des essais montrent que les pochettes contenant du gel ne résistent pas à la stérilisation à de grandes températures de l'autoclave et de l'étuve. Solutions envisagées pour remplacer les pochettes : des bouteilles sans air et des sacs autoclavables en polypropylène.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2015																														Nombre heures	Payées	
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
Description du programme	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			
UP10	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							1	1	2																							4	240,17 \$
Travail de Sylvie Bouchard	4						1										2	4			3							4	2	4	24	354,55 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy	4	5																4			2	3	8	3	2			3			34	582,02 \$	
Travail de Claude Saulnier								4	4					8								4	4								24	365,22 \$	
Travail de Philippe Mimeault	5	4	3	2			4	4	2	3	2			4	2	2	2	3			3	2	4	4	1						56	1 018,18 \$	
Travail de Denise Saulnier			2	3			1	2			3			1		1	3														16	625,00 \$	
TOTAL	13	9	5	5	0	0	7	11	8	3	5	0	0	13	2	3	7	11	0	0	8	9	16	7	3	0	0	7	2	4	0	158	3 185,13 \$

SEPTEMBRE :

Semaines du 1er au 30

JCD : entretien industriel et nettoyage des zones de fabrication.

PM : Commande de bouteilles en polypropylène pour la stérilisation des produits à l'autoclave. L'impact de cette bouteille réduirait les manipulations et les risques de contamination.

Travail d'équipe : Des tests (masque, gel, eaux de tourbières, bouteilles vides) sont effectués pour vérifier leur résistance à la chaleur et préserver l'intégralité des matières.

Départ de la conseillère scientifique et technique. Transfert de connaissances.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS OCTOBRE 2015																															Nombre heures	Payées
Description du programme	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
UP10	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 Julie Beaulieu																																0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard	8							2				1							5	5										2	23	431,72 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy	8						5	4	5			2			6	3				6	4	4	2					3			52	1 134,66 \$	
Travail de Claude Saulnier												4	6	4																		14	307,76 \$
Travail de Philippe Mimeault	8					8	3	4	5			2													4	4	3	8	8	57	1 295,45 \$		
Travail de Denise Saulnier					5	2		4	3			1													5	6		3	3	32	875,00 \$		
TOTAL	24	0	0	0	5	10	8	14	13	0	0	10	6	4	6	3	0	0	5	11	4	4	2	0	0	9	10	6	11	13	0	178	4 044,59 \$

OCTOBRE :

Semaines du 1er au 31

CS : Recherche pour des pompes : les tests avec le viscosimètre ainsi que conditions de succion et de décharge seront transmis au fournisseur.

JCD : Poursuite de l'entretien industriel et du nettoyage des aires de fabrication.

DS et PM : L'acquisition d'un manteau thermique pour le mélangeur planétaire Ross permettrait de fabriquer les savons en barre à plus grande échelle et de conserver les températures voulues dans le procédé de fabrication des savons liquides. DS mentionne qu'il faudrait aussi des moules supplémentaires.

SB : Poursuite des recherches de contenants permettant la stérilisation des eaux (de mer; de tourbière; glaciaire). Les bouteilles Nalgene offrent plusieurs options à regarder.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2015																															Nombre heures	Payées
Description du programme	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
UP10	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L			
Travail de Julie Beaulieu																																0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard		2	4	8		4			6	4										4										6	38	612,34 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy		4	3	2	3	3			5	3	4	2	4			4	3	4	3	4				5	6	4	3	3		4	76	1 407,81 \$	
Travail de Claude Saulnier		8										4												8							20	326,00 \$	
Travail de Philippe Mimeault		4	3	2	3	3			5	3	4	2	4			4	3	4	3	4						1	1			4	57	1 085,71 \$	
Travail de Denise Saulnier		4	3	2	3					3	4		4			4	3	4													34	885,42 \$	
TOTAL	0	22	13	14	9	10	0	0	16	13	16	4	12	0	0	12	9	12	6	12	0	0	13	6	4	4	4	0	0	14	0	225	4 317,28 \$

NOVEMBRE :

Semaines du 1er au 30

PM : Recherche d'un appareil pour mesurer le taux de sébum de la peau.

PM et SB : Vérification des bonnes pratiques BPL et BPF.

SB et CS : Stérilisation de boues.

JCD : Entretien industriel.

Travail d'équipe: Mise à jour des fiches techniques du cahier des registres et de laboratoire.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2015																															Nombre heures	Payées
	UNITÉ PILOTE DE FABRICATION 10																																
Description du programme	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		
UP10	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																																0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard	2	2	2				2							2	5	5	3				2	4	4	2	1							36	801,47 \$
Travail de Jean-Claude Derooy	2	6	5	4			2	4		6	5			2	4	6	7	4			2	3	2	1	4							69	1 765,86 \$
Travail de Claude Saulnier	2	4					2							2	4						2											16	398,44 \$
Travail de Philippe Mimeault	2	6	5	4			2				4			2				2			2	4			2							35	921,05 \$
Travail de Denise Saulnier																																0	- \$
TOTAL	8	18	12	8	0	0	8	4	0	6	9	0	0	8	13	11	10	6	0	0	8	11	6	3	7	0	0	0	0	0	156	3 886,83 \$	

DÉCEMBRE :

Semaines du 1er au 31

Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunion pour préparer la fermeture temporaire de janvier à mai 2016. Pour la reprise des activités en mai 2016, préparation du cahier des charges, des fiches techniques et des postes de travail afin de fournir les données exactes pour le renouvellement de la licence d'exploitation en juin 2016. Application du protocole de nettoyage pour le laboratoire et de l'unité de fabrication. Entretien industriel.

3. RÉSULTATS 2015

3.1 Analyse, essais et améliorations du procédé de stérilisation

Par : Julie Beaulieu, ing.jr, conseillère scientifique et technique Argile eau mer

Destinataire : Denise Saulnier, PDG Argile eau mer

Les travaux de la présente année sur le procédé pilote de fabrication se sont poursuivis dans le laboratoire, la salle blanche et le SAS en lien avec l'objectif d'identifier et d'éliminer les contaminations qui peuvent s'y produire lors de la fabrication des produits finis. Voici les résultats des ajustements technologiques pour détecter et éliminer les contaminations :

3.1.1 Réaménagement des équipements dans la salle blanche et protocole de nettoyage

L'adaptation du chariot de transfert de l'autoclave a été réalisée afin qu'il permette le déplacement des produits en conditions stériles : il s'agirait d'un chariot à flux laminaire.

Les filtres HEPA ont été changés de place afin de faciliter le travail en conditions stériles.

Déplacement de la pompe doseuse sous un filtre car cette dernière se trouve sous la barre entre deux filtres HEPA.

Grâce à l'utilisation de la glace sèche et de l'eau tiède pour vérifier le flux laminaire dans la salle blanche, les côtés de la scelleuse ont été identifiés comme des zones où l'air est turbulent : il est donc recommandé de ne pas mettre des pochettes non scellées dans cette zone afin de respecter les conditions stériles.

Adaptation technique du poste de travail lié à la pompe doseuse et possibilité de mise à l'échelle des équipements de laboratoire lors de plus grandes productions.

Surveillance pour le travail en conditions stériles dans la salle blanche lors d'un lot de production.

Mise à jour et application du protocole de nettoyage du laboratoire et de désinfection des pochettes avec l'alcool isopropylique.

3.1.2 Divers tests effectués dans le laboratoire, la salle blanche et le SAS

Des tests ont été réalisés à plus grande échelle (lot typique de production) à l'autoclave avec des contenants hermétiques pour la conservation des produits. Il reste encore du travail afin de conclure si les pots de stérilisation sont les plus adéquats. À court terme, il y a un gain quant à l'entreposage des produits stérilisés avant l'ensachage. Utilisation d'indicateurs chimiques en ampoule pour valider les cycles de stérilisation plus courts.

Des indicateurs biologiques de contrôle d'environnement en laboratoire ont été utilisés pour les surfaces de travail et les équipements de laboratoire (planchers, comptoir sous filtre, scelleuse, pompe doseuse, pochettes vides) afin de trouver la ou les sources de contaminations. Résultats : des tampons biologiques sont noirs après 48 heures et identifient les sources de contamination à éliminer. Des tests pour la qualité de l'air ont aussi été effectués et pourront éventuellement mener au déploiement de d'autres moyens de stérilisation de l'air (U.V. ou autres).

3.1.3 Recherche pour des nouveaux contenants

Des bouteilles en polypropylène pour la stérilisation des produits à l'autoclave ont été expérimentées. L'impact de cette bouteille permettrait de réduire les manipulations et les risques de contamination. Des tests (masque, gel, eaux de tourbières, bouteilles vides) sont effectués pour vérifier leur résistance à la chaleur et préserver l'intégralité des matières.

Recherche de contenants permettant la stérilisation des eaux (de mer, de tourbière, glaciaire). Les bouteilles (Nalgene) offrent plusieurs options à regarder.

3.1.4 Stérilisation aux rayons gamma

Cette solution est abandonnée car l'irradiation aux rayons gamma ne semble pas une solution préconisée par Santé Canada.

3.1.5 Essais et recherche exploratoire pour effectuer des ajustements aux équipements lors d'une plus grande production

Mise à l'échelle des équipements du laboratoire.

Recherche pour l'utilisation du mélangeur d'entrée pour la fabrication de produits autre que la boue.

Poursuite de la recherche sur des contenants (Nalgene) pour la stérilisation de plus grandes quantités de produits.

Une recherche pour l'ajout d'une enveloppe chauffante au mélangeur planétaire est effectuée. L'acquisition d'un manteau thermique pour le mélangeur planétaire Ross permettrait de fabriquer les savons en barre à plus grande échelle et de conserver les températures voulues dans le procédé de fabrication des savons liquides.

Remettre en fonction l'incubateur et valider son fonctionnement pour de plus grandes productions.

En résumé, les réaménagements effectués ont permis d'améliorer le fonctionnement des liaisons entre les machines, les techniques de travail et la productivité. Quant aux divers tests réalisés, ils ont permis eux aussi de réduire des sources potentielles de contaminations dans les produits finis et valider le processus de stérilisation des produits. Des recherches ainsi que des essais ont été faits pour trouver des contenants capables de supporter les hautes températures pour stériliser les produits finis dans leur contenant. La poursuite de cette recherche et des essais constitueraient une avancée importante quant à la réduction des risques de contaminations en éliminant des étapes dans la manipulation. Des recherches sont à poursuivre pour déterminer les ajustements à faire aux équipements et aux aires de fabrication pour effectuer de plus grandes productions.

Chariot à flux laminaire qui permet le déplacement des produits en conditions stériles lors du transfert à l'autoclave



Travail à la pompe doseuse sous les filtres HEPA afin de faciliter le travail en condition stérile





Des tampons biologiques utilisés sur les surfaces devenues noires après 48 heures indiquent les sources de contamination à éliminer

3.2 Résultats quant à l'utilisation de l'argile comme fertilisant (eaux usées)

La recherche sur l'utilisation de l'argile de Manicouagan pour son pouvoir de rétention des herbicides à base de glyphosate est connue. Les résultats obtenus sont très prometteurs. L'utilisation de cette argile pourrait être une solution envisageable dans les stations d'épurations ou de traitement des eaux destinées à la consommation.

Plusieurs échantillons d'argile extraits sur le site ont été envoyés en 2014 et 2015 pour des recherches universitaires sur le pouvoir absorbant des herbicides à base de glyphosate par les argiles de Manicouagan. Ces recherches démontrent que les argiles de Manicouagan pourraient être utilisées dans la remédiation de l'environnement pollué par le glyphosate suite à une série d'expériences menées dans les laboratoires de chimie analytique et de bio géochimie environnementale de l'UQAM. Voici le procédé et les résultats de cette recherche telle que décrite dans le rapport :

3. Tests d'adsorption du glyphosate

a. Matériels et méthodes

Les appareils nécessaires qui nous ont permis d'effectuer nos manipulations en laboratoire sont les suivants :

- Une **balance électrique** utilisée pour peser des échantillons de faibles masses en g à en mg.
- Un **vortex** qui permet d'homogénéiser des mélanges contenus dans un falcon.
- Un **évaporateur** qui permet d'assécher les échantillons suivant le mode opératoire choisi.
- Une **roue d'extraction** où une fois la rotation actionnée permet d'homogénéiser les mélanges contenus dans un falcon pendant une durée donnée à vitesse constante.
- Un **bain ultrason** par l'effet mécanique d'ondes ultrasonores: il permet de mouvoir les particules les plus fines dans les solutions du falcon.

- Une centrifugeuse grâce a un mouvement de rotation, cet appareil sert a separer les mélanges constituées de parties ayant une densité différente, ainsi nous effectuons des extractions au sein notre équipe à l'aide de ce dernier ou l'utilisation permet l'obtention d'une phase solide et d'une phase solide.
- Un CG-ECD (Chromatographe à phase gazeuse à détection par capture d'électrons détection par absorption d'électrons).

Nous disposons de sept échantillons d'argile provenant d'une même source : dépôts sédimentaires de la région de Manicouagan au Québec, mais ces argiles provenaient de différentes étapes de leur traitement industriel à savoir : A₁: boue d'argile à 10 secondes, A₂: boue d'argile à 20 secondes, A₃: boue d'argile à 30 secondes (10 secondes, 20 secondes à 30 secondes correspondent la durée de purification des argiles lors du traitement industriel), A₄: argile du premier broyage, A₅: argile du second broyage, A₆: argile du dépoussiéreur et A₇: argile concassée. Après pesage, ces échantillons d'argile ont été introduits dans un falcon, puis on y a rajouté la même quantité en glyphosate AMPA et nous avons laissé le mélange au frais pendant 24h. Ensuite, nous avons effectué une extraction à l'eau nanopure, en mélangeant le mélange dans un vortex puis dans un bain ultra-son avant d'y faire une séparation de la phase solide et la phase liquide à l'aide d'une centrifugeuse réglée à 3000 tour min. Le surnageant dans la phase liquide est prélevé pour être analysé au GC-ECD. Avant injection pour analyse au GC-ECD, nous avons procédé à une dérivation à l'aide des solutions de trifluoroéthanol (TFE) et d'anhydride trifluoroacétique (TFAA).

b. Résultats et discussions

Parmi les sept formes d'argiles de Manicouagan analysées, trois d'entre elles s'avèrent être idéales pour l'adsorption du glyphosate puisse être adsorbée: il s'agit de A₆, A₄ et A₅. Nous avons obtenu les résultats colligés au tableau 6 :

Tableau 6: Résultats de l'adsorption du glyphosate sur les argiles de Manicouagan

Argile du dépoussiéreur (g)	Quantité initiale (µg)	Quantité de glyphosate retenue (µg)	Pourcentage de glyphosate adsorbé %	Capacité d'adsorption (µg/g)
0,00	100	0,00	0,00	0,00
0,65		13,80	13,83	21,23
1,25		28,00	28,04	22,04
2,50		66,30	66,35	26,52
5,00		50,82	50,82	10,16
10,00		91,30	91,30	9,13

Argile du second broyage (g)	Quantité initiale (µg)	Quantité de glyphosate retenue (µg)	Pourcentage de glyphosate adsorbé %	Capacité d'adsorption (µg/g)
0,00	100	0,00	0,00	0,00
0,65		8,12	8,12	12,49
1,25		19,98	19,98	15,98
2,50		37,80	37,80	15,12
5,00		59,54	59,54	11,91
10,00		73,85	73,85	7,38

Argile du premier broyage (g)	Quantité initiale (µg)	Quantité de glyphosate retenue (µg)	Pourcentage de glyphosate adsorbé %	Capacité d'adsorption (µg/g)
0,00	100	0,00	0,00	0,00
0,65		26,64	26,64	40,98
1,25		32,62	32,62	26,10
2,50		54,56	54,56	21,82
5,00				
10,00		92,40	92,40	9,24

Les données recueillies ont été analysées par le logiciel JMP (Outil d'analyse de données d'experts, conception des expériences) et il nous a permis de reproduire les graphiques suivants

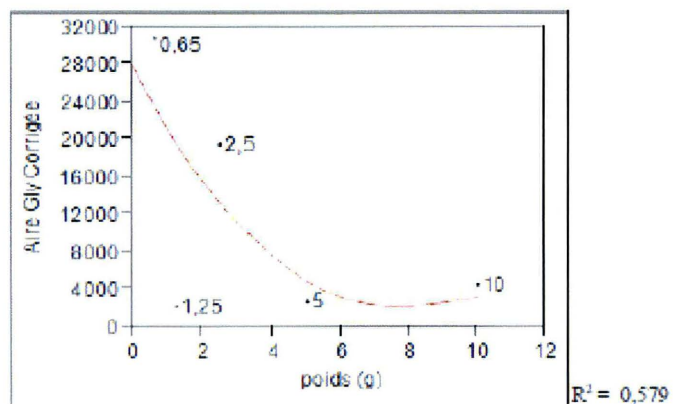


Figure 2:Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A₁ pesée

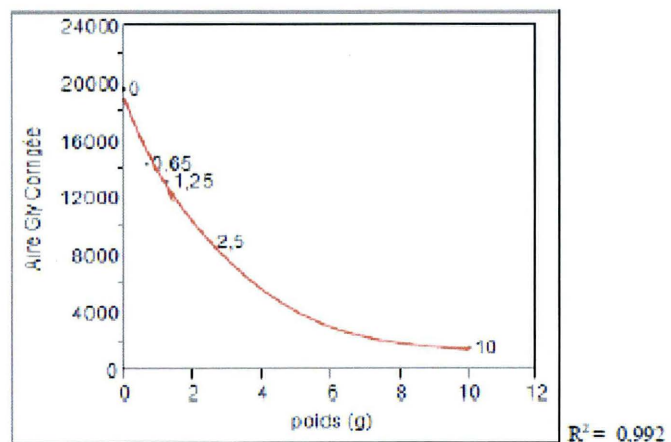


Figure 3:Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A₅ pesée

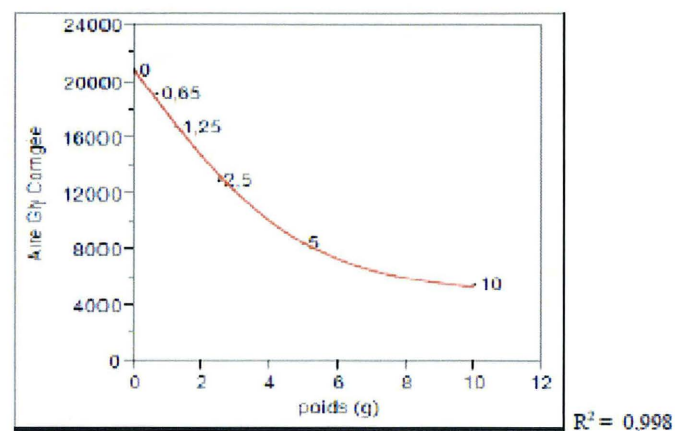


Figure 4 : Aire corrigée du glyphosate en fonction de la masse d'argile A₆ pesée

- On constate qu'on peut déterminer la quantité de glyphosate adsorbée sur chaque argile entre 0 g et 4 g d'argile
- À partir d'une valeur de masse d'argile l'adsorption est maximale et présentée par le palier parallèle à l'axe des abscisses

Plus on ajoute d'argile, plus la concentration en glyphosate analysée dans le surnageant après extraction diminue, ce qui signifie que l'argile retient le glyphosate dans nos conditions expérimentales définies; l'adsorption potentielle est présentée dans la dernière colonne de chaque tableau présentant nos résultats.

En conclusion :

Les résultats sont très prometteurs selon le chercheur : « Notre étude a prouvé que les argiles ont un potentiel d'adsorption du glyphosate. Les résultats obtenus par des tests d'adsorption du glyphosate sur les argiles de Manicouagan sont prometteurs, l'utilisation des poussières d'argile nous a permis de stocker graduellement des concentrations en glyphosate comme décrites dans nos conditions expérimentales. Comme le glyphosate et l'AMPA font partie présentement des substances détériorant la qualité des eaux; l'utilisation des argiles de Manicouagan pour leur adsorption pourrait être une solution envisageable dans nos stations d'épuration ou de traitement des eaux destinées à notre consommation. »

3.3 Mise à jour des fiches maitresses des opérations de production des produits finis faits au laboratoire

**Voir exemple d'une fiche maîtresse sur les pages suivantes



**FICHE MAÎTRESSE DE L'ENREGISTREMENT DES OPÉRATIONS
DE PRODUCTION DES PRODUITS FINIS FAITS AU LABORATOIRE**

Données de production dans le laboratoire	
Número ordre (par lot stérilisé) (ex. 54) :	56
Nom de produit (une fiche par produit, même si c'est le même lot de stérilisation) :	Gel (eau saturée) Argile marine sensible de Manicouagan
NHP (numéro de produit de santé naturel de Santé Canada) (ex. 80042012) (suspension 80042013, poudre 80042012)	80042012
Número de lot :	0415L56-105 0415L56-16-30 mois/année de production/code de cahier/Wordre/quantité de produit et code de produit (incluant format) exemple 0315L54-153
Nombre de produits fabriqués et formats :	1 x 5kg / 1 x 30kg (43 plus moules)
Expiration du produit :	2017/04 aaaa/mm (Suspension 20 mois, Gel, 24 mois, Poudre 36 mois)
Produit fabriqué par :	Sylvie Blanchard Julie Brachon
Date(s) de préparation de la matière non stérilisée :	2015-04-07 Sylvie Blanchard Julie Brachon
Date(s) de stérilisation :	8 avril 2015
Heures de début et de fin :	7h-11h & 12h-14h
Date(s) d'ensachage :	2015-04-13 (5kg) 2015-04-21 (30kg)
Heures de début et de fin :	21 8h-20h à 9h45
Autres :	
Número d'identification sur le produit fini (exemple A4-L54)	A4-L56
Année de référence par rapport à l'obtention de la licence d'exploitation (septembre 2014 à septembre 2015 correspond à la quatrième année, donc A4) - code de cahier et numéro d'ordre	
Notes :	
Fiche maîtresse approuvée et révisée par	Denise Saulnier, responsable assurance qualité
Nom	Signature
Date	

Produit par : Sylvie Blanchard Date 2015-04-07
Julie Brachon au 2015-04-21

Contrôle de la qualité

Date : 2015-04-07

Mesure d'hygiène du personnel (encercler la réponse)

Habillage à l'entrée du laboratoire (gants, couvre-chaussures, lunettes, couvre cheveu, sarrau)	Oui ou Non
Habillage à l'entrée du SAS (gants, masque, couvre-chaussures, lunettes, couvre cheveu, sarrau)	Oui ou Non
Pas de bijou, maquillage, nourriture, gomme et breuvages dans les aires de fabrication et le SAS	Oui ou Non
Avec vous une maladie infectieuse à déclarer :	Oui ou Non
Si oui, laquelle :	

Contrôle de la matière première avant stérilisation :

(identification de la matière première avant stérilisation :

Matière première	
Argile en boue	<input checked="" type="radio"/> OUI ou <input type="radio"/> NON
Número de lot (provenance, date) :	Baril no-9 (brassé 2012-02-08) → 2011-0-10
Broyage (encercler la réponse)	<input checked="" type="radio"/> 10 sec. <input type="radio"/> 20 sec. <input type="radio"/> 30 sec.
Référence analyse granulométrique :	↳ 2011-07-26
Argile en poudre	<input checked="" type="radio"/> OUI ou <input type="radio"/> NON
Número de lot (provenance, date) :	
Broyage (encercler la réponse)	Micropulvérisateur (hosakawa)
	Dépoussiéreur
Référence analyse granulométrique :	
Eau d'argile avant stérilisation	<input checked="" type="radio"/> OUI ou <input type="radio"/> NON
Número de lot (provenance, date) :	↳ 2015-04-07 (eau saturée, pas de boue)
Eau distillée	<input checked="" type="radio"/> OUI ou <input type="radio"/> NON
Número de lot (provenance, date) :	

Contrôle de la qualité de l'argile marine sensible de Manicouagan :

La matière première conforme doit avoir une couleur **grise opaque**, aucune odeur, une texture **homogène**, un **pH entre 7 et 8** (pour la boue), avoir un pourcentage d'humidité situé entre **25% et 35%** pour les produits en boue et de **0 à 10%** pour les poudres. La viscosité de l'argile doit présenter un comportement thixotropique, i.e. la viscosité diminue plus des forces mécaniques y sont exercées pour les produits en boue. La viscosité n'est pas applicable pour les produits de poudre.

Nom de la matière inspectée :	Boue 10 5kg, 30 5kg, 30 30kg
Couleur	gris
Odeur	pas d'odeur
pH (argile en boue) =	1) Etalonnage pH 7 : 7,13 19°C 2) Etalonnage pH 10 : 10,77 19°C
Texture	Ajustement selon le produit

Produit par : Sylvie Blanchard Date : 2015-04-07
Julie Brachon

Contrôle de la qualité (suite)

Date : 2015-07-28

Calcul du pourcentage d'humidité :

- Étape 1 : Peser 3 échantillons de 50 grammes d'argile
- Étape 2 : Attendre 24 heures que l'argile sèche à l'air libre
- Étape 3 : Mesurer la masse des 3 échantillons
- Étape 4 : Calculer le pourcentage d'humidité $((\text{Masse initiale} - \text{Masse finale}) / \text{Masse initiale}) \times 100\%$

Nom du produit :

	Échantillon 1	Échantillon 2	Échantillon 3
Masse initiale	50 g	50 g	50 g
Masse finale			
Pourcentage d'humidité			

Moyenne : _____

Viscosité en fonction de la vitesse de rotation pour l'argile en boue Par : S.B.

Intervalle de temps (min)	Vitesse de rotation du mandrin (RPM)	Viscosité (cP)	Température (degrés Celsius)	Notes (marque du viscosimètre) (V, II, B, C, D, E, F, G, H, I, J, K, L, M, N, O, P, Q, R, S, T, U, V, W, X, Y, Z, AA, AB, AC, AD, AE, AF, AG, AH, AI, AJ, AK, AL, AM, AN, AO, AP, AQ, AR, AS, AT, AU, AV, AW, AX, AY, AZ, BA, BB, BC, BD, BE, BF, BG, BH, BI, BJ, BK, BL, BM, BN, BO, BP, BQ, BR, BS, BT, BU, BV, BW, BX, BY, BZ, CA, CB, CC, CD, CE, CF, CG, CH, CI, CJ, CK, CL, CM, CN, CO, CP, CQ, CR, CS, CT, CU, CV, CW, CX, CY, CZ, DA, DB, DC, DD, DE, DF, DG, DH, DI, DJ, DK, DL, DM, DN, DO, DP, DQ, DR, DS, DT, DU, DV, DW, DX, DY, DZ, EA, EB, EC, ED, EE, EF, EG, EH, EI, EJ, EK, EL, EM, EN, EO, EP, EQ, ER, ES, ET, EU, EV, EW, EX, EY, EZ, FA, FB, FC, FD, FE, FF, FG, FH, FI, FJ, FK, FL, FM, FN, FO, FP, FQ, FR, FS, FT, FU, FV, FW, FX, FY, FZ, GA, GB, GC, GD, GE, GF, GG, GH, GI, GJ, GK, GL, GM, GN, GO, GP, GQ, GR, GS, GT, GU, GV, GW, GX, GY, GZ, HA, HB, HC, HD, HE, HF, HG, HH, HI, HJ, HK, HL, HM, HN, HO, HP, HQ, HR, HS, HT, HU, HV, HW, HX, HY, HZ, IA, IB, IC, ID, IE, IF, IG, IH, II, IJ, IK, IL, IM, IN, IO, IP, IQ, IR, IS, IT, IU, IV, IW, IX, IY, IZ, JA, JB, JC, JD, JE, JF, JG, JH, JI, JJ, JK, JL, JM, JN, JO, JP, JQ, JR, JS, JT, JU, JV, JW, JX, JY, JZ, KA, KB, KC, KD, KE, KF, KG, KH, KI, KJ, KK, KL, KM, KN, KO, KP, KQ, KR, KS, KT, KU, KV, KW, KX, KY, KZ, LA, LB, LC, LD, LE, LF, LG, LH, LI, LJ, LK, LL, LM, LN, LO, LP, LQ, LR, LS, LT, LU, LV, LW, LX, LY, LZ, MA, MB, MC, MD, ME, MF, MG, MH, MI, MJ, MK, ML, MM, MN, MO, MP, MQ, MR, MS, MT, MU, MV, MW, MX, MY, MZ, NA, NB, NC, ND, NE, NF, NG, NH, NI, NJ, NK, NL, NM, NN, NO, NP, NQ, NR, NS, NT, NU, NV, NW, NX, NY, NZ, OA, OB, OC, OD, OE, OF, OG, OH, OI, OJ, OK, OL, OM, ON, OO, OP, OQ, OR, OS, OT, OU, OV, OW, OX, OY, OZ, PA, PB, PC, PD, PE, PF, PG, PH, PI, PJ, PK, PL, PM, PN, PO, PP, PQ, PR, PS, PT, PU, PV, PW, PX, PY, PZ, QA, QB, QC, QD, QE, QF, QG, QH, QI, QJ, QK, QL, QM, QN, QO, QP, QQ, QR, QS, QT, QU, QV, QW, QX, QY, QZ, RA, RB, RC, RD, RE, RF, RG, RH, RI, RJ, RK, RL, RM, RN, RO, RP, RQ, RR, RS, RT, RU, RV, RW, RX, RY, RZ, SA, SB, SC, SD, SE, SF, SG, SH, SI, SJ, SK, SL, SM, SN, SO, SP, SQ, SR, SS, ST, SU, SV, SW, SX, SY, SZ, TA, TB, TC, TD, TE, TF, TG, TH, TI, TJ, TK, TL, TM, TN, TO, TP, TQ, TR, TS, TT, TU, TV, TW, TX, TY, TZ, UA, UB, UC, UD, UE, UF, UG, UH, UI, UJ, UK, UL, UM, UN, UO, UP, UQ, UR, US, UT, UY, UV, UW, UX, UY, UZ, VA, VB, VC, VD, VE, VF, VG, VH, VI, VJ, VK, VL, VM, VN, VO, VP, VQ, VR, VS, VT, VU, VV, VW, VX, VY, VZ, WA, WB, WC, WD, WE, WF, WG, WH, WI, WJ, WK, WL, WM, WN, WO, WP, WQ, WR, WS, WT, WU, WV, WW, WX, WY, WZ, XA, XB, XC, XD, XE, XF, XG, XH, XI, XJ, XK, XL, XM, XN, XO, XP, XQ, XR, XS, XT, XU, XV, XW, XX, XY, XZ, YA, YB, YC, YD, YE, YF, YG, YH, YI, YJ, YK, YL, YM, YN, YO, YP, YQ, YR, YS, YT, YU, YV, YW, YX, YY, YZ, ZA, ZB, ZC, ZD, ZE, ZF, ZG, ZH, ZI, ZJ, ZK, ZL, ZM, ZN, ZO, ZP, ZQ, ZR, ZS, ZT, ZU, ZV, ZW, ZX, ZY, ZZ
0	0,5	1500	21,5	HA 17 14,5%
2	1	1540		HA 19 15,2%
4	2	1700		HA 21 13,2%
6	2,5	1800		HA 22 12,2%
8	4	27000		HA 24 12,2%
10	5	30000		HA 28 15,2%
12	10	15000		HA 30 7,2%
14	20	500		HA 32 24,2%
16	50	6400		HA 34 5,3%
18	100	8000		HA 36 9,2%

masse de l'argile

Ajustement de la texture pour l'argile en boue :

Ajout eau :	Oui	ou	(Non)	Text. boue au séchage
Si oui - Produit :				
+ Quantité eau :				

Produit par : _____ Date : _____

Stérilisation

Stérilisation à la chaleur humide (autoclave) OUI ou NON

3 avr 2015

Contenants de stérilisation nettoyés :	<u>OUI</u> ou NON
Gants de l'autoclave désinfectés :	<u>OUI</u> ou NON
Nettoyage de l'autoclave effectué (drain, chambre, chariot de chargement/transfert) :	<u>OUI</u> ou NON
Description des contenants de stérilisation :	125 POTS masson ✓ Bac gris Pot PP
Lieu d'entreposage des contenants de stérilisation :	Laboratoire légal entretien
Cycle de stérilisation à l'autoclave (Steris Eagle Amsco série 3000 - gravity unit) :	
Liquide (121 degrés Celsius)	<u>OUI</u> ou NON
valve de pression de la vapeur ajustée à LU	<u>OUI</u> ou NON
Durée :	10 min
Autre cycle :	<u>OUI</u> ou <u>NON</u>
Si oui, préciser (attention pour un cycle Gravity il faut ajuster la pression de vapeur à H- consulter le manuel de l'appareil)	

Ruban de l'autoclave (coller le ruban sur la fiche) :



Référence du registre (papier) de l'autoclave	
Numero de chargement*	04 CSC1

Stérilisation à l'étuve (chaleur sèche) OUI ou NON

22 avr 2015

Contenants de stérilisation nettoyés :	<u>OUI</u> ou NON
Gants de l'étuve désinfectés :	<u>OUI</u> ou NON
Nettoyage de l'étuve effectué (chambre) :	<u>OUI</u> ou NON
Description des contenants de stérilisation :	Pots en verre ✓ (Manning) bacs
Lieu d'entreposage des contenants de stérilisation (encadrer la réponse) :	Laboratoire ✓ local d'entretien Sous-sol
Cycle de stérilisation :	
Solide (140 degrés Celsius)	(pots masson autoclavés) 120 min
Durée :	120 min

Produit par : S.B. J.H. Date : 2015-07-08

Ensachage (emballage)

Choix du ou des contenants :

Les contenants sont inspectés visuellement. Ils sont conformes s'ils ne présentent pas de défaut de fabrication, trou, tache, odeur anormale. S'ils ne sont pas conformes, ils sont détruits.
Les pochettes sont désinfectées à l'alcool.
Les sacs sont neufs.

Pochette <input checked="" type="radio"/> OUI ou NON	Sac <input checked="" type="radio"/> OUI ou NON	Seau <input checked="" type="radio"/> OUI ou NON
Format :	Format :	Format : 2015-04-20 (+3 pph Horizon) 5 kg 30 kg (gel)
Quantité utilisée :	Quantité utilisée :	Quantité utilisée :
Quantité détruite :	Quantité détruite :	Quantité détruite :
Quantité totale prélevée de l'inventaire :	Quantité totale prélevée de l'inventaire :	Quantité totale prélevée de l'inventaire :

Des traces à l'alcool dans le SAG (16 ml)

P.S. / M

Remplissage des contenants :

La matière stérilisée est transvidée dans les contenants finaux en conditions stériles dans une salle autoportante blanche (classe 100 000). La pompe doseuse sert à remplir les contenants.

Pompe doseuse	
Étape 1 : Étalonnage de la pompe doseuse en prenant 2 mesures de la masse d'argile à l'aide d'un contenant et d'une balance	<input checked="" type="radio"/> OUI ou NON
Étape 2 : Remplir les contenants un à un	<input checked="" type="radio"/> OUI ou NON
Pression 40 psi	<input checked="" type="radio"/> OUI ou NON

Scellage – fermeture de l'emballage

Suite au remplissage des contenants un scellage est effectué. Le scellage est attribué seulement aux pochettes. Les seaux ont des couvercles qui, lorsqu'ils sont apposés sur les contenants sont fermés avec un sceau de sécurité.

Scelleuses <input checked="" type="radio"/> OUI ou NON	
Scelleuse sous-vide <input checked="" type="radio"/> OUI ou NON	Scelleuse sur pied <input checked="" type="radio"/> OUI ou NON
Ajustement : Gaz 0	Ajustement : Seal à 2
Seal 1.8	
Coal 3.6	

Si non, préciser : _____

Produit par : _____ Date : _____

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 réalisée.

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 : phase sèche et humide et 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 biannuelle depuis 2014.

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. Quant aux problèmes d'étanchéité et d'usure des tamis, un prototype est à l'essai et un suivi doit être assuré ainsi que la vérification de la mise à niveau des équipements.

Les pâles du mixeur planétaire ont été ajustés. Il faudra cependant continuer de vérifier son fonctionnement particulièrement quand nous fabriquons des grosses batch.

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. Ces avancées devront être mises en application au cours des prochaines années. Il faudra continuer d'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 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 plus des 4 produits homologués en 2012, 12 autres produits ont été homologués en 2015. Pour le développement de nouveaux produits à être homologués, 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.

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 correspond à des minéraux définis. Le pourcentage minéralogique des séparations doivent être identifiées. Après que les différentes séparations auront été réalisées ainsi qu'après la stérilisation, il faudra identifier ce qui a été modifié dans les éléments chimiques. On saura alors si ces différentes 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	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.
Claude	Saulnier	Responsable des questions environnementales et de la supervision du procédé d'extraction. Travail multifonctionnel. Collaboration au développement des nouveaux procédés.
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.



Rapport sur le développement de gammes de produits et homologation de 12 produits de santé naturels par Santé Canada.

Suite du programme DGP6. Programme DGP7, 32 pages, année 2015 par Denise Saulnier, Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

1571459-





6.12 Suite des applications des échantillons pour le développement de gammes de produits à base d'argile. Rapport faisant suite au programme DGP6. Développement de gammes de produits à base d'argile. Rapport du programme DGP7, Année 2015

Préparé et rédigé par Denise Saulnier, Coordonnatrice des programmes pour l'année 2015 et Succession Denise Saulnier, avec la collaboration de Philippe Mimeault, adjoint à la direction

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{er} JANVIER 2015 AU 31 DÉCEMBRE 2015

Par : Philippe Mimeault, adjoint à la direction

Bureau de vente / Sales office
Tél. : (418) 567-9620
Infos@argileeaumer.ca
philippemimeault@argileeaumer.ca

Gisement et siège social / Deposit et installations
Tél. : (418) 567-9620
164 Chemin de la baie, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1H0

www.argileeaumer.ca

TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

1. INTENTION DU PROJET RS&DE : Objectifs scientifiques ou technologiques.....	P. 4
1.1 Contexte du projet	
1.2 Démarches et actions initiales	
1.3 Intention de résoudre un problème technologique	
1.4 Avancement scientifique ou technologique	
1.5 Solutions / hypothèses à développer et à valider	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX.....	P. 9
2.1. Description synthétique du travail mensuel accompli	
2.2. Description du travail du personnel impliqué dans le projet RS&DE	
3. RÉSULTATS 2015.....	P. 23
3.1. PSN : programme sur les produits de santé naturels	
3.1.1 Reconnaissance des 12 produits de santé naturels	
3.1.2 Règle d'étiquetage	
3.2. Ingrédient médicinal	
3.3. Nouvelles allégations	
3.3.1 Essais avec le soufre et l'argile	
4. RECOMMANDATIONS.....	P. 28
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE.....	P. 29
Annexe 1 : Brochure sur le complexe minéral de silicate.....	P. 30

RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX SUR LE PROJET

Code de projet : DGPN6

Nom du projet : Développement de gammes de produits : produits nettoyants (PN), produits de santé naturels (PSN), produits à base d'eaux constitutives (PE), produits biologiques (BIO), cataplasme pour chevaux (C) et durcissement de l'argile (DA).

Nom des chargés de projet :

- Juliette Garcia, chimiste, chargé de projet Oleotek
- Chantal Létourneau, microbiologiste SM1
- Sylvain Savard, chimiste, Ph.D, CRIQ
- Guy Jobin, Phd en physique, microbiologiste et phytopathologiste
- Sylvie Bouchard, Technicienne laboratoire dans le travail de recherche
- Denise Saulnier, Maîtrise en philosophie des sciences
- Philippe Mimeault, DEC avec spécialité en mécanique
- Julie Beaulieu, ingénieur junior en biologie médicale.

Date de début du projet: 15 décembre 2007

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

Tél. : 418-567-9620

Courriel : infos@argilleaumer.ca

DESCRIPTION TECHNIQUE

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

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 et l'argile durcie par la chaleur. Ces états donnent des produits tels que des savons spécialisés selon les types de peau et les usages, des cataplasmes pour humains et chevaux, des pansements liquides, des masques de beauté, des soins pour des irritations mineures de la peau, des bains thérapeutiques, des savons liquides pour les mains et des soins des lèvres. Jusqu'à maintenant quatre produits ont été reconnus comme produits de santé naturels.

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 ressources locales dans les produits. Elle s'oriente vers des bio-ressources de tourbe et des eaux. Les deux sont présentes dans le gisement.

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 l'ensemble 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, en environnement et secondairement en mécanique, peinture, plein air.

1.2 Démarches et actions initiales

Ayant obtenu l'homologation des cataplasmes, des pansements liquides, des poudres et d'un savon comme produits de santé naturels, Argile eau mer entend poursuivre dans cette direction et faire reconnaître tous ces produits avec un NPN. La stabilisation de la gamme de produits moussants des savons liquides étant réussie, les recherches doivent se poursuivre pour augmenter la durée de vie du savon aux agrumes qui n'est que de 18 mois. Il faut aussi stabiliser le savon thérapeutique reconnu comme PSN pour le rendre plus ferme. En raison du pouvoir nettoyant et traitant de l'argile : des savons, des gels douches et des shampoings qui s'adressent à plusieurs types de peau et activités humaines sont envisagés avec une forte concentration d'argile marine de Manicouagan. Le développement de nouvelles gammes est possible avec les différentes eaux qui ont été caractérisées en 2014. Pour entreprendre le développement de nouvelles gammes, il faut aussi poursuivre la caractérisation des bio-ressources. Les nouvelles étapes sont :

- Obtenir la caractérisation complète des bio-ressources et la caractérisation de l'activité biologique auprès de laboratoires universitaires.
- Faire des recherches pour trouver un ingrédient reconnu par Santé Canada pour régler des problèmes de peaux et faire des essais avec cet ingrédient ajouté à l'argile.
- Analyser les formulations de la chimiste en 2013 qui sont en stabilité.
- Faire des essais en laboratoires pour le mélange adéquat des ingrédients si les formulations sont réussies.
- Obtenir les données mesurables et quantifiables pour la reproduction des formulations retenues et le cahier des charges.

1.3 Intention de résoudre un problème technologique

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

L'homologation de 4 produits de santé naturels-NPN a été obtenue au mois d'avril 2013 et 12 autres en mai 2015. Cependant, les allégations accordées ne sont pas celles qu'on cherchait à obtenir. Des incertitudes restent quant aux démonstrations et formulations qu'on devra faire pour que le soulagement des douleurs musculaires et articulaires ainsi que celles relatives aux maladies de peau soient reconnues.

Plusieurs recherches et essais seront expérimentés pour augmenter les allégations des PSN reconnues par Santé-Canada, par l'ajout des bio-ressources issus d'extractible et des eaux constitutives du gisement dont l'activité biologique a été prouvée. Des essais seront effectués avec des ingrédients reconnus par Santé Canada qui pourraient être intégré à l'argile de Manicouagan afin de régler des problèmes de peau, tel que le soufre pour traiter l'acné.

Pour la formulation d'un nouveau PSN anti-âges, des recherches seront entreprises sur l'ajout de l'eau de tourbière mélangé à l'argile. L'eau de tourbière riche en acide humique est reconnue pour ses propriétés anti-oxydantes et anti-inflammatoires. D'autres recherches seront amorcées pour

l'utilisation des produits extractibles (mélèze et aulne crispé) ajouté à l'argile. Des recherches seront aussi effectuées sur l'utilisation de l'argile comme excipient.

Cependant, ces nouveaux essais et recherches augmentent les incertitudes qui sont relatives à la méthode à suivre quant au choix des ingrédients, la détermination des quantités, la suspension des liquides, les températures et le pourcentage des ingrédients, toutefois ce sont les formulations finales qui feront leur qualité, leur l'efficacité et leur l'innocuité. Des incertitudes restent quant à la possibilité de commercialiser les eaux de tourbières afin d'assurer leur innocuité lors de l'extraction et la mise en contenant.

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

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

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

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

Pour les programmes sur les eaux et les bio-ressources, les obstacles viennent de la caractérisation moléculaires spécifiques des bio ressources locales et des méthodes industrielles d'extraction et de conservation tant au niveau des contenants que de l'identification de la date de péremption. L'année 2015 consistera à évaluer l'activité biologique des bio-ressources tourbeuses. Le nouveau programme sur l'argile durcie comporte des

incertitudes technologiques quant à la résistance au cisaillement, la fermeté de l'argile, sa perte de poids à sa cuisson, la nécessité ou non d'ajouter des ingrédients et la couleur obtenue par élévation de la température.

1.4. Avancement scientifique ou technologique

L'avancement technologique est obtenu par l'application d'un protocole qui indique la méthode à suivre quant au choix des ingrédients et à leur mélange. Cette méthode est suivie rigoureusement pour mesurer la quantité et le pourcentage des ingrédients. La formulation ainsi obtenue permettra la reproduction des échantillons si les aspects sensoriels et les mesures de contrôle sont positifs. Parce qu'on s'oriente vers des formulations issues de la chimie verte, l'homologation des produits de santé 100% naturels à ingrédient unique sans conservateur représente une avancée scientifique et technologique certaine pour l'entreprise. La recherche doit se poursuivre pour renforcer les allégations par de nouvelles preuves et formulations de produits.

En ce qui concerne les savons liquides, le procédé de stérilisation ainsi que la stabilité du produit ont été révisés et corrigés pour augmenter leur date de péremption. Cette avancée permettra le développement de la gamme de produits nettoyants tel que des shampoings, des gels douche... Neuf nouveaux produits de savons spécialisés et trois produits finis sous forme de boue ont été reconnus par Santé Canada comme PSN.

Pour les programmes E et BIO, la caractérisation moléculaire spécifique de bio-ressources locales a beaucoup progressé. La poursuite des recherches en partenariat avec le C.R.I.Q. a démontré la forte activité biologique de différents extraits de résidus forestiers et permis d'obtenir leurs rendement en extraits et leur teneur en phénol. Cette recherche démontre le grand potentiel des extractibles pour élaborer de nouveaux produits et augmenter les allégations des produits de santé naturels.

Pour faire des produits finis avec les eaux constitutives du gisement, la recherche se poursuit pour obtenir des formulations basées sur des protocoles et reproduire une méthode quant au choix des ingrédients, leur quantité et leur pourcentage. Les échantillons issus de ces formulations devront être reproductibles par brassage avec un mixeur planétaire. On pourra alors qualifier le résultat du mélange si la texture est réussie et les tests sensoriels approuvés. Il sera alors nécessaire d'établir un procédé industriel. Quant au fort potentiel de commercialisation des eaux, des études sur un procédé industriel exempt de contamination constitueraient une avancée technologique importante.

Dans le programme C, une recherche a été entreprise avec Santé Canada pour connaître leur nouvelle réglementation afin d'obtenir l'homologation des produits de santé animale. Quant à l'utilisation de l'argile dans le traitement des eaux usées, une étude a prouvé que l'argile de Manicouagan a un potentiel d'adsorption du glyphosate qui pourrait être une solution envisageable dans les stations d'épuration ou de traitement des eaux destinées à la consommation. La poursuite de cette étude constituerait une autre avancée très importante.

L'inscription du complexe minéral de silicate comme ingrédient médicinal à la banque de données sur les produits cosmétiques (Cosmétopée) de Santé Canada constitue une avancée pour faciliter l'homologation de nouveaux produits.

Lors des essais, des tests et des analyses, tous les facteurs suivants 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.

1.5 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 synthétique du travail mensuel accompli

JANVIER:

Réunion d'équipe pour la planification mensuelle du programme. Correspondance avec Santé-Canada sur l'ingrédient médicinal : complexe minéral de silicate. Finalisation du rapport de programme pour l'année 2014. Formulation des nouveaux produits de baumes à lèvres : conditionnement, emballage. Tests et solutions du scellage de pochettes. Recherche sur la législation des produits vétérinaires. Planification de demandes non-traditionnelles pour l'homologation de 12 produits de santé naturels. Préparation de 587 kg d'échantillons d'argile pour le programme des eaux usées.

FÉVRIER :

Préparation de 9 demandes d'homologation des savons spécialisés à base d'argile marine sensible de Manicouagan ainsi que de 3 demandes pour les produits finis à base d'argile marine sensible de Manicouagan sous forme de boue, réalisée dans cette période de travail. Poursuite de la correspondance avec Santé Canada pour la question de l'ingrédient médicinal. Les formulaires de demandes sont remplis ainsi que les rapports d'innocuité, de qualité, d'efficacité et de références exigés par Santé Canada. Suivi concernant les possibilités de formulation de nouveaux produits.

MARS :

Préparation et envoi de demandes de licences de mise en marché (DLMM) électronique de produits de santé naturels (PSN) pour les savons à base d'argile marine sensible de Manicouagan envoyés à Santé Canada. Correspondance avec la DPSN pour la question de l'ingrédient médicinal. Suivi des possibilités de formulation de produits. Recherche de fournisseurs et correspondance avec des clients pour un projet nécessitant l'ajout de nouveaux produits à l'argile de Manicouagan. Recherche sur l'utilisation d'argile comme excipient. Recherche d'entreprises dans la banque de données des produits pharmaceutiques. Suivi de l'annotation des numéros de lot dans le cahier d'étiquetage. Préparation des rapports liés à Santé Canada.

AVRIL :

Trois demandes de licence de mise en marché électronique pour les produits d'argile marine sensible de Manicouagan ont été envoyées à Santé Canada. Un travail est réalisé afin d'ajouter l'ingrédient médicinal (complexe minéral de silicate) à une banque de données sur les produits cosmétiques (Cosmétopée). Un suivi est réalisé avec Québec International sur le sujet. Recherche pour savoir à quelles étapes de la formulation d'un nouveau produit il est obligatoire de faire appel à un chimiste. Recherche sur un ingrédient reconnu par Santé Canada pour régler un problème de peau qui pourrait être intégré à l'argile de Manicouagan. Suivi sur l'amélioration de la traçabilité.

MAI :

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail. Les douze demandes de licences de mise en marché pour la reconnaissance de produits de santé naturels, soumises cet hiver, ont été acceptées par Santé Canada. Poursuite de la correspondance avec Santé Canada pour la question de l'ingrédient médicinal et finalisation du document pour la Cosmétopée. Correspondance avec le MEIE et le CRIQ au sujet des implications de l'ajout d'un nouvel ingrédient à la liste des ingrédients cosmétiques en Chine (IECIC). Suivi

pour la formulation de nouveaux produits avec des fabricants de beurre de karité et d'algues. Recherches pour la fabrication d'un shampoing solide à la bière, d'un produit anti-acné à base de peroxyde de sodium et de trousse de fabrication de savon.

JUIN :

Un travail a été amorcé pour la soumission d'une demande de licence de mise en marché du baume à lèvres à la menthe poivrée. Attente d'une réponse du CRIQ concernant un brevet expliquant le procédé et l'allégation d'un extrait de mélèze. Suivi pour la formulation de produits avec Oléotek (stabilité chimique) et SMI (durée de vie). Changement de l'ingrédient pour la composition d'un savon anti-acné : le peroxyde de benzoyle est remplacé par le soufre reconnu par Santé Canada. La possibilité de vérifier le potentiel anti-acné de l'argile de Manicouagan (et/ou d'un mélange argile-soufre) est envisagée. Le laboratoire d'analyse SMI vérifie s'il a en banque la bactérie anaérobie *Propionibacterium acnes*, responsable de l'acné. Préparation de 813 kg d'échantillons d'argile rouge.

JUILLET :

La demande de licence de mise en marché pour le baume à lèvres à la menthe poivrée est en suspens. Une procédure est établie concernant la stabilité des baumes à lèvres. Vérifier la date d'expiration des ingrédients et l'homogénéité du mélange. Détermination d'une façon de procéder pour la formulation de nouveaux produits avec Oléotek. Un premier essai de masque au soufre pour le traitement de l'acné a été réalisé. Les tests de stabilité à la centrifugeuse et au congélateur (gel/dégel) sont en cours. Un suivi des paramètres physiques est réalisé. Une demande pour les analyses de durée de vie, l'analyse des métaux lourds ainsi que l'analyse du potentiel anti-acné avec la bactérie *Propionibacterium acnes* est en cours. Dans le projet extractible, selon le CRIQ, un mélange avec l'huile essentielle et un extrait antioxydant serait possible par l'ajout d'un glycol. Préparation de 116 kg d'échantillons d'argile pour les baumes à lèvres.

AOÛT :

Évaluation des possibilités de la commercialisation des eaux de tourbières, riche en acide humique, dont les propriétés anti-oxydantes et anti-inflammatoires ont déjà été démontrées. Recherche d'un partenariat avec des fabricants de cosmétiques pour l'ajout de l'eau de tourbière comme ingrédient dans la formulation d'un nouveau produit de santé naturel anti-âges notamment lors du projet The Cosmetic Victories. Mise à jour de fiches techniques. Préparation des échantillons pour les tests du masque à l'acné.

SEPTEMBRE:

Suivi des tests de masque d'argile à base de soufre pour les produits anti-acné. Il faudra tenir compte des propriétés inflammables du soufre lors de la stérilisation à l'autoclave. Des essais seront nécessaires pour établir le pourcentage de soufre dans la formulation du produit. Pour la reconnaissance d'un produit de santé naturel vétérinaire, il faut s'inscrire et faire ajouter l'ingrédient dans la banque de données de Santé Canada. Départ de la conseillère scientifique et technique.

OCTOBRE :

Rencontre pour répartir les dossiers de la conseillère scientifique et technique. Poursuite de la révision des procédures opératoires normalisées décrivant les registres et les procédures de vérification, entreposage, étiquetage, conditionnement et fabrication en raison du changement dans les fiches maitresses d'enregistrement des produits réalisés en 2013 et 2015.

NOVEMBRE :

Évaluation de la possibilité de prouver scientifiquement l'activité biologique de l'argile de Manicouagan soit par des tests in vitro (Transbiotech ou autre), soit par des essais cliniques (Innovaderm ou autre). Recherche d'un sébumètre afin de faire des démonstrations sur une base scientifique de l'efficacité des produits. Des tests pour décrire le caractère antiseptique des savons permettraient d'appuyer leur efficacité (laboratoires SMI). Poursuite des recherches sur les eaux de tourbières comme ingrédient dans les produits de santé naturel ainsi que le soufre comme ingrédient avec l'argile dans les masques et les savons traitant l'acné. Recherche d'un sébumètre afin de faire des démonstrations sur une base scientifique de l'efficacité des produits. Préparation de 716 kg d'échantillons d'argile et des huiles essentielles pour les savons chevaux.

DÉCEMBRE:

Poursuite de la recherche afin de développer un shampoing solide ayant comme ingrédient de la bière produite localement. Rencontre pour la planification de la mise à jour du cahier de charge en vue du renouvellement de la licence d'exploitation en juillet 2016. Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunions d'équipe pour déterminer les projets à poursuivre en mai 2016.

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

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2015																															Nombre heures	Payées
Description du programme	Développement de gammes de produits																																
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	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 Julie Beaulieu	8	8			2		8	8						8	8					8	8	8	8					8	8	8		114	2 612,50 \$
Travail de Sylvie Bouchard	8	8																														16	650,00 \$
Travail de Jean-Claude Deroy	8	8			2																											18	302,63 \$
Travail de Claude Saulnier	8	8																														16	350,00 \$
Travail de Philippe Mimeault	8	4			2	8		8														8	8					8	8	8		70	1 546,51 \$
Travail de Denise Saulnier	8	8			2	8	8	8														8	8						8	8		74	2 452,65 \$
TOTAL	48	44	0	0	8	16	16	24	0	0	0	0	0	8	8	0	0	0	0	8	8	24	24	0	0	0	8	16	24	24	0	308	7 914,29 \$
Travail de Solange Bouchard							8	8							8													8				40	600 \$
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																

JANVIER:

Le 1er, journée fériée. Le 2, vacances.

Semaine du 4 au 10

Réunion d'équipe pour la planification mensuelle du programme.

JB entreprend une correspondance avec Santé Canada sur l'ingrédient médicinal, complexe minéral de silicate, dans l'objectif d'établir sa différence avec les autres argiles.

PM et DS finalisent le rapport de RS&DE sur le développement de gammes de produits de 2014.

Semaine du 11 au 17

JB fait le suivi sur les possibilités de formulation de nouveaux produits et entreprend une recherche préliminaire de recettes pour de l'argile cellulosique.

Semaine du 18 au 24

JB établit les modèles de conditionnement des nouveaux produits de baume à lèvres et de leur emballage. Le problème de scellage avec les pochettes de poudre de format 175 grammes est discuté pour connaître les solutions et est inscrit dans le cahier des charges.

JB, PM et DS discutent de la nécessité de connaître la réglementation liée à la santé animale et les produits actuels ou en développement. Une recherche est effectuée afin de déterminer quel organisme légifère les produits de santé pour les animaux. Ce travail est en cours de développement. Suite à cela, la Direction des médicaments vétérinaires (DMV) de Santé Canada a été contactée afin de comprendre la législation entourant les produits de santé naturels vétérinaires. Il est possible d'ajouter des produits pour les chevaux, les chiens et les chats via un site internet référé par la DMV. Pour les animaux destinés à la consommation humaine, les règles sont différentes. Une liste préliminaire des entreprises offrant des produits topiques destinés aux animaux a été réalisée à la suite des recherches dans la banque de données sur les produits pharmaceutiques de Santé Canada.

Semaine du 25 au 31

Un courriel a été envoyé pour prendre un rendez-vous avec le département de recherche et développement d'une entreprise spécialisée dans l'horticulture. Nous sommes en attente de réponse.

JB, PM et DS planifient la demande de 12 produits de santé naturels pour les humains.

Comme nous ne pouvons faire une demande officinale en l'absence de compendium de monographie, il sera nécessaire de faire des demandes non-traditionnelles ce qui implique de faire des nouvelles analyses et des rapports pour démontrer la pureté, l'innocuité et l'efficacité des produits. Une planification des tâches de travail est effectuée.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2015																												Nombre heures	Payées
	Développement de gammes de produits																													
	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		
DG:PN7-PSM4-PC5-PE5-PBIO5	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		2		8	8					8	6											8	8	8		6		62	1 364,00 \$	
																													0	
Travail de Jean-Claude Deroy		2																											2	37,66 \$
																													0	- \$
Travail de Philippe Mimeault		2			8	8					8	8										8	8	8		8		66	1 254,00 \$	
Travail de Denise Saulnier		2			8	8					8	8										8	8	8	8	8		74	2 697,92 \$	
TOTAL	0	8	0	8	24	16	0	0	0	0	8	22	16	0	0	0	0	0	0	0	0	24	24	24	8	22	0	204	5 353,58 \$	
Travail de Solange Bouchard				8							8							8										32	480,00 \$	

FÉVRIER :

Semaine du 1 au 7

Réunion de planification mensuelle et présentation des documents à remplir pour les demandes de licence de mise en marché. La préparation de 9 demandes d'homologation des savons spécialisés à base d'argile marine sensible de Manicouagan, ainsi que de 3 demandes pour les produits finis à base d'argile marine sensible de Manicouagan sous forme de boue est réalisée par JB, PM et DS.

Semaine du 8 au 14

Poursuite de la correspondance avec Santé Canada sur la question de l'ingrédient médicinal par JB. JB et PM prennent connaissance des formulaires et font des tests pour les formulations des savons médicamenteux pour les soins de la peau. DS commence les corrections à effectuer sur les rapports d'innocuité, de qualité et d'efficacité à envoyer pour les demandes non traditionnelles.

Semaine du 15 au 28

Les formulaires de demandes sont remplis par SB et PM. DS révisé l'ensemble des demandes. Les formulaires de spécification des produits sont également remplis par PM et JB et révisés par DS ainsi que sur les rapports d'innocuité, de qualité et d'efficacité et de références exigés par Santé Canada. Suivi concernant les possibilités de formulation de nouveaux produits.

MARS 2015

Description du programme	Développement de gammes de produits																															Nombre heures	Payées		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31				
	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M				
Travail de Julie Beaulieu		2	4		8				8	8						8	8	8						8										62	1 364,00 \$
Travail de Sylvie Bouchard																																		0	- \$
Travail de Jean-Claude Deroy		2																																2	37,66 \$
Travail de Claude Saulnier																																		0	- \$
Travail de Philippe Mimeault		2	4		8	8			8	8						8																		46	874,00 \$
Travail de Denise Saulnier		2	4		8	8			8	8						8	8	8										8						70	2 552,08 \$
TOTAL	0	8	12	0	24	16	0	0	24	24	0	0	0	0	0	24	16	16	0	0	0	0	0	8	0	0	8	0	0	0	0	0	180	4 827,74 \$	
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																		
Travail de Solange Bouchard				8									8											8										32	- \$

MARS :

Semaines du 1 au 18

Réunion de planification du travail mensuel. Préparation et envoi de demandes de licences de mise en marché (DLMM) électronique de produits de santé naturels (PSN) pour les savons à base d'argile marine sensible de Manicouagan envoyées à Santé Canada. Correspondance avec la DPSN pour la question de l'ingrédient médicinal.

JB prépare les demandes de licence et fait les recherches pour savoir comment remplir les formulaires. Elle fait la correspondance avec Santé Canada.

PM assiste SB dans les demandes et DS supervise les formulaires de demandes, révisé les spécifications des produits et les rapports sur la qualité, l'innocuité et la pureté.

Semaines du 24 au 31

JB fait le suivi quant aux possibilités de formulation de produits. Elle recherche des fournisseurs pour un projet nécessitant l'ajout d'ingrédients et de conservateurs dans l'argile. Elle établit une correspondance à cet effet pour de nouveaux produits en collaboration avec PM et DS.

Une recherche est également effectuée sur l'utilisation d'argile comme excipient avec l'inventaire d'entreprises dans la banque de données des produits pharmaceutiques.

DS travaille sur le numéro de lot afin qu'il soit plus facile d'utilisation.

PM annote les numéros de lot dans le cahier d'étiquetage.

JB recherche un logiciel comptable pour établir un inventaire numérique et préparation des rapports liés à Santé Canada.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2015																														Nombre heures	Payées	
Description du programme	Développement de gammes de produits																																
DG:PN7-PSM4-PC5-PE5-PBIO5	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	3	2	5				2	7						2	4	3				5	5	7	7					2	7	7	7	75	1 742,96 \$
Travail de Sylvie Bouchard																																0	0
Travail de Jean-Claude Derooy	8		1					8															4	8								29	620,53 \$
Travail de Claude Saulnier																																0	0
Travail de Philippe Mimeault			4					4					3	4	8					8	8	8						8	8	8	71	1 532,95 \$	
Travail de Denise Saulnier	3	2	5				2	7					2	4	3					5	5	7	7	3			2	7	6		70	1 740,06 \$	
TOTAL	14	4	15	0	0	0	4	8	18	0	0	0	0	7	12	14	0	0	0	10	18	26	30	3	0	0	4	22	21	15	0	245	5 636,50 \$
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard	8							8							8														8			40	600,00 \$

AVRIL :

Semaine du 1 au 4

JB et DS : Un travail est réalisé afin d'ajouter l'ingrédient médicinal (complexe minéral de silicate) à une banque de données sur les produits cosmétiques (Cosmétopée).

Semaine du 5 au 11

JB et DS: Recherche pour savoir à quelles étapes de la formulation d'un nouveau produit il est obligatoire de faire appel à un chimiste. Recherche sur un ingrédient reconnu par Santé Canada pour régler un problème de peau qui pourrait être intégré à l'argile de Manicouagan (masque, soins pour traiter les irritations et enveloppement corporel).

PM: recherche de présentoirs pour les nouveaux baumes à lèvres.

Semaine du 12 au 18

JB, DS et PM: trois demandes de licence de mise en marché électronique pour les produits d'argile marine sensible de Manicouagan ont été envoyées à Santé Canada.

Semaine du 19 au 30

JB et DS: poursuite du travail pour ajouter l'ingrédient médicinal (complexe minéral de silicate) à une banque de données sur les produits cosmétiques (Cosmétopée).

JCD: entretien industriel.

PM: Suivi sur l'amélioration de la traçabilité.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MAI 2015																															Nombre heures	Payées			
Description du programme	Développement de gammes de produits																																			
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	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					2	5	7	3		2	1	3	3	2					4	4	4	4													61	1 342,00 \$
Travail de Sylvie Bouchard				8	2	4	4	4			4	4	4	8	8			8	6	4	4	6				5	5	3	3	5				99	1 608,75 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy					2						2	2	2					1																9	161,40 \$	
Travail de Claude Saulnier					2																													2	35,00 \$	
Travail de Philippe Mimeault	5			3	2	4	5	8			5	8	5	7	6			6	8	6	8	4											90	1 628,57 \$		
Travail de Denise Saulnier				3	2	3	4	3			4	6	4	4	8			1				2	2			1	1	2	7	1			58	1 510,42 \$		
TOTAL	5	0	0	14	12	16	20	18	0	2	16	23	18	21	22	0	0	16	18	14	18	16	0	0	8	8	13	15	6	0	0	319	6 286,14 \$			
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																			
Travail de Solange Bouchard					8								8							8													32	480,00 \$		

MAI :

Semaines du 1 au 16

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail.

JB et DS: Poursuite de la correspondance avec Santé Canada pour la question de l'ingrédient médicinal et finalisation du document pour la Cosmétopée.

A la suite de l'acceptation des douze demandes de licences de mise en marché pour la reconnaissance de produits de santé naturels, soumises cet hiver, une réunion d'équipe est nécessaire pour en assurer le suivi.

PM, SB supervisés par DS effectuent un travail de mise à jour de la boutique en ligne et des étiquettes des produits afin de respecter les règles d'étiquetage.

Semaines du 17 au 31

JB: Participation au Sommet Export Québec 2015 : 21 contacts ont été établis liés à l'étude des marchés (en Chine, en Europe, au Mexique, au Brésil), à la fabrication de présentoirs, au conditionnement d'emballages et aux différents ministères des gouvernements.

DS: Correspondance avec le MEIE et le CRIQ au sujet des implications de l'ajout d'un nouvel ingrédient à la liste des ingrédients cosmétiques en Chine (IECIC).

JB, PM et SB : Suivi pour la formulation de nouveaux produits avec des fabricants de beurre de karité et d'algues. Recherches pour la fabrication d'un shampoing solide à la bière, d'un produit anti-acné à base de peroxyde de sodium et de trousse de fabrication de savon.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2015																														Nombre heures	Payées	
Description du programme	Développement de gammes de produits																																
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M			
Travail de Julie Beaulieu	6	8	6	6				4	6	6	2				7	5	3	1				3	6	5	4				3	5	86	1 681,78 \$	
Travail de Sylvie Bouchard	8	4	8	6	4			4	8	6	4	4			5	6	2	4	8			8	7	5	4	8			2	2	117	1 728,41 \$	
Travail de Jean-Claude Derooy			2	2													2	2					2								10	176,53 \$	
Travail de Claude Saulnier																													2	8	10	136,11 \$	
Travail de Philippe Mimeault	8	5	7	7	8			7	7	6	6				7	6	7	7	6			6	7	6	5	6			7	5	136	2 349,09 \$	
Travail de Denise Saulnier	3		5	6	4			5	2	3	6	6			2	8	4	3	6				4	4	8	8			1		88	2 187,50 \$	
TOTAL	25	17	28	27	16	0	0	20	23	21	18	10	0	0	21	25	18	17	20	0	0	17	26	20	21	22	0	0	15	20	0	447	8 259,42 \$
Travail pour les rapports des 4 programmes																																	
Travail de Solange Bouchard			8								8						8					4							4		32	480,00 \$	

JUIN :

Semaines du 1 au 13

PM et SB: Élaboration de nouvelles étiquettes avec le contenu des licences de mise en marché de Santé Canada pour des 12 nouveaux produits de santé naturels et formation d'une employée saisonnière sur les nouvelles façons de faire par PM.

JB : Un travail a été amorcé pour la soumission d'une demande de licence de mise en marché du baume à lèvres à la menthe poivrée.

DS : Communication avec le CRIQ concernant un brevet expliquant le procédé et l'allégation d'un extrait de mélèze.

JB et DS : Changement de l'ingrédient pour la composition d'un savon anti-acné : le peroxyde de benzoyle est remplacé par le soufre reconnu par Santé Canada.

Semaines du 14 au 30

PM : Recherche de lecteurs code-barres pour améliorer la traçabilité des activités de l'usine.

PM et SB : Préparation de 813 kg d'échantillons d'argile rouge.

DS : Poursuite de la correspondance avec le MEIE et le CRIQ au sujet des implications entourant l'ajout d'un nouvel ingrédient à la liste des ingrédients cosmétiques en Chine (IECIC).

DS et JB : Suivi pour la formulation de produits avec Oléotek (stabilité chimique) et SMI (durée de vie). La possibilité de vérifier le potentiel anti-acné de l'argile de Manicouagan (et/ou d'un mélange argile-soufre) est envisagée. Vérifier si le laboratoire d'analyse SMI a en banque la bactérie anaérobie Propionibacterium acnes, responsable de l'acné.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2015																															Nombre heures	Payées		
	Développement de gammes de produits																																		
Description du programme	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				
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V				
Travail de Julie Beaulieu	1	1				2		4					1		1		2				3		3											18	452,57 \$
Travail de Sylvie Bouchard		7	3			7	4	6	8	7			6		1	4	5			8	8	8	8	8				8	8	8	8	8		138	2 437,50 \$
Travail de Jean-Claude Deroy		6	4													2															2	2		16	338,65 \$
Travail de Claude Saulnier																																		0	- \$
Travail de Philippe Mimeault	4	2	3			2	3	3	2	1			1	4	4	5	2			3	3	4	3	4			3	2	3	3	2		66	1 434,78 \$	
Travail de Denise Saulnier	2		3				1	2	4	4			2	1	1	1	2				3		2	1			1	1	2		5		38	903,53 \$	
TOTAL	7	16	13	0	0	11	8	15	14	12	0	0	10	5	7	12	11	0	0	11	17	12	16	13	0	0	12	11	13	13	17	276	5 567,03 \$		
Travail pour les rapports des 4 programmes																																			
Travail de Solange Bouchard		8						8							8							8							8					40	600,00 \$

JUILLET :

Semaines du 1 au 18

JB et DS : Détermination d'une façon de procéder pour la formulation de nouveaux produits avec Oléotek. Une procédure est établie concernant la stabilité des baumes à lèvres. Vérifier la date d'expiration des ingrédients et l'homogénéité du mélange.

JB et SB : Un premier essai de masque au soufre pour le traitement de l'acné a été réalisé. Les tests de stabilité à la centrifugeuse et au congélateur (gel/dégel) sont en cours. Un suivi des paramètres physiques est réalisé.

PM et SB : Finalisation des nouvelles étiquettes de produits de santé naturels.

Semaines du 19 au 31

PM et SB : Préparation de 116 kg d'échantillons d'argile pour les baumes à lèvres.

JB et DS : Une demande pour les analyses de durée de vie, l'analyse des métaux lourds ainsi que l'analyse du potentiel anti-acné avec la bactérie Propionibacterium acnes est envoyé.

DS et SB : Pour les extractibles, un mélange avec l'huile essentielle et un extrait antioxydant serait possible par l'ajout d'un glycol. L'ajout d'huile essentielle permettrait d'aromatiser un produit car les extraits antioxydants ne sont pas aromatiques ou très peu. L'utilisation d'un sébumètre nous permettrait de vérifier le taux de sébum afin de faire des démonstrations de l'efficacité des produits anti-acné. La demande de licence de mise en marché pour le baume à lèvres à la menthe poivrée est en suspens.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2015																																
Description du programme	Développement de gammes de produits																														Nombre heures	Payées	
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	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	8	7				8	8	8	6				8	8	7	6		1			88	1 185,31 \$
Travail de Sylvie Bouchard																	2	8	7	1	6			8	8	8	8	7			5	68	2 009,09 \$
Travail de Jean-Claude Deroy																				3	4				1	6	4	3			4	25	441,33 \$
Travail de Claude Saulnier											4	4					8							8	8	4					8	44	691,03 \$
Travail de Philippe Mimeault			2	3	3	4	3			4	1	3	4	3																	5	35	1 272,73 \$
Travail de Denise Saulnier			3	6	8	4	8			8	6	8	7	5			8	8	8	6				8	8	7	6	4			8	134	3 489,58 \$
TOTAL	0	0	5	9	11	8	11	0	0	20	16	23	18	8	0	0	26	24	23	16	10	0	0	32	33	32	24	14	1	0	30	394	9 089,06 \$
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard					8								8												8							32	480,00 \$

AOÛT :

Semaines du 2 au 15 août

DS, JB et PM: Évaluation des possibilités de la commercialisation des eaux de tourbières, riche en acide humique, dont les propriétés anti-oxydantes et anti-inflammatoires ont déjà été démontrées. Recherche d'un partenariat avec des fabricants de cosmétiques pour l'ajout de l'eau de tourbière comme ingrédient dans la formulation d'un nouveau produit de santé naturel anti-âges notamment lors du projet The Cosmetic Victories.

Semaines du 16 au 31 août

DS et JB : Poursuite du projet The Cosmetic Victories.

CS et SB : Mise à jour de fiches techniques. Préparation des échantillons pour les tests du masque à l'acné.

JCD : Entretien industriel et du bâtiment.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2015																														Nombre heures	Payées			
Description du programme	Développement de gammes de produits																																		
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	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 Julie Beaulieu	8	8	6				5	5	4	2																								38	2 281,58 \$
Travail de Sylvie Bouchard	4	4	8	8			4	8	6	8	5			2	8	6	6	4													4		85	1 255,68 \$	
Travail de Jean-Claude Derooy							1										3	4				3	3			3			5	6	6		34	582,02 \$	
Travail de Claude Saulnier	4	1					4	4	4												8	4						8	8	4		49	745,65 \$		
Travail de Philippe Mimeault			3					2	3					4			2	2										8	8	8		40	727,27 \$		
Travail de Denise Saulnier	8	8	6				6	5	4	6	2			7	6	5	5	6														74	2 890,62 \$		
TOTAL	24	21	23	8	0	0	20	24	21	16	7	0	0	9	18	11	16	16	0	0	11	7	0	0	3	0	0	21	26	18	0	320	8 482,83 \$		
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																		
Travail de Solange Bouchard		8							8						8											8							32	480,00 \$	

SEPTEMBRE:

Semaines du 1 au 12

JB, CS, SB et DS : Suivi des tests de masque d'argile à base de soufre pour les produits anti-acné. Il faudra tenir compte des propriétés inflammables du soufre lors de la stérilisation à l'autoclave. Des essais seront nécessaires pour établir le pourcentage de soufre dans la formulation du produit. Départ de la conseillère scientifique et technique et transferts des connaissances.

Semaines du 13 au 30

PM, CS et SB : Poursuite de la mise à jour des fiches techniques. Établir des formulations pour les produits anti-acnés.

JCD : Entretien industriel et du bâtiment.

DS: Communication pour la reconnaissance d'un produit de santé naturel vétérinaire: il faut s'inscrire et faire ajouter l'ingrédient dans la banque de données de Santé Canada.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS OCTOBRE 2015																															Nombre heures	Payées
Description du programme	Développement de gammes de produits																																
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	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 Julie Beaulieu																																0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard		3			8	5	3	2	4			5	6	8	8	8						8	8	8			8	8	8	5	3	116	2 177,37 \$
Travail de Jean-Claude Derooy		8										1			2					7												18	392,77 \$
Travail de Claude Saulnier					2	4							2	4					8	8	4					8	8	4			52	1 143,09 \$	
Travail de Philippe Mimeault		8										2	3	4	4	3			4	5	4	3	4								44	1 000,00 \$	
Travail de Denise Saulnier					6	2		3				3	3	4	4	3			4	5	4	3	4					4	1		53	1 449,22 \$	
TOTAL	0	19	0	0	8	13	9	2	7	0	0	11	14	20	18	14	0	0	23	18	20	14	16	0	0	16	16	16	6	3	0	283	6 162,45 \$
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard	8						8							8							8							8				40	600,00 \$

OCTOBRE :

Semaines du 1 au 17

Réunion d'équipe pour répartir les dossiers de la conseillère scientifique et technique : DS supervisera l'ensemble des dossiers poursuivis par les employés; les dossiers (acné et eaux de tourbières) ont été transmis à CS. Révision des procédures opératoires normalisées décrivant les registres et les procédures de vérification, entreposage, étiquetage, conditionnement et fabrication en raison du changement dans les fiches maîtresses d'enregistrement des produits réalisés en 2013 et 2015 par tous les employés.

Semaine du 18 au 31

Poursuite de la révision des procédures normalisées supervisées par DS.

PM prépare une copie papier de ces procédures à remettre aux employés concernés pour un accès plus facile. Il prépare la traduction des fiches de données de sécurité (FDS) des ingrédients des baumes à lèvres et d'un nouvel ingrédient dans le savon en barre "activités en forêt" pour être conforme aux normes de la CSST.

SB fait des recherches pour la formulation de nouveaux produits.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2015																														Nombre heures	Payées	
	Développement de gammes de produits																																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L				
Travail de Julie Beaulieu																															0	- \$	
Travail de Sylvie Bouchard		6	4		8	4					8	8	8			8	8	8	8					3	3	8	2	2		2	98	1 579,20 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy					5							2	4			4	5	4	5	4				3	2	4	5	5		4	56	1 037,33 \$	
Travail de Claude Saulnier			8	4					8	8							6	4						8	4				8	58	945,40 \$		
Travail de Philippe Mimeault			3	4		1				2		3					4						2	5	2	4	4		2	36	685,71 \$		
Travail de Denise Saulnier			4	3		5			4	5	2	4	2				5		5											39	1 015,63 \$		
TOTAL	0	6	19	11	8	15	0	0	12	15	10	17	14	0	0	12	28	16	18	4	0	0	8	18	18	11	11	0	0	16	0	287	5 263,27 \$
Travail pour les rapports des 4 programmes																																	
Travail de Solange Bouchard			8								8						8							8						32	480,00 \$		

NOVEMBRE

Semaines du 1 au 14

DS et PM : Recherche et évaluation de la possibilité de prouver scientifiquement l'activité biologique de l'argile de Manicouagan soit par des tests in vitro (Transbiotech ou autre), soit par des essais cliniques (Innovaderm ou autre). Recherche de tests pour décrire le caractère antiseptique des savons permettant d'appuyer leur efficacité (laboratoires SMI).

CS : Poursuite des recherches sur les eaux de tourbières comme ingrédient dans les produits de santé naturel. SB ET JCD : Préparation de 716 kg d'échantillons d'argile et des huiles essentielles pour les savons chevaux.

Semaine du 15 au 30

CS : Poursuite des recherches sur le soufre comme ingrédient avec l'argile dans les masques et les savons traitant l'acné.

SB et JCD: Poursuite de la préparation de 716 kg d'échantillons d'argile et des huiles essentielles pour les savons chevaux.

SB : Recherche d'un sébumètre afin de faire des démonstrations sur une base scientifique de l'efficacité des produits.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2015																															Nombre heures	Payées
Description du programme	Développement de gammes de produits																																
DG:PN7-PSN4-PC5-PE5-PBIO5	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																																0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard	2	6	3	8			2	8	8	8	8			2	3	3		3				2	1		2	5					74	1 647,47 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy	2	2	3				2	1	2					2	2						2	1	1	2	1						23	588,62 \$	
Travail de Claude Saulnier	2						2	8	4					2	4	4					2	8			4						40	996,11 \$	
Travail de Philippe Mimeault	2	2	3				2	3	3	5				2	3	4	3	2			2		3	3	2						44	1 157,89 \$	
Travail de Denise Saulnier																															0	- \$	
TOTAL	8	10	9	8	0	0	8	20	17	13	8	0	0	8	12	11	3	5	0	0	8	10	4	7	12	0	0	0	0	0	181	4 390,10 \$	
	Travail pour les rapports des 4 programmes																																
Travail de Solange Bouchard		8									8																			8	40	600,00 \$	

DÉCEMBRE:

Semaines du 1 au 31

CS : Poursuite de la recherche afin de développer un shampoing solide ayant comme ingrédient de la bière produite localement.

JCD : entretien et préparation de l'usine pour la fermeture temporaire jusqu' au 15 mai 2016.

PM et SB : Pour 2016, exploration de nouveaux produits : la trousse de fabrication de savon, le blanchiment de l'argile, la recherche de recettes pour de l'argile cellulosique, l'argile comme fertilisant et comme excipient pour les pesticides.

Pour tous les employés : Rencontre pour la planification de la mise à jour du cahier de charge en vue du renouvellement de la licence d'exploitation en juillet 2016. Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunions d'équipe pour déterminer les projets à poursuivre en mai 2016.

3 RÉSULTATS 2015

3.1 PSN : Programme sur les produits de santé naturels

Au début de l'année 2015, 8 demandes de licence de mise en marché des savons spécialisés à base d'argile marine sensible de Manicouagan ainsi que de 3 demandes pour les produits finis à base d'argile marine sensible de Manicouagan sous forme de boue ont été transmises à Santé Canada.

3.1.1 Reconnaissance des 12 produits de santé naturels.

Les douze demandes de licences de mise en marché pour la reconnaissance de produits de santé naturels ont été acceptées en mai 2015 par Santé Canada. (savons en barre : activités en forêt (NPN 80061048); peau grasse (NPN 80061057); problèmes de peau (NPN 80060584); peau sèche (NPN 80060562); peau sensible et fragile (NPN 80060542); peau mixte (NPN 80060540); plein air (NPN 80060543); travaux mécanique, jardinage et peinture (NPN 80060541); maternité (NPN 80061086)), enveloppement corporel (NPN 80060982); soins d'été (NPN 80060981); masque visage et buste (NPN 80061079).

Liste des licences obtenues en 2015 :

DESCRIPTION	NPN
Masque visage et buste	80061079
Enveloppement corporel	80060982
Soins d'été	80060981
Savon maternité	80061086
Savon peau grasse	80061057
Savon peau sèche	80060562
Savon peau mixte	80060540
Savon peau sensible et fragile	80060542
Savon problèmes de peau	80060584
Savon mécanique/jardinage/peinture	80060541
Savon plein air	80060543
Savon activités en forêt	80061048

Exemple : Licences #80061048



Product Licence Licence de mise en marché

Product Number/Numéro de produit: 80061048

Brand Name/Marque nominative: Argile marine sensible de Manicouagan/Manicouagan marine clay (Savon spécialisé activités en forêt/Forest Activities Specialized Soap)

Other Brand Name(s)/Autre(s) marque(s) nominative(s):

Savon spécialisé activités en forêt - à base d'argile marine sensible de Manicouagan

Specialized soap forest activities with Manicouagan marine clay

Savon spécialisé activités en forêt - Specialized soap forest activities

Issued to/Émise à:

Name of licensee/Nom du titulaire:

Argile Eau Mer Inc.

35 rue Principale

Pointe-aux-Outardes, Québec, G0H 1M0

Canada

Authorized for the following/Autorisé pour ce qui suit:

Dosage form/Forme posologique: Savon, barre

Recommended route of administration/Voie d'administration recommandée:

Topique

Recommended dose/Dose recommandée:

Adultes et adolescents : (12 et plus): Humidifier l'endroit du corps à nettoyer. Frotter et faire mousser le savon sur la peau de 20 à 40 secondes. Rincer avec de l'eau tiède. Assécher doucement.

Recommended duration of use/Durée d'utilisation recommandée:

S.O.

Recommended use or purpose/Usage ou les fins recommandés:

Aide à maintenir la santé de la peau.

Risk Information/Renseignements sur les risques:

Précautions et mise en garde

Pour usage externe seulement. Ne pas utiliser sur la peau éraflée ou abrasée. Cesser l'emploi si une irritation excessive de la peau apparaît. Consulter un praticien en soin de santé avant d'en faire usage si vous êtes enceinte ou allaitez. Éviter tout contact avec les yeux et les muqueuses, le cas échéant, rincer abondamment. Si des nausées, des étourdissements, des maux de tête, une réaction allergique se manifestant, cesser l'usage.

Medicinal Ingredients/Ingrédients médicinaux:

Proper Name Nom propre	Common Name Nom usuel	Quantity per Dosage Unit Quantité par unité posologique	Extract Extrait	Potency Activité	Source Material Matière d'origine
Complexe minéral de silicate	Argile	29 %	S.O.	S.O.	Argile
Olea europaea	Huile d'olive	16 %	S.O.	S.O.	Chair (fruit)



Product Number/Numéro de produit: 80061048

Brand Name/Marque nominative: Argile marine sensible de Manicouagan/Manicouagan marine clay (Savon spécialisé activités en forêt/Forest Activities Specialized Soap)

This licence is issued by the Minister of Health under the authority of section 7 of the Natural Health Products Regulations. Sale of the described natural health product, including any changes thereto pursuant to section 11 of the Regulations, is subject to the Food and Drugs Act and to the Natural Health Products Regulations.

Cette licence est émise par le ministre de la Santé en vertu de l'article 7 du Règlement sur les produits de santé naturels.

La vente du produit de santé naturel décrit dans la présente, y compris toute modification afférente au sens de l'article 11 du Règlement, est assujettie à la Loi sur les aliments et drogues et au Règlement sur les produits de santé naturels.

Issued/Émis le: 2015-05-20

Revised/Amended/Modifié le: S.O.

A/ Director General/Int. Directeur général
NHPD/DPSN

3.1.2 Règle d'étiquetage

Suite à l'acceptation des 12 licences de mise en marché des produits de santé naturels, un travail de mise à jour de la boutique en ligne ainsi que des étiquettes des produits a été effectué en priorité afin de respecter les règles d'étiquetage de Santé Canada.

3.2 Ingrédient médicinal

Un travail a été réalisé afin d'ajouter l'ingrédient médicinal (complexe minéral de silicate) à une banque de données sur les produits cosmétiques (Cosmétopée). Avec l'ajout de l'ingrédient médicinal "complexe minéral de silicate" dans le compendium des monographies de la banque de données des produits cosmétiques (Cosmétopée) de Santé Canada, il sera désormais possible de faire une demande officinale pour l'homologation de nouveaux produits. À la suite du « rapport synthèse sur les preuves concernant l'efficacité de l'argile pour les produits finis de santé naturels », Santé Canada a ajouté l'ingrédient médicinal « complexe minéral de silicate » dans la Cosmétopée. (Cf. : Annexe 1 : brochure sur le « complexe minéral de silicate »).

3.3 Nouvelles allégations

Essais pour ajouter de nouvelles allégations aux produits finis reconnus par Santé Canada comme produits de santé naturels. Plusieurs recherches et essais ont été expérimentés pour augmenter les allégations des PSN reconnues par Santé-Canada, par l'ajout des bio-ressources issus d'extractible et des eaux constitutives du gisement dont l'activité biologique a été prouvée. Des essais ont été effectués avec le soufre, reconnu par Santé Canada pour traiter l'acné, intégré à l'argile de Manicouagan afin de régler des problèmes de peau.

3.3.1 Essais avec le soufre et l'argile

Masque – complexe minéral de silicate et soufre – Essai no. 1

Introduction :

Argile eau mer souhaite inscrire la propriété « anti-acné » sur certains produits. Cela n'a pas pu être reconnu dans les premières demandes de licence de mise en marché des produits de santé naturels, car les articles scientifiques soumis ne portaient pas directement sur l'argile de Manicouagan (complexe minéral de silicate).

Le soufre, ingrédient médicinal de produit de santé naturel, reconnu par Santé Canada et ayant une monographie disponible pour le traitement de l'acné, peut être mélangé dans une formulation avec une quantité de 3% à 10% (FDA, 2005).

*12 octobre 2006, Gottschalck et McEwen 2006; USP 29, O'Neil et al. 2001

No. CAS 007704-34-9.

Le soufre est disponible en pharmacie sans prescription. Les laboratoires Atlas Inc. suggèrent de mélanger 10% de soufre à 90% de gelée de pétrole. La gelée de pétrole est de moins en moins utilisée, car on tend à réduire notre consommation de sources pétrolières (hydrocarbures, ...).

Recherche :

Un masque de beauté de marque Hormeta (640E/l) contient du bio-soufre poudre CLR 1% et de l'argile blanche → Kaolin à 4.5%.

Olay offre un masque affinant intensif au soufre (Pro-X Clear . Soufre 10%) avec bentonite, Kaolin.

Pro-activ offre un masque avec 6% de soufre et du kaolin (en plus d'autres ingrédients)

Biovea offre un masque de soufre contrôle de l'acné 89 ml avec de la bentonite et de la glycérine.

Tom Robin → soufre, kaolin, camphre, argile verte (420E/l)

Botanical Labs → soufre (argile de boue de soufre), argile de kaolin, beurre de karité, beurre de cacao, hydrolat basilique, huile essentielle d'arbre à thé.hes : États-Unis seulement : Nom : Sulphur Mud Clay Mask with Allantoin. Amazon.fr :

Dermadoctor Ain't Misbehavin' : peau de corriger le masque de soufre acné 70ml 43.50€. Soufre 10%, eau, kaolin, silicate de magnésium aluminium, glycérine, bentonite, extrait de Boswellia serrata, butylène glycol → oriental

Body minute 12.90€, masque anti-imperfections skin'Minute (www.elle.fr).

Le soufre est inflammable à une température de transition vitreuse de 115°C. Des problèmes d'odeur ou de couleur jaune foncé sont à surveiller.

Voir : théorie sur formation de l'acné.

But : réaliser un masque d'argile de Manicouagan (complexe minéral de silicate) et de soufre afin de pouvoir annoncer un nouveau produit anti-acné.

Données de matériel. (Données contenues dans le cahier de laboratoire à la page 141)

Lors de la formulation, tenir compte que le soufre baisse le PH.

Méthode :

Travail en conditions stériles. Hotte désinfectée et en fonction seule pendant minimum 15 min. Contenants désinfectés. Mélange soufre-argile dans la hotte. (Données contenues dans le cahier de laboratoire aux pages 142 et 143).

Remarque : Le mélange à la main n'était pas suffisant pour défaire la poudre dans le masque d'argile de Manicouagan, voilà pourquoi le mélangeur électrique à main a été utilisé : point important à considérer lors de la mise à l'échelle.

25 juin : Suivi masque soufre – Essai no. 1 (Données contenues dans le cahier de laboratoire à la page 144).

Il y a un liquide surnageant dans les 2 échantillons (un avec 10% soufre, l'autre sans). Il n'y a pas de couleur jaune dans l'échantillon avec soufre.

29 juin : Suivi masque soufre – Essai no. 1

Centrifugeuse : liquide surnageant dans les 2 échantillons environ 2mm. Remise au congélateur de l'échantillon pour le test gel/dégel.

2 juillet : Suivi masque soufre – Essai no. 1

Arrêt centrifugeuse + dégel

7 juillet : Suivi masque soufre – Essai no. 1 (Données contenues dans le cahier de laboratoire à la page 146 et 147).

Conclusion : Des tests préliminaires de masque d'argile à base de soufre ont été effectués afin d'augmenter les allégations pouvant être inscrites sur l'étiquette du produit (anti-acné). Les tests de stabilité ne sont pas terminés. Toutefois, l'objectif d'évaluer les possibilités de formulation de nouveaux produits a été réalisé. Argile eau mer souhaite poursuivre les essais et commencer des tests de formulation avant d'établir un plan détaillé pour la mise à l'échelle des procédés.

4 RECOMMANDATIONS

- Faire les rapports d'innocuité, d'efficacité et de qualité jusqu'à l'obtention de l'homologation de l'ensemble 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.
- Trouver des chimistes qui travaillent en chimie verte pour que les ingrédients soient d'origine naturelle.
- Poursuivre le travail avec le CRIQ 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.

ANNEXE 1 : Brochure sur le complexe minéral de silicate

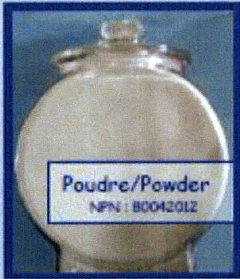


**Argile
eau de mer**


**Complexe minéral de silicate (ingrédient médicinal de PSN, stérilisé)
Silicate Mineral Complex (NHP medicinal ingredient, sterilized)**

Argile marine de Manicouagan (ingrédient non médicinal, non stérilisé) /
Manicouagan Marine Clay (non-medicinal ingredient, not sterilized)

**Aide à maintenir la santé de la peau /
Helps to maintain skin health**




Poudre/Powder
NPN: 80042012



Gel
NPN: 80041976

Numéro d'enregistrement CAS® Registry Number	
Quartz	14808-60-7
Albite	12244-10-9
Illite	12173-60-3
Hornblende	12178-42-6
Apatite	1306-04-3
Feldspar	68476-25-5
Nepheline	12251-27-3
Nom INCI Name	Manicouagan Clay



Suspension
NPN: 80042013

Zone géographique



L'argile marine sensible de Manicouagan est extraite sous la tourbière dans la Péninsule de la Manicouagan, en bordure du fleuve Saint-Laurent, dans la réserve de la biosphère Manicouagan-Uapishka. Elle entre dans la composition d'un sol qui, il y a 214 millions d'années, amortissait le choc d'une immense météorite. La roche ignée du Bouclier Canadien modifiée par cette force a par la suite subi de 6 à 8 glaciations. Il y a 12 000 ans, la mer de Goldthwait qui abritait jadis un écosystème riche s'est lentement retirée, tout comme ces glaciers qui se frappaient et modifiaient le paysage. La composition minéralogique et chimique de l'argile de Manicouagan est expliquée par l'érosion et le dépôt de sédiments, transportés par la Rivière Manicouagan et la Rivière Outardes jusqu'à la Péninsule.



Lieu d'extraction de l'argile marine de Manicouagan par Argile eau de mer Inc. /
Argile eau de mer Manicouagan Marine Clay Extraction Site:
Péninsule de la Manicouagan - Pointe-aux-Outardes /
Manicouagan Peninsula - Pointe-aux-Outardes
Région de la Côte-Nord/Québec North Shore Region
Québec/Québec, Canada

Manicouagan clay is extracted under the peat bog at Manicouagan Peninsula, near St-Lawrence River, in the Manicouagan-Uapishka biosphere reserve. The soil formation comes from a 214 million years ago meteorite impact on Canadian Shield igneous rock. It was then glaciated from 6 to 8 times and the Goldthwait Sea retreated 12 000 years ago. The sediments formed with erosion from all this geological history have been transported by Manicouagan River and Outardes River to the Peninsula. It explains the Manicouagan clay mineralogical and chemical composition.

Argile de Manicouagan - Manicouagan clay

Procédé d'extraction/Extraction process



Argile brute/Raw Clay



Extraction de l'argile/Clay extraction

Procédé de fabrication/Manufacturing process



Broyage des poudres/Powder grinding



Broyage des boues/Mud grinding

Laboratoire/Laboratory

Stérilisation et conditionnement / Sterilization and packaging



Argile de Manicouagan - Manicouagan clay

Usages/Uses

Aide à maintenir la santé de la peau par :

- sa capacité d'exfolier la peau et de la nettoyer en profondeur;
- sa capacité d'absorption (qui élimine le surplus d'eau lorsque l'argile sèche);
- sa capacité de favoriser la circulation sanguine (par des échanges cationiques);
- sa capacité de favoriser la cicatrisation (sans marques);
- sa capacité d'hydratation (argile en boue hydratée).



Helps to maintain skin health with:

- its capacity to exfoliate skin and deeply clean it;
- its absorption capacity (which eliminate excess of water when the clay dries);
- its capacity to promote blood circulation;
- its capacity to promote wound healing (without marks);
- its hydration capacity (mud clay hydrated).

Description

CONTENU EN MATIÈRE ORGANIQUE/ORGANIC MATTER COMPOSITION

Éléments/Compounds	Concentration (mg.kg ⁻¹)	Le contenu en matière organique a été déterminé conformément aux procédures de l'Association of Analytical Communities (AOAC) et à l'International Humic Substances Society (IHSS). The organic matter content has been determined by following the Association of Analytical Communities (AOAC) and the International Humic Substances Society (IHSS) procedures.
Carbohydrates (415nm)	0,31	
Carbohydrates (380nm)	0,49	
Protéines/Proteins	ND	
Acide humique/Humic acid	149*10 ⁶	
Chlorophylle/Chlorophyll	84,6±3,6	
Caroténoïdes/Carotenoids	0,97± 0,2	
Phycocérythrine/Phycocerythrin	0,6±0,1	
Phycocyanine	0,13±0,01	

COMPOSITION CHIMIQUE / CHEMICAL COMPOSITION

Élément/Element	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Une des particularités de l'argile de Manicouagan est son contenu élevé en silicates, oxydes de fer et aluminés. L'oxyde de fer confère à l'argile en boue sa couleur grise. One of the particular characteristics of the Manicouagan clay is its high silicates, iron oxide and aluminas content. The marked availability of iron oxide confers to this muddy clay a grey color.
(%)	59,80	16,20	6,25	3,34	3,92	
Élément/Element	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	
(%)	3,80	2,81	0,66	0,21	0,09	
Élément/Element	Cr ₂ O ₃	PAF	C _{100H}	Others		
(%)	0,02	1,78	0,22	0,9		

Argile de Manicouagan - Manicouagan clay

ÉLÉMENTS CHIMIQUES / CHEMICAL ELEMENTS

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

L'analyse par activation neutronique montre une diversité d'éléments chimiques en concentrations plus élevées que ceux des boues de référence de la Mer Noire. Certains éléments sont importants du point de vue de leurs propriétés dermatologiques et nutritionnelles. The neutron activation analysis of Manicouagan muddy clay shows a diversity of chemical elements and values of their concentration higher than those quantified in Dead Sea marine mud (reference mud).
Ingédients ayant une importance dermatologique / Ingredients of dermatological importance - L'argile de Manicouagan contient des micronutriments comme le sodium, le calcium, le fer, le potassium et le zinc. Manicouagan clay contains high content of micronutrients such as sodium, calcium, iron, potassium and zinc.
Ingédients ayant une importance nutritionnelle / Ingredients of nutritional importance - L'argile de Manicouagan peut être un supplément minéral pour les animaux souffrant de carences en calcium, sodium et autres éléments essentiels. Manicouagan muddy clay brings mineral supplement to animals suffering from calcium, sodium and other essential micronutrients deficiency.

COMPOSITION MINÉRALE / MINERAL COMPOSITION

Minéral	Quartz	Albite	Illite	Hornblende	Chlorite	Apatite	L'argile de Manicouagan est principalement composée d'illite et de feldspar plagioclase.
Proportions (%)	21,36	29	31,16	15,06	1,5	0,5	
SiO ₂	100	68	34	61	30	-	
Al ₂ O ₃	-	20	30	6	20	-	
Fe ₂ O ₃	-	-	18	3	16	-	
MgO	-	-	2	16	22	-	
CaO	-	-	-	24	1	58	Manicouagan clay is mainly made up of illite and feldspar plagioclase.
Na ₂ O	-	12	1	-	-	-	
K ₂ O	-	-	9	-	-	-	
TiO ₂	-	-	2	-	-	-	
P ₂ O ₅	-	-	-	-	-	42	
PAF	-	-	4	2	11	-	

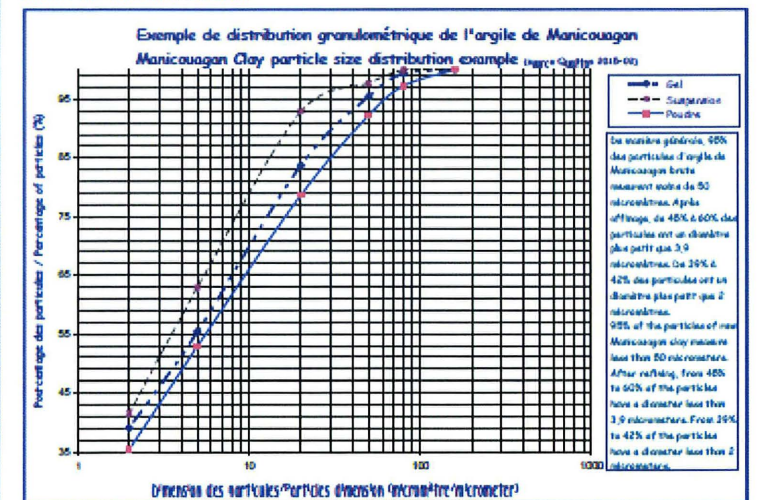
DONNÉES MICROBIENNES / MICROBIAL DATA

Compte total microbien/total plate count	< 10 UFC/g	Les analyses microbiologiques révèlent une flore microbienne comparable aux argiles/boues marines. Le contenu bactérien est très faible lorsque l'argile est stérilisée et il n'y a pas de bactéries pathogènes à l'état brut. The microbial analysis reveals the presence of a normal flora comparable with that observed in all marine muddy clays when they are sterilized. Bacterial content is relatively low without pathogenic bacteria at raw state.
Levures/Yeast	< 10 UFC/g	
Moisissures/Moulds	< 10 UFC/g	
Bactéries pathogènes/Pathogenic bacteria	Nil	

DONNÉES PHYSIQUES / PHYSICAL DATA

Pourcentage d'humidité/Moisture: 26-30%	Granulométrie à l'état brut/Granulometry (Bu): 60%	Viscosité/Viscosity: Non-Newtonian
Limite de liquidité / Liquid limit: 23%	Seuil de l'odeur/Odor threshold (ppm): ND/N.A.	pH (avec eau/with water): 87,6-8,0
Massa volumique/Specific density: ND/N.A.	Formes physiques/Physical forms: boues et poudres /mud and powder	Couleur/ Color: vert-gris/grey - green
Indice de plasticité/Index of plasticity: 6%	Limite de plasticité/Plastic limit: 18%	Cendres/ Ash: 73,6%

DONNÉES GRANULOMÉTRIQUES APRÈS AFFINAGE / PARTICLE SIZES DATA AFTER REFINING



RÉFÉRENCES / REFERENCES

Carretero I, Pazo M. (2010). *Clay and non-clay minerals in the pharmaceutical industry Part II. Active Ingredients*. Applied Clay Science. (47): 171-181
 Viseras C, C. Aguayo B, P. Cerezo A, Lopez-Galindo. (2007). *Uses of clay minerals in semisolid health care and therapeutic products*. Applied Clay Science. (36): 37-50

ARGILE EAU MER inc.

Site internet/Website: www.argileeauemer.ca
 Courriel /Email: infos@argileeauemer.ca
 Adresse/Address: Usine, Laboratoire et Bureau de vente
 Plant, Laboratory & Sales Office
 Argile eau mer inc.
 35, rue Principale/
 Principal road
 Pointe-aux-Outardes, Québec
 Canada, G0H 1H0

Téléphone /Phone: (418)567-9620
 Télécopieur/Fax : (514) 593-4261
 Siège social et gisement
 Headquarter & Deposit
 Argile eau mer
 164, rue de la Baie-Saint-Ludger
 164, Bay Saint Ludger Road
 Pointe-aux-Outardes, Québec
 Canada, G0H 1H0

Argile eau & mer

Rapport sur la prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives.



Suite du rapport PCMIC6. Programme PCMIC7, 28 pages, année 2015 par Denise Saulnier, Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

1571459 -



6.10 (Suite du programme PCMIC6) PCMIC7: Prévention des contaminations et méthodes industrielles de conservation de l'argile marine et de ses eaux constitutives.

Préparé et rédigé par Denise Saulnier, Coordonnatrice des programmes pour l'année 2015 et Succession Denise Saulnier, avec la collaboration de Philippe Mimeault, adjoint à la direction

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{er} JANVIER 2015 AU 31 DÉCEMBRE 2015

Par : Philippe Mimeault, adjoint à la direction

Bureau de vente / Sales office
Tél. : (418) 567-9620
Infos@argileeaumer.ca
philippemimeault@argileeaumer.ca

Gisement et siège social / Deposit et installations
Tél. : (418) 567-9620
164 Chemin de la baie, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1H0

www.argileeaumer.ca

TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

1. INTENTION DU PROJET : RS&DE OBJECTIFS SCIENTIFIQUES ET TECHNOLOGIQUES	P. 5
1.1 Contexte du projet	
1.2 Démarches et actions initiales	
1.3 Intention de résoudre un problème technologique	
1.4. Améliorations technologiques / Cibles escomptées	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX.....	P. 8
2.1 Description synthétique du travail mensuel accompli	
2.2 Description du travail du personnel impliqué dans le projet RS&DE	
3. RÉSULTATS 2015.....	P. 21
3.1. Résultats quant aux analyses	
3.2. Essais sur des techniques de contrôle de la qualité	
3.3. Révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits	
4. RECOMMANDATIONS.....	P. 27
4.1 Pour les méthodes industrielles de stérilisation et de conservation	
4.2 Pour la stérilisation et la conservation des produits	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE.....	P. 28

Sommaire technique T-661

RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX DU PROJET RS&DE

Code de projet : PCMIC7

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

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

Consultants externes :

Chérif Aidara, PHD microbiologiste pour Biodiversité

Juliette Garcia, Chimiste, Oleotek, CEGEP De Thetford Mines

Josée Duchesne: PHD spécialisé en minéralogie. Université Laval

Date de début du projet: 1 janvier 2009

Date de fin du projet présumée : Janvier 2018

Tél. : 418-567-9620

Courriel : infos@argileeaumer.ca

DESCRIPTION TECHNIQUE

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

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 unique maintenant reconnu par l'UNESCO comme réserve de la biosphère Mondiale.

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

Une fiche technique des composants de l'argile et des eaux libres et liées représentent un deuxième avancement technologique.

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

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

Les caractéristiques et propriétés granulométriques, physicochimiques et microbiologiques ont été identifiées et quantifiées dans la matière à l'état brut et dans les produits finis. Aucune bactérie pathogène n'a été détectée, ni de métaux lourds dépassant les limites acceptables. La durée de vie des produits a été établie. Les fiches techniques démontrent que les caractéristiques et propriétés des produits finis stérilisés et conditionnés 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 voir même d'un continent à l'autre. On y voit l'intérêt de bien identifier les composantes 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 réputées 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, sur la caractérisation des eaux libres et les eaux liées et poursuit la recherche sur les techniques de traitement et de conservation afin d'en faire des produits séparés.

1.3 Intention de résoudre un problème technologique

Les incertitudes de ce programme de recherche sont liées à l'innocuité et à la pureté des produits afin de prévenir les contaminations qui pourraient venir contaminer les produits. Après ce travail, il faut inventorier les méthodes de conservation qui prolongent la durée de vie des produits tout en les mettant à l'abri des contaminations. Trouver les causes des contaminations avant qu'elles ne se produisent, les identifier correctement si elles arrivent et inventorier des méthodes industrielles pour qu'elles ne se reproduisent pas font partie des problématiques à résoudre pour parvenir à des résultats certains. Les analyses se font dans le laboratoire interne et des laboratoires externes certifiés. De l'entreposage jusqu'au conditionnement des produits, on doit superviser les différentes étapes d'extraction et de fabrication pour que des contaminations ne se retrouvent pas dans les produits finis. Contenants, contenus, étiquetage et livraison sont conçus selon des méthodes certifiées et vérifiées pour obtenir le renouvellement de la licence d'exploitation. Les exigences de la DPSN sont de plus en plus sévères quant à l'innocuité et la pureté des ingrédients médicinaux.

Le programme de recherche de cette année a porté principalement sur les produits finis et les contaminations qui se produisent dans le laboratoire, la salle blanche et le SAS ainsi que sur la stérilisation des produits dans leurs contenants. La recherche s'est poursuivie afin de déterminer si la contamination provient des surfaces de travail, des équipements ou même de la qualité de l'air ambiant. Une autre façon d'éliminer les sources de contamination serait de stériliser directement le produit fini dans son contenant actuel (pochette), réduisant ainsi le nombre de manipulations. La pochette doit résister à la stérilisation à haute température afin de conserver l'intégrité des matières organiques et les propriétés des eaux libres et liées dans l'argile. Une autre hypothèse serait de trouver d'autres méthodes de stérilisation aussi efficaces que l'autoclave ou encore trouver des contenants adaptés à des hautes températures.

1.4 Améliorations technologiques / Cibles escomptées

Les contaminations en général et celles qui sont croisées sont le principal problème à résoudre avant que les produits finis de santé naturels soient mis sur le marché. Assurer l'innocuité sans ajout de conservateurs est l'amélioration technologique recherchée. Des méthodes industrielles de conservation doivent être développées si on veut conserver les eaux originelles dans les produits et la matière microorganique. Les deux ont des propriétés thérapeutiques. Ces méthodes industrielles réalisées représenteraient une avancée technologiques si on allonge au maximum la durée de vie des produits. Le travail des opérateurs, les équipements, les contenants, l'interface de travail dans le laboratoire et la salle blanche ont continué d'être systématiquement analysés et testés pour parvenir à l'avancement recherché. C'est la raison pour laquelle les travaux réalisés cette année ont continué de porter sur la stérilisation des produits finis, le travail en laboratoire et dans la salle blanche/SAS et aussi sur les contenants. Selon les recommandations des experts en micro - biologie et en pharmacie, la stérilisation à l'autoclave à un degré de température de 120 à 122 degré Celsius conserve l'intégrité des matières organiques et les propriétés des eaux liées et libres dans l'argile, c'est pourquoi la stérilisation du produit fini directement dans son contenant (pochette) serait une avancée technologique importante pour éliminer à la source les contaminations potentielles lors de multiples manipulations. Cependant, la pochette ne résiste pas à la haute température de l'autoclave. La recherche pour des appareils de stérilisation à basse température avec les mêmes garanties de résultats demeure inaccessible pour des PME. Des recherches ont été menées afin de trouver les contenants résistant à la haute température recommandée pour parvenir à l'avancement technologique recherché. L'absence de contaminations avec des méthodes industrielles de conservation après la stérilisation pour prévenir le développement bactérien et augmenter la date de péremption des produits viendrait confirmer cet avancement pour tous les produits.

2. DESCRIPTION DES TRAVAUX

2.1. Description synthétique du travail mensuel accompli

JANVIER:

Évaluation des méthodes industrielles de conservation des produits : révision du procédé de stérilisation et révision des procédures opératoires de l'autoclave. Un travail est réalisé afin de connaître les matériaux dans lesquels sont faits les sacs d'emballage des produits. Planification des différentes tâches à réaliser sur le décompte bactérien, les levures et moisissures. Finalisation du rapport de 2014 concernant le programme en cours.

FÉVRIER :

Afin de répondre aux exigences de Santé Canada en termes d'innocuité et de qualité, des analyses microbiologiques et granulométriques sont effectuées. La révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits se

poursuit avec l'élaboration d'hypothèses pour identifier toutes les sources potentielles de contamination. Préparation et envoi d'échantillons dans un laboratoire indépendant.

MARS :

Des réponses ont été fournies suite à des avis de demande de renseignements concernant l'efficacité et l'innocuité des produits. Support pour les techniques de travail en conditions stériles. Révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits. Recherches sur les conservateurs naturels pour la formulation des produits. Tests réalisés à l'autoclave avec des contenants hermétiques pour la conservation des produits. Test sur un produit de 2009 pour la prolongation de la date de péremption des produits. Formation sur la stérilisation et pour la recherche de contenants.

AVRIL :

Poursuite de la révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits avec de nouveaux tests réalisés à plus grande échelle (lot typique de production) à l'autoclave avec des contenants hermétiques pour la conservation des produits. Il reste encore du travail afin de conclure si les pots de stérilisation sont les plus adéquats. À court terme, il y a un gain quant à l'entreposage des produits stérilisés avant l'ensachage.

MAI :

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail. Des indicateurs biologiques de contrôle d'environnement en laboratoire ont été trouvés pour les surfaces de travail et équipements de laboratoire. Ils seront utilisés si une présence microbienne est détectée lors du prochain lot de production afin de trouver la ou les sources de contaminations. Si la contamination ne provient pas des équipements ou des surfaces, des recherches pour tester la qualité de l'air seront effectuées, menant éventuellement au déploiement de moyens de stérilisation de l'air (U.V. ou autres). L'adaptation du chariot de transfert de l'autoclave est envisagée afin qu'il permette le déplacement des produits en conditions stériles: il s'agirait d'un chariot à flux laminaire. Suivi pour la chloration de l'eau du puits, conformément aux BPF. Révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits.

JUIN :

Expérimentation d'une méthode pour éliminer les levures, moisissures et bactéries dans le processus de stérilisation à l'interne : stérilisé des produits contaminés et expirés d'argile de Manicouagan comme indicateurs biologiques dans l'autoclave en lien avec la norme USP <61> (<10 UFC/g). Consultation avec la norme USP <1211> pour perfectionner l'assurance de la stérilisation de ces produits. Résultat positif. Autre solution : utiliser des tests pour les levures et moisissures offerts par 3M et qui pourraient être réalisés à l'interne.

JUILLET :

Recherche de procédé de stérilisation pour un produit à base de soufre (plasma d'oxygène...). Préparation et envoi d'échantillons au laboratoire d'analyse SMI pour le contrôle de la qualité des lots de production. Des tests de contrôle de l'environnement de laboratoire (tampon biologique) sont effectués sur les surfaces et les équipements : plancher, comptoir sous filtre, scelleuse, pompe doseuse, mains, pochettes vides... Pour un meilleur contrôle de la qualité, utiliser des nouveaux indicateurs chimiques en ampoule pour valider les cycles de stérilisation plus courts. Envoi d'échantillons au laboratoire d'analyse SMI pour le dénombrement microbien.

AOÛT :

Les pochettes contenant du gel ne résistent pas à la stérilisation à de grandes températures de l'autoclave et de l'étuve. Vérifications d'hypothèses pour stériliser les pochettes contenant du gel : ne pas sceller la pochette lors du passage à l'autoclave et l'étuve, stérilisation par rayons U.V., irradiation aux rayons gamma, stérilisation au peroxyde d'hydrogène, remplacer les pochettes par d'autres contenants. Suivi pour la chloration de l'eau du puits conformément aux BPF. Fiches techniques.

SEPTEMBRE:

À la suite des tests effectués pour vérifier la résistance à la chaleur des bouteilles sans air en polypropylène, vérifier l'innocuité des produits. Poursuite de la recherche pour trouver d'autres contenants plus efficaces. Consigner les résultats des tests dans les fiches techniques. Départ de la conseillère scientifique et technique, transfert de connaissances.

OCTOBRE :

Révision des procédés opératoires afin d'éliminer des étapes pour faciliter le travail et ainsi réduire les possibilités de contamination. Évaluer l'impact de l'utilisation des nouveaux contenants sur le prolongement de la date de péremption des produits. Prévoir les ajustements à apporter au procédé industriel de fabrication. Application du protocole de désinfection selon les BPF. Envoi d'échantillons au laboratoire d'analyse SMI pour le dénombrement microbien.

NOVEMBRE :

Préparation d'échantillons pour le contrôle de la stérilisation des produits. Suivi pour la chloration de l'eau du puits conformément aux BPF. Bilan du procédé de stérilisation des pochettes et des bouteilles en polypropylène pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits. Déterminer le travail à poursuivre en 2016.

DÉCEMBRE:

Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunion pour préparer la fermeture temporaire de janvier à mai 2016. Pour la reprise des activités en mai 2016, préparation du cahier des charges, du cahier de laboratoire et des fiches techniques afin de fournir les données exactes pour le renouvellement de la licence d'exploitation en juin 2016.

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

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2015																															Nombre heures	Payées	
Description du programme	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																	
PCMIC7	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 Julie Beaulieu					2				8			8	8																				26	595,83 \$
Travail de Philippe Mimeault					2				8			8	8	8	8	8																	50	1 104,65 \$
Travail de Denise Saulnier					2				8			8	8	8	8	8																	50	1 657,20 \$
TOTAL	0	0	0	0	6	0	0	0	24	0	0	24	24	16	16	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	126	3 358 \$	

JANVIER :

Semaine du 1 au 5

Congé férié et vacance

Semaine du 5 au 12

JB, PM et DS font l'évaluation des méthodes industrielles de conservation des produits : révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits.

Semaine du 13 au 16

JB, PM et DS font l'évaluation des procédures opératoires de l'autoclave pour savoir si des contaminations pourraient s'infiltrer. Un travail est réalisé afin de connaître les matériaux dans lesquels sont faits les sacs d'emballage des produits de l'entreprise. Ceci a pour but d'évaluer leur compatibilité avec des méthodes de stérilisation des produits. Planification des différentes tâches à réaliser pour savoir d'où proviennent le décompte bactérien et parfois des levures et moisissures que l'on retrouve dans les produits humides.

Finalisation par DS et PM du rapport de 2014 concernant le programme sur la prévention des contaminations et les méthodes industrielles de conservation.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2015																												Nombre heures	Payées	
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-8																														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28			
Description du programme	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			
PCMIC7																															
Travail de Julie Beaulieu		2	6							8						8	8	8	6											46	1 012,00 \$
Travail de Philippe Mimeault		2	8								8							8												26	494,00 \$
Travail de Denise Saulnier		2	8								8					8	8	8	8	8										58	2 114,58 \$
TOTAL	0	6	22	0	0	0	0	0	0	8	16	0	0	0	0	16	16	24	14	8	0	0	0	0	0	0	0	0	130	3 620,58 \$	

FÉVRIER :

Semaines du 2 au 16

Afin de répondre aux exigences de Santé Canada en termes d'innocuité et de qualité, des analyses microbiologiques et granulométriques sont effectuées. Révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles. Réunion d'équipe pour déterminer le travail à faire pour la préparation des échantillons.

JB, et DS revisitent le procédé de stérilisation.

JB cherche des solutions pour prolonger la date de péremption des produits.

DS et PM élaborent des hypothèses pour identifier toutes les sources potentielles de contamination.

Semaine du 16 au 22

Des échantillons sont stérilisés par JB et envoyés au laboratoire SMI pour analyses microbiologiques.

DS fait le rapport et inscrit les données dans le cahier de laboratoire.

JB et DS analysent les résultats provenant du laboratoire et JB organise une conférence téléphonique avec la microbiologiste. Suite à cette conférence, de nouveaux échantillons sont stérilisés par JB et PM.

En équipe, on tente de savoir si c'est l'autoclave qui serait la source du compte bactérien trop élevé dans les masques de beauté, les enveloppements corporels et les suspensions. On fait l'hypothèse que l'eau utilisée pour stériliser peut contenir des bactéries. Des prélèvements dans le puits sont faits par PM., JB les prépare et les envoie au laboratoire. Ensuite DS et JB discutent des séparations possibles suites aux résultats des analyses granulométriques.

DS inscrit l'ensemble du travail dans le rapport et le cahier des charges.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MARS 2015																															Nombre heures	Payées
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																
	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		
Description du programme	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		
PCMIC7																																	
Travail de Julie Beaulieu		2	4	8							8	6							6				8						4	8			
Travail de Philippe Mimeault		2	4	8							8	8	8																				
Travail de Denise Saulnier		2	4	8							8	8	8										4						4				
TOTAL	0	6	12	24	0	0	0	0	0	0	24	22	16	0	0	0	0	0	6	0	0	0	12	0	0	0	0	0	0	8	8		

MARS :

Semaine du 2 au 8

Réunion d'équipe pour planifier le travail mensuel. Suite à une demande de Santé Canada concernant l'innocuité et la pureté des produits, JB, PM et DS fournissent des réponses. Ils étudient ensuite les techniques de travail en conditions stériles pour l'homologation des produits.

Semaine du 9 au 15

JB, PM et DS procèdent ensuite à la révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits.

PM et DS étudient les fiches des conservateurs pour la formulation des produits sans la stérilisation. Ils procèdent ensuite à l'envoi d'échantillons à un fabricant pour la conservation des produits sans stérilisation avec seulement des conservateurs.

Semaines du 16 au 31

Des tests sont planifiés par JB pour réaliser une stérilisation à l'autoclave avec des pots Masson. On recherche des contenants hermétiques pour la conservation des produits.

Des tests sur un produit de 2009 sont faits par JB et DS pour vérifier la date de péremption des produits. Elles évaluent la stérilisation en relation avec les contenants.

JB et DS préparent ensuite des échantillons pour vérifier si la stérilisation est correcte. JB contacte un laboratoire qui analyse les échantillons selon une norme internationale.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2015																																
Description du programme	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																
PCMIC7	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	Nombre heures	Payées	
	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	2	3	2			3	2	4	1				5	3	3	4				3	3						4	1			43	999,30 \$	
Travail de Philippe Mimeault							3	8	4						4																19	410,23 \$	
Travail de Denise Saulnier	2	3	2			3	2	4	1				5	3	3	4				3	3			3			4	1		7	53	1 317,47 \$	
TOTAL	4	6	4	0	0	6	7	16	6	0	0	0	10	6	10	8	0	0	0	6	6	0	0	3	0	0	8	2	0	7	0	115	2 727 \$

AVRIL :

Semaines du 1 au 18

JB, PM et DS: Application du protocole de nettoyage du laboratoire et de désinfection des pochettes. Surveillance pour le travail en conditions stériles dans la salle blanche lors d'un lot de production. Révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits. Nouveaux tests réalisés à plus grande échelle (lot typique de production) à l'autoclave avec des contenants hermétiques pour la conservation des produits. Il reste encore du travail afin de conclure si les pots de stérilisation sont les plus adéquats. À court terme, il y a un gain quant à l'entreposage des produits stérilisés avant l'ensachage.

Semaines du 19 au 30

JB et DS : Désinfection pompe doseuse et contenants dans la salle blanche. Le test vise à déterminer s'il est nécessaire de mélanger le contenu des pots Masson avant de le verser dans la pompe doseuse. Le test est concluant : la pompe n'est pas bloquée par les cratères.
 DS : Poursuite de la révision du procédé de stérilisation.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MAI 2015																																
Description du programme	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																
PCMIC7	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	Nombre heures	Payées
	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D		
Travail de Julie Beaulieu				2			3		2		2	2	2					1	2	1	2				3						22	484,00 \$	
Travail de Sylvie Bouchard				2	4	4	4			4	4	4						2	2	4	2						2	2			40	650,00 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy				4	2	4								4	4					2	2				4	4	4				34	609,73 \$	
Travail de Claude Saulnier				4	2					4							4								2						16	280,00 \$	
Travail de Philippe Mimeault	3			3	2		3					3					2		2		3				8	8		4	4		45	814,29 \$	
Travail de Denise Saulnier	2			2	2		3	2						2					1	5	4	2				2			7		34	885,42 \$	
TOTAL	5	0	0	13	12	8	10	9	0	2	8	6	9	8	4	0	0	6	4	13	11	9	0	0	14	17	6	6	11	0	0	191	3 723 \$

MAI :

Semaines du 1 au 16

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail.

JB, PM et SB : Transfert de connaissances sur les techniques de travail en conditions stériles et sur les numéros de lot. Travail en concert avec l'opératrice de laboratoire afin de documenter et transférer les nouvelles méthodes et changements liés au procédé de stérilisation et de nettoyage. Explication de la nouvelle fiche maîtresse de production des produits finis fabriqués au laboratoire.

JCD : Entretien industriel.

Semaines du 17 au 30

PM et JCD : Suivi pour la chloration de l'eau du puits, conformément aux BPF : des prélèvements dans les puits sont faits par JCD, PM les prépare et les envoie au laboratoire.

Transfert de connaissance: Des indicateurs biologiques de contrôle d'environnement en laboratoire ont été trouvés pour les surfaces de travail et équipements de laboratoire. Ils seront utilisés si une présence microbienne est détectée lors du prochain lot de production afin de trouver la ou les sources de contaminations. Si la contamination ne provient pas des équipements ou des surfaces, des recherches pour tester la qualité de l'air seront effectuées, menant éventuellement au déploiement de moyens de stérilisation de l'air (U.V. ou autres). L'adaptation du chariot de transfert de l'autoclave est envisagée afin qu'il permette le déplacement des produits en conditions stériles: il s'agirait d'un chariot à flux laminaire.

DS : Poursuite de la révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2015																														Nombre heures	Payées	
Description du programme	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																
PCMIC7	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30			
	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M			
Travail de Julie Beaulieu	2		2								2				1		2	1				4	1	1					1	1	18	352,00 \$	
Travail de Sylvie Bouchard		4			2						2	2			3	2	6	4				1	2	4				2		34	502,27 \$		
Travail de Jean-Claude Deroy			2	2													2	2				2									10	176,53 \$	
Travail de Claude Saulnier									4								4					2									10	136,11 \$	
Travail de Philippe Mimeault										1	2				1			1				2	1	1		1			1	11	190,00 \$		
Travail de Denise Saulnier		2	1	2	4		1			3		2			2			2				4		2				3	8	36	894,89 \$		
TOTAL	2	6	5	4	6	0	0	1	0	8	6	4	0	0	7	2	14	10	0	0	0	10	7	6	4	1	0	0	6	10	0	119	2 252 \$

JUIN :

Semaines du 1 au 13

Pour valider que les levures, moisissures et bactéries qui peuvent croître dans l'argile sont bien éliminées dans le processus de stérilisation, les produits contaminés et expirés d'argile de Manicouagan pourraient être utilisés comme indicateurs biologiques à chaque lot d'autoclave. À cet effet, DS, JB et SB ont fait des tests de stérilisation sur un produit contaminé avec un lot de 2012 expirant en hiver 2015 et son passage à l'autoclave a permis de le rendre conforme à la norme USP <61> (<10 UFC/g).

Semaines du 14 au 30

DS, SB et JB poursuivent leurs recherches sur les méthodes de stérilisation : la norme USP <1211> a été consultée, afin de perfectionner l'assurance de la stérilisation des produits (Sterilization & Sterility Assurance of Compendial Articles). Cette norme affirme qu'il n'est pas possible de prendre des échantillons sur chaque produit pour valider leur conformité : elle recommande toutefois des analyses de contrôle de la stérilisation sur 10% du total d'une production de moins de 200 produits.

DS et PM : recherche sur les possibilités de réaliser à l'interne des tests sur les levures et moisissures.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2015																															Nombre heures	Payées		
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																		
Description du programme	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				
PCMIC7	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V				
Travail de Julie Beaulieu	1						7		3				1	1						6	4												23	578,29 \$	
Travail de Sylvie Bouchard		1					4			1				4	7	4	1																	22	388,59 \$
Travail de Jean-Claude Derooy		2											2		4																			8	169,32 \$
Travail de Claude Saulnier								4					2		4																			10	226,85 \$
Travail de Philippe Mimeault	4	4	3			4	3	2	1	4			3	4	2	2	3			3	3	4	3	4			3	4	1	3	4	71	1 543,48 \$		
Travail de Denise Saulnier	2					2	2		3	4							4			3		3	2	3			1	2		3	3	37	879,75 \$		
TOTAL	7	7	3	0	0	6	16	6	7	9	0	0	8	9	17	6	8	0	0	12	3	11	5	7	0	0	4	6	1	6	7	171	3 786 \$		

JUILLET :

Semaines du 1 au 18

JB et SB : Recherche de procédé de stérilisation pour un produit à base de soufre (plasma d'oxygène...).

PM et SB : Préparation et envoi d'échantillons au laboratoire d'analyse SMI pour le contrôle de la qualité des lots de production.

DS, SB et PM : Pour un meilleur contrôle de la qualité, vérifier l'utilisation des nouveaux indicateurs chimiques en ampoule pour valider les cycles de stérilisation plus courts.

CS et JCD : Entretien industriel.

Semaines du 19 au 31

DS et PM : Des tests de contrôle de l'environnement de laboratoire (tampon biologique) sont effectués sur les surfaces et les équipements : plancher, comptoir sous filtre, scelleuse, pompe doseuse, mains, pochettes vides. Résultats : Des tampons pris le 15 juillet sont noirs après 48 heures.

PM et JB : Envoi d'échantillons au laboratoire d'analyse SMI pour le dénombrement microbien.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2015																															Nombre heures	Payées	
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																	
Description du programme	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			
PCMIC7	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	8	107,76 \$
Travail de Sylvie Bouchard																2																3	6	177,27 \$
Travail de Jean-Claude Deroy										6	4										3	4			2		2	4	5			4	34	600,21 \$
Travail de Claude Saulnier										6	4																						10	157,05 \$
Travail de Philippe Mimeault					3								4	2	3																		12	436,36 \$
Travail de Denise Saulnier											2	1										2	3										8	208,33 \$
TOTAL	0	0	0	0	3	0	0	0	0	12	10	4	3	3	0	0	2	0	0	5	7	0	0	2	0	2	4	6	0	0	15	78	1 687 \$	

AOÛT :

Semaines du 1 au 15

PM : Les pochettes contenant du gel ne résistent pas à la stérilisation à de grandes températures de l'autoclave et de l'étuve. Ne pas sceller la pochette déforme le contenant et aucune garantie ne nous permet de conclure que le plastique de la pochette ne se dégrade pas. La stérilisation par rayons U.V. provoque généralement une réticulation des plastiques. L'irradiation aux rayons gamma ne semble pas une solution préconisée par Santé Canada.

DS : La stérilisation au peroxyde d'hydrogène qui se déroule à basse température serait une solution privilégiée mais cela n'est pas une solution abordable pour la PME. D'autres solutions sont envisagées pour remplacer les pochettes, tel que les bouteilles sans air en polypropylène, qui pourraient être stérilisées à l'autoclave et des sacs autoclavables en polypropylène pour stériliser des plus grandes quantités dans un même contenant.

JCD et CS : Suivi pour la chloration de l'eau du puits, conformément aux BPF : des prélèvements dans les puits sont faits et envoyés au laboratoire.

Semaines du 16 au 31

DS, JB et SB : complètent les fiches techniques.

JCD : entretien et nettoyage du laboratoire selon les BPL.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2015																														Nombre heures	Payées	
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																
Description du programme	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			
PCMIC7	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							1	1	1																						3	180,13 \$	
Travail de Sylvie Bouchard		4					3		2		3			6		2						8	8	8	8			4	2	4	62	915,91 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy							1														3	2		5	3				2	2	18	308,13 \$	
Travail de Claude Saulnier															8	4															12	182,61 \$	
Travail de Philippe Mimeault	3	4	2	6			4	2	3	2	6		4	2	6	4	3				3	6	4	2	3						69	1 254,55 \$	
Travail de Denise Saulnier							1	1	4	2	3			2	2		2														17	664,06 \$	
TOTAL	3	8	2	6	0	0	10	4	10	4	12	0	0	10	12	14	4	5	0	0	6	16	12	15	14	0	0	4	4	6	0	181	3 505 \$

SEPTEMBRE :

Semaines du 1 au 19

JB a commandé des bouteilles en polypropylène pour savoir s'ils résistent à la chaleur, si les matières restent tel quel. Si cela fonctionne, on va envoyer une analyse au laboratoire s'il y a contamination. L'impact de cette bouteille économiserait beaucoup de manipulation car tout se ferait au sous-sol.

PM et JB : À la suite des tests effectués pour vérifier la résistance à la chaleur des bouteilles sans air en polypropylène, vérifier l'innocuité des produits.

DS : Poursuite de la recherche pour trouver d'autres contenants plus efficaces.

Semaines du 20 au 30

PM et SB : Consigner les résultats des tests dans les fiches techniques.

JCD: Entretien et réparations au laboratoire.

Départ de la conseillère scientifique et technique, transfert de connaissances.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS OCTOBRE 2015																															Nombre heures	Payées
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																
Description du programme	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		
PCMIC7	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 Julie Beaulieu																																0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard		5					3	5	2	4										3	3									3	3	35	656,97 \$
Travail de Jean-Claude Deroy												1	2	2		5			1	2	4	4	6				4	4				35	763,72 \$
Travail de Claude Saulnier					2	6																										8	175,86 \$
Travail de Philippe Mimeault							2					2	5	4	4	5			4	3	4	5	4									42	954,55 \$
Travail de Denise Saulnier							6					3	5	4	4	5			4	3	4	5	4							5		52	1 421,87 \$
TOTAL	0	5	0	0	2	9	13	2	4	0	0	8	14	10	8	15	0	0	12	11	12	14	14	0	0	4	4	0	3	8	0	172	3 973 \$

OCTOBRE :

Semaines du 1 au 17

DS et PM : Révision des procédés opératoires afin d'éliminer des étapes pour faciliter le travail et ainsi réduire les possibilités de contamination.
 DS et SB : Évaluer l'impact de l'utilisation des nouveaux contenants sur le prolongement de la date de péremption des produits.

Semaines du 18 au 31

JCD, PM et DS : Prévoir les ajustements à apporter au procédé industriel de fabrication.
 SB et JCD : Application du protocole de désinfection selon les BPF.
 PM et SB : Envoi d'échantillons au laboratoire d'analyse SMI pour le dénombrement microbien.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2015																														Nombre heures	Payées	
	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																
Description du programme	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			
PCMIC7	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																															0	- \$	
Travail de Sylvie Bouchard									2	4										4			5	5		6	4				30	483,43 \$	
Travail de Jean-Claude Derooy					2				3	5	4	4																			18	333,43 \$	
Travail de Claude Saulnier																8	2														10	163,00 \$	
Travail de Philippe Mimeault		4	2	2	3	3			3	3	4	3	3			4	1	4	2	2			6			3	3		2	57	1 085,71 \$		
Travail de Denise Saulnier		4	1	3	2	2			4		2	2				4		4												28	729,17 \$		
TOTAL	0	8	3	5	7	5	0	0	12	12	10	9	3	0	0	16	3	8	2	6	0	0	11	5	0	9	7	0	0	2	0	143	2 795 \$

NOVEMBRE :

Semaines du 1 au 14

DS :Déterminer le travail à poursuivre en 2016 et superviser le travail en cours.

PM et JCD : Suivi pour la cloration du puits conformément au BPF, des prélèvements dans le puits sont faits et envoyés au laboratoire.

Semaines du 15 au 30

PM, SB et CS : Préparation d'échantillons pour le contrôle de la stérilisation des produits.

PM et SB : Bilan du procédé de stérilisation des pochettes et des bouteilles en polypropylène pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2015																															Nombre heures	Payées		
Description du programme	PRÉVENTION DES CONTAMINATIONS ET MÉTHODES INDUSTRIELLES DE CONSERVATION-7																																		
PCMIC7	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																																	0	- \$	
Travail de Sylvie Bouchard	2		3				2							2			5	5				2	3	4	2	2							32	712,42 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy	2						2		5	1				2	2	1					2	1	1	2	1								22	563,03 \$	
Travail de Claude Saulnier	2						2							2								2												8	199,22 \$
Travail de Philippe Mimeault	2						2	3	5	3				2	5	4	5	2				2		5	5	2								47	1 236,84 \$
Travail de Denise Saulnier																																		0	- \$
TOTAL	8	0	3	0	0	0	8	3	10	3	1	0	0	8	7	5	10	7	0	0	8	4	10	9	5	0	0	0	0	0	0	0	109	2 712 \$	

DÉCEMBRE :

Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunion pour préparer la fermeture temporaire de janvier à mai 2016. Pour la reprise des activités en mai 2016, préparation du cahier des charges, du cahier de laboratoire et des fiches techniques afin de fournir les données exactes pour le renouvellement de la licence d'exploitation en juin 2016.

3. RÉSULTATS 2015

3.1 Résultats quant aux analyses :

Les résultats sont dans le rapport « Qualité et innocuité des produits finis d'argile » révisé en 2015.

2.11.1 Certificat d'analyse granulométrique 2015

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

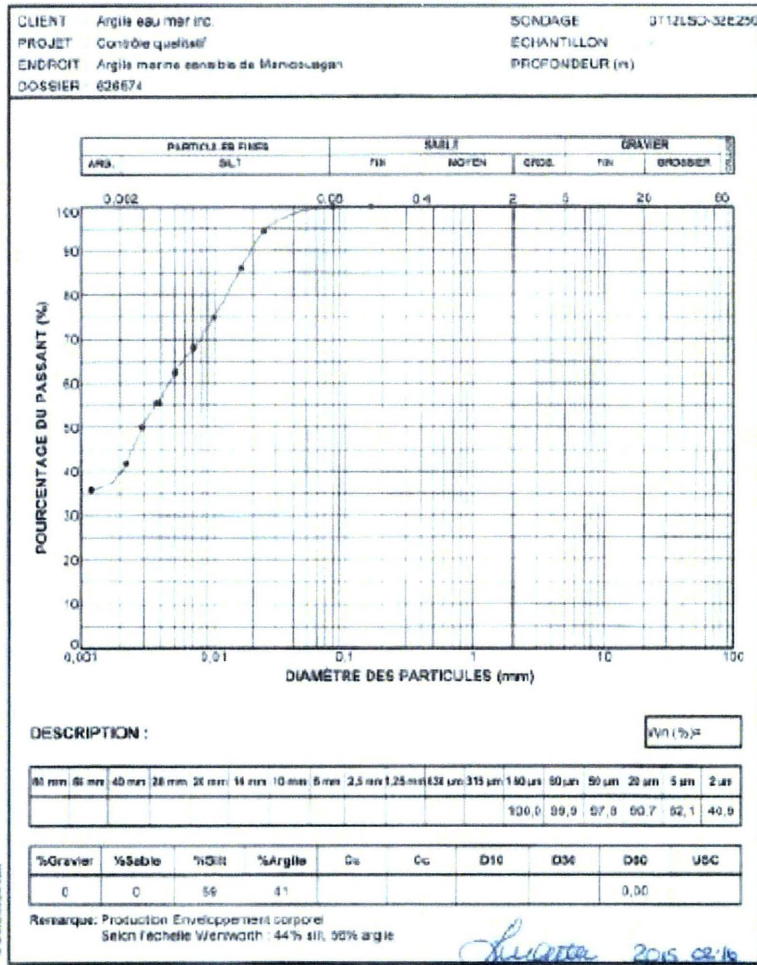


Figure : Analyse granulométrique de l'enveloppement corporel (gel)

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

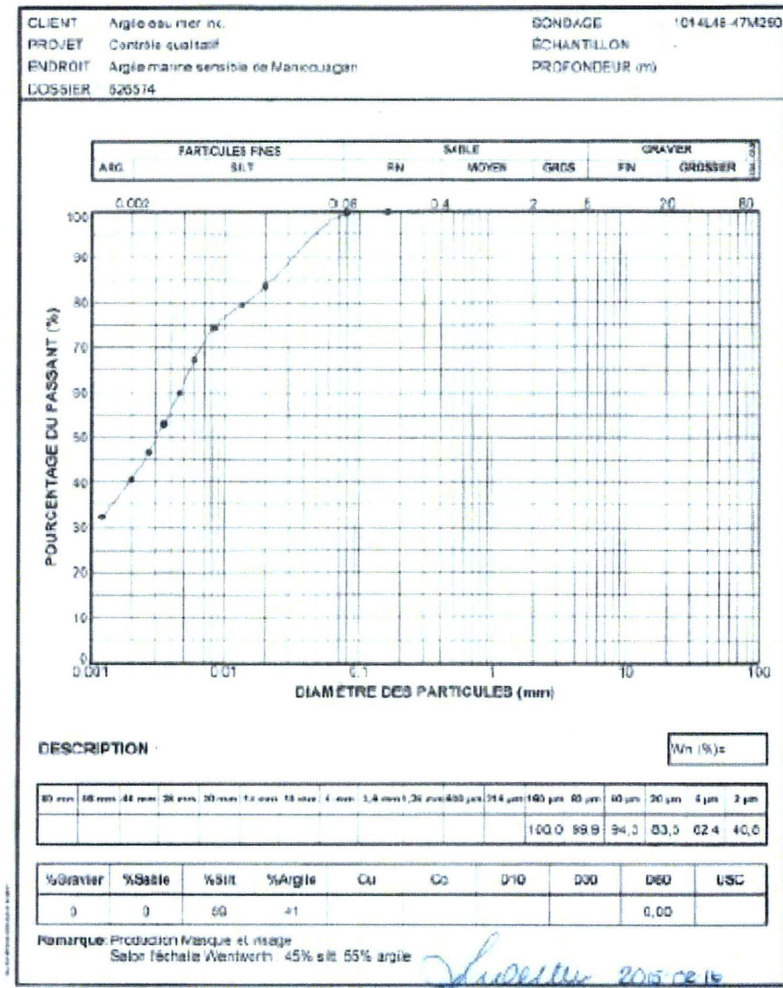
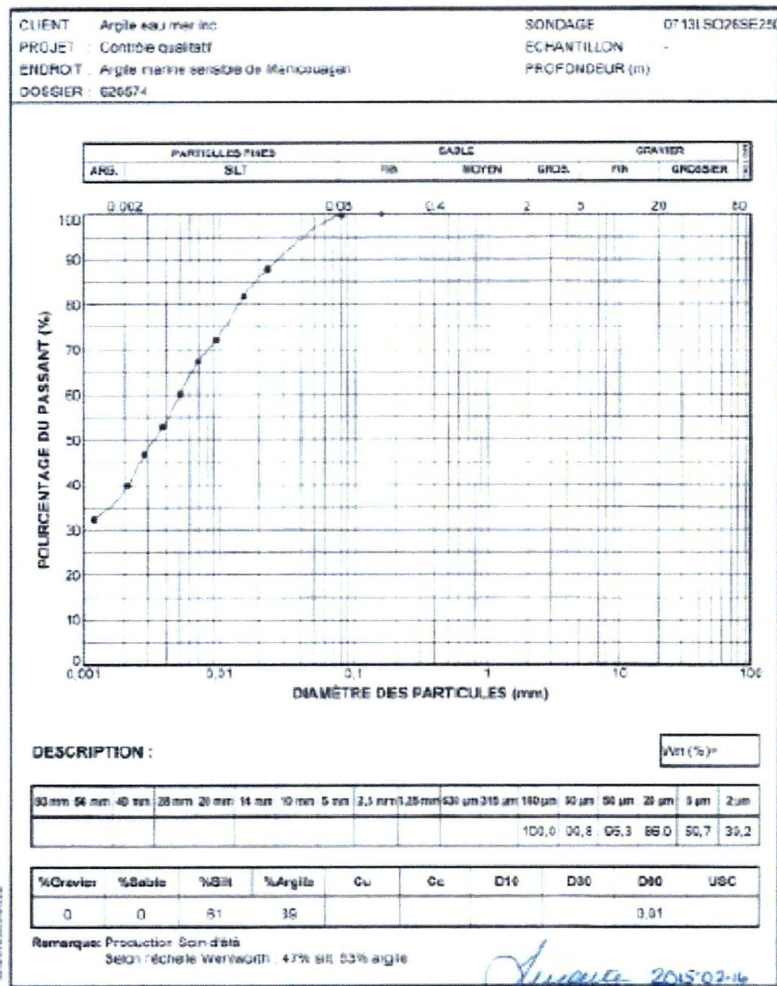
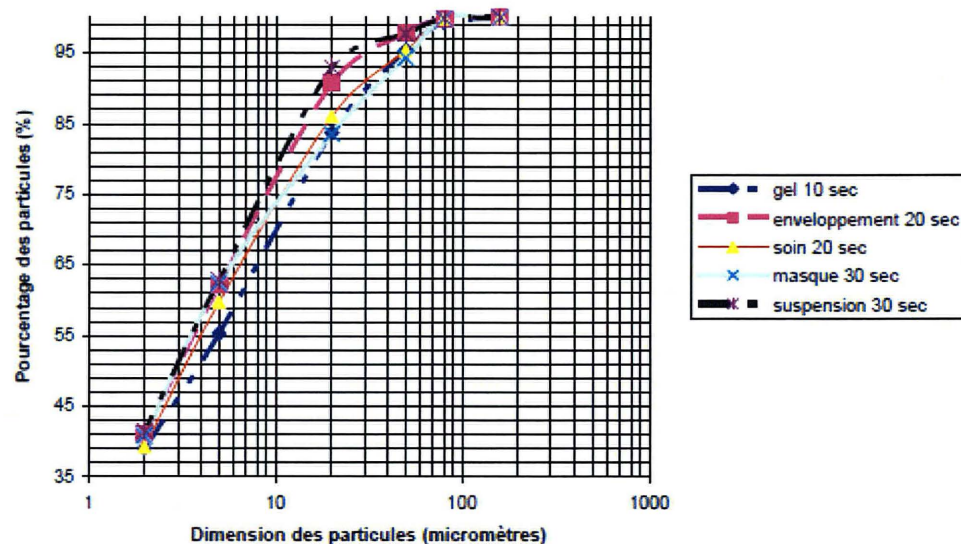


Figure : Analyse granulométrique du masque pour le visage et le buste (gel)

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE



Pourcentage de particules en fonction de leur dimension granulométrique (source Qualitas 2015-02)



2.12.1 Analyses microbiologiques

Des analyses microbiologiques ont été effectuées sur des échantillons des produits à base d'argile marine sensible de Manicouagan (enveloppement corporel, masque pour le visage et le buste, soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes)) par le laboratoire SMi selon la norme USP <61> décrite à la section 2.6.2. Les résultats des analyses montrent que le compte total microbien, ainsi que le compte de levures et de moisissures est plus petit que 10 UFC/g pour le masque pour le visage et le buste (gel), pour l'enveloppement corporel (gel) et que le compte microbien est plus petit que 10 UFC/g pour le soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes) (suspension).

Figure : Analyse granulométrique du soins pour traiter les irritations cutanée (piqûres d'insectes)/suspension (anciennement le soins d'été)



SM
LABORATOIRES
D'ANALYSES
S.M. INC.

2350, Chemin du Lac
Longueuil, Québec J4W 1J8
Tél: (514) 332-8001 Téléc: (514) 332-8088

740, Quai Ouest, 2e étage
Ste-Félicité, Québec J1H 1Z3
Tél: (514) 566-8058 Téléc: (514) 566-0224

3705, boul. Industriel
Ste-Félicité, Québec J1H 1A4
Tél: (514) 566-8850 Téléc: (514) 566-0224

Certificat d'analyse

No M990838, version 2

Émis le: 2015-03-24

Client: **ARGILE EAU MER inc.**
Mme Denise Saulnier
35, rue Principale
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1M0

No client: 10183
Tél.: 418-567-9620
Télex:
No projet: 13617
Bon de commande

Copie conforme

Mme Julie Beaulieu, 35, rue Principale, Pointe-aux-Outardes, Québec G0H 1M0 - Courriel:juliebeaulieu@argileeamer.ca

Projet: Dénombrement microbien selon le USP <61>

Sous-projet: Dénombrement microbien selon le USP

No éch.	Description	Résultat	Unité	Spécifications	Analysé le
2529141	Argile marine sensible de Manicouagan-Masque visage et buste (gel) Lot A4-L54 Prélevé le: 2015-03-10 Par: Mme Sylvie Bouchard Reçu le: 2015-03-12				
	Compte total microbien	<10	UFC/g		2015-03-12
	Levures - Mesures 5 jours - Reprise	<10	UFC/g		2015-03-18

Remarque: Conteneur Permapon
Dénombrement USP - sans test d'inhibition

Méthode d'analyse	Description	Référence externe	Procédure interne
Compte total microbien	Dénombrement	USP <61>	—
Levures - Mesures 5 jours	Dénombrement	USP <61>	—
Levures - Mesures	Dénombrement	USP <61>	—



- Ce certificat ne doit pas être reproduit, émis en entier, sans l'autorisation écrite des Laboratoires d'Analyses S.M. Inc.

- Ce certificat d'analyse est la référence valide en cas de différend avec tout autre document émis.

Les résultats ne se rapportent qu'au sujet soumis à l'essai. (PWA) indique un Paramètre Non Accrédité

- Ce certificat d'analyse est valide et remplacé la version précédente.

- Les échantillons sont conservés pour une période de 30 jours après la date de réception. À moins d'indication contraire, nous disposons donc des échantillons après ce délai.

Page 1 de 1



SM
LABORATOIRES
D'ANALYSES
S.M. INC.

2350, Chemin du Lac
Longueuil, Québec J4W 1J8
Tél: (514) 332-8001 Téléc: (514) 332-8088

740, Quai Ouest, 2e étage
Ste-Félicité, Québec J1H 1Z3
Tél: (514) 566-8058 Téléc: (514) 566-0224

3705, boul. Industriel
Ste-Félicité, Québec J1H 1A4
Tél: (514) 566-8850 Téléc: (514) 566-0224

Certificat d'analyse

No M990842 w, version 1

Émis le: 2015-03-17

Client: **ARGILE EAU MER inc.**
Mme Denise Saulnier
35, rue Principale
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1M0

No client: 10183
Tél: 418-567-9620
Télex:
No projet: 13617
Bon de commande

Copie conforme

Mme Julie Beaulieu, 35, rue Principale, Pointe-aux-Outardes, Québec G0H 1M0 - Courriel:juliebeaulieu@argileeamer.ca

Projet: Dénombrement microbien selon le USP <61>

Sous-projet: Dénombrement microbien selon le USP

No éch.	Description	Résultat	Unité	Spécifications	Analysé le
2529143	Argile marine sensible de Manicouagan (boue)-Enveloppement corporel (Juil 2012) - reconditionné - A4-				
	Prélevé le: 2015-03-10 Par: Mme Sylvie Bouchard Reçu le: 2015-03-12				
	Compte total microbien	<10	UFC/g		2015-03-12
	Levures - Mesures 5 jours	<10	UFC/g		2015-03-12

Remarque: Dénombrement USP sans test d'inhibition.
Conteneur: Pol mapon

Méthode d'analyse	Description	Référence externe	Procédure interne
Compte total microbien	Dénombrement	USP <61>	—
Levures - Mesures 5 jours	Dénombrement	USP <61>	—



- Ce certificat ne doit pas être reproduit, émis en entier, sans l'autorisation écrite des Laboratoires d'Analyses S.M. Inc.

- Ce certificat d'analyse est la référence valide en cas de différend avec tout autre document émis.

Les résultats ne se rapportent qu'au sujet soumis à l'essai. (PWA) indique un Paramètre Non Accrédité

- Ce certificat d'analyse est valide et remplacé la version précédente.

- Les échantillons sont conservés pour une période de 30 jours après la date de réception. À moins d'indication contraire, nous disposons donc des échantillons après ce délai.

Page 1 de 1



SMI

LABORATOIRE
D'ANALYSES
S.M. INC.

250, Chemin du Lac
Longueuil, Québec J4B 1A6
Tél. (514) 333-0300 Téléc. (514) 333-0300

750, Rue Duval, 2e étage
Saint-Roch, Québec J1H 1Z3
Tél. (514) 591-6055 Téléc. (514) 591-6224

3700, Ave. Duval
Saint-Roch, Québec J1H 1A5
Tél. (514) 591-6055 Téléc. (514) 591-6224

Certificat d'analyse

No M906730, version 1

Emissé le: 2015-02-01

Client: **ARGILE EAU MER inc.**

Mme Denise Sautier
35, rue Principale
Pont-de-l'Église, Québec
G0H 1M0

No client: 10185

Tél: 418-557-9520

Télex:

No projet: 13617

Bon de commande:

Copie conforme:

Mme Julie Beaulieu, 35, rue Principale, Pont-de-l'Église, Québec, G0H 1M0 - Courriel: jbeaulieu@argileeau.com.ca

Projet: Décontamination microbienne selon le USP -61 -

Sous-projet: Décontamination microbienne selon le USP

No éch	Description	Résultat	Unité	Spécifications	Analysé le
2540757	Argile marine sensible de Manicouagan - Suspension - No lot: A4-L54 (pot masson)				
	Prélevé le: 2015-03-25 Par: Mme Julie Beaulieu Reçu le: 2015-03-25				
	Compte total microbien	< 10	UFC/g		2015.01.28

Remarque: Délégation USP sans test d'hibition

Méthode d'analyse	Description	Référence externe	Procédure interne
Compte total microbien	Décontamination	USP -61-	-



Charrel Lefebvre, Responsable, Québec

- Ce certificat ne doit pas être reproduit, copié ou émis sans l'autorisation écrite des Laboratoires d'Analyses S.M. inc.
- Ce certificat d'analyse est la référence valide en cas de différend avec tout autre document émis.
- Les résultats de ce rapport s'appliquent uniquement à l'échantillon. - (PM) adapté au Paramètre Non Accrédité
- Les échantillons sont conservés pour une période de 30 jours après le date de réception. 4 mois d'expédition gratuite, nous consulter pour des expéditions après ce délai.

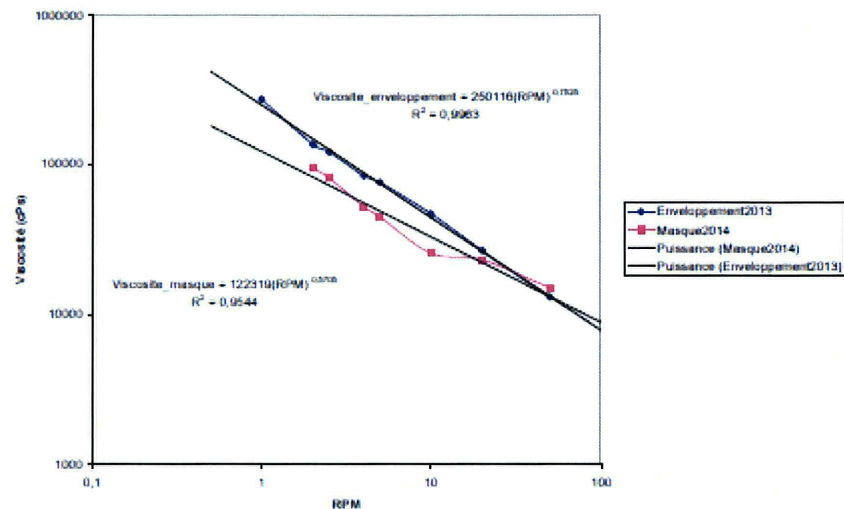
Page 1 de 1

2.13.1 Viscosité

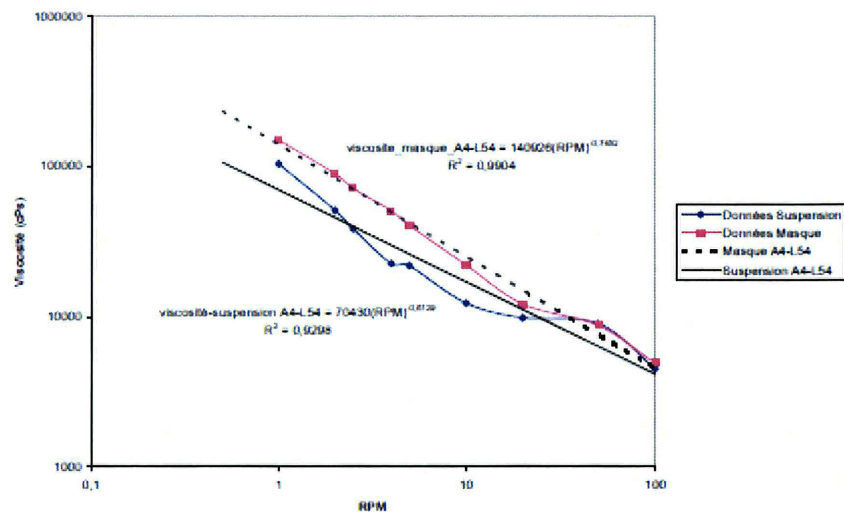
Les mesures de viscosités sont applicables seulement sur l'argile marine de Manicouagan ayant conservé son contenu en eau interstitielle. Cela n'est pas applicable à la poudre d'argile.

Les graphiques suivants présentent les résultats de viscosité obtenus le 18 février 2015 sur un échantillon d'enveloppement corporel à base d'argile marine sensible de Manicouagan (2013), d'un échantillon de masque visage et buste à base d'argile marine sensible de Manicouagan (2014) et d'un échantillon de suspension :

Viscosité en fonction RPM (Enveloppement-Masque)



Viscosité en fonction RPM (Suspension et masque)



3.2. Essais sur des techniques de contrôle de la qualité

Les indicateurs biologiques vendus par les compagnies contiennent des bactéries prédéfinies. Les produits contaminés et expirés d'argile de Manicouagan pourraient être utilisés comme indicateurs biologiques à chaque lot d'autoclave (idéalement contenant toutes les levures, moisissures et bactéries retrouvées dans un produit contaminé). Cela permettrait de valider que les levures, moisissures et bactéries qui peuvent croître dans l'argile sont bien éliminées dans le processus de stérilisation. Toutefois, sans faire une analyse préalable d'un lot expiré, il n'est pas toujours possible de déterminer si le produit est contaminé, car pour le compte microbien, il n'y a pas toujours d'indicateur visuel sur l'argile. Lorsque les indicateurs visuels sont présents, on peut valider s'ils ont été éliminés par le procédé de stérilisation. Les indicateurs visuels possibles sont : taches brunes, taches blanches, taches noires, mousses (roses, ...). Cette idée de stériliser un produit contaminé a été testé une fois avec un lot de 2012 expiré en hiver 2015. Son passage à l'autoclave a permis de le rendre conforme à la norme USP <61> (<10 Cf. point 4 au complet dans pari-DDR8-final FC/g), alors qu'initialement, le compte total microbien s'élevait à plus de 3,600,000 UFC/g. La norme USP <1211> a été consultée, afin de perfectionner l'assurance de la stérilisation des produits (Sterilization & Sterility Assurance of Compendial Articles). Cette norme affirme qu'il n'est pas possible de prendre des échantillons sur chaque produit pour valider leur conformité : elle recommande toutefois des analyses de contrôle de la stérilisation sur 10% du total d'une production de moins de 200 produits.

3.3 Révision du procédé de stérilisation pour éliminer les contaminations potentielles et prolonger la date de péremption des produits

Le Directeur technique du CHU Saint-Justine, M. Martin Cyr, a été contacté, suite à la participation à une visioconférence, afin de chercher une solution pour la stérilisation des pochettes. La conseillère technique et scientifique explique que la pochette ne résiste pas à de grandes températures (théoriquement plus hautes que 90 degrés Celcius). La stérilisation à la chaleur sèche ou étuve, qui se déroule de manière standard à 140 degrés Celcius, pendant au moins 20 minutes ne semble donc pas compatible avec les pochettes, d'autant plus qu'il s'agit d'un cycle pour des matériaux solides : le cycle est donc adéquat pour la poudre, mais non adéquat pour le gel, sauf si on ajuste en conséquence la texture et le pourcentage d'eau avant la stérilisation. La stérilisation à l'autoclave à 121 degrés Celcius à une pression élevée présente aussi une température trop élevée. La pression fait éclater le scellage de la pochette, si cette dernière est complètement fermée. Une solution alternative est de ne pas sceller la pochette. Toutefois cette dernière est marquée très facilement par le grillage du chariot à autoclave. Aucune garantie ne nous permet de conclure que le plastique de la pochette ne se dégrade pas. Le scellage à la sortie devra être testé. La stérilisation par rayons U.V. provoque généralement une réticulation des plastiques et ne semble donc pas une solution. Monsieur Cyr réfère à Monsieur Jalel Agmi, expert sur le plan de la stérilisation au CHU de Sainte-Justine. Il conseille la stérilisation au peroxyde d'hydrogène, qui se déroule à basse température (55 degrés Celcius), solution privilégiée pour la stérilisation des endoscopes en plastiques sensibles à la température. Trois fabricants sont suggérés : SciCan, Johnson and Johnson, ainsi que Stéris. Toutefois ces appareils valent entre 75 000\$ et 150 000\$, cela n'est pas une solution abordable pour la

pme. Le département de génie biomédical de l'hôpital Le Royer a été contacté, afin de déterminer si l'appareil serait disponible en région. Une réponse est attendue. L'irradiation aux rayons gamma ne semble pas une solution préconisée par Santé Canada. Conclusion : la désinfection des pochettes fonctionne pour de petites productions. Toutefois, pour des lots de plus de 100 pochettes, des contaminations ont été trouvées dans les pochettes, ce qui laisse penser que le délai entre la désinfection et le remplissage des pochettes est trop long, malgré le fait que les pochettes soient en-dessous des filtres HEPA. Une autre hypothèse : Le bac d'alcool a aussi montré une couleur et des résidus laissant penser qu'il faudrait changer l'alcool plus fréquemment. Des échantillons de bouteilles sans air en polypropylène pourraient être stérilisées à l'autoclave afin d'évaluer si elles pourraient remplacer les pochettes. Un plan alternatif est d'utiliser les pots en verre en inventaire à l'entreprise afin de s'assurer qu'aucune contamination ne se trouve dans les produits. Des recherches pour des sacs autoclavables en polypropylène sont aussi effectuées pour stériliser des plus grandes quantités dans un même contenant. Des essais de stérilisation ont été faits à l'autoclave avec les bouteilles en polypropylène et doivent se poursuivre.

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 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, poursuivre l'inventaire des 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 ET MÉDIAGRAPHIE

- Rapports des chargés de projets
- Factures
- Photos
- Résultats des tests et des études
- Preuves de paiement
- Feuilles de temps
- Médiagraphie et explication de la nature de la recherche
- Rapport d'étape

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
- ✍ Chantal Létourneau, microbiologiste, SMI
- ✍ Linda Morissette, Qualitas-SNC-Lavalin, Baie-Comeau



**Rapport sur la conception d'un procédé pilote d'extraction de
l'argile sensible de Manicouagan.**



Suite du programme ECH10PP6. Programme ECH11PPE7, 31 pages, année 2015 par Denise Saulnier, Maîtrise Phi.sc., PDG, directrice des programmes.

157 1459 -



6.11 Rapport faisant suite au programme ECH10PPE6. Programme ECH11PPE7: Conception d'un procédé pilote d'extraction de l'argile marine sensible et échantillonnage.

Préparé et rédigé par Denise Saulnier, Coordonnatrice des programmes pour l'année 2015 et Succession Denise Saulnier, avec la collaboration de Philippe Mimeault, adjoint à la direction

RAPPORT D'ÉTAPES DU 1^{er} JANVIER 2015 AU 31 DÉCEMBRE 2015

Par : Philippe Mimeault, adjoint à la direction

Bureau de vente / Sales office
Tél. : (418) 567-9620
Infos@argileeaumer.ca
philippemimeault@argileeaumer.ca

Gisement et siège social / Deposit et installations
Tél. : (418) 567-9620
164 Chemin de la baie, Pointe-aux-Outardes
(Québec) Canada G0H 1H0

www.argileeaumer.ca

TABLE DES MATIÈRES : DESCRIPTION TECHNIQUE

1. INTENTION DU PROJET RS&DE : OBJECTIFS SCIENTIFIQUES OU TECHNOLOGIQUES	P. 4
1.1 Contexte du projet	
1.2 Démarches et actions initiales	
1.3 Intention de résoudre un problème technologique	
1.4. Limites de la technologie ou des connaissances disponibles : problèmes et incertitudes	
1.5 Améliorations / Cibles escomptées	
1.6 Solutions / hypothèses à développer et à valider	
2. DESCRIPTION DES TRAVAUX	P. 9
2.1 Description synthétique du travail mensuel accompli	
2.2 Description du travail du personnel impliqué dans le projet RS&DE	
3. RÉSULTATS 2015	P.20
3.1. Résultats quant aux recherches et aux essais sur les extractibles	
3.2 Mise à jour de la qualification du bloc ressources : composantes de l'argile marine	
3.3 Essais avec la pompe 12 volts	
4. RECOMMANDATIONS	P.30
4.1 Changer les conditions des essais mais les réaliser selon les étapes préalables suivantes	
4.2 Poursuivre l'objectif ultime qui est de	
5. RENSEIGNEMENTS ET MÉDIAGRAPHIE	P.31

Sommaire technique T-661

RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX DU PROJET RS&DE

Code de projet : ECH10 PPE6

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

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

Date de début du projet: Décembre 2008

Date de fin du projet présumée : Décembre 2020

Tél. : 418-567-9620

Courriel : infos@argileeaumer.ca

DESCRIPTION TECHNIQUE

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

1.1 Contexte du projet

Depuis 5 ans, l'entreprise Argile eau mer souhaite développer un procédé pilote 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 inter litées de sable et d'argile ainsi que le sable. Il s'agit d'un procédé en circuit fermé sans contaminations externes et internes. 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 ainsi que des couches intermédiaires qui sont visées pour être extraites pour la fabrication de produits cosmétiques et thérapeutiques.

La nature thixotrope et rhéo épaisissante 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. On doit donc la valoriser à partir de ses composantes internes et concevoir le procédé qui lui gardera 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 maintenant se fait à la pelle mécanique et comporte plusieurs désavantages tels que :

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

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

En effet, cette argile a des propriétés thérapeutiques dans la partie solide et liquide. Ces propriétés doivent être conservées dans le traitement et il ne doit pas y avoir de contaminations particulièrement pour les produits cosmétiques et thérapeutiques. De plus après l'échantillonnage, l'argile est traitée par stérilisation à la vapeur. On doit également inventorier des manières de conserver les produits après la 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 d'extraction et de fabrication relève de Santé-Canada qui émet une licence d'exploitation quand les bonnes pratiques de fabrication sont respectées.

Des forages ont été effectués en 2009 pour qualifier un bloc de ressources. Trois puits d'eau ont été alors installés permettant d'avoir accès et de distinguer l'eau de tourbières, l'eau glaciaire et l'eau de mer des eaux interstitielles. En 2011, un schéma de procédé intermédiaire a été proposé par une firme d'ingénieurs.

1.3 Intention de résoudre un problème technologique

Les incertitudes technologiques à long terme sont relatives à un procédé pilote d'extraction par pompage ou succion pour éliminer, à la source, les contaminations qui viennent de l'air et du sol. Des facteurs inconnus quant à la liquéfaction constante lors du pompage et de la succion, le degré de viscosité et de liquidité à maintenir pour pouvoir pomper ainsi que la quantité d'eau de tourbière à éliminer pour pouvoir effectuer les travaux et le poids de l'argile s'ajoutent aux incertitudes technologiques à résoudre. La sécurité des travaux est aussi mise en cause du fait que les équipements doivent être installés sur un terrain mouvant, de l'argile liquide. De plus, la qualification d'un bloc de ressource basée sur les résultats des analyses des composants de l'argile marine et de ses eaux constitutives doit être certifiée par un géologue sénior pour évaluer l'homogénéité des quantités sur une période de 25 à 50 ans avant d'installer le procédé. Un rapport des travaux doit être fait à chaque année. Faute de capital, le procédé doit se réaliser progressivement. Les incertitudes technologiques rencontrées en 2015 concernent l'activité biologique des résidus forestiers (mélèze et aulne crispé) prélevés sur les titres miniers (claims) ayant des propriétés anti-oxydantes pour les incorporer à l'argile afin de faire des formulations de produits de santé naturels et de soins corporels. D'autres incertitudes demeurent quant aux possibilités de faire des formulations de produits avec l'eau de tourbières, les extraits de biomasse forestière et de l'argile. Outre les puits d'eaux qui nécessitent un vidange constant pour vérifier leur fonctionnement et la qualité des eaux, des extractions d'argile dans les réservoirs sur le site d'extraction et à l'usine ainsi que des pompages d'eaux doivent être faites régulièrement. La granulométrie, le niveau de liquidité, le PH et la viscosité doivent être homogènes. Des analyses comparatives entre l'argile entreposée dans le grand réservoir à l'usine et entre les quatre types d'eaux constitutives du gisement: l'eau interstitielle, l'eau de tourbière, l'eau glaciaire et l'eau de mer laissent entrevoir la levée de cette incertitude. Des experts en hydrogéologie devront être consultés à cet effet. Pour l'installation progressive du procédé, une première phase consiste à poursuivre l'analyse de la possibilité de concevoir, fabriquer et mettre en place sur le site d'extraction un réservoir en argile durcie pour remplacer celui qui est défectueux. Des produits sont en cours de développement à cet effet. De plus, des démarches pour améliorer l'accès au site de prélèvement de l'eau glaciaire contribueront aussi à faciliter les opérations avant la mise en place finale du procédé.

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

Avant d'installer un procédé pilote, on doit préalablement faire des essais expérimentaux afin d'étudier le degré de viscosité, le degré de liquidité, la reproduction du pompage, la nature rhéo-épaississante de l'argile en relation avec le colmatage des pompes ainsi que le type de pompe à adapter. Si on réussit à éliminer les bactéries aérobies liées à l'air ainsi que la tourbe, le sable et les eaux dans le sol pour parvenir à l'argile telle qu'elle s'est déposée, il faudra que les conditions de transport et d'entreposage soient elles aussi exemptes de contaminations. De plus, il faut organiser un bloc électrique sur place pour faire fonctionner l'ensemble, ce qui s'avère très coûteux.

En attendant, on doit donc éliminer ces contaminations progressivement à l'usine. Même si on voulait mettre en place un procédé plus simple, les conditions pour le réaliser sont les mêmes parce qu'elles sont liées à la nature de l'argile et à celles du terrain. Il faut donc surmonter ces obstacles par des moyens intermédiaires et en y allant étapes par étapes. Le tracé de chemin d'accès foulé et tapé constitue une avancée. De même, l'extracteur d'argile dans un réservoir a aussi levé des obstacles en ce qu'il nous permet d'avoir accès à la matière pour avoir des échantillons. Le transport des eaux constitutives puisées représente également des contraintes à surmonter même si on peut y avoir accès l'hiver en vidangeant les puits et en pompant les eaux avec une pompe et une génératrice montée sur une motoneige. Cette manière de procéder à l'artisan nécessite beaucoup de travail et à long terme une perte de rentabilité. Des chemins pour que des véhicules lourds puissent circuler à l'année doivent donc être réalisés.

1.5. Améliorations / Cibles escomptées

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

Un procédé pilote qui respecterait la pureté et l'ensemble des composants naturels du gisement sans contamination comporte des aspects innovateurs en soi. L'avancée technologique finale sera atteinte lorsque ce procédé sera installé. Il est important de procéder étapes par étapes pour faire avancer progressivement son installation qui nécessite des investissements majeurs. Les recherches entreprises pour analyser l'activité biologique des résidus forestiers (mélèze et aulne crispé) prélevés sur les titres miniers (claims) et ayant des propriétés anti-oxydantes sont déjà très prometteuses. Une formulation innovante combinant l'eau de tourbière, l'argile et les résidus forestiers permet d'entrevoir un grand potentiel pour les parfumeries et l'industrie cosmétique. La poursuite des recherches dans cette direction constituerait une avancée technologique importante. La qualification qualitative et quantitative d'un bloc de ressources homogène d'argile et des eaux liées et non liées par rapport à l'ensemble de leurs composants internes fait aussi partie des avancements recherchés. La poursuite des analyses comparatives entre les quatre types d'eaux et l'argile échantillonnée permet d'entrevoir de multiples produits de santé 100% naturels d'origine marine sans ajout d'ingrédients et de conservateurs qui traitent les vivants. La provenance de ces ressources issues d'un territoire unique exempt de pollution et reconnu par l'UNESCO comme réserve mondiale de la biosphère ajoute de l'intérêt pour le marché. Une continuité de recherche dans cette direction représenterait une avancée majeure. Comme la méthode d'extraction visée est sans trace, tant les produits que la façon de les obtenir sont innovateurs. Les essais pour durcir l'argile afin d'en faire un réservoir sur le site représenterait également une avancée technologique en ce qu'il pourrait mettre l'argile en réserve et à l'abri des contaminations en faisant progresser l'installation du procédé. Des moyens intermédiaires comme l'extracteur, l'amélioration de l'accès au site d'extraction, aux puits d'eau et ce réservoir nous permettent de faire des développements avant l'atteinte de l'objectif final.

Environnement technologique : expérience industrielle courante - problèmes et possibilités.

Les argiles sensibles sont connues par les géotechniciens en raison des problèmes qu'elles posent lors de travaux en ingénierie des sols. Ces connaissances géotechniques ont été développées par des théoriciens norvégiens. Des hypothèses pour expliquer la rhéologie et la sensibilité existent mais elles n'ont pas été confirmées. De plus, ces argiles sensibles ne sont pas connues par rapport aux usages en santé/beauté humaine, animale et végétale et à notre connaissance, elles n'ont jamais été utilisées mondialement pour de tels usages. Or, le traitement industriel lors de l'extraction et de la fabrication de produits doit être conçu par rapport à ces usages. Comme c'est une première, il n'existe pas de modèles auxquels 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 ces 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, Argile

eau mer recourt à ces experts, aux centres de recherches universitaires et privés. La société veut aussi étendre sa propriété intellectuelle au-delà des marques de commerce qu'elle possède.

2. DESCRIPTION DES TRAVAUX

2.1. Description synthétique du travail mensuel accompli

JANVIER:

Le rapport final de l'année 2014 est préparé dans une réunion d'équipe. Un suivi du projet d'extraction de la bio ressource tourbeuse est effectué : des écorces du bois et des fruits d'aulne crispé ont été préparés et envoyés au CRIQ. On procède à l'entretien du site d'échantillonnage et des puits et la préparation de l'échantillonnage des eaux. Une réunion a servi à planifier le travail de l'année 2015. Rédaction du rapport final du programme sur l'échantillonnage et le procédé d'extraction de l'année 2014.

FÉVRIER :

Dans le projet extractible de bio ressource de tourbe, 20 kg d'écorces de mélèze sont extraits dans les terrains proches du site d'extraction de l'argile. Les échantillons sont préparés de la façon suivante : les mélèzes sont d'abord coupés, transportés à l'usine et écorcés avec des outils. Les tâches d'entretien du site d'extraction et des puits d'eaux sont faites.

MARS :

Dans le projet extractible de bio ressource de tourbe, 20 kg d'écorces et d'aiguilles de mélèze sont extraits dans les terrains proches du site d'extraction de l'argile et envoyé au CRIQ. De plus, le CRIQ a effectué 3 essais d'extraction d'écorces d'aulne en laboratoire. Analyse du rapport. Réunions de suivi concernant les tâches décrites ci-dessus. Les tâches d'entretien du site d'extraction et des puits d'eaux sont faites.

AVRIL :

L'entretien du site d'exploitation et le vidangeage des puits d'eaux ont été faits. Dans le projet extractible de bio ressource, le CRIQ a effectué 3 essais d'extraction des fruits de l'aulne crispé en laboratoire. Les rendements en extraits sont différents pour les fruits de l'aulne de ceux des écorces d'aulnes. La teneur en phénols totaux dans les extraits d'aulne a été évaluée. Analyse du rapport. Réunions de suivi concernant les tâches décrites ci-dessus. Demandes de clarification.

MAI :

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail.

Suivi du projet extractible : le CRIQ a fait une mise à jour sur plusieurs brevets pour l'aulne et pour le mélèze. Poursuite des essais sur le durcissement de l'argile. Poursuite de la recherche d'un nouveau réservoir pour remplacer le réservoir défectueux sur le site d'extraction. Préparation et réalisation de 60 kg d'échantillonnage en vrac dans le réservoir sur le site d'extraction.

JUIN :

Recherche sur les titres miniers (claims) du secteur Ouest pour préparer un relevé des bio-ressources (extractibles). Dans le projet extractible de bio ressource, 3 essais d'extraction d'écorces de mélèze ont été effectués par le CRIQ en laboratoire et leurs rendements en extraits sont évalués. Analyse du rapport.

JUILLET :

Recherche sur les titres miniers (claims) du secteur Est pour préparer un relevé des bio-ressources (extractibles). Dans le projet extractible de bio ressource, 3 essais d'extraction d'aiguilles de mélèze jaunies et 3 essais d'extraction d'aiguilles de mélèzes fraîches ont été effectués par le CRIQ en laboratoire. Les teneurs en phénols totaux dans les extraits pour les écorces de mélèzes préparés en juin ont été analysées. Les teneurs maximales en pro anthocyanidines dans les extraits d'écorces de mélèzes et les extraits d'aiguilles vertes de mélèze ont été déterminées. Analyse du rapport. L'entretien du site d'exploitation et le vidangeage des puits d'eaux ont été faits. De plus, des essais ont été faits avec la pompe 12V pour le vidangeage des puits.

AOÛT :

Poursuite des recherches sur les titres miniers (claims) du secteur Centre pour préparer un relevé des bio-ressources (extractibles) Dans le projet extractible de bio ressource, 1 essai d'extraction des fruits de l'aulne séchés a été effectué par le CRIQ en laboratoire. Les teneurs en phénols totaux dans les extraits d'aiguilles de mélèzes vertes, les aiguilles de mélèzes jaunes et les fruits de l'aulne ont été évaluées, ainsi que les teneurs maximales en pro anthocyanidines dans les extraits d'aiguilles jaunes du mélèze. Une revue des brevets pour les mélèzes a été complétée au cours du mois d'août. 2 brevets ont été sélectionnés pour une étude plus approfondie par l'agent de brevet. Analyse du rapport. Poursuite des recherches sur les eaux de tourbière pour qualifier davantage leurs propriétés anti-oxydantes.

SEPTEMBRE:

Bris du four pour le durcissement de l'argile. Arrêt des essais. Travaux pour améliorer le chemin d'accès au site d'eau glacière. Le CRIQ a débuté une recherche d'étude de marché portant sur l'utilisation des polyphénols.

OCTOBRE :

Poursuite des travaux pour améliorer le chemin d'accès au site d'eau glacière. L'entretien du site d'exploitation et le vidangeage des puits d'eaux ont été faits. De plus, des essais ont été faits avec la pompe 12V pour le vidangeage des puits avec un système de filtration. Recherche de pièces pour la réparation du four utilisé pour le durcissement de l'argile. 388 litres d'eau glacière sont extraites.

NOVEMBRE :

Travail en équipe pour mettre à jour les fiches techniques et les procédures opératoires du procédé pilote d'extraction. 200 kg d'argile sont extraits dans le réservoir sur le site d'extraction pour des analyses comparatives du Ph, de la liquidité, de la viscosité avec l'argile du réservoir à l'usine.

DÉCEMBRE:

L'entretien du site d'exploitation et le vidageage des puits d'eaux ont été faits. Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunion pour préparer la fermeture temporaire de janvier à mai 2016. Pour la reprise des activités en mai 2016, préparation du cahier des charges, des fiches techniques afin de fournir les données exactes pour le renouvellement de la licence d'exploitation en juin 2016.

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

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JANVIER 2015																															Nombre heures	Payées
Description du programme	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																
ECH 11-PPE7	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 Julie Beaulieu				2																												2	45,83 \$
Travail de Jean-Claude Deroy				2														8	2													12	201,75 \$
Travail de Philippe Mimeault				2		4												8	8	8												30	662,79 \$
Travail de Denise Saulnier				2														8	8	8												26	861,74 \$
TOTAL	0	0	0	0	8	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24	18	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	70	1 772,12 \$

JANVIER :

Semaine du 5 au 12

Le rapport final de l'année 2014 est préparé dans une réunion d'équipe.
PM fait le suivi du projet d'extraction des bio-ressources tourbeuses.

Semaine du 19 au 24

L'entretien du site d'échantillonnage et des puits et la préparation de l'échantillonnage des eaux ont été faits par JCD et PM. Une réunion a servi à planifier le travail de l'année 2014.

PM et DS finalisent le rapport du programme sur l'échantillonnage et le procédé d'extraction de l'année 2014.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS FÉVRIER 2015																												Nombre heures	Payées
	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																													
Description du programme	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		
ECH 11-PPE7	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		2						8																					10	220,00 \$
Travail de Jean-Claude Deroy		2						8	2						2														14	263,62 \$
Travail de Philippe Mimeault		2						8	8						8	8													34	646,00 \$
Travail de Denise Saulnier		2						8	8																				18	656,25 \$
TOTAL	0	8	0	0	0	0	0	32	18	0	0	0	0	0	10	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	76	1 785,87 \$

FÉVRIER :

Semaines du 1 au 16

Dans le projet extractible de bio ressources de tourbe 20 kg d'écorces de mélèze sont extraits dans les terrains proches du site d'extraction de l'argile. Le travail d'extraction se fait en équipe pour que tout soit noté avant l'envoi au CRIQ. Les échantillons sont préparés de la façon suivante : les mélèzes sont d'abord coupés et séparés en morceaux par PM et JCD.

JB et DS transportent les morceaux et les placent dans un traineau attaché à une motoneige. PM amènent ensuite le traineau au chemin. Tous retransportent les morceaux dans un camion pour être amené à l'usine. PM et JCD déchargent le camion et préparent l'écorchage. PM fait une recherche pour les outils adaptés. DS décrit le travail effectué dans le cahier des charges.

Semaine du 16 au 20

Les mélèzes sont écorcés par PM et JCD avec les outils appropriés.
Les échantillons d'écorce sont ensuite préparés pour être envoyés au CRIQ.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MARS 2015																																Nombre heures	Payées	
Description du programme	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																		
ECH 11-PPE7	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		2																																2	44,00 \$
Travail de Jean-Claude Deroy		2																													6			8	150,64 \$
Travail de Philippe Mimeault		2																																2	38,00 \$
Travail de Denise Saulnier		2																													4	4		10	364,58 \$
TOTAL	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	10	4		22	597,22 \$	

MARS:

Semaines du 1er au 9

Suivi du projet extractible. Réunion/rencontre.
Réunions de suivi concernant les tâches à effectuer.

Semaine du 30 et 31

Entretien des puits par JCD et PM. DS fait le rapport mensuel et une planification des tâches est effectuée pour les prochains mois.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS AVRIL 2015																															Nombre heures	Payées	
Description du programme	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																	
ECH 11-PPE7	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 Jean-Claude Deroy			2			8	5						8	5					8								8						44	941,50 \$
Travail de Philippe Mimeault			2			8	5						8	5					8								8						44	950,00 \$
Travail de Denise Saulnier					3		2		6			1		1	1	4					1	1								1			21	522,02 \$
TOTAL	0	0	4	0	0	19	10	2	0	6	0	0	17	10	1	1	4	0	0	16	0	1	1	0	0	0	16	0	1	0	0		109	2 413,52 \$

AVRIL:

Semaines du 1er au 18

PM et JC : Travail d'entretien du site d'exploitation et du vidage des puits d'eaux.

Dans le projet extractible de bio-ressources, le CRIQ a effectué 3 essais d'extraction des fruits de l'aulne crispé en laboratoire. Les rendements en extraits sont différents pour les fruits de l'aulne de ceux des écorces d'aulnes. La teneur en phénols totaux dans les extraits d'aulne a été évaluée. Analyse du rapport.

Semaines du 19 au 30

PM et JCD : Poursuite de l'entretien du site d'exploitation du vidangeage des puits d'eaux.

Réunions de suivi concernant les tâches décrites ci-dessus.

DS demande une clarification au CRIQ sur leur rapport.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS MAI 2015																															Nombre heures	Payées		
Description du programme	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																		
ECH 11-PPE7	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					2					1		1	1	1						2	1													9	198,00 \$
Travail de Sylvie Bouchard					2																1									3				6	97,50 \$
Travail de Jean-Claude Deroy	8			4	2	4	8	8			4	4	4				4	4	4	4	8				4	4	4	8	8					98	1 757,47 \$
Travail de Claude Saulnier				4	2	4					4	8	4				4	8			4					6	8	4						60	1 050,00 \$
Travail de Philippe Mimeault				1	2												1	1										4	2	2				13	235,24 \$
Travail de Denise Saulnier	2			2	2	3		2					2						4	5	2	1	2			1	2	4					34	885,42 \$	
TOTAL	10	0	0	11	12	11	8	10	0	1	8	13	11	2	1	0	0	12	19	8	5	14	0	0	11	14	16	10	13	0	0	220	4 223,62 \$		

MAI :

Semaines du 1er au 16

Retour des employés saisonniers. Réunion d'équipe pour la mise à jour et la réorganisation du travail.

DS, JB et PM : Suivi du projet extractible : le CRIQ a fait une mise à jour sur plusieurs brevets pour l'aulne et pour le mélèze. Analyse des mises à jour.

JCD et CS : Poursuite des essais sur le durcissement de l'argile.

Semaines du 17 au 30

JCD et CS : Poursuite de la recherche d'un nouveau réservoir pour remplacer le réservoir défectueux sur le site d'extraction. Préparation et réalisation de 60 kg d'échantillonnage en vrac dans le réservoir sur le site d'extraction.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUIN 2015																														Nombre heures	Payées	
	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																
Description du programme	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			
ECH 11-PPE7	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											1							2													3	58,67 \$	
Travail de Sylvie Bouchard																													2		2	29,55 \$	
Travail de Jean-Claude Deroy								8	4	4	4				8			4					4	6	6			6	6	60	1 059,19 \$		
Travail de Claude Saulnier							8	8							8	8							4								36	490,00 \$	
Travail de Philippe Mimeault		3	1	1			1		1										2							1			1	1	12	207,27 \$	
Travail de Denise Saulnier	5	6	2											4								4	1						4	26	646,31 \$		
TOTAL	5	9	3	1	0	0	0	9	16	5	5	4	0	0	12	16	2	0	6	0	0	4	0	9	6	7	0	0	13	7	0	139	2 490,98 \$

JUIN :

Semaines du 1 au 30

JC et CS : Recherche sur les titres miniers (claims) du secteur Ouest pour préparer un relevé des bio-ressources (extractibles de mélèzes et aulnes crispés).

Entrée des données par PM.

DS : Dans le projet extractible de bio ressource, 3 essais d'extraction d'écorces de mélèze ont été effectués par le CRIQ en laboratoire et leurs rendements en extraits sont évalués. Analyse du rapport et demande de clarifications.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS JUILLET 2015																															Nombre heures	Payées	
	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																	
Description du programme	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			
ECH 11-PPE7	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V			
Travail de Julie Beaulieu	1								2							4						3	4										14	352,00 \$
Travail de Sylvie Bouchard												2					2																4	70,65 \$
Travail de Jean-Claude Deroy	5														4	6	8					1	8					8	8	8			56	1 185,27 \$
Travail de Claude Saulnier	4																				2	4					8	8	4			30	680,56 \$	
Travail de Philippe Mimeault			1			1		2	5	3			3																				15	326,09 \$
Travail de Denise Saulnier		2	3				4	2								4				3					3		2			3		26	618,21 \$	
TOTAL	10	2	4	0	0	1	4	4	7	3	0	0	5	0	4	14	10	0	0	3	3	15	4	3	0	0	18	16	12	3	0	145	3 232,77 \$	

JUILLET :

Semaines du 1 au 18

JC et CS : Recherche sur les titres miniers (claims) du secteur Est pour préparer un relevé des bio-ressources (extractibles de mélèzes et aulnes crispés).

JCD et PM : L'entretien du site d'exploitation et le vidangeage des puits d'eaux ont été faits. De plus, des essais ont été faits avec la pompe 12V pour le vidangeage des puits.

DS : Dans le projet extractible de bio ressource, 3 essais d'extraction d'aiguilles de mélèze jaunies et 3 essais d'extraction d'aiguilles de mélèzes fraîches ont été effectués par le CRIQ en laboratoire. Les teneurs en phénols totaux dans les extraits pour les écorces de mélèzes préparés en juin ont été analysées. Les teneurs maximales en pro anthocyanidines dans les extraits d'écorces de mélèzes et les extraits d'aiguilles vertes de mélèze ont été déterminées. Analyse le rapport.

Semaine du 19 au 31

DS et JB : Poursuite de l'analyse du rapport.

Titres des programmes		FEUILLE DE TEMPS AOÛT 2015																														Nombre heures	Payées			
Description du programme		Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																		
ECH 11-PPE7		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																																			0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard																			2																2	59,09 \$
Travail de Jean-Claude Deroy											2	4	8	8	8				8		4	2												44	776,74 \$	
Travail de Claude Saulnier					6	4				2																									12	188,46 \$
Travail de Philippe Mimeault				3	2			2				5																							12	436,36 \$
Travail de Denise Saulnier															3																				8	208,33 \$
TOTAL		0	0	3	8	4	0	2	0	0	4	9	8	8	11	0	0	10	0	4	2	0	0	0	0	0	0	1	2	2	0	0	0	78	1 668,99 \$	

AOÛT :

Semaines du 1 au 31

JCD et CS : Poursuite des recherches sur les titres miniers (claims) du secteur Centre pour préparer un relevé des bio-ressources (extractibles) et entrée des données.

PM : Poursuite des recherches sur les eaux de tourbière pour qualifier davantage leurs propriétés anti-oxydantes.

D.S. : Dans le projet extractible de bio ressource, 1 essai d'extraction des fruits de l'aulne séché a été effectué par le CRIQ en laboratoire. Les teneurs en phénols totaux dans les extraits d'aiguilles de mélèzes verts, les aiguilles de mélèzes jaunes et les fruits de l'aulne ont été évaluées ainsi que les teneurs maximales en pro anthocyanidines dans les extraits d'aiguilles jaunes du mélèze. Une revue des brevets pour les mélèzes a été complétée au cours du mois d'août. 2 brevets ont été sélectionnés pour une étude plus approfondie par l'agent de brevet. Analyse du rapport.

Titres des programmes		FEUILLE DE TEMPS SEPTEMBRE 2015																														Nombre heures	Payées			
Description du programme		Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																		
ECH 11-PPE7		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 Julie Beaulieu								1	1	1																									3	180,13 \$
Travail de Sylvie Bouchard																							5												5	73,86 \$
Travail de Jean-Claude Deroy		4	3	8	8			6	8	8	8	8			8	8	8	5																	90	1 540,64 \$
Travail de Claude Saulnier		4	3																																7	106,52 \$
Travail de Philippe Mimeault											3											2				2	4								11	200,00 \$
Travail de Denise Saulnier					5																														5	195,31 \$
TOTAL		8	6	8	13	0	0	7	9	9	11	8	0	0	8	8	8	5	0	0	0	7	0	0	2	4	0	0	0	0	0	0	121	2 296,46 \$		

SEPTEMBRE :

Semaines du 1 au 30

CS : Arrêt des essais pour le durcissement de l'argile : bris du four.

JCD et PM : Travaux pour améliorer le chemin d'accès au site d'eau glacière.

DS : Consultation de la recherche d'étude de marché portant sur l'utilisation des polyphénols amorcée par le CRIQ.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS OCTOBRE 2015																															Nombre heures	Payées	
	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																	
Description du programme	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			
ECH 11-PPE7	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 Julie Beaulieu																																	0	- \$
Travail de Sylvie Bouchard								2																									2	37,54 \$
Travail de Jean-Claude Deroy					8	8	3	4	3			4	6	6												4	4	5	8	8		71	1 549,25 \$	
Travail de Claude Saulnier					6																												6	131,90 \$
Travail de Philippe Mimeault					8		3	4	3			2														4	4	5				33	750,00 \$	
Travail de Denise Saulnier					3			4	2			1														3	2	4	4			23	628,91 \$	
TOTAL	0	0	0	0	25	8	6	14	8	0	0	7	6	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	11	10	14	12	8	0	135	3 097,59 \$	

OCTOBRE :

Semaine du 1er au 31

JCD et PM : Poursuite des travaux pour améliorer le chemin d'accès au site d'eau glacière. L'entretien du site d'exploitation et le vidangeage des puits d'eaux ont été faits. De plus, des essais ont été faits avec la pompe 12V pour le vidangeage des puits avec un système de filtration. 388 litres d'eau glacière sont extraites.

CS : Recherche de pièces pour la réparation du four utilisé pour le durcissement de l'argile.

DS : Planification et supervision du travail.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS NOVEMBRE 2015																															
Description du programme	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																															
ECH 11-PPE7	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	Nombre heures	Payées
	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																															0	-
Travail de Sylvie Bouchard																												2			2	32,23 \$
Travail de Jean-Claude Deroy			4	5	6	3																									18	333,43 \$
Travail de Claude Saulnier																															0	-
Travail de Philippe Mimeault					2	1						1							3	2				3	6						18	342,86 \$
Travail de Denise Saulnier					3	1					2	2							3												11	286,46 \$
TOTAL	0	4	5	6	8	2	0	0	0	0	0	2	3	0	0	0	0	0	6	2	0	0	0	3	6	0	2	0	0	0	49	994,97 \$

NOVEMBRE :

Semaine du 1er au 30

JCD et PM : 200 kg d'argile sont extraits dans le réservoir sur le site d'extraction pour des analyses comparatives du Ph, de la liquidité, de la viscosité avec l'argile du réservoir à l'usine.

Travail en équipe pour mettre à jour les fiches techniques et les procédures opératoires du procédé pilote d'extraction.

Titres des programmes	FEUILLE DE TEMPS DÉCEMBRE 2015																																
Description du programme	Échantillonnage 11 et procédé pilote d'extraction 7																																
ECH 11-PPE7	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	Nombre heures	Payées
	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																																0	-
Travail de Sylvie Bouchard	2						2							2							2				2							10	222,63 \$
Travail de Jean-Claude Deroy	2			4			2	3	1	2	2		2			1	1	4			2	3	4	3	2							38	972,50 \$
Travail de Claude Saulnier	2						2						2								2											8	199,22 \$
Travail de Philippe Mimeault	2			4			2	2			4		2					2			2	4			2							26	684,21 \$
Travail de Denise Saulnier																																0	-
TOTAL	8	0	0	8	0	0	8	5	1	2	6	0	0	8	0	1	1	6	0	0	8	7	4	5	4	0	0	0	0	0	0	82	2 078,56 \$

DÉCEMBRE :

Semaine du 1er au 31

JCD et PM : L'entretien du site d'exploitation et le vidangeage des puits d'eaux ont été faits.

Réunions d'équipe pour faire le bilan de l'année afin de préparer le rapport annuel. Réunion pour préparer la fermeture temporaire de janvier à mai 2016. Pour la reprise des activités en mai 2016, préparation du cahier des charges, des fiches techniques afin de fournir les données exactes pour le renouvellement de la licence d'exploitation en juin 2016.

3. RÉSULTATS 2015

3.1 Résultats quant aux recherches et aux essais sur les extractibles

Le projet avec le CRIQ qui s'échelonne sur une période de 4 ans porte sur l'élaboration d'un procédé industriel afin d'obtenir des extraits à partir de résidus forestiers (mélèze et aulne crispé) ayant des propriétés anti oxydantes. Ces extraits seraient inclus dans une formulation à base d'argile de Manicouagan et/ou des eaux. Les possibilités de ces formulations innovatrices sont appuyées par le CRIQ.



August 26, 2015

Mrs. Denise Saulnier
Argile eau mer inc.
35 rue Principale
Pointe-aux-Outardes, QC G0H 1M0

**Subject: *Manicouagan Peat Water use in Antioxidant Skin Care Products:*
project presented to "The Cosmetic Victories"**

Dear Mrs. Saulnier,

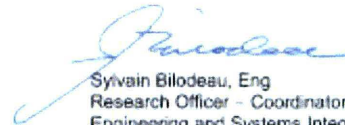
I am writing this letter to support your application to the international contest "The Cosmetic Victories" concerning Argile eau mer's project: *Manicouagan Peat Water use in Antioxidant Skin Care Products*.

The "Centre de recherche industrielle du Québec"¹ (CRIQ) is currently acting as a research partner with Argile eau mer inc. in a project targeting the development of an industrial process designed to extract innovative antioxidants from Quebec forest biomass. As part of this project, Argile eau mer inc. has provided CRIQ with forest peat bog material in order to assess its antioxidant potential.

The Manicouagan peat water, a new antioxidant raw material, shows great potential for the perfume and cosmetics industry. In addition, the formulation of antioxidant products with peat water and biomass forest extracts may represent an interesting potential for the pursuit of this project.

Sincerely yours,

SB/mc



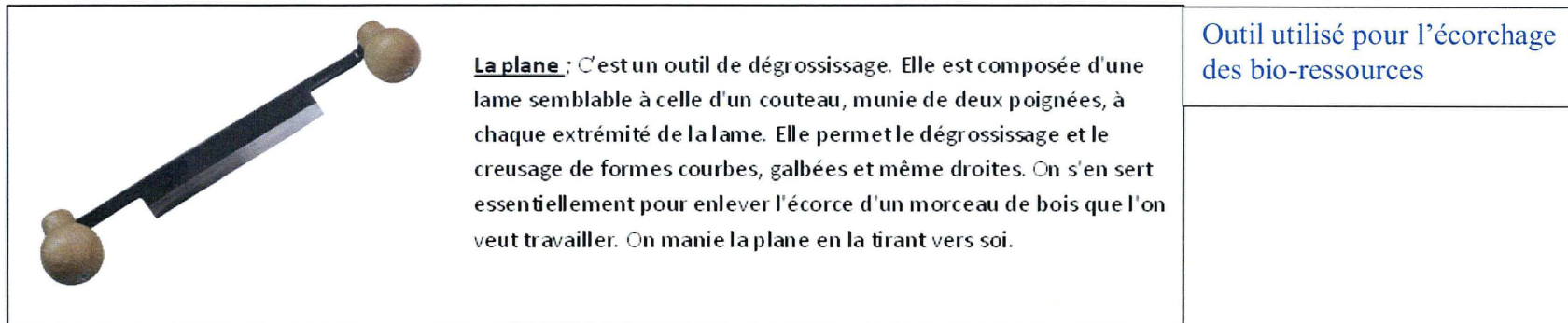
Sylvain Bilodeau, Eng
Research Officer - Coordinator
Engineering and Systems Integration

c.c.: Lyne Dubois, Business Development

¹ Quebec Industrial Research Center

Description des travaux exécutés

Travaux pour fournir des extractibles de mélèze et des aulnes crispés, de la famille des antioxydants naturels, au CRIQ afin de développer de nouveaux produits de santé naturels. Dans le projet extractible de bio-ressource de tourbe, à 2 reprises, 20 kg d'écorces de mélèze sont extraits dans les terrains proches du site d'extraction de l'argile. Le travail d'extraction se fait en équipe pour que tout soit noté avant l'envoi au CRIQ. Les échantillons sont préparés de la façon suivante : les mélèzes sont d'abord coupés et séparés en morceaux. Les morceaux sont transportés et placés dans un traineau attaché à une motoneige. Le traineau est amené ensuite au chemin. Tous re-transportent les morceaux dans un camion pour être amené à l'usine. Deux personnes déchargent le camion et préparent l'écorchage. Une recherche est faite pour les outils adaptés. Le travail effectué est inscrit dans le cahier des charges. Les mélèzes sont écorcés avec les outils appropriés. Les échantillons d'écorce sont ensuite préparés pour être envoyés. Selon le même procédé en 2014, des écorces du bois et des fruits d'aulne crispé ont été préparés et envoyés au CRIQ. De plus une fiche technique sur les caractéristiques de l'aulne crispé a été produite.



Voici la description sommaire (fiche) de l'échantillon d'aulne crispé pour le projet PE43343 sur les extractibles forestiers.

Espèce : aulne crispé (*Alnus viridis* subsp. *Crispa*)
Masse : environ 10 kg
Contenu : branches (rameaux) et fruits (chatons)
Date de récolte : Semaine du 20 octobre 2014

Température moyenne d'entreposage : environ 14 degrés Celsius
Humidité relative moyenne d'entreposage : environ 35 %
Cueilli par : Sylvie Bouchard, Philippe Mimeault et Julie Beaulieu, ing. Jr

En conclusion :

À partir des 9 rapports produits par le CRIQ en 2015, la caractérisation moléculaire spécifique des bio-ressources locales a beaucoup progressé. La poursuite des recherches en partenariat avec le C.R.I.Q. a démontré la forte activité biologique de différents extraits de résidus forestiers (mélèze et aulne crispé) et permis d'obtenir leurs rendement en extraits et leur teneur en phénol. Cette recherche démontre le grand potentiel des extractibles pour élaborer de nouveaux produits et augmenter les allégations des produits de santé 100% naturels. Le relevé des extractibles sur les titres miniers indique la présence de ces bio-ressources.

3.2 Mise à jour de la qualification du bloc ressources : composantes de l'argile marine

En 2015, les analyses chimiques et minéralogiques de laboratoire ont été reprises pour démontrer la pureté des produits finis de gel, de suspension, de poudre et de savon ferme fabriqués avec de l'argile marine de Manicouagan. Les analyses sur la présence des métaux lourds sur la microbiologie, sur la durée de vie des produits finis, sur l'absence d'Asbestos et celles pour établir la quantification des éléments traces ont été refaites. Les résultats des analyses sont consignés dans une seconde fiche technique.

1.2.1 Analyses d'identification de la deuxième fiche technique



TECHNICAL FACTSHEET

SECTION 1 : COMPANY IDENTIFICATION

ARGILE EAU MER

Website: www.argileeaumer.ca

Phone: (418)567-9620

Email: infos@argileeaumer.ca

Fax : (514) 593-4261

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

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

G0H 1M0

G0H 1H0

SECTION 2 : PRODUCT IDENTIFICATION

MANICOUAGAN MARINE MUD/MANICOUAGN MARINE CLAY

Category: Natural marine product

Production date: X

County of Origin: Canada

Code: CNF39406-0

Expire Date:
Suspension : 20 months
Gel : 2 years
Podwer : 3 years

Consideredas similar:
Montmorillonite

Lot: I10P6AEM22

CAS Registry Number

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

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

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

SECTION 3 : PHYSICAL PROPERTIES

Moisture : 25-30%	Granulometry (5μ) : 50%	Viscosity : ND
Liquid limit : 23%	Odor threshold (ppm) : Not available	pH (water) : 7.94 à 22-23°C
Appearance/ Color : grey - green	Physical form : mud & powder	Specific density : ND
Index of plasticity : 6%	Plastic limit : 18%	Water solubility : complete
Ash : 73.5%		

SECTION 4 : COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

ORGANIC MATTER COMPOSITION

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

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

CHEMICAL COMPOSITION

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

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

CHEMICAL ELEMENTS

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

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

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

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

MINERAL COMPOSITION

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

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

MICROBIAL DATA

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

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

3.3 Essais avec la pompe 12 volts

Les essais effectués en laboratoire en 2014 avec la pompe 12 volts et le système de filtration ont été repris en 2015 sur le site d'extraction. Les essais consistaient à prélever les eaux des puits. Pour prélever de petites quantités d'eaux, les résultats sont concluants. Pour l'extraction de plus grandes quantités, une recherche pour une pompe plus performante est nécessaire afin d'effectuer de nouveaux essais.

Essai avec pompe 12 volts et système de filtration à l'usine



Essai avec pompe 12 volts et système de filtration sur le site d'extraction
La pompe est connectée directement sur le véhicule



Situation des titres miniers (claims)



4. RECOMMANDATIONS

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

- Construire un chemin d'accès à l'argile et aux eaux.
- Délimiter le terrain et le cartographier.
- Préciser davantage la qualification d'un bloc de ressource pour évaluer les quantités sur une période de 25 à 50 ans.
- Faire les analyses de laboratoires essentielles au renouvellement des licences d'exploitation pour la mise en marché pour parvenir à des certifications ISO.
- 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 épaisse 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 temps
- Médiagraphie et explication de la nature de la recherche
- Rapport d'étape


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

 Cherif Aidara, Phd biotechnologie marine, Québec Biodiversité

 Sylvain Savard, chimiste, Ph.D, et Sylvain Bilodeau, ing. du CRIQ

 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

 Chantal Létourneau, microbiologiste, SMI

 Linda Morissette, Qualitas-SNC-Lavalin, Baie-Comeau



Rapport sur la qualité et l'innocuité des produits finis d'argile

Rapport produit en 2012 révisé en mars 2015, par Denise Saulnier, Maîtrise en Phi. Sc. PDG, directrice des programmes, 49 pages.





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

**RAPPORT SUR LA QUALITÉ ET L'INNOCUITÉ DES PRODUITS FINIS
D'ARGILE**

Par: Denise Saulnier, représentante autorisée

**AVRIL 2012
RÉVISÉ EN MARS 2015**

Confidentiel

RÉSUMÉ

La société Argile eau mer inc. qui valorise un gisement d'argile marine dans la région de la Manicouagan a obtenu une licence d'exploitation le 02-09-2011 en raison du rapport de l'assurance qualité qui a été déposé démontrant que les formes posologiques des produits finis correspondaient aux bonnes pratiques de fabrication des produits de santé naturels pour des usages topiques.

Des renseignements supplémentaires ont été ajoutés pour que la société dépose des preuves pour démontrer que la matière d'origine des produits finis ne contenait pas de métaux lourds ni bactéries pathogènes. Ces analyses de laboratoire sont reprises et d'autres analyses sont ajoutées pour démontrer la pureté des produits finis de gel (enveloppement corporel, masque visage et buste) de suspension (soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes)), de poudre et de savon ferme (peau mixte, peau grasse, peau sèche, peau sensible et fragile, problèmes de peau, activités en forêt, plein air, travaux de mécanique, jardinage et peinture, maternité) fabriqués avec de l'argile marine de Manicouagan. Dans la deuxième partie du rapport sur la qualité sont énoncées les exigences concernant les spécifications des produits finis. La troisième partie du rapport présente des preuves à partir d'articles scientifiques démontrant les usages médicaux de l'argile de Manicouagan par comparaison aux propriétés physiques, chimiques, minéralogiques, microbiologiques et contaminants de métaux lourds des argiles minérales présentes sur le marché.

1. CARACTÉRISATION

1.1. PREMIÈRE CARACTÉRISATION: FICHE TECHNIQUE PRÉSENTÉE À LA CTFA POUR L'OBTENTION DE LA NORME INCI.

Depuis 2003, *Manicouagan clay* est reconnue dans la nomenclature internationale des ingrédients cosmétiques (INCI) et son contenu est défini dans l'*International Cosmetic Ingredient Dictionary and Handbook*, publié par la CTFA (Gottschack, 2003) dont Argile eau mer inc. est membre. Cette reconnaissance est attribuable aux travaux de recherche effectués à la Faculté de Pharmacie de l'Université de Montréal (Hildgen, 1999) et à la caractérisation chimique et minéralogique de l'argile de Manicouagan effectuées dans les laboratoires du Centre de recherche minérale et à la Commission Géologique du Canada.

Ces travaux ont fait l'objet d'un article scientifique publié dans *Current Research* (Burton et al. 1999) à partir des études de la Commission Géologique du Canada. À ces recherches se sont ajoutées des analyses microbiologiques, des analyses des éléments chimiques et des composants microbiologiques effectués à l'Université Laval et au CEPROCQ ainsi que des analyses qui confirment l'absence de polluants environnementaux (Université MC-Gill). Des analyses sur les éléments traces ont été effectuées à l'Université Laval. L'ensemble des résultats des différentes analyses sont consignés dans une fiche technique qui indique une absence de toxicité et des mises en garde quant à l'utilisation (Aidara, 2010).

1.1. Analyses d'identification de la première fiche technique

PRODUCT AND COMPANY INFORMATION

Product: Manicouagan clay

Code: CNF39406-0 lot: K01P1AEMS04

Category: Natural marine product

Production Date: 2010-01-04

Expire Date : 2012-01-04

Considered as similar: Montmorillonite

Supplier/Manufacturer: address and phone number (Cf. above)

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

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

TECHNICAL INFORMATION

Physical data:

- 1 Moisture : 25-30%
- 2 Liquid limit: 23%
- 3 Appearance/ Color: grey
- 4 Granulometry (5 μ) : 50%
- 5 Odor threshold (ppm): Not available
- 6 Physical form: mud & powder
- 7 Viscosity: ND
- 8 pH (water): 7.94 à 22-23°C
- 9 Specific density (H₂O = 1): ND
- 10 Index of plasticity: 6%
- 11 Plastic limit: 18%
- 12 Water solubility: complete
- 13 Ash : 73.5%

Organic matter composition :

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

- 1 Carbohydrates (415nm):0,31mg.kg⁻¹
- 2 Carbohydrates (380nm):0,49mg.kg⁻¹
- 3 Proteins : ND
- 4 Humic acid (*10⁻⁶) : 149mg.kg⁻¹
- 5 Marine plant and microalgae : (Cf. table below)

Markers	Concentration (mg.kg ⁻¹)
<i>Chlorophyll</i>	84,6±3,6
<i>Carotenoids</i>	0,97± 0,2
<i>Phycoerythrin</i>	0,5±0,1
<i>Phycocyanine</i>	0,13±0,01

Chemical composition:

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

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

Mineral composition:

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

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

Chemical elements:

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

Elements Quantity (x10 ⁻⁶)	Elements Quantity (x10 ⁻⁶)
Al -	Ce 67,44
Ag -	Co 17,52
As 0,39	Cr 108,60
Au -	Cs 1,75
Ba 766,00	Cu -
Br 0,72	Eu 1,31
Ca 30600,00	Fe 39100,00
Cd -	Hf 4,84
Hg -	Rb 85,40
Ho 0,70	Sb 0,03
Ir -	Sc 13,00
K 18000,00	Se -
La 34,90	Sm 5,16
Lu 0,28	Sr 468,00
Mg -	Ta 0,46
Mo -	Tb 0,62
Mn -	Th 6,98
Na 28200,00	Tm 0,24
Nd 29,40	U 1,19
Ni 52,50	W 0,61
P -	Yb 1,57
Pb -	Zn 66,20

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

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

Microbial data:

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

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

Argile Eau Mer
Material Safety Data Sheet (MSDS)

Product Identity: Manicouagan Clay (INCI Name)

Code: CNF39406-0

Section I: Company information**Argile eau mer**

infos@argileeaumer.ca

164, Bay St-Ludger Rd

Phone (Production plant): (418)567-9620

Pointe-aux-Outardes, Quebec GOH 1HO Fax: (418)567-1244

Section II: Hazardous ingredients

Marine natural product without any harmful ingredient -None

Section III: Physical / Chemical characteristics

Density: ND

Ash: 73,5%

Color: Gray and green

Carbohydrate content: 0,49mg.kg⁻¹

pH: 7,9 (23°C)

Protein content: ND

Moisture: 25-30%

Organic matter - Humic Acid: 149mg.kg⁻¹

Water solubility: complete

Microalga markers: detected

Viscosity: ND

Mineral composition: Quartz, Illite and Albite

Physical form: Mud, powder

Chemical elements: Al, Ca, Na, Fe, K, Mg, Zn

Granulometry: (5µ) - 50%

Microbial content: Free of pathogenic bacteria

Section IV: Exposition hazard data

Possible exposition: skin, lungs, mouth and eyes – Deleterious effect: none – Other unknown toxicological effect: any

Section V: Health hazard data

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

Section VI: Precautions for safe handling and use Keep out of the range of the children
- Store at ambient temperature and far from incompatible matters. Preserve at ambient temperature (~20°C).

Section VII: Control Measures Protective eyewear and waterproof gloves are recommended. Protection of the respiratory tracts normally not necessary if working area is well ventilated. Another protection equipment required in accordance with the directives of your employer. Exercise reasonable care and control.

1.2. DEUXIÈME CARACTÉRISATION: FICHE TECHNIQUE 2012- 2015

Les analyses chimiques et minéralogiques de laboratoire ont été reprises pour démontrer la pureté des produits finis de gel, de suspension, de poudre et de savon ferme fabriqués avec de l'argile marine de Manicouagan. Les analyses sur la présence des métaux lourds sur la microbiologie, sur la durée de vie des produits finis, sur l'absence d'Asbestos et celles pour établir la quantification des éléments traces ont été refaites. Les résultats des analyses sont consignés dans une seconde fiche technique et dans un rapport qui représente les certificats d'analyse sur les produits finis et l'analyse des résultats Aidara (2011a, 2011b). D'autres analyses par rayons infrarouges pour l'obtention de numéro CAS (Université McGill et USA) ont été effectuées en 2014 ainsi que des analyses granulométriques (Qualitas-SNC-Lavalin, 2015) et microbiologiques (Laboratoire d'analyses SMi, 2015).

1.2.1 Analyses d'identification de la deuxième fiche technique



TECHNICAL FACTSHEET

SECTION 1 : COMPANY IDENTIFICATION

ARGILE EAU MER

Website: www.argileeaumer.ca

Phone: (418)567-9620

Email: infos@argileeaumer.ca

Fax : (514) 593-4261

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

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

GOH 1M0

GOH 1H0

SECTION 2 : PRODUCT IDENTIFICATION

MANICOUAGAN MARINE MUD/MANICOUAGN MARINE CLAY

Category: Natural marine product

Production date: X

County of Origin: Canada

Code: CNF39406-0

Expire Date:
Suspension : 20 months
Gel : 2 years
Podwer : 3 years

Consideredas similar:
Montmorillonite

Lot: I10P6AEM22

CAS Registry Number

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

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

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

SECTION 3 : PHYSICAL PROPERTIES

Moisture : 25-30%
Liquid limit: 23%
Appearance/ Color: grey - green
Index of plasticity: 6%
Ash : 73.5%

Granulometry (5 μ) : 50%
Odor threshold (ppm): Not available
Physical form: mud & powder
Plastic limit: 18%

Viscosity: ND
pH (water): 7.94 à 22-23°C
Specific density: ND
Water solubility: complete

SECTION 4 : COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

ORGANIC MATTER COMPOSITION

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

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

CHEMICAL COMPOSITION

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

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

CHEMICAL ELEMENTS

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

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

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

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

MINERAL COMPOSITION

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

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

MICROBIAL DATA

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

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

SECTION 5 : HAZARDS IDENTIFICATION

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

SECTION 6 : FIRST AID MEASURES

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

SECTION 7: STORAGE AND HANDLING

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

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

SECTION 8: DISCLAIMER

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

1.2.2 Description des produits finis



Figure 1 : Enveloppement corporel/gel (à gauche) ; masque visage et buste/gel (au centre); soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes)/suspension (à droite)



Figure 2 : Savons en barre (peau sèche, peau grasse, peau mixte, peau sensible et fragile, problèmes de peau, activité en forêt, plein air, travaux de mécanique jardinage et peinture (non illustré), maternité (non illustré))

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 du vieillissement en temps réel montre que l'argile en gel à une durée de vie de 2 ans et suspension peut être conservée pendant 20 mois dans des conditions normales de température, dans un lieu sec et bien ventilée. La poudre peut être conservée pendant 3 ans et plus.

Type d'échantillons	Total Aerobic	Total Coliform	Yeast & Mold	Total <i>Pseudomonas</i>	Total <i>Staphylococcus</i>	Total <i>Salmonella</i>
1. Gel/Cataplasms 24 months/glass	6000	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	10000	0	0	0	0	0
5. Poudre déshydratée/Bain thérapeutique 14 months/plastic	0	0	0	0	0	0
6. Poudre/Boue déshydratée/Bain thérapeutique 3 years	0	0	0	0	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 des produits.

Préparé par :

Cherif Aidara, Ph.D

Président Québec Biodiversité Enr

2. EXIGENCES CONCERNANT LES SPÉCIFICATIONS DES PRODUITS FINIS

La détermination de la qualité des produits finis contenue dans la fiche technique présentée est prouvée par les analyses suivantes.

2.1 Rapport d'analyses de laboratoire sur les propriétés physique de l'argile brute

2.1.1 Certificat d'analyse

Le certificat d'analyse ci-dessous réfère à un échantillon représentatif de l'argile brute ayant servie à faire les produits finis. On retrouvera les analyses détaillées de l'ensemble des échantillons prélevés dans le rapport de (Paré, 2009). Le rapport est annexé en référence dans le formulaire de la DPSN

LVM TECHNISOL		883, rue Dénaut Longueuil, J4G 1X7 Téléphone: (514) 281-5151		Essais sur sols, granulats et autres matériaux	
Client : ARGILE EAU MER		Dossier : P025031-0100		Réf. client :	
Projet : Caractérisation d'un dépôt argileux		Endroit : Claim CDC 2054865, Secteur de la Baie Saint-Ludger, aux-Outardes		Pointe- Rapport n° : 15	
Echantillonnage		Spécification n° 1		Révisé : 0	
N° d'échantillon : 15		Référence :		Page 1 de 1	
N° d'échantillon client :		Usage :		Régulière	
Type de matériau :		Calibre :		Classe :	
Source première, ville :		Prélevé le : 2009-03-28		Par : Mario Trudel, tech.	
Endroit échantillonné : F-03-09, TM 7; 5,49 5,59		Reçu le : 2009-04-07			
Analyse granulométrique					
TAMIS (mm)	TAMISAT (%)	Silt et argile		Sable	Gravier
	EXIGENCES	MESURE			
		Module de finesse :			
Masse vol. sèche maximale (kg/m³)	Humidité optimale (%)	Retenu 5 mm (%)	Proportions selon analyse granulométrique (%)		
			Cailloux :	Sable :	Silt et argile :
Autres essais			Exigé	Mesuré	
Teneur en eau (BNQ 2501-170) (%)				41,8	
Indice de liquidité (BNQ 2501-092) (%)				7,2	
Indice de plasticité (BNQ 2501-092) (%)				10	
Limite de liquidité (BNQ 2501-092) (%)				30	
Limite de plasticité (BNQ 2501-092) (%)				20	
Remarques					
Méthode d'échantillonnage: LC 21-010					
UN ASTERISQUE ACCOMPAGNE TOUT RESULTAT INDIVIDUEL NON CONFORME					
Préparé par : Sylvie Hamel, Chef laboratoire		Date : 2009-04-23		Approuvé par : Jacques Paré, ing.	

EQ-09-IM-229 rév. 00 (06-03)

2.1.2 Méthode

La méthode d'échantillonnage est effectuée par foreuse de type scissomètre Nikon.

Les analyses granulométriques sont effectuées par tamis (mm).

La teneur en eau : méthode NQ2501-170) (%)

Indice de liquidité:(BNQ 2501-092)

Indice de plasticité:(BNQ 2501-092) (%)

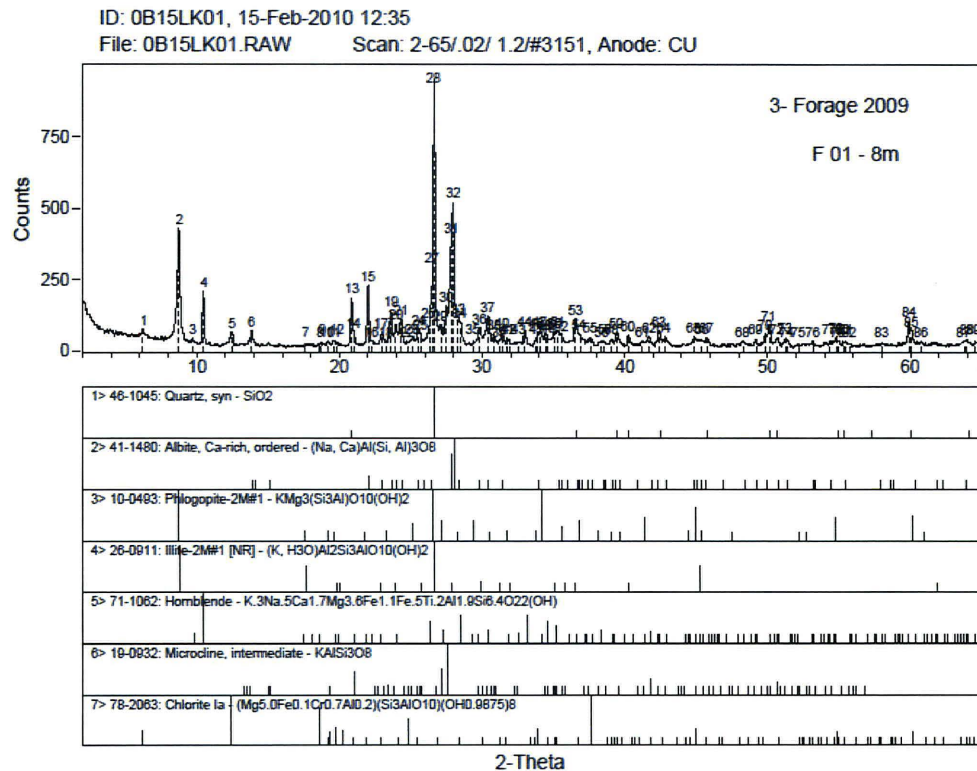
Limite de liquidité: (BNQ 2501-0922) (%)

Limite de plasticité:(BNQ 2501-0923) (%)

2.2. Rapport d'analyse minéralogique et chimique

2.2.1 Certificat d'analyse

Le certificat d'analyse ci-dessous réfère à un échantillon d'argile brute analysé à la Faculté de Génie des matériaux de l'Université Laval. Les échantillons ont été prélevés sur le même lot que ceux soumis aux laboratoires pour l'analyse des produits finis.



Université Laval, Québec - Wed Feb 17 2010 @3:34pm

2.2.3 Méthode d'analyse

Les analyses ont été effectuées selon la méthode par diffraction X. Cette méthode permet d'identifier les phases minérales présentes dans un échantillon qui a été au préalable pulvérisé. Le principe de cette méthode est de bombarder par rayon X un échantillon réduit en poudre et d'enregistrer les rayons diffractés. Les résultats apparaissent sous forme de diagramme où chacun des pics correspond à la longueur d'onde d'absorption d'un minéral. On peut donc analyser ces graphiques et déterminer ensuite les phases minérales présentes dans un échantillon. La limite de détection est de 2%.

2.3. Rapport d'analyse des éléments traces de l'argile

2.3.1 Certificat d'analyse

Les échantillons d'argile des éléments traces ont été prélevés pour analyse selon les extractions de 2007, 2003 et les forages de 2009. Ceux de 2009 sont les mêmes que les échantillons soumis pour analyses des produits finis.

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	
<i>BX-N</i>	<i>Bauxite</i>			<i>115</i>		<i>30</i>	<i>1215</i>		<i>520</i>	<i>30</i>	<i>280</i>	<i>0,4</i>	<i>4,4</i>	<i>162058</i>	<i>15,2</i>			<i>415</i>	<i>355</i>	<i>1,8</i>	<i>297</i>	<i>163</i>	<i>180</i>	<i>3,6</i>	<i>8</i>	
<i>BX-N</i>	<i>Limite confiance 95%</i>			<i>6</i>		<i>9</i>	<i>357</i>		<i>23</i>	<i>7</i>	<i>31</i>		<i>0,3</i>	<i>1958</i>	<i>1,1</i>			<i>83</i>	<i>18</i>	<i>0,18</i>	<i>148</i>	<i>7</i>	<i>16</i>	<i>0,6</i>		

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

2010-07-14

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>

2.3.2 La méthode d'analyse

Cette méthode consiste à activer les neutrons dans un échantillon. Le document attestant de cette méthode peut être soumis sur demande.

2.4 Rapport d'analyse biochimique et microbiologique par l'Université Laval et le Centre d'Études et de Procédés Chimiques du Québec

2.4.1 Certificat d'analyse

La présence de la matière organique est mesurée grâce à la détermination de la chlorophylle et des composés secondaires de la photosynthèse; tels les caroténoïdes (pigments surnuméraires). Les valeurs de chlorophylle a et de caroténoïdes sont très faibles ; mais atteste tout de même de la présence de matière organique dans cette matrice argileuse et dans ses eaux. (Aidara 2009)

Échantillon d'argile	(mg/kg)	C _{caroténoïdes} (mg/kg)
F3TM9CE	4,5 ± 0,3	< 0,1
F3TM11CE	9,7 ± 0,4	0,5
F3TM13CE	8,4 ± 0,4	0,7
F3TM15CE	9,4 ± 0,4	1,0
F3TM16CE	9,8 ± 0,4	< 0,1
F3TM19CE	4,3 ± 0,3	< 0,1

2.4.2 Méthode d'analyse

Crude Protein in Meat: Block Digestion Method. (981.10) Official Methods of Analysis. 1990. Association of Official Analytical Chemists. 15th Edition.

Dosage de la chlorophylle et des caroténoïdes

Introduire 1g de poudre dans un tube Falcon renfermant 3 ml de DMSO.

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

Centrifuger à une vitesse de 2000 t/min pendant 5 minutes.

Recueillir le surnageant qui servira à la première détermination de la chlorophylle a.

Mesurer l'absorbance à 665nm.

Mélanger le culot avec 3 ml d'acétone (3ml), 1 ml d'hexane et 1 ml et d'eau. Cette opération résulte en l'obtention de deux phases renfermant chacune une quantité précise de chlorophylle a

L'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.

2.5 Rapport d'analyse de la détection d'amiante

2.5.1 Certificat d'analyse

Le certificat présenté ci-dessous par le laboratoire Exova démontre qu'aucune fibre d'asbestos ou d'amiante n'a été détectée. Les analyses sur les échantillons ont été effectuées sur la matière brute. L'ensemble des échantillons soumis aux analyses datent de 2003. Les certificats peuvent être consultés sur demande.

2.5.2 Méthode d'analyse

La méthode de détection est la microscopie polarisante et la méthode de détection des couleurs. Cette méthode est expliquée dans l'échantillon soumis plus bas.

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

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



Monsieur Cédric Mimeault
Argile Eau Mer Inc.
35, Principale
Pointe-aux-Outardes (Québec)
G0H 1M0

CERTIFICAT D'ANALYSE
CERTIFICAT # 10-0099 VERSION 1.0

Client :	Argile Eau Mer Inc. – C. Mimeault	Numéro B.C. :	Reçu 10054
Notre Projet :	10-361595	Votre Projet :	Non disponible
Date réception :	Le 15 janvier 2010	Date analyse :	Le 21 janvier 2010

**CARACTÉRISATION MINÉRALOGIQUE EN MICROSCOPIE
POLARISANTE ET DISPERSION DE COULEURS
MÉTHODE IRSST 244-2**

Un (1) échantillon a été soumis pour fins d'analyse par microscopie polarisante et dispersion de couleurs. L'échantillon a été préparé et observé en respectant la méthode suivante :

Un fragment de chaque échantillon a été isolé. Selon le cas et afin d'extraire les fibres, les échantillons ont subi un léger broyage mécanique. Les particules et les fibres produites ont été transférées sur lames, recouvertes d'une lamelle et baignées dans des liquides d'indice de réfraction appropriés afin d'observer la dispersion de couleurs. Les propriétés optiques orthoscopiques et conoscopiques des échantillons sont également utilisées si elles permettent de compléter la caractérisation. Les résultats se résument comme suit :

Forage 2009 – F01 – 8 mètres	
Matériau gris	
Fibres d'amiante	Non détectées
Particules anguleuses, fragments et autres	> 95 %

Analysé par : Sabrina Ait Slimane
Sabrina Ait Slimane, Technicienne

Vérfié par : Martin Gravelle
Martin Gravelle, B.Sc. Chimiste



Notes : Il est reconnu que l'analyse par MLP ne peut détecter l'amiante dans un faible pourcentage d'échantillons contenant de l'amiante. Donc, un résultat négatif par MLP ne peut pas être garanti. Cette méthode analytique est semi-quantitative. Le domaine d'application de la méthode varie de <1 % à 100 % (v/v). Exova suggère que certains échantillons reportés comme « non détectés », « traces » ou « <1% » soient analysés par MET. Le présent certificat se rapporte seulement aux échantillons analysés. Ce certificat ne peut être reproduit, sauf en totalité, sans la permission écrite d'Exova. Le laboratoire n'est pas responsable de la précision des résultats lorsqu'une séparation physique des phases est requise. Le laboratoire n'est pas responsable de la représentativité de l'échantillon fourni. Les échantillons seront conservés pour une période de 60 jours ou selon les instructions écrites du client. Modalités & conditions : www.exova.ca/modalites

EXOVA POINTE-CLAIRE PARTICIPE AU PROGRAMME AIHA PAT POUR L'IDENTIFICATION DE L'AMIANTE

2.6 Rapport d'analyses microbiologiques sur des échantillons de produits finis

2.6.1 Certificat d'analyse

Des échantillons de produits d'argile sous forme de produits finis (poudre/bain thérapeutique; gel/cataplasme et suspension/pansement) ont été analysés dans les laboratoires du Département des Ressources Naturelles, à la Faculté d'Agriculture et de Sciences environnementales de l'Université McGill pour satisfaire aux exigences du Bureau de la Direction des Produits de Santé Naturels de Santé Canada (BDPSN). Les échantillons dataient de 5 mois pour la série 1 et de 20 mois pour la série 2. Les contenants étaient des pochettes de plastiques de 75 g (poudre) et de 100 g (gel et suspension) stérilisés à l'autoclave à 122 degrés celcius pendant 1.30 heure pour les gels et suspensions. Les poudres ont été étuvées pendant 1.30 heure.

1.1 Préparation de la solution-stock

Une solution stock formée de 10g d'argile dans 100ml de solution saline ou formée de 10g d'argile dans 90ml de solution A (Solution A : 0.85% NaCl) a été laissée sous agitation pendant 24 heures à température ambiante. Par la suite des séries de dilution ont été effectuées à partir de cette solution-mère et 1 ml de cette solution a été placé dans les boîtes de Pétri qui renferment au préalable les milieux spécifiques suivants :
Différents milieux de culture bactérienne.

Résultats de la première série d'analyses

Les résultats obtenus du point de vue microbiologique pour être en conformité avec les exigences de Santé Canada en matière d'innocuité sont bien en deçà des valeurs imposées par le DPSN. En effet, les échantillons testés montrent une absence totale de bactéries pathogènes et de coliformes totaux. Même si le bain thérapeutique (poudre) et le pansement liquide (suspension) montrent une présence de bactéries aérobies totales leurs valeurs sont beaucoup plus basses que celles demandées par Santé-Canada pour les produits de santé naturels minéraux oraux qui est de $< 3 \times 10^3$ UFC/g ou mL. Nous assumons que la valeur pour des PSN topique est encore plus basse.

Microorganismes	Milieux de culture	Température	Temps d'incubation (h)
Aérobiques totaux	Plate count agar (Fisher)	37°C	48
Coliformes totaux	MacConkey agar (Oxoid)	37°C	18-24
<i>Pseudomonas spp</i>	Cetrimide agar (Oxoid)	37°C	18-48
<i>Staphylococcus spp</i>	Baird-Parker EY Tellurite agar (Oxoid)	37°C	18-48



Faculty of Agricultural and Environmental Sciences

McGill University
Macdonald Campus

Department of Natural
Resource Sciences

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

Université McGill
Campus Macdonald

Département des sciences
des ressources naturelles

Tel: (514) 398-7890
Fax: (514) 398-7990

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

June 3, 2010

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

Dear Denise:

Please find the results for your samples summarized on the table below. The results are expressed as colony-forming units (CFU) per g clay, and you may wish to interpret some of it differently. As only very small numbers of colonies i.e., 1-15 showed up on any of the plates (the preferred range of colonies for calculating CFU values is 30-300 per plate) most of these numbers appear to be too low to be considered significant. We only observed colonies on the media that selects for Total Aerobic Bacteria, meaning that levels of the other specific organisms tested for are below our threshold of detection. Given that these samples were sterilized during processing it appears that that process was successful remains highly unlikely that any of the pathogens we tested for are present.

Finally, it is not possible to conclude any significance for small numbers of Total Aerobic Bacteria showing up in both of the Bain Thérapeutique samples, or for both Cataplasmes samples appearing to have a complete absence of contaminants, simply because the numbers are so small. The difference between zero and 6000 CFU per gram is hardly significant. If you have any questions, please do not hesitate to contact me via phone (514-398-7887) or e-mail (brian.driscoll@mcgill.ca).

Yours sincerely,

Brian T. Driscoll, PhD
Associate Professor of Microbiology

1

1.2 Résultats

Results

Total Aerobic (Total Coliform Yeast & Mold (Total Pseudom Total Staphylo Total Salmonella

Argile eau mer samples in CFU/g

Set 1

Bain therapeu 175 g pack	6000	0	0	0	0	0
Cataplasmes/t 250 g pack	0	0	0	0	0	0
Pensement liq 250 g pack	1000	0	0	0	0	0

Set 2

Bain therapeu 21/05/10	1000	0	0	0	0	0
Cataplasmes/t 11/5/10	0	0	0	0	0	0
Pensement liq 11/5/10	0	0	0	0	0	0

2.6.2 Méthode d'analyse

Toutes les analyses se font selon des protocoles normalisés et adoptés par les autorités réglementaires: USP30, EPA 200.7

Le produit fini a été soumis aux analyses microbiologiques suivantes:

- Levures et moisissures selon la norme USP30 méthode 61
- Numération totale des microorganismes aérobies selon la norme USP30 méthode 61
- Spp. Salmonella selon la norme USP30 méthode 62
- E. Coli selon la norme USP30 méthode 62
- Staphylococcus aureus selon la norme USP30 méthode 62
- Pseudomonas aeruginosa selon la norme USP30 méthode 62

2.7. Deuxième série d'analyses microbiologiques des produits finis pour établir leur durée de vie: novembre 2010

2.7.1 Certificat d'analyse



November 17, 2012

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

Dear Denise:

Please find the results for your samples summarized on the table below. The results are expressed as colony-forming units (CFU) per g of sample or CFU/ml for water samples. Of the Argile eau mer samples, low but significant aerobic bacterial counts were found in two samples (Gel/Cataplasms, 20 months/glass; Suspension/Liquid pansement 20 months/glass), but none of the other tests were positive. These results indicate that either the samples were not sterilized sufficiently or were contaminated some time after sterilization. Cherif told us that the gel-20 month sample was not sealed, but we found it tightly closed.

Yours sincerely, Brian T. Driscoll, Associate Professor of microbiology

	Total Aerobic	Total Coliform	Yeast & Mold	Total <i>Pseudomonas</i>	Total <i>Staphylococcus</i>	Total <i>Salmonella</i>
Argile eau mer samples in CFU/g						
1. Gel/Cataplasms 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	10000	0	0	0	0	0
5. Poudre/Boue déshydratée/Bai n thérapeutique 14 months/plastic	0	0	0	0	0	0
6. Poudre/Boue déshydratée/Bai n thérapeutique 20 months/glass	0	0	0	0	0	0

N.B. On suppose que la suspension (20 mois) n'a pas été correctement stérilisée.

2.7.2 Méthode d'analyse

Le produit fini a été soumis aux analyses microbiologiques suivantes:

- Levures et moisissures selon la norme USP30 méthode 61
- Numération totale des microorganismes aérobies selon la norme USP30 méthode 61
- Spp. Salmonella selon la norme USP30 méthode 62
- E. Coli selon la norme USP30 méthode 62
- Staphylococcus aureus selon la norme USP30 méthode 62
- Pseudomonas aeruginosa selon la norme USP30 méthode 62

2.8 Rapport d'analyses sur les métaux lourds

2.8.1 Certificat d'analyse



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

Argilceaumer Inc.
33, ch. Principal.
Pointe-aux-Outardes,
Québec G0H 1H0 Canada

June 4th, 2010


Dear Denise,

Please find attached the mineral analysis results conducted on the samples you provided us. The results are expressed as parts per million (ppm or $\mu\text{g/g}$ dry sample). The samples were analysed using Method 200.7 by inductively coupled plasma optical emission spectrometer a Varian Vista-MPX CCD system. A standard reference material (SRM 2711) was used as quality control material.

Sample Type	As ($\mu\text{g/g}$)	Cd ($\mu\text{g/g}$)	Hg ($\mu\text{g/g}$)	Pb ($\mu\text{g/g}$)
Boue Desydratee	4.1633 \pm 0.45	4.4837 \pm 0.10	<0.2ppm	5.3538 \pm 0.99
Pensement Liquide	3.2544 \pm 0.71	5.0732 \pm 0.07	<0.2ppm	6.0098 \pm 0.48
Cataplasme	4.7072 \pm 0.23	5.3843 \pm 0.11	<0.2ppm	5.7265 \pm 0.54

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



FICHE DE STABILITÉ MÉTAUX LOURDS-PESTICIDES ET RÉSIDUS DE SOLVANTS		RÉVISION	3
INGREDIENT : Complexe minéral de silicates (Argile) PRODUIT:Forme posologique : Gel , suspension, poudre, barre de savon			
LOT D'EXTRACTION : 1 : CDC 2054045	EXPIRATION :		
LOT DE FABRICATION: Voir les fiches maîtresses de fabrication	20 mois : suspension;		
Date d'extraction 2007	2 ans : gel;		
	3 ans pour les poudres;		
	3 ans savon.		
FICHE MAITRESSE PRÉPARÉE PAR : Denise Saulnier <i>Denise Saulnier</i>		FICHE MAITRESSE RÉVISÉE PAR : Denise Saulnier	
SIGNATURE	02-09-2013 DATE	SIGNATURE	21-07-2014 DATE

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

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

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

Échantillons - Métaux lourds	GEL (µg/g ou ppm)	SUSPENSION (µg/g ou ppm)	POUDRE (µg/g ou ppm)	DATE Pour le 3 ^{ème} renouvellement de la licence d'exploitation
Plomb (Pb)	0.0764	0.0871	0.0818	22/07/2014
Arsenic (Ar)	0.0594	0.0464	0.0683	22/07/2014
Cadmium (Cd)	0.0640	0.0724	0.0769	22/07/2014
Mercure (Hg)	< 0.2	< 0.2	< 0.2	22/07/2014
Absence de pesticide	0	0	0	22/07/2014
Absence de résidus de solvants	0	0	0	22/07/2014

N.B. Les échantillons d'argile pour analyse des métaux lourds ont été prélevés en 2007 sur le même site d'extractions que les forages de 2009. Les échantillons soumis pour analyses des produits finis proviennent de ce site d'extraction qui est identifié dans les fiches techniques.

Lorsqu'il y aura changement de lot d'extraction, les analyses sur les métaux lourds seront nécessaires. Il n'y a aucun résidus, ni pesticides puisque c'est un produit 100% naturel sans conservateur.

Fiche maîtresse libérée par *Genevieve Saulnier* le 18-09-2014

2.8.2 Méthode d'analyse

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)

Calcul de conformité avec les exigences réglementaires concernant les contaminants microbiologiques

Les résultats obtenus du point de vue microbiologique pour être en conformité avec les exigences de Santé Canada en matière d'innocuité sont bien en deçà des valeurs imposées par le DPSN. En effet, les échantillons testés montrent une absence totale de bactéries pathogènes et de coliformes totaux. Même si le bain thérapeutique et le pansement liquide indiquent une présence de bactéries aérobies totales leurs valeurs sont beaucoup plus basses que celles demandées par Santé-Canada pour les produits de santé naturels minéraux oraux qui est de $< 3 \times 10^3$ UFC/g ou mL.

Nous assumons que pour des PSN topiques la valeur devrait être plus basse.

Calcul de conformité avec les exigences réglementaires concernant les contaminants des métaux lourds

Pour être conforme aux spécifications de Santé Canada, ces résultats doivent être exprimés par rapport au poids moyen d'un adulte, à la posologie et à 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)

NB : 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.

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 la direction des Produits Naturels de Santé Canada soit le seuil de tolérance de 0,29 µg/kg pour le plomb (Pb), 0,14 µg/kg pour l'arsenic (Ar), 0,09 µg/kg cadmium(Cd), 0,29 µg/kg pour le mercure (Hg). (Aidara 2010)

2.9 Teneur en eau, cendres et matières organiques

La teneur en eau de la matière brute extraite lors des forages T2 profondeur de 3,20 à 10 mètres quant aux échantillons prélevés et analysés, varie de 40,2% à 42,8% (Paré 2009) Pour le produit fini de gel, après une première décantation en entreposage, elle est de 35%. Suite à la stérilisation à l'autoclave suivie d'une deuxième décantation, elle est d'environ 30%. Un ajout de 10% de l'eau issue de la décantation est introduit dans le produit fini de suspension. Après stérilisation à la vapeur, la teneur en eau est d'environ 40%. Les mesures de contrôle de la teneur en eau sont établies selon des procédures de contrôle de la viscosité et de la limite d'humidité.

Une autre étude montre que : « Le taux d'humidité des échantillons d'argile [brute] varie entre 13% et 32%. En général les échantillons de surface présentent des teneurs en eau plus élevées que les échantillons prélevés plus en profondeur. La détermination des cendres [matières volatiles à 550°C] a permis d'obtenir des valeurs comprises entre 67% et 87%. » (Aidara, 2009)

Les études sur la matière organique représentent une valeur très faible mais atteste tout de même de la présence de la chlorophylle C_{chlorophylle} (mg/kg) dans la matrice argileuse et dans ses eaux se situant entre 0,3 à 0,4% (Aidara 2009) (voir section 2.4.2 et fiche technique). **La teneur en eau dans les produits finis est de 25-30% pour les gels et de 35-40 % pour les suspensions**, le pourcentage de complexe minéral de silicate se situe entre ±100% pour les gels et de ±90% pour les suspensions. Le complexe minéral de silicate contient une partie solide, une partie liquide et une petite partie de matière organique. **L'argile est donc un gel à l'état brut.**

Monographie : PRODUITS MÉDICAMENTEUX POUR LE SOIN DE LA PEAU

Nom(s) propre(s)	Nom(s) commun(s)	Matière(s) d'origine	Quantité
<p>Kaolin (USP 30; Gottschalck et McEwen 2006; Sweetman 2002; O'Neil et al. 2001)</p>	<p>Kaolin (USP 30; Gottschalck et McEwen 2006; Sweetman 2002; O'Neil et al. 2001) Argile (O'Neil et al. 2001) Bolus alba (Gottschalck et McEwen 2006; Sweetman 2002; O'Neil et al. 2001) Argile de Chine (Gottschalck et McEwen 2006; O'Neil et al. 2001) Silicate d'aluminium hydraté (USP 30; Sweetman 2002; O'Neil et al. 2001) Argile à porcelaine (O'Neil et al. 2001) Bol blanc (O'Neil et al. 2001)</p>	<p>Kaolin* (USP 30; Gottschalck et McEwen 2006; Sweetman 2002; O'Neil et al. 2001) No. CAS 001332-58-7⁺</p>	<p>4 à 20 % (FDA 2003)</p>
<p>Complexe minéral de silicate (USP 30; Carretero 2006)</p>	<p>Argile (USP 30; Carretero et Pozo 2010) Gel/boue/mud (USP30;Carretero et all.2006) (USP 30; Viseras et all. 2007) Coloïdal silicate d'aluminium hydraté (Viseras et all. 2007) Phyllosilicate (USP 30; USP 30; Carretero et Pozo 2010)</p>	<p>Minéraux argileux (USP 30; Carretero et Pozo 2010)</p>	<p>≤100% (Aidara 2010-2011)</p>

2.10. Rapport d'analyses par Infra-rouge (numéro CAS[®])

Voici une traduction du rapport d'analyses par Infra-rouge pour déterminer les numéros d'enregistrement CAS[®], ainsi que la copie originale en anglais.

I- Méthodologie

Pour une meilleure identification de l'argile de Manicouagan [argile marine sensible de Manicouagan], une analyse [par spectroscopie] infrarouge a été réalisée par le groupe IR de l'Université McGill. Deux échantillons d'argile de Manicouagan (matériau brute : forme liquide et produit fini : poudre) ont été utilisés. Le matériau brute a été utilisé pour exécuter une première analyse ATR-FTIR (E1). Le matériau brute a par la suite été déshydraté dans une étuve durant une heure à 85°C, afin d'obtenir une poudre séchée à l'air (E2). Une analyse ATR-FTIR a aussi été réalisée en utilisant la poudre séchée à l'air. Une étude comparative a été effectuée entre le produit fini (FP) et le produit séché à l'air, afin d'évaluer l'effet du séchage sur l'intégrité (structure chimique et attributs physiques) de l'argile de Manicouagan. De plus, deux échantillons d'argile KSF (Aldrich) et K10 (Aldrich) disponibles commercialement ont été utilisés comme contrôle [témoins comparatifs]. En outre, des informations techniques additionnelles liées à la composition chimique et aux éléments [minéralogiques] ont été fournies au CAS[®] pour l'assignation du numéro d'enregistrement.



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

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

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

Chemical composition

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

Elements

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

II- Résultats et numéros d'enregistrement CAS[®]

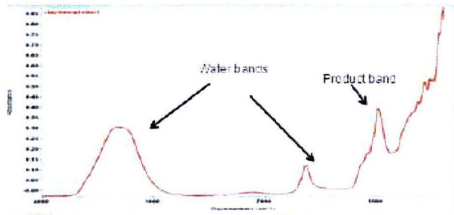
Le spectre ATR-FTIR du matériau brute montre clairement les bandes d'eau. Après le procédé de séchage, le produit brut déshydraté montre un spectre identique au produit fini. Par conséquent, le procédé de séchage ne modifie pas l'intégrité chimique et physique de l'argile de Manicouagan.



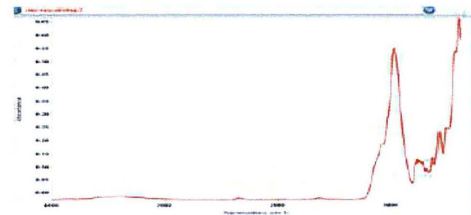
II – Results and CAS[®] registry numbers

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

ATR-FTIR spectrum of raw product



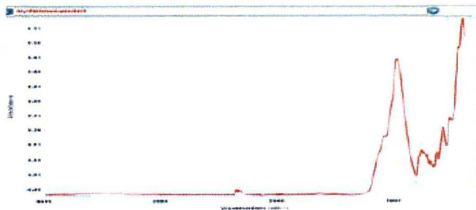
ATR-FTIR spectrum of air dried raw product



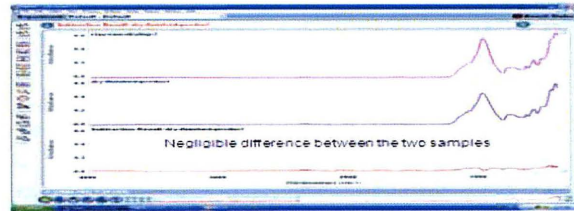
Drying process

Negligible difference between the two samples E2 and FP

ATR-FTIR spectrum of dried finished product

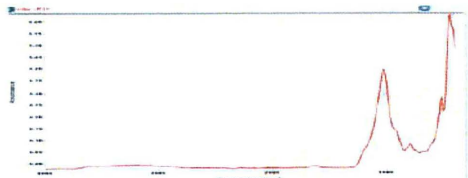


Difference spectra of finished product – air dried raw product

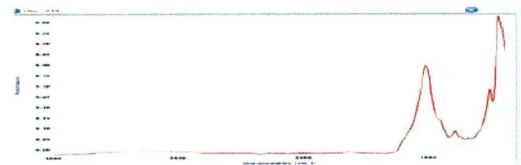


Analysis of the commercial clays (Aldrich)

ATR-FTIR spectrum of Clay- K10 (Aldrich)



ATR-FTIR spectrum of Clay- K10 (Aldrich)



Identification

Les deux argiles de Aldrich respectivement KSF et K10 ont été identifiées comme Montmorillonite. Après une recherche dans la librairie des spectres infrarouges, le produit fini (FP) [d'argile marine de Manicouagan] a été identifié comme 1) Nepheline Seyenite et 2) Feldspar.



QUÉBEC BIODIVERSITÉ
Société de valorisation

Identification

The two clays from Aldrich namely: KSF and K10 were identified as Montmorillonite.

Search of the infrared spectral library of clay-KSF identifies the clay as montmorillonite



Search of the infrared spectral library of clay-K10 identifies the clay as montmorillonite



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

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



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



III – Le numéro d'enregistrement CAS®

L'argile de Manicouagan est une formation géologique avec plusieurs substances chimiques. Un numéro d'enregistrement CAS® a été assigné à chaque substance chimique. De plus, les numéros CAS® ont été assignés au Feldspar et Nepheline Seyenite.



QUÉBEC BIODIVERSITÉ
Société de valorisation

III – CAS® Registry numbers

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



A division of the American Chemical Society

ClientServices

Phone: 600-631-1884, 614-447-3870

Fax: 614-447-3747

E-mail: answers@cas.org

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

CAS Client Services
Order Number 342308

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

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

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

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

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

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

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

Performed by Québec Biodiversité
for Argile eau mer Inc.

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

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

2.11. Rapport d'analyses sur la granulométrie -2015

L'analyse granulométrique des produits finis est déterminée par la méthode conforme à la norme ASTM D422 ou BNQ 2501-025 pour des particules plus petites que 75 micromètres pour la norme ASTM et de 80 micromètres pour la norme BNQ.

Cette dernière permet de déterminer le pourcentage des particules ayant différents diamètres. Cela nécessite une phase de tamisage pour les particules plus grosses, comme le sable, et une phase de sédimentation pour les particules plus fines, comme le silt et l'argile. La sédimentation se réalise à l'aide d'hydromètres de sol (152-h), de solution de dispersion (hexamétaphosphate de sodium), d'un agitateur mécanique conforme et d'une étuve. La sédimentation se réalise en diluant la fraction plus petite que 80 micromètres dans l'eau distillée dans un cylindre gradué. Après des opérations d'agitation mécanique précises, des lectures de l'hydromètre sont effectuées à des temps prédéterminés. Le diamètre des particules est calculé à l'aide de la loi de Stokes. Enfin, la courbe granulométrique est tracée sur un papier semi-logarithmique.

Les échantillons d'argile marine sensible de Manicouagan (enveloppement corporel, masque pour le visage et le buste, soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes)) contiennent de 53% à 58% d'argile et de 44% à 47% de silt. Les pourcentages des particules ayant un diamètre de 160 micromètres, 80 micromètres, 50 micromètres, 20 micromètres, 5 micromètres et 2 micromètres sont détaillés dans les certificats d'analyse ci-dessous.

Le broyage des produits est effectué selon la charte suivante :

Nom du produit	Temps de broyage
Gel (cataplasme)	10 secondes
Enveloppement corporel (gel)	20 secondes
Masque pour le visage et le buste (gel)	30 secondes
Soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes) (suspension) (anciennement le soins d'été)	20 secondes
Suspension (Pansement liquide)	30 secondes

2.11.1 Certificat d'analyse granulométrique 2015

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

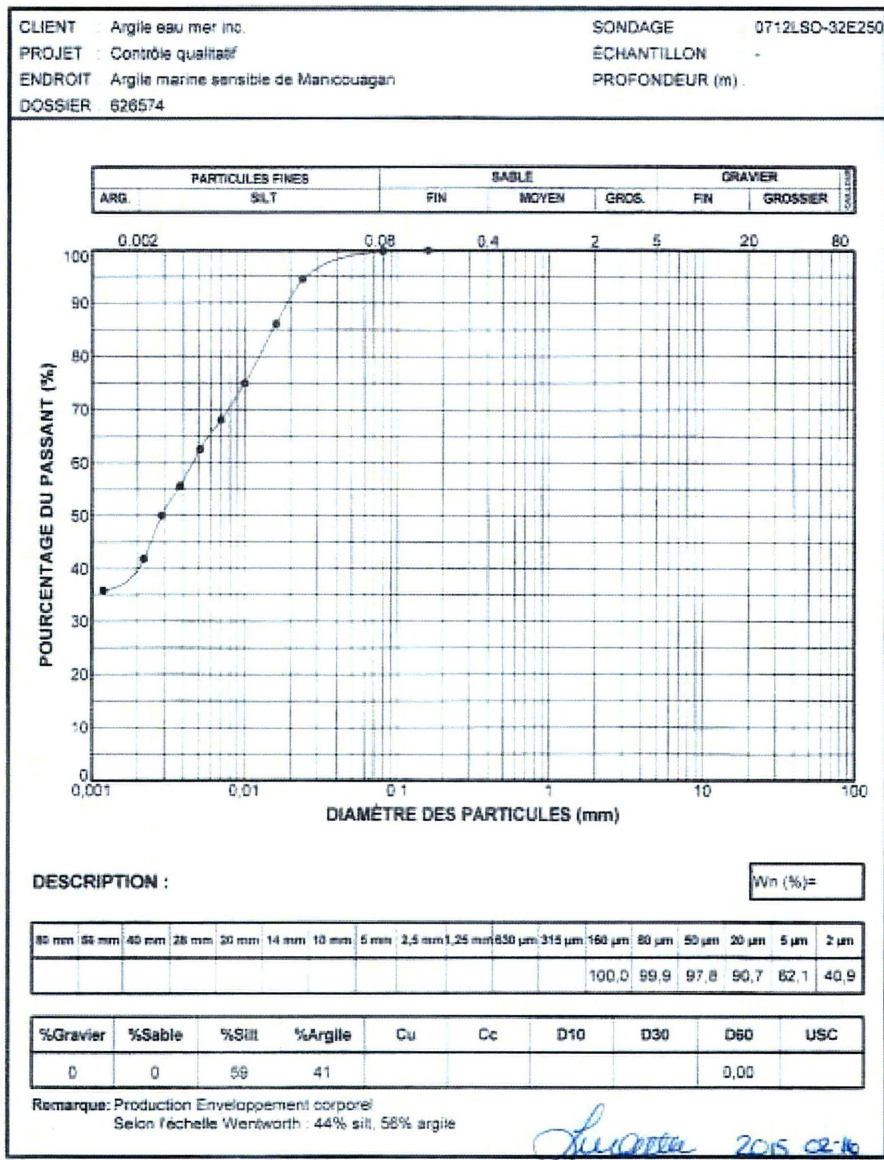


Figure : Analyse granulométrique de l'enveloppement corporel (gel)

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

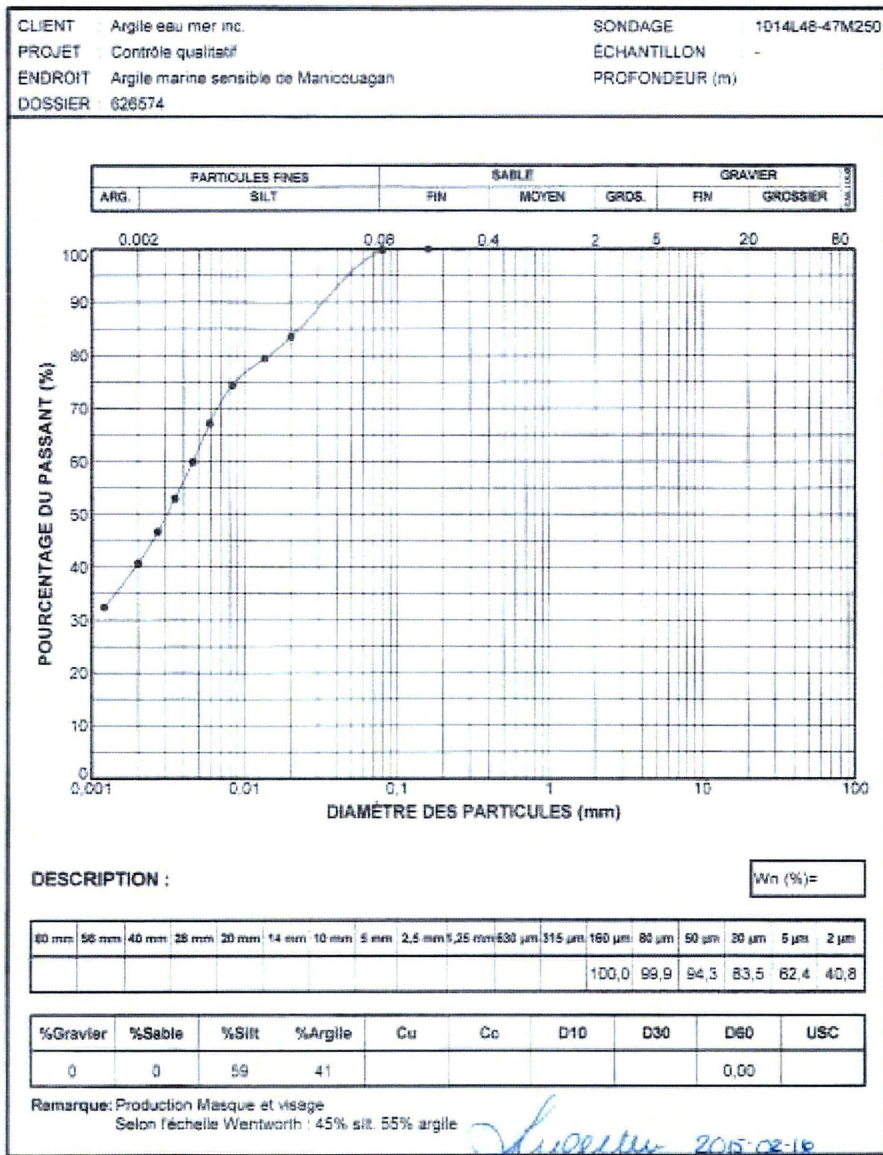


Figure : Analyse granulométrique du masque pour le visage et le buste (gel)

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

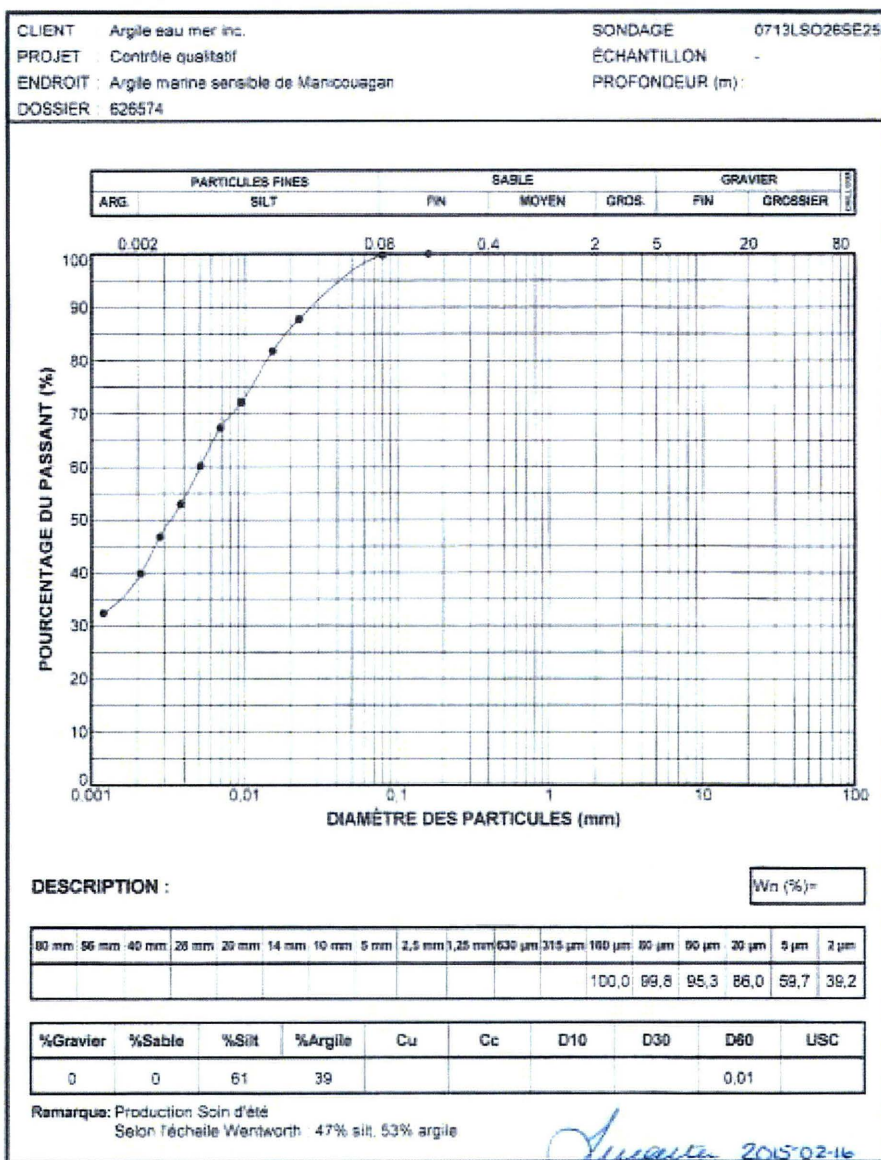
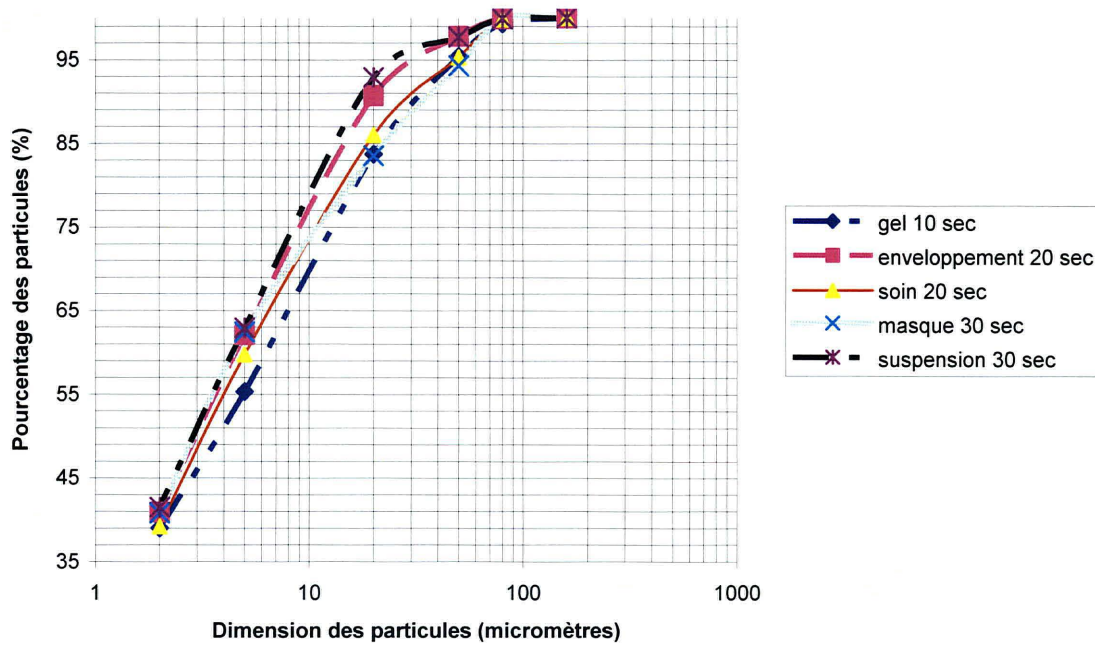


Figure : Analyse granulométrique du soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes)/suspension (anciennement le soins d'été)

Pourcentage de particules en fonction de leur dimension granulométrique (source Qualitas 2015-02)



2.12.1 Analyses microbiologiques

Des analyses microbiologiques ont été effectuées sur des échantillons des produits à base d'argile marine sensible de Manicouagan (enveloppement corporel, masque pour le visage et le buste, soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes)) par le laboratoire SMi selon la norme USP <61> décrite à la section 2.6.2. Les résultats des analyses montrent que le compte total microbien, ainsi que le compte de levures et de moisissures est plus petit que 10 UFC/g pour le masque pour le visage et le buste (gel), pour l'enveloppement corporel (gel) et que le compte microbien est plus petit que 10 UFC/g pour le soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes) (suspension).



SMI

LABORATOIRES
D'ANALYSES
S.M. INC.

2350, Chemin du Lac
Longueuil, Québec J4N 1G8
Tél. (514) 332-6001 Téléc. (514) 332-5066

740, Gat Ouest, 2e étage
Sherbrooke, Québec J1H 1Z3
Tél. (819) 566-8855 Téléc. (819) 566-0224

3706, boul. Industriel
Sherbrooke, Québec J1L 1X8
Tél. (819) 566-8855 Téléc. (819) 566-0224

Certificat d'analyse

No M993838, version 2

Émis le: 2015-03-24

Client: **ARGILE EAU MER inc.**
Mme Denise Saulnier
35, rue Principale
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1M0

No client: 10183
Tél.: 418-567-9620
Téléc.:
No projet: 13617
Bon de commande:

Copie conforme:

Mme Julie Beaulieu, 35, rue Principale, Pointe-aux-Outardes, Québec G0H 1M0 - Courriel:juliebeaulieu@argileeaumer.ca

Projet: Dénombrement microbien selon le USP <61>

Sous-projet: Dénombrement microbien selon le USP

No éch.	Description	Résultat	Unité	Spécifications	Analysé le
2529141	Argile marine sensible de Manicouagan-Masque visage et buste(gel)Lot A4-L54				
	Prélevé le: 2015-03-10 Par: Mme Sylvie Bouchard Reçu le: 2015-03-12				
	Compte total microbien	<10	UFC/g		2015-03-12
	Levures - Moisissures 5 jours - Reprise	<10	UFC/g		2015-03-19

Remarques: Contenant: Pot mason
Dérégation au USP : sans test d'inhibition.

Méthode d'analyse	Description	Référence externe	Procédure interne
Compte total microbien	Dénombrement	USP <61>	---
Levures - Moisissures	Dénombrement	USP <61>	---
Levures - Moisissures	Dénombrement	USP <61>	---


Chantal Létourneau, Microbiologiste agréé, superviseure



- Ce certificat ne doit pas être reproduit, sinon en entier, sans l'autorisation écrite des Laboratoires d'analyses S.M. inc.
- Ce certificat d'analyse est la référence valide en cas de différence avec tout autre document transmis.
- Les résultats ne se rapportent qu'aux objets soumis à l'essai. - (FNA) indique un Paramètre Non Accrédité.
- Ce certificat d'analyses corrige et remplace la version précédente.
- Les échantillons sont conservés pour une période de 30 jours après la date de réception. À moins d'indication contraire, nous disposerons donc des échantillons après ce délai.

Page 1 de 1



SMi LABORATOIRES
D'ANALYSES
S.M. INC.

2350, Chemin du Lac
Longueuil, Québec J4N 1G8
Tél. (514) 332-8001 Téléc. (514) 332-5066

740, Galt Ouest, 2e étage
Sherbrooke, Québec J1H 1Z3
Tél. (819) 566-8855 Téléc. (819) 566-0224

3705, boul. Industriel
Sherbrooke, Québec J1L 1X8
Tél. (819) 566-8855 Téléc. (819) 566-0224

Certificat d'analyse

No M993842-w, version 1

Émis le: 2015-03-17

Client: **ARGILE EAU MER inc.**
Mme Denise Saulnier
35, rue Principale
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1M0

No client: 10183
Tél.: 418-567-9620
Télé.:
No projet: 13617
Bon de commande:

Copie conforme:

Mme Julie Beaulieu, 35, rue Principale, Pointe-aux-Outardes, Québec G0H 1M0 - Courriel: juliebeaulieu@argileeaumer.ca

Projet: Dénombrement microbien selon le USP <61>

Sous-projet: Dénombrement microbien selon le USP

No éch.	Description	Résultat	Unité	Spécifications	Analysé le
2529143	Argile marine sensible de Manicouagan (boue)-Enveloppement corporel (Juil 2012) - reconditionné - A4-				
	Prélevé le: 2015-03-10	Par: Mme Sylvie Bouchard	Reçu le: 2015-03-12		
	Compte total microbien	<10	UFC/g		2015-03-12
	Levures - Moisissures 5 jours	<10	UFC/g		2015-03-12

Remarques: Dérogation au USP: sans test d'inhibition.
Contenant: Pot masson

Méthode d'analyse	Description	Référence externe	Procédure interne
Compte total microbien	Dénombrement	USP <61>	--
Levures - Moisissures	Dénombrement	USP <61>	--



Chantal Létourneau, Microbiologiste agréé, superviseure

- Ce certificat ne doit pas être reproduit, sinon en entier, sans l'autorisation écrite des Laboratoires d'analyses S.M. inc.

- Ce certificat d'analyse est la référence valide en cas de différence avec tout autre document transmis.

- Les résultats ne se rapportent qu'aux objets soumis à l'essai.

- (PNA) indique un Paramètre Non Accrédité.

- Les échantillons sont conservés pour une période de 30 jours après la date de réception. À moins d'indication contraire, nous disposerons donc des échantillons après ce délai.

Page 1 de 1



SMi LABORATOIRES
D'ANALYSES
S.M. INC.

2350, Chemin du Lac
Longueuil, Québec J4N 1G8
Tél. (514) 332-8001 Téléc. (514) 332-5066

740, Galt Ouest, 2e étage
Sherbrooke, Québec J1H 1Z3
Tél. (819) 566-8855 Téléc. (819) 566-0224

3705, boul. Industriel
Sherbrooke, Québec J1L 1X8
Tél. (819) 566-8855 Téléc. (819) 566-0224

Certificat d'analyse

No M998730, version 1

Émis le: 2015-03-31

Client: **ARGILE EAU MER inc.**
Mme Denise Saulnier
35, rue Principale
Pointe-aux-Outardes, Québec
G0H 1M0

No client: 10183
Tél.: 418-567-9620
Téléc.:
No projet: 13617
Bon de commande:

Copie conforme:

Mme Julie Beaulieu, 35, rue Principale, Pointe-aux-Outardes, Québec G0H 1M0 - Courriel: juliebeaulieu@argileeamer.ca

Projet: Dénombrement microbien selon le USP <61>

Sous-projet: Dénombrement microbien selon le USP

No éch.	Description	Résultat	Unité	Spécifications	Analysé le
2540757	Argile marine sensible de Manicouagan - Suspension	No lot: A4-L54 (pot masson)			
	Prélevé le: 2015-03-25	Par: Mme Julie Beaulieu	Reçu le: 2015-03-26		
	Compte total microbien	<10	UFC/g		2015-03-26

Remarques: Dérogation au USP: sens test d'inhibition.

Méthode d'analyse	Description	Référence externe	Procédure interne
Compte total microbien	Dénombrement	USP <61>	---



Chantal Létourneau, Microbiologiste agréé, superviseure

- Ce certificat ne doit pas être reproduit, sinon en entier, sans l'autorisation écrite des Laboratoires d'analyses S.M. inc.
- Ce certificat d'analyse est la référence valide en cas de différence avec tout autre document transmis.
- Les résultats ne se rapportent qu'aux objets soumis à l'essai. - (PNA) indique un Paramètre Non Accrédité.
- Les échantillons sont conservés pour une période de 30 jours après la date de réception. À moins d'indication contraire, nous disposerons donc des échantillons après ce délai.

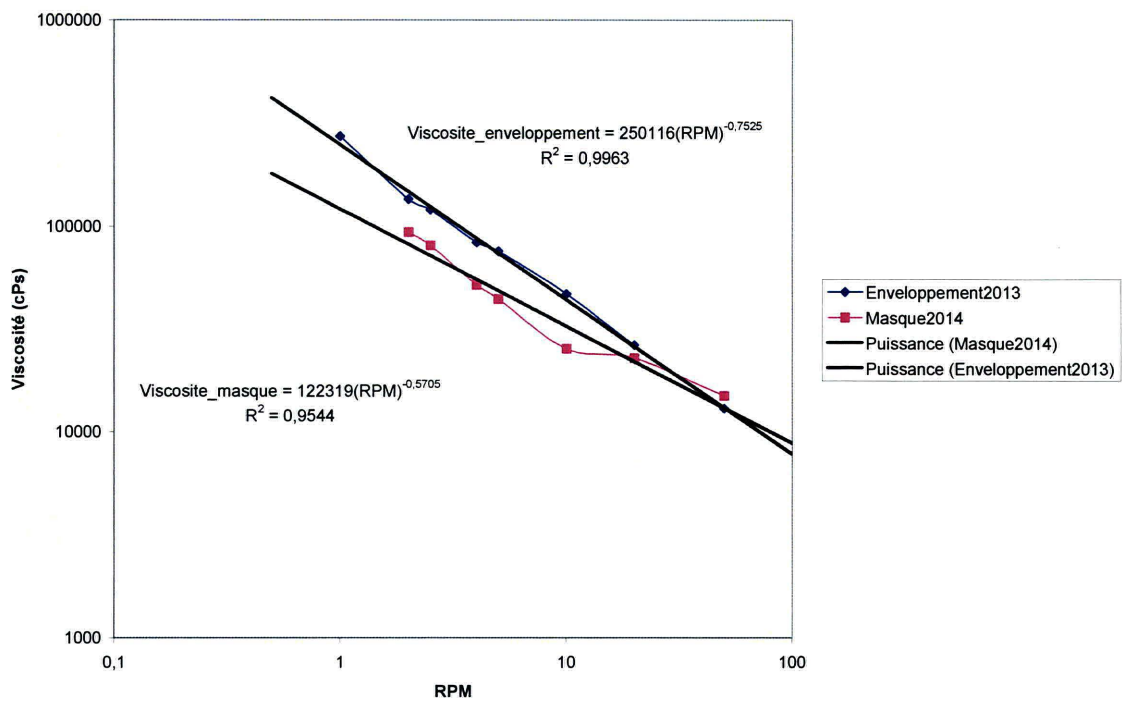
Page 1 de 1

2.13.1 Viscosité

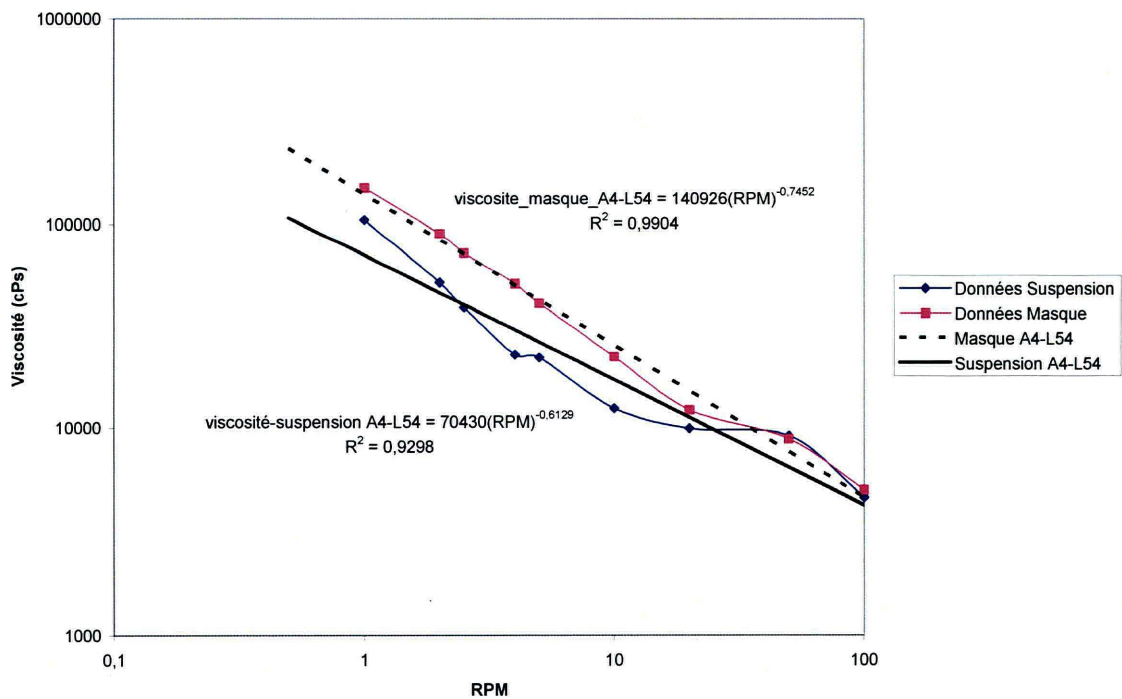
Les mesures de viscosités sont applicables seulement sur l'argile marine de Manicouagan ayant conservé son contenu en eau interstitielle. Cela n'est pas applicable à la poudre d'argile.

Les graphiques suivants présentent les résultats de viscosité obtenus le 18 février 2015 sur un échantillon d'enveloppement corporel à base d'argile marine sensible de Manicouagan (2013), d'un échantillon de masque visage et buste à base d'argile marine sensible de Manicouagan (2014) et d'un échantillon de suspension :

Viscosité en fonction RPM (Enveloppement-Masque)



Viscosité en fonction RPM (Suspension et masque)



Le rapport de stage du mandat GBMST01, explique la théorie entourant la mesure de contrôle de la viscosité de l'argile :

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 [humide], les mesures de viscosité servent à établir une charte pour les produits suivants : cataplasme/gel ; suspension/pansement liquide ; masque [pour le visage et le buste/gel, enveloppement corporel/gel, soins pour traiter les irritations cutanées (piqûres d'insectes)/suspension].

L'Argile de Manicouagan est [constituée] 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 [argile humide] est aussi considérée comme un fluide viscoélastique. Soumis à une déformation, il présente des aspects visqueux et élastique (solide) simultanément. La réaction du matériau est très différente si la sollicitation est très rapide ou très lente. On peut aussi [qualifier] l'argile de rhéofluidifiante.

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 sont effectués les tests de viscosité.

[...] les courbes [du graphique ci-dessus] montrent bel et bien un comportement viscoélastique (rhéofluidifiant) dans lequel la viscosité décroît avec le cisaillement appliqué (proportionnel au RPM).

(Beaulieu, J. 2011)

Étant donné la difficulté intrinsèque de mesurer la viscosité de l'argile, et le fait qu'il n'y a pas de standard disponible, il est préférable d'effectuer des mesures relatives entre deux produits, selon la charte suivante :

Le gel (cataplasme) est plus visqueux que l'enveloppement corporel (gel), qui est plus visqueux que le masque pour le visage et le buste (gel), qui est plus visqueux que le produit soins pour les irritations cutanées (suspension), qui est plus visqueux que la suspension (pansement liquide).

Les graphiques précédents montrent que l'enveloppement corporel (gel) est plus visqueux que le masque pour le visage et le buste (gel) et ce dernier est plus visqueux que la suspension.

2.14.1 Pourcentage d'humidité

Voici la charte du pourcentage d'humidité des produits à base d'argile marine sensible de Manicouagan (argile de Manicouagan). Le masque est le produit qui est à la limite entre le gel et la suspension.

Nom du produit	Pourcentage d'humidité
Gel (cataplasme)	25-30%
Enveloppement corporel (gel)	25-30%
Masque pour le visage et le buste (gel)	30-35%
Soins pour soulager les irritations cutanées (piqûres d'insectes) (suspension)	35-40%
Suspension (Pansement liquide)	35-40%

3. Preuves démontrant les usages médicaux de l'argile de Manicouagan par comparaison aux propriétés physicochimiques des argiles minérales présentes sur le marché

Les exigences pour que les différentes argiles se classent comme agents médicaux au niveau physique sont une surface spécifique élevée, leur capacité d'absorption et d'adsorption, leurs propriétés rhéologiques, la capacité de rétention, la solubilité dans l'eau et de dispersion, la granulométrie, l'onctuosité, la thixotropie, le pH, la plasticité et l'opacité. La couleur a une importance lorsqu'elle est utilisée comme excipient.

Des articles scientifiques font la preuve que les argiles minérales sont incluses dans plusieurs formulations de soins de santé. En raison de leurs propriétés physiques de viscosité et de rhéologie, elles servent à la stabilisation des suspensions et des émulsions parce que la disposition particulière de leurs particules, leur grande surface et leurs dimensions colloïdales font qu'elles sont dispersées dans des solvants polaires. De plus, les minéraux adhèrent à la peau ; ils la protègent contre les agents environnementaux, ils adsorbent les graisses et contrôlent leur dégagement de chaleur. Ces articles énoncent les propriétés de dispersions des minéraux argileux et les différentes fonctions dérivées de ces propriétés en donnant des exemples d'applications dans les produits destinés aux soins de santé.

L'argile de Manicouagan est une argile de type montmorillonite. (Lopès Galindo) (Aidara, 2013) C'est une argile colloïdale avec des fonctionnalités rhéologiques élevées et un comportement thixotrope recherché en usage thérapeutique. La thixotropie est une propriété physique complexe que l'on retrouve dans certains gels, fluides ou mélanges renfermant des solides qui a la particularité de pouvoir passer de l'état liquide à solide et de solide à liquide. La viscosité baisse lorsque l'effort mécanique qui lui est appliqué

augmente. L'origine météoritique de la boue marine la rapproche également des gisements de bentonites qui sont d'origines volcanique et hydrothermale.

Sa caractéristique rhéologique élevée confère à l'argile de Manicouagan une grande surface en raison des feuillets qui la compose. Sa capacité d'absorption est comparable aux bentonites de calcium (montmorillonite) donc moins élevée que celle des bentonites de sodium mais le fait qu'elle soit un gel (boue) à l'état brut ajoute des propriétés en raison de l'eau interstitielle qui joue un rôle actif. L'eau interstitielle représente de 31 à 42 % de la boue et ajoute à sa capacité d'adsorption. Sa structure cristalline en feuillets et son grand pouvoir d'adsorption fait qu'elle adhère à la peau et qu'elle se qualifie pour des applications topiques. Sa finesse granulométrique (50% des particules moins de 5 μ à l'état brut), sa texture onctueuse, son pH neutre et sa plasticité s'ajoutent aux autres propriétés physiques de l'argile/boue marine de Manicouagan et la classe comme produit thérapeutique. La boue est utilisée comme telle dans les gels, les suspensions, les liquides et les crèmes en raison des propriétés de l'eau interstitielle. Séchée, elle peut être utilisée comme poudre. Elle entre comme ingrédients dans la composition des savons. La fiche technique atteste de ces propriétés (Aidara 2011).

3.1 Preuves par comparaison des propriétés microbiologiques des argiles utilisées en thérapeutique à celles des produits finis de l'argile/ boue de Manicouagan.

En raison de son origine marine, l'argile contient des éléments microbiologiques (micro-algues, phytoplancton, chlorophylle) qui apportent leurs effets thérapeutiques. Protégée des polluants environnementaux par une tourbière et n'ayant connu aucune contamination de sa nappe phréatique, elle a un degré de pureté très appréciée en thérapie. Le territoire de la Manicouagan est d'ailleurs reconnu comme réserve mondiale de la Biosphère par l'UNESCO et l'aire marine est protégée par Ressource et Environnement Canada.

La littérature scientifique est claire sur les exigences en microbiologie. Les argiles et boues minérales commercialisées ne doivent pas contenir de bactéries pathogènes au niveau microbiologique et avoir des bactéries aérobies à des taux acceptables pour des produits de santé. Elles ne doivent pas contenir ni connaître de développement de moisissures et levures dans les produits finis tel que démontré par Lopes-Galindo et al. (2006, p.56)

L'argile de Manicouagan contient un niveau très bas de bactéries aérobies, elle ne contient pas de bactéries pathogènes. Dans les produits finis on retrouve peu de bactéries aérobies, pas de levures ni moisissures, pas de polluants environnementaux. Le taux de métaux lourds est pratiquement absent dans les produits finis de l'argile / boue de Manicouagan. Les argiles et boues minérales commercialisées doivent être non toxiques pour les humains et des contrôles microbiologiques doivent être effectués sur les produits finis.

Les traces de métaux lourds dans l'argile de Manicouagan sont en deçà des exigences de la DPSN et de ses spécifications pour les produits finis en ce qui concerne les métaux lourds de cadmium, de mercure, de plomb et d'arsenic. Leur seuil indique que l'argile

pourrait être utilisée oralement. Par contre, les micro-éléments tels que le zinc jouent un rôle actif thérapeutique en synergie avec les autres éléments chimiques dans la boue marine de Manicouagan tel que démontré par Aidara (2011) aux pages 21-24 de son rapport et dans les annexes. De plus, les produits finis sont entreposés à des températures normales, dans un milieu sec et bien ventilé.

3.2 Preuves de la substance chimique par comparaison des éléments et molécules chimiques et minéralogiques contenus dans l'argile de Manicouagan aux éléments et molécules chimiques et minéralogiques reconnus comme ingrédients médicinaux dans la base de données de Santé-Canada.

Comme la bentonite et le kaolin, l'argile de Manicouagan est de la famille des phyllosilicates. Sa composition chimique est très proche de la montmorillonite. Elle est composée de silicate d'aluminium hydratée. Son riche contenu en fer, calcium, magnésium, potassium, phosphore et titane font qu'elle comporte plusieurs ingrédients médicinaux. Ses propriétés minéralogiques ont été démontrées (Burton et al. 1999). De plus, on retrouve la majorité de ses composants chimiques comme ingrédients médicinaux dans le *Compendium des monographies* de la Direction des produits de santé naturels finis.

CONCLUSION

Ce rapport sur la qualité du complexe minéral de silicates reconnu comme ingrédient médicinal sous le nom d'argile a été produit pour établir les spécifications des produits finis de gel, suspension, poudre et savon. L'argile a d'abord été caractérisée à partir d'une identification contenue dans deux fiches techniques. Des preuves établies à partir des résultats d'analyses de laboratoire démontrant les spécifications de l'argile ont été apportées avec certificats, méthodes scientifiques et rapports d'experts sur la teneur en eau et en chlorophylle pour établir la quantité d'argile dans les produits finis. Les spécifications des produits finis ayant été représentées, les usages médicinaux de l'argile ont fait l'objet d'une comparaison avec les autres argiles et boues minérales présentes sur le marché. Des preuves à partir d'articles scientifiques ont démontrées les critères de qualité exigées quant à la microbiologie, la quantification des métaux lourds, l'absence d'asbestos, la composition chimique et minéralogiques et des renseignements supplémentaires quant aux pharmacopées et aux utilisations traditionnelles.

RÉFÉRENCES

Aidara C, 2009, *Programme de recherche sur la caractérisation de l'argile et des eaux associées extraites selon de nouveaux procédés – Mise en place de méthodes industrielles de conservation*. Québec Biodiversité, Collaboration avec L'Université Laval, le CEPROCQ et l'Université MCGill.

Aidara C, 2010, *Fiche technique de l'argile marine de Manicouagan*

Aidara C, 2012, *Fiche technique de l'argile marine de Manicouagan*

Aidara C, 2011, *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*, Québec Biodiversité.

Beaulieu J, 2011, *Procédures opératoires normalisées no: 21-22- 23 et résultats de la viscosité*, Cahier des charges AEM-Dossiers de fichiers.

Norme ASTM D1824-95 *Standard Test Method for Apparent Viscosity of Plastics and Organosols at Low Shear Rates*

Norme ASTM D2196-10 *Standard Test Method for Rheological Properties of Non-Newtonian Materials by Rotational (Brookfield type) Viscosimeter*

BROOKFIELD « *More Solutions to Ticky Problems* »

Manuel d'opération du viscosimètre RVDV-I+

SHAOCHENG, Ji. (2004). *A generalized mixture rule for estimating the viscosity of solid-liquid suspensions and mechanical properties of polyphase rocks and composite materials*. Journal of Geophysical Research, Vol. 109, B10207, 18 pages.

Beaulieu J, 2011, *Comparaison entre les différents types d'argiles, Complément d'informations suite la demande de reconnaissance de l'Argile de la Manicouagan comme un ingrédient médicinal à Santé Canada*,.
(Beaulieu, J. (2011). *Rapport de stage Mandat GBMST01*. Présenté à l'École Polytechnique de Montréal. 48 pages.

Burton CA, Percival JB, Saulnier D (1999) *Mineral Investigation of a clay deposit for cosmetic and therapeutic purpose Baie Saint-Ludger Québec, Current Research Geological Survey of Canada*

Charbonneau D, 2010 *Argile thérapeutique, Recherche effectuée à l'Institut canadien de l'information scientifique et technique*.

Charbonneau D, 2010 *Les boues et argiles dans les pharmacopae, Recherche effectuée à l'Institut canadien de l'information scientifique et technique*.

Qualitas-SNC-Lavalin. (2015). *Analyse granulométrique*. Méthode BNQ 2501-025.

Gottschack, TE, 2003, *Lettre du CTFA confirmant l'adhésion d'Argile eau mer au CTFA et le nom INCI.*

Hildgen, P, 1999 *Conclusion de l'Étude effectuée à la Faculté de Pharmacie de l'Université de Montréal.*

Laboratoire d'analyses SMi (2015). *Analyses microbiologiques selon la norme USP 61*

Lopes-Galindo A, Viseras C, Ciseros P, 2007, *Compositionnal, technical and safety specifications of clays to be used as pharmaceuticals and cosmeceuticals products.* Applied Clay Science Volume 36, Issues 1-3.

Paré, J, 2009, *Caractérisation d'un dépôt argileux, Claim CDC 2054865 Secteur de la Baie Saint- Ludger, Pointe-aux-Outardes, LVM Technisol/DESSAU*

Quebec Biodiversite. (2015). *Technical report for the assignment of a CAS registry number for the Manicouagan clay.* 7 pages

Viseras C, Aguzzi C, Cereco P.; Lopez Galiando A, Carretero MI, 2006, *Uses of clay minerals in semisolid health care and therapeutic products Clays and health: Clays in pharmacy, cosmetics, pelotherapy, and environmental protection.* Elsevier