

Rapport de projet :

Tentative de reproduction des tests d'urine synthétique sur les couches  
pour bébés selon le scénario d'exposition de l'ANSES pour la préparation  
et l'analyse des échantillons

En collaboration avec :

Procter & Gamble

Hambourg, Août 2020

Éditeur

Carsten Saal M.A.  
Directeur de l'unité commerciale  
GALAB Laboratories GmbH

2020139020

## INDEX

|   |    |
|---|----|
| 1. Introduction et contexte .....                           | 3  |
| 2. Conclusion .....   | 3  |
| 3. Résultats des tests effectués sur Pampers Harmonie ..... | 4  |
| 4. Protocole de test effectué.....                          | 13 |
| 4.1 Approche du test d'exposition .....                     | 14 |
| 4.2 Description du protocole de test ANSES réalisé.....     | 14 |
| 4.3 Échantillon testé.....                                  | 18 |
| 4.4 Poids de l'échantillon de couche.....                   | 18 |
| 5. Références .....   | 18 |

## 1. INTRODUCTION ET CONTEXTE

En janvier 2019, l'Agence française de sécurité sanitaire des aliments, de l'environnement et du travail (ANSES) a publié un document intitulé « Sécurité des couches pour bébés - Avis révisé de l'ANSES. Rapport d'expertise collective »<sup>1</sup>. Celui-ci se base sur le scénario d'exposition analytique publié par le Service Commun des Laboratoires - Laboratoire de Paris<sup>2</sup>.

Le rapport et l'avis révisé de l'ANSES se fondent sur les résultats les plus récents de substances qui ont été détectées et mesurées après la lixiviation et le pressage des couches, conformément aux scénarios d'exposition nouvellement développés et publiés. L'approche adoptée dans ce rapport a pour objet d'essayer de reproduire le mieux possible le scénario d'exposition analytique publié (compte tenu des informations disponibles au public) sur les couches pour bébés pour les composés détectés, y compris après la lixiviation des couches à l'aide d'une solution d'urée synthétique (urine artificielle).

## 2. CONCLUSION

Aucune substance d'intérêt n'a pu être détectée après les scénarios d'exposition réalisés (conformément au protocole de l'ANSES) dans la couche analysée.

Tableau 1: Résumé des résultats de l'échantillon de couche analysé

|                                 | <b>Pampers Harmonie</b>                 |
|---------------------------------|---|
| <b>Paramètre /-groupe*</b>      | Scénario d'exposition (Protocole ANSES) |
| GALAB Pesticides                | non détecté                             |
| Formaldéhyde                    | non détecté                             |
| Ethoxylates d'alkylphénol       | non détecté                             |
| Alkylphénols                    | non détecté                             |
| Amines aromatiques              | non détecté                             |
| Dioxines et PCB de type dioxine | non détecté                             |
| Métaux lourds                   | non détecté                             |
| Parfums                         | non détecté                             |
| Composés organostanniques       | non détecté                             |
| AMPA + Glyphosate               | non détecté                             |
| Phtalates                       | non détecté                             |
| PAH                             | non détecté                             |

\*paramètres exacts au chapitre 3

### 3. RÉSULTATS DES TESTS EFFECTUÉS SUR PAMPERS HARMONIE

Tableau 2: Pesticides (Méthode : Pesticides (Méthode: EN 15662:2018-07 Méthode QuEChERS modulaire, Champ d'application des substances et méthodes : GALAB Pesticides 500PLUS produits de consommation - matière sèche, daté du 17 août 2015)

| Étendue des paramètres | Contenu     | Unité   | LOQ  |
|------------------------|-------------|---------|------|
| GALAB Pesticides       | non détecté | mg/kg** | 0,01 |

\*\*kg solution d'urine synthétique

Tableau 3: Aldéhydes (Méthode : Photomètre)

| Paramètre    | Contenu | Unité | LOQ  |
|--------------|---------|-------|------|
| Formaldéhyde | <0,20   | mg/L  | 0,20 |

Tableau 4: Éthoxylates d'alkylphénol N° SOP 156:2019-02 (GC-MSD)

| Paramètre                      | Contenu | Unité | LOQ |
|--------------------------------|---------|-------|-----|
| Bisphénol A                    | <10     | ng/L  | 10  |
| iso-Nonylphénolmonoéthoxylate  | <100    | ng/L  | 100 |
| iso-Nonylphénoldiéthoxylate    | <100    | ng/L  | 100 |
| iso-Nonylphénoltriéthoxylate   | <100    | ng/L  | 100 |
| iso-Nonylphénoltétraéthoxylate | <100    | ng/L  | 100 |
| iso-Nonylphénolpentaéthoxylate | <100    | ng/L  | 100 |
| iso-Nonylphénolhexaéthoxylate  | <100    | ng/L  | 100 |
| 4-t-Octylphénolmonoéthoxylate  | <10     | ng/L  | 10  |

|                                |     |      |    |
|--------------------------------|-----|------|----|
| 4-t-Octylphénoldiéthoxylate    | <10 | ng/L | 10 |
| 4-t-Octylphénoltriéthoxylate   | <10 | ng/L | 10 |
| 4-t-Octylphénoltetraéthoxylate | <10 | ng/L | 10 |
| 4-t-Octylphénolpentaéthoxylate | <10 | ng/L | 10 |
| 4-t-Octylphénolhexaéthoxylate  | <10 | ng/L | 10 |

Tableau 5: Alkylphénols (Méthode : N° SOP 156:2019-02 (GC-MSD))

| Paramètre           | Contenu | Unité | LOQ |
|---------------------|---------|-------|-----|
| iso-Nonylphénol     | <100    | ng/L  | 100 |
| 4-n-Nonylphénol     | <10     | ng/L  | 10  |
| 4-tert-Butylphénol  | <10     | ng/L  | 10  |
| 4-tert-Octylphénol  | <10     | ng/L  | 10  |
| 4-tert-Pentylphénol | <10     | ng/L  | 10  |

Tableau 6: Amines aromatiques (Méthode : N° SOP 526:2018-12 (GC-MSD))

| Paramètre              | Contenu | Unité | LOQ |
|------------------------|---------|-------|-----|
| 2,4,5-Triméthylaniline | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4-Chloro-o-toluidine   | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4-Chloroaniline        | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| Aniline                | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| o-Anisidine            | <2,0    | µg/L  | 2,0 |

Tableau 7: Amines aromatiques (Méthode : N° SOP 528 (LC-MS-MS))

| Paramètre                                 | Contenu | Unité | LOQ |
|---|---------|-------|-----|
| 2,4,5-Triméthylaniline                    | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 2,4-Diaminoanisole                        | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 2,4-Toluylendiamine                       | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 2-Amino-4-nitrotoluène                    | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 2-Naphthylamine                           | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 3,3'-Dichlorobenzidine                    | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 3,3'-Diméthoxybenzidine                   | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 3,3'-Diméthyl-4,4'-diaminodiphénylméthane | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 3,3'-Diméthylbenzidine                    | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4,4'-Diaminodiphénylméthane               | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4,4'-Méthylène-bis-(2-chloraniline)       | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4,4'-Oxydianiline                         | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4,4'-Thiodianiline                        | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| o-Aminoazotoluène                         | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4-Aminobiphényle                          | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4-Chlor-o-toluidine                       | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| 4-Chloraniline                            | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| Benzidine                                 | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| o-Anisidine                               | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| o-Toluidine                               | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| p-Aminoazobenzène                         | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| p-Crésidine                               | <2,0    | µg/L  | 2,0 |

Tableau 8: Dioxines et PCB de type dioxine (Méthode : HRMS)

| Paramètre                      | Contenu     | Unité | LOQ  |
|--------------------------------|-------------|-------|------|
| 2,3,7,8-TCDD                   | <0,20       | pg/L  | 0,20 |
| 1,2,3,7,8-PeCDD                | <0,40       | pg/L  | 0,40 |
| 1,2,3,4,7,8-HxCDD              | <0,60       | pg/L  | 0,60 |
| 1,2,3,6,7,8-HxCDD              | <0,60       | pg/L  | 0,60 |
| 1,2,3,7,8,9-HxCDD              | <0,60       | pg/L  | 0,60 |
| 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD            | <3,0        | pg/L  | 3,0  |
| OCDD                           | <9,0        | pg/L  | 9,0  |
| 2,3,7,8-TCDF                   | <0,20       | pg/L  | 0,20 |
| 1,2,3,7,8-PeCDF                | <0,40       | pg/L  | 0,40 |
| 2,3,4,7,8-PeCDF                | <0,40       | pg/L  | 0,40 |
| 1,2,3,4,7,8-HxCDF              | <0,60       | pg/L  | 0,60 |
| 1,2,3,6,7,8-HxCDF              | <0,60       | pg/L  | 0,60 |
| 1,2,3,7,8,9-HxCDF              | <0,60       | pg/L  | 0,60 |
| 2,3,4,6,7,8-HxCDF              | <0,60       | pg/L  | 0,60 |
| 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF            | <3,0        | pg/L  | 3,0  |
| 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF            | <3,0        | pg/L  | 3,0  |
| OCDF                           | <9,0        | pg/L  | 9,0  |
| OMS-PCDD/F-TEQ 2005 (sans LOQ) | non calculé | pg/L  | -    |
| OMS-PCDD/F-TEQ 2005 (avec LOQ) | 1,3         | pg/L  | -    |
| PCB 126                        | <5,0        | pg/L  | 5,0  |
| PCB 169                        | <10         | pg/L  | 10   |
| PCB 77                         | <20         | pg/L  | 20   |
| PCB 81                         | <10         | pg/L  | 10   |
| PCB 123                        | <20         | pg/L  | 20   |
| PCB 118                        | <200        | pg/L  | 200  |

|                                    |             |      |     |
|------------------------------------|-------------|------|-----|
| PCB 114                            | <20         | pg/L | 20  |
| PCB 105                            | <100        | pg/L | 100 |
| PCB 167                            | <20         | pg/L | 20  |
| PCB 156                            | <20         | pg/L | 20  |
| PCB 157                            | <20         | pg/L | 20  |
| PCB 189                            | <20         | pg/L | 20  |
| OMS-PCB-TEQ 2005 (sans LOQ)        | non calculé | pg/L | -   |
| OMS-PCB-TEQ 2005 (avec LOQ)        | 0,82        | pg/L | -   |
| OMS-PCDD/F-PCB-TEQ 2005 (avec LOQ) | 2,1         | pg/L | -   |

Tableau 9: Éléments (Méthode : DIN EN ISO 17294-2:2017-01 (ICP-MS))

| Paramètre | Contenu | Unité | LOQ |
|-----------|---------|-------|-----|
| Arsenic   | <4,0    | µg/L  | 4,0 |
| Plomb     | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| Cadmium   | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| Chrome    | <4,0    | µg/L  | 4,0 |
| Cuivre    | <2,0    | µg/L  | 2,0 |
| Niquel    | <2,0    | µg/L  | 2,0 |

Tableau 10: Substances parfumantes allergisantes (UE 26) (Méthode : Méthode interne, GC-Q-TOF)

| Paramètre              | Contenu | Unité | LOQ |
|------------------------|---------|-------|-----|
| Alpha-Isométhyl ionone | <0,1    | mg/L  | 0,1 |
| Amyl cinnamal          | <0,1    | mg/L  | 0,1 |
| Amylcinnamyl alcohol   | <0,1    | mg/L  | 0,1 |
| Anise alcohol          | <0,1    | mg/L  | 0,1 |



|  |         |      |     |
|--|---------|------|-----|
| Benzyl alcohol                                   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Benzyl benzoate                                  | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Benzyl cinnamate                                 | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Benzyl salicylate                                | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Cinnamal   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Cinnamyl alcohol                                 | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Citral   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Citronellol                                      | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Coumarin   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Eugenol  | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Farnesol   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Geraniol   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Hexylcinnamaldéhyde                              | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Hydroxycitronellal                               | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Isoeugénol                                       | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Butylphényle méthylpropional                     | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Limonène   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Linalool   | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Hydroxyisohexyle 3-cyclohexène<br>carboxaldéhyde | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Methyl 2-octynoate                               | <0,1    | mg/L | 0,1 |
| Extrait d'evernia Furfuracea                     | négatif | mg/L | -   |
| Extrait d'evernia Prunastri                      | négatif | mg/L | -   |
| Triméthylbenzenepropanol                         | <0,1    | mg/L | 0,1 |

Tableau 11: Composés organostanniques (Méthode : DIN EN ISO 17353:2005-11 (F13) (modifié))

| Paramètre         | Contenu | Unité | LOQ |
|-------------------|---------|-------|-----|
| Monobutyltine     | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Dibutyltine       | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Tributyltine      | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Tetrabutyltine    | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Monooctyltine     | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Dioctyltine       | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Trioctyltine      | <5,0    | ng/L  | 5,0 |
| Tétraoctyltin     | <5,0    | ng/L  | 5,0 |
| Monophényltine    | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Diphényltine      | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Triphényltine     | <1,0    | ng/L  | 1,0 |
| Tétraphényltine   | <5,0    | ng/L  | 5,0 |
| Tricyclohexyltine | <1,0    | ng/L  | 1,0 |

Tableau 12: Pesticides (Méthode : SOP-0232; 2011-06)

| Paramètre  | Contenu | Unité*** | LOQ  |
|------------|---------|----------|------|
| AMPA       | <0,01   | mg/kg    | 0,01 |
| Glyphosate | <0,01   | mg/kg    | 0,01 |

\*\*\*kg solution d'urine synthétique

Tableau 13: Phtalates (Méthode : SOP-154: 2018-5 (GC-MSD))

| Paramètre                    | Contenu | Unité | LOQ  |
|------------------------------|---------|-------|------|
| Dimethyl phthalate           | <50     | ng/L  | 50   |
| Diethyl phthalate            | <50     | ng/L  | 50   |
| Diisobutyl phthalate         | <50     | ng/L  | 50   |
| Dibutyl phthalate            | <50     | ng/L  | 50   |
| Dimethoxyethyl phthalate     | <50     | ng/L  | 50   |
| Diisohexyl phthalate         | <50     | ng/L  | 50   |
| Di-2-ethoxyethyl phthalate   | <50     | ng/L  | 50   |
| Dipentyl phthalate           | <50     | ng/L  | 50   |
| Di-n-hexyl phthalate         | <50     | ng/L  | 50   |
| Benzylbutyl phthalate        | <50     | ng/L  | 50   |
| Hexyl-2-ethylhexyl phthalate | <50     | ng/L  | 50   |
| Dibutoxyethyl phthalate      | <50     | ng/L  | 50   |
| Dicyclohexyl phthalate       | <50     | ng/L  | 50   |
| Di-2-ethylhexyl phthalate    | <50     | ng/L  | 50   |
| Diisononyl phthalate         | <50     | ng/L  | 50   |
| Di-n-octyl phthalate         | <50     | ng/L  | 50   |
| Diisodecyl phthalate         | <1000   | ng/L  | 1000 |

Tableau 14: Hydrocarbures polycycliques aromatiques (PAH) (Méthode : N° SOP 103:2019-01 (GC-MSD))

| Paramètre               | Contenu | Unité | LOQ |
|-------------------------|---------|-------|-----|
| Acénaphthène            | <10     | ng/L  | 10  |
| Acénaphthylène          | <10     | ng/L  | 10  |
| Anthracène              | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[a]anthracène      | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[a]pyrène          | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[b]fluoranthène    | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[c]fluorène        | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[e]pyrène          | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[g,h,i]pérylène    | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[j]fluoranthène    | <10     | ng/L  | 10  |
| Benzo[k]fluoranthène    | <10     | ng/L  | 10  |
| Chrysène                | <10     | ng/L  | 10  |
| Cyclopenta[c,d]pyrène   | <10     | ng/L  | 10  |
| Dibenz[a,h]anthracène   | <10     | ng/L  | 10  |
| Dibenzo[a,e]pyrène      | <10     | ng/L  | 10  |
| Dibenzo[a,i]pyrène      | <10     | ng/L  | 10  |
| Dibenzo[a,l]pyrène      | <10     | ng/L  | 10  |
| Fluoranthène            | <10     | ng/L  | 10  |
| Dibenzo[a,h]pyrène      | <10     | ng/L  | 10  |
| Fluorène                | <10     | ng/L  | 10  |
| Indeno[1,2,3-c,d]pyrène | <10     | ng/L  | 10  |
| Naphthaline             | <10     | ng/L  | 10  |
| Phenanthrène            | <10     | ng/L  | 10  |
| Pyrène                  | <10     | ng/L  | 10  |
| 5-Méthylchrysène        | <10     | ng/L  | 10  |

#### 4. PROTOCOLE DE TEST EFFECTUÉ

La description est un extrait de la méthode publiée par SCL<sup>2</sup>. La solution d'urine synthétique suivante a été utilisée pour le test de scénario d'exposition.

Tableau 15: Composition de la solution d'urine synthétique

| Composé                         | Unité g/L |
|---------------------------------|-----------|
| Urée                            | 9,3       |
| Créatine                        | 2         |
| Citrate d'ammonium              | 1         |
| NaCl                            | 8         |
| KHSO <sub>4</sub>               | 0,5       |
| KCl                             | 1,65      |
| MgSO <sub>4</sub>               | 0,2       |
| KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> | 1,75      |
| KHCO <sub>3</sub>               | 0,5       |

La couche a été placée dans un bol rectangulaire en verre et a été remplie trois fois d'une solution d'urine synthétique de 200 ml toutes les 15 minutes (conformément à la méthodologie rapportée par l'ANSES). Ensuite, les couches pleines ont été incubées à 37°C pendant 16 h dans un four.

#### 4.1 APPROCHE DU TEST D'EXPOSITION

Bien que nous ayons tenté de reproduire la méthode ANSES aussi fidèlement que possible, l'absence de certains détails spécifiques non communiqués par l'ANSES nous a contraint à faire quelques hypothèses et ajustements, ce qui a mené à de légères modifications de la méthode. Ces modifications sont décrites ci-dessous.

##### **Scénario d'exposition (protocole ANSES) sur la couche complète :**

Pour le protocole de lixiviation sur la couche complète, un protocole de test adapté au scénario d'exposition SCL<sup>2</sup> a été utilisé. Le pressage des couches a été effectué à la main au lieu d'utiliser une machine à presser. Le protocole de test détaillé est décrit ci-dessous.

#### 4.2 DESCRIPTION DU PROTOCOLE DE TEST ANSES REALISÉ

Le scénario de test d'exposition a été réalisé selon le protocole de test suivant. Lors de cette approche de test, le pressage a été effectué manuellement / à la main. Cette approche réduit considérablement le risque d'éclatement de la couche et de libération du polymère super absorbant, de sorte qu'il n'a pas été nécessaire de procéder à une filtration supplémentaire de la solution pressée.

Les échantillons ont été préparés comme suit.



Photo 1: Couches-culottes préparées pour le test du scénario d'exposition (échantillons sans solution d'urine)

Pour le test de lixiviation et de pressage, la couche a été placée dans un bol rectangulaire en verre (ustensiles de cuisine adaptés au contact alimentaire). La couche a été entièrement placée dans la cuvette, ce qui a permis de ne pas avoir besoin de procéder à une fixation supplémentaire sur la cuvette. Chaque échantillon de couche a été chargé de 200 ml de solution d'urine synthétique lors de trois opérations de chargement indépendantes, effectuées à 15 minutes d'intervalle. Pour un chargement total de 600mL de solution d'urine synthétique. Ensuite, la cuvette en verre (avec la couche, remplie de la charge totale de 600 ml de solution d'urine synthétique - photo 4) a été recouverte d'une feuille d'aluminium et incubée à 37°C pendant 16 heures dans un four. Les analyses suivantes ont été effectuées directement dans la solution pressée.

Pour l'échantillon, un essai à blanc a été réalisé. La solution d'essai à blanc a été traitée et incubée de la même manière que l'échantillon de couche.

L'essai à blanc et les solutions liquides de migration ont été analysés sur les paramètres/-groupes répertoriés dans le tableau 1.



Photo 2: Échantillons après avoir ajouté 200mL





Photo 3: Échantillons après avoir ajouté 400mL



Photo 4: Échantillons après avoir ajouté 600mL





Photo 5: Échantillons après 16h d'incubation à 37°C

### 4.3 ÉCHANTILLON TESTÉ

Une seule marque de couches a été testée.

Tableau 16: Couche utilisée pour l'approche de test d'exposition modifiée

| Numéro d'échantillon | Information produit  |
|----------------------|--|
| 2020139020           | P&G;Market Product - on line sourced;Euskirchen;Germany;27-Jul-2020;Pampers;Harmonie;Diapers - Tier 1;4;0 209 4499 75;Euskirchen;WE;BABY Taped;27-07-2020;91759087;P EMEA PA SPN PURE PATS S1_5;produit entièrement fini |

### 4.4 POIDS DE L'ÉCHANTILLON DE COUCHE

Tableau 17: Rendement de solution de la couche utilisée

| Numéro d'échantillon | Information produit  | Spécimen du test | Poids sec par 5 couches [g] | Poids de la solution comprimée [g] |
|----------------------|--|------------------|-----------------------------|------------------------------------|
| 2020139020           | Pampers Harmonie<br>Taille : S4<br>Code produit : 9 350 4499 37<br>14:50<br>Po: 800 199 1973 | 5                | 155,6g                      | 1007,5                             |

## 5. RÉFÉRENCES

- [1] ANSES (janvier 2019). Sécurité des couches pour bébé. Opinion révisée Rapport d'expertise collectif révisé. Édition scientifique
- [2] Corinne MARC, Laurence DELAIRE, Cécile DUTFOY, Franck GAUDIN, Jessica MASSON, Mathieu VERNET, Sonia PIEUCHOT, Mataëlle ONAPIN, Frédéric SALTRON, Catherine ROSSI (2019). Stratégie d'investigation du Service Commun des Laboratoires (SCL) sur la sécurité des couches pour bébé. Service Commun des Laboratoires – Laboratoire de Paris.