

Rapport de projet :

Essai de reproduction du test d'urine synthétique sur les couches-bébé
selon la préparation d'échantillons et le scénario d'exposition de l'ANSES

En collaboration avec :

Procter & Gamble

Hambourg, mai 2020

Rédigé par :



Carsten Saal M.A.

Directeur de l'unité commerciale

GALAB Laboratories GmbH

GALAB Laboratories GmbH

Am Schleusengraben 7

D-21029 Hambourg

www.galab.de info@galab.de

Tél. +49 40 3680770 Fax +49 40 368077401

Page 1 sur 17

TABLE DES MATIÈRES

1. INTRODUCTION ET CONTEXTE DU PROJET.....	3
2. CONCLUSION	3
3. RÉSULTATS DES TESTS RÉALISÉS SUR BABY DRY TAPED (PAMPERS BABY DRY).....	4
4. PROTOCOLE D’ESSAI RÉALISÉ	10
4.1. APPROCHE DES ESSAIS D’EXPOSITION	12
4.2. DESCRIPTION DU PROTOCOLE D’ESSAI de L’ANSES EFFECTUÉ	12
4.3. ÉCHANTILLON TESTÉ.....	17
4.4. POIDS DE L’ÉCHANTILLON DE COUCHE POUR LA MÉTHODE DE PRESSAGE	17
5. RÉFÉRENCES.....	17



1. INTRODUCTION ET CONTEXTE DU PROJET

En janvier 2019, l'Agence française de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (ANSES) a publié le document intitulé « Sécurité des couches pour bébés¹. Avis révisé de l'Anses. Rapport d'expertise collective » sur la. Ce rapport est basé sur le scénario d'exposition analytique publié par le Service Commun des Laboratoires - Laboratoire de Paris².

Leur rapport et leur avis révisés se basent sur les résultats analytiques de substances d'intérêt, qui ont été détectées et mesurées après lixiviation et pressage des couches selon leurs scénarios d'exposition récemment mis au point et publiés. L'approche de ce rapport a pour but de tenter de reproduire au mieux le scénario d'exposition analytique publié (compte tenu des informations mises à disposition du public) sur les couches pour bébés pour les substances détectées, après lixiviation des couches en utilisant une solution d'urée synthétique (urine artificielle).

2. CONCLUSION

Aucune substance d'intérêt analysée n'a été détectée dans les couches bébé en utilisant des méthodes alternatives de préparation d'échantillons et d'approches analytiques (c.-à-d. l'extraction de broyat de couche en utilisant de l'urine synthétique et la lixiviation d'une couche entière intacte en utilisant de l'urine synthétique). Les deux scénarios d'exposition ne montrent aucune détection.

Aucune substance d'intérêt n'a pu être détectée dans les analyses de la couche soumise aux scénarios de lixiviation et d'exposition.

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

Produit	Baby Dry Taped (Pampers Baby Dry)	
	Scénario test de lixiviation	Scénario d'exposition (protocole de l'ANSES)
Dioxines et PCB de type dioxine	Non détectés	Non détectés
HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques)	Non détectés	Non détectés
Substances parfumantes allergisantes	Non détectés	Non détectés
Formaldéhyde	Non détecté	Non détecté

Laboratoires
GALAB

3. RÉSULTATS DES TESTS RÉALISÉS SUR BABY DRY TAPED (PAMPERS BABY DRY)

Tableau 2 : Résultats de la dioxine et des PCB de type dioxine pour l'échantillon Baby Dry Taped

Paramètre	Valeurs obtenues avec le broyat de couche et l'urine synthétique		Valeurs obtenues avec la couche entière et l'urine synthétique	
2,3,7,8-TCDD	< 0,05	ng/kg	< 0,2	pg/L
1,2,3,7,8-PeCDD	< 0,1	ng/kg	< 0,4	pg/L
1,2,3,4,7,8-HxCDD	< 0,1	ng/kg	< 0,6	pg/L
1,2,3,6,7,8-HxCDD	< 0,1	ng/kg	< 0,6	pg/L
1,2,3,7,8,9-HxCDD	< 0,1	ng/kg	< 0,6	pg/L
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	< 0,2	ng/kg	< 3	pg/L
OCDD	< 0,2	ng/kg	< 3	pg/L
2,3,7,8-TCDF	< 0,05	ng/kg	< 0,2	pg/L
1,2,3,7,8-PeCDF	< 0,05	ng/kg	< 0,4	pg/L
1,2,3,4,7,8-HxCDF	< 0,1	ng/kg	< 0,6	pg/L
2,3,4,7,8-PeCDF	< 0,05	ng/kg	< 0,4	pg/L
1,2,3,6,7,8-HxCDF	< 0,1	ng/kg	< 0,6	pg/L
1,2,3,7,8,9-HxCDF	< 0,1	ng/kg	< 0,6	pg/L
2,3,4,6,7,8-HxCDF	< 0,1	ng/kg	< 0,6	pg/L
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	< 0,2	ng/kg	< 3	pg/L
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	< 0,2	ng/kg	< 3	pg/L
OCDF	< 0,2	ng/kg	< 3	pg/L
PCDD/F-TEQ-OMS 2005 (avec LOQ (limite de quantification))	0,0248	ng/kg	1,3	pg/L
PCDD/F-TEQ-OMS 2005 (sans LOQ)	non calculé	ng/kg	non calculé	pg/L
PCB-TEQ-OMS 2005 (incl. LOQ)	081	ng/kg	0,83	pg/L



Laboratoires
GALAB

Paramètre	Valeurs obtenues avec le broyat de couche et l'urine synthétique		Valeurs obtenues avec la couche entière et l'urine synthétique	
PCB-TEQ-OMS 2005 (sans LOQ)	non calculé	ng/kg	non calculé	pg/L
PCB 126	< 0,05	ng/kg	< 5	pg/L
PCB 169	< 0,05	ng/kg	< 10	pg/L
PCB 77	< 2,0	ng/kg	< 20	pg/L
PCB 81	< 0,05	ng/kg	< 10	pg/L
PCB 118	< 10	ng/kg	< 200	pg/L
PCB 123	< 5	ng/kg	< 20	pg/L
PCB 114	< 5	ng/kg	< 20	pg/L
PCB 105	< 5	ng/kg	< 100	pg/L
PCB 167	< 5	ng/kg	< 20	pg/L
PCB 157	< 5	ng/kg	< 20	pg/L
PCB 156	< 5	ng/kg	< 20	pg/L
PCB 189	< 5	ng/kg	< 20	pg/L
PCDD/F-PCB-TEQ-OMS 2005 (avec LOQ)	0,256	ng/kg	2,1	pg/L



Laboratoires
GALAB

Tableau 3 : Résultats des HAP pour l'échantillon Baby Dry Taped

Paramètre	Valeurs obtenues avec le broyat de couche et l'urine synthétique		Valeurs obtenues avec la couche entière et l'urine synthétique	
Acénaphène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Acénaphthylène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Benzo[a]anthracène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Benzo[a]pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
benzo[b]fluoranthène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Benzo[c]fluorène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Benzo[e]pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Benzo(g,h,i)pérylène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Benzo[j]fluoranthène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Benzo[k]fluoranthène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Chrysène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Cyclopenta[c,d]pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Dibenzo[a,h]anthracène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Dibenzo[a,e]pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Dibenzo[a,i]pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Dibenzo[a,l]pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Fluoranthène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Fluorène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Indéno[1,2,3-c,d]pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Naphtalène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Phénanthrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
Pyrène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L
5-méthylchrysène	< 1	µg/kg	< 10	ng/L



Laboratoires
GALAB

Tableau 4 : Résultats des substances parfumantes allergisantes (UE 26) pour l'échantillon Baby Dry Taped

Paramètre	Valeurs obtenues avec le broyat de couche et l'urine synthétique		Valeurs obtenues avec la couche entière et l'urine synthétique	
Alpha-isométhyl ionone	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Amyl cinnamal	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Alcool amylcinnamylique	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Alcool anisique	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Alcool benzylique	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Benzoate de benzyle	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Cinnamate de benzyle	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Salicylate de benzyle	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Cinnamal	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Alcool cinnamylique	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Citral	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Citronellol	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Coumarine	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Eugénol	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Farnésol	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Géraniol	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Hexyl cinnamal	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Hydroxycitronellal	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Isoeugénol	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Butylphényl méthylpropional	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Limonène	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Linalol	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg
Hydroxyisohexyl 3-cyclohexène carboxaldéhyde	< 1	mg/kg	< 1	mg/kg



Laboratoires
GALAB

Méthyl 2-octynoate		mg/kg	< 1	mg/kg
Extrait d'Evernia Prunastri (qualitatif)	négatif	mg/kg	négatif	mg/kg
Extrait d'Evernia Furfuracea (qualitatif)	négatif	mg/kg	négatif	mg/kg



Laboratoires
GALAB

Tableau 5 : Résultats du formaldéhyde pour l'échantillon Baby Dry Taped

Paramètre	Valeurs obtenues avec le broyat de couche et l'urine synthétique		Valeurs obtenues avec la couche entière et l'urine synthétique	
Formaldéhyde	< 1	mg/kg	< 0,2	mg/L



4. PROTOCOLE D'ESSAI RÉALISÉ

La description suivante est un extrait de la méthode publiée par le SCL². La solution d'urine synthétique suivante a été utilisée pour tester le scénario d'exposition.

Tableau 6 : Composition de la solution d'urine synthétique

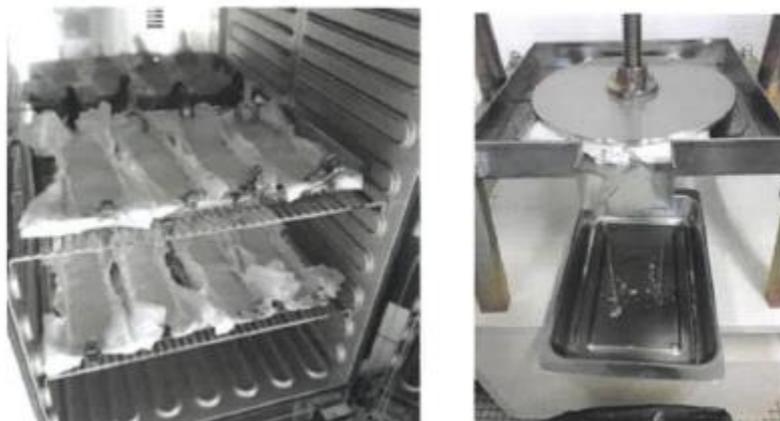
Composant	Unité en g/L
Urée	9,3
Créatine	2
Citrate d'ammonium	1
NaCl	8
KHSO ₄	0,5
KCl	1,65
MgSO ₄	0,2
KH ₂ PO ₄	1,75
KHCO ₃	0,5

Les couches entières ont été placées sur un plateau métallique (voir Photo 1) et fixées par des pinces métalliques.



Photo 1 et 2 : Approche du test publiée par le Service Commun des Laboratoires (SCL)²

La couche a été imprégnée trois fois avec 200 mL d'urine synthétique toutes les 15 min (conformément à la méthodologie publiée par l'ANSES). Ensuite, les couches entières ont été incubées dans une étuve à 37°C pendant 16 h.



Photos 3 et 4 : Incubation des couches imprégnées d'urine synthétique et pressage des couches avec un presseur mécanique (SCL)².

Après incubation, deux des couches ont été placées dans un presseur mécanique et pressées pendant 5 à 10 minutes afin d'obtenir un minimum de 200 mL de solution lixiviée par couche. Le résultat souhaité était d'obtenir un total de 1 L de solution lixiviée par marque de couche. Pour ce faire, environ 5 à 8 échantillons de test ont été utilisés pour obtenir 1 L de solution.

La solution obtenue par pressage a été filtrée à travers un filtre en papier pour éliminer les résidus de polymère super absorbant qui auraient pu être libérés si la couche avait éclaté pendant le processus de pressage (et qui auraient donc ainsi pu potentiellement contaminer la solution lixiviée avec des particules de microplastiques contenant des traces résiduelles de substances d'intérêt non solubilisées par l'exposition à l'urine synthétique).



Photos 5 et 6 : Polymère super absorbant libéré après pressage et filtration de la solution

4.1. APPROCHE DES ESSAIS D'EXPOSITION

Bien que nous ayons essayé de reproduire le plus fidèlement possible la méthode utilisée par l'ANSES, le manque de certains détails spécifiques de la part de l'ANSES nous a obligé à faire quelques hypothèses et ajustements, ce qui a entraîné de légères modifications de la méthode. Ces modifications sont décrites ci-dessous. Au total, 2 méthodes de test ont été réalisées sur l'échantillon :

1. Scénario d'analyse de la lixiviation sur le broyat de couche :

Nous avons utilisé les masses et volumes standards validés dans les Laboratoires GALAB. Plus précisément, 1 g d'échantillon de broyat a été extrait en utilisant 50 ml de la solution d'urée synthétique (urine artificielle) qui a été utilisée par l'ANSES, après incubation pendant 16 h à 37°C. Après filtration, l'éluat a été utilisé pour effectuer l'analyse. Cette méthode vous donne la quantité maximale de substances d'intérêt qui pourraient être libérées par la solution test artificielle utilisée.

2. Scénario d'exposition (protocole de l'ANSES) sur la couche entière :

Pour le protocole de lixiviation de couches entières, un protocole de test adapté du scénario d'exposition de SCL² a été utilisé. Le pressage des couches a été réalisé manuellement au lieu d'utiliser un presseur. Le protocole de test réalisé est décrit de manière détaillée ci-dessous.

4.2. DESCRIPTION DU PROTOCOLE D'ESSAI de L'ANSES EFFECTUÉ

Le scénario de test d'exposition a été réalisé selon le protocole de test suivant. Dans cette approche d'essai, le pressage a été réalisé manuellement. Cette approche réduit considérablement le risque d'éclatement de la couche et donc le risque de libération du polymère super absorbant, de sorte qu'il n'était pas nécessaire de filtrer la solution obtenue par pressage.

Les échantillons ont été préparés de la façon suivante.



Photo 7 : Couches préparées pour le test du scénario d'exposition

Pour le test de lixiviation et de pressage, la couche a été placée dans un plat en verre rectangulaire (plat de cuisine pour le contact alimentaire). La couche entière a été placée de façon sécurisée dans le récipient. Il n'a donc pas été nécessaire de la fixer au récipient. Chaque échantillon de couche a été imprégnée avec 200 ml de solution d'urine synthétique, trois fois de suite, à 15 minutes d'intervalle, pour une imprégnation totale de 600 ml de d'urine synthétique. Ensuite, le plat en verre a été recouvert d'une feuille d'aluminium et incubé pendant 16 heures dans une étuve à 37 °C. L'analyse suivante a été effectuée directement dans la solution obtenue par pressage.

Pour l'échantillon, une solution témoin a également été effectuée. Celle-ci a été traitée et incubée de la même manière que l'échantillon de couche.

Les solutions liquides témoin et de migration ont été analysées dans un laboratoire analytique secondaire spécialisé en analyse directe des traces dans les fluides (eau de l'environnement) comme suit. L'échantillon de fluide a été homogénéisé et des solutions standard de PCDD/F et de PCB avec des standards de référence radiomarqués au ¹³C ont été ajoutées. L'échantillon a été extrait avec du toluène par extraction liquide-liquide. Le précipité a été séparé et une extraction avec du toluène via Soxhlet a été effectuée. Les fractions ont été agrégées et l'extrait total a été nettoyé par chromatographie en séparant les PCDD/F et PCB.

Des solutions étalons et des solutions étalons internes pour déterminer le taux de récupération des résultats ont été ajoutées aux solutions échantillons. Des analyses par chromatographie en phase gazeuse à haute résolution/spectrométrie de masse à haute résolution (CGHR/SMHR) ont été effectuées séparément pour les PCDD/F et PCB.





Photo 8 : Échantillons préparés pour le test de lixiviation



Photo 9 : Échantillons après ajout de 200 mL



Photo 10 : Échantillons après ajout de 400 mL

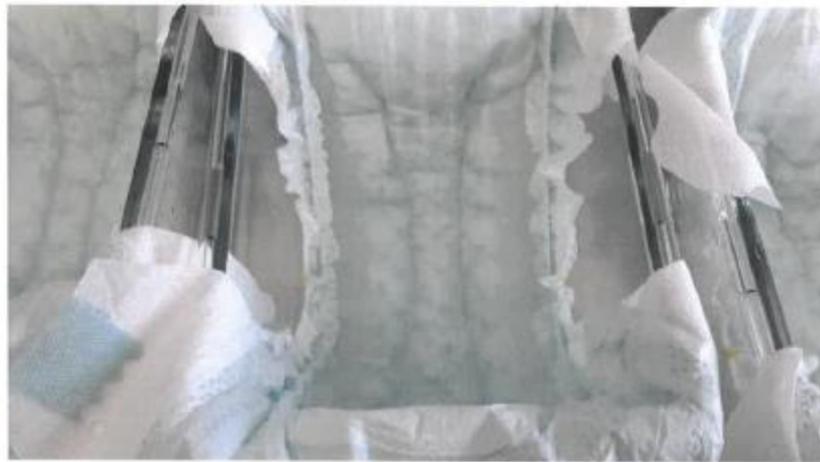


Photo 11 : Échantillons après ajout de 600 mL

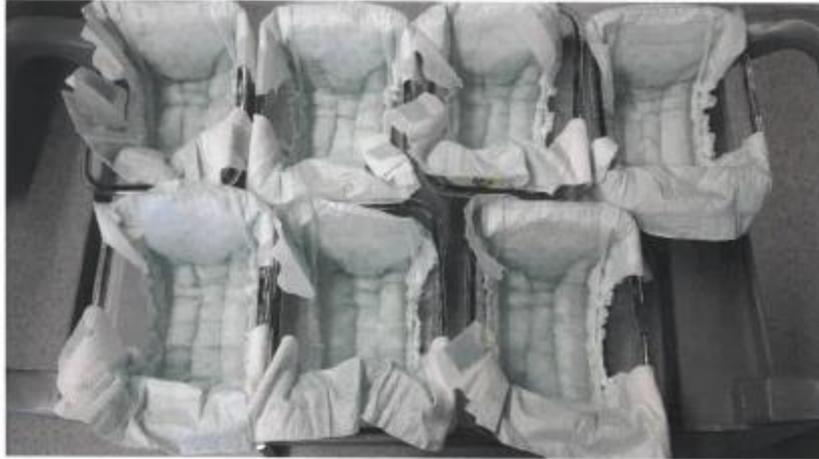


Photo 12 : Échantillons après 16 h dans une étuve à 37° C



4.3. ÉCHANTILLON TESTÉ

Une seule marque de couches a été testée.

Tableau 7 : Couche utilisée pour la méthode de test d'exposition modifiée

Numéro de l'échantillon	Information sur le produit
2020113647	P&G ; produit commercialisé - obtenu en ligne ; EUS ; Allemagne ;16 décembre 2019 ; Pampers ; Baby Dry ; couches - taille 2 ; 4 ; 9 350 4499 37 14:50 ; EUS ; WE ; BABY Taped, produit broyé avec extraction de simulant d'urine
2020113648	P&G ; produit commercialisé - obtenu en ligne ; EUS ; Allemagne ;16 décembre 2019 ; Pampers ; Baby Dry ; couches -taille 2 ; 4 ; 9 350 4499 37 14:50 ; EUS ; WE ; BABY Taped, produit entier avec migration de simulant d'urine

4.4. POIDS DE L'ÉCHANTILLON DE COUCHE POUR LA MÉTHODE DE PRESSAGE

Tableau 8 : Quantité de solution obtenue avec la couche utilisée

Numéro d'échantillon	Information sur le produit	Échantillons testés	Poids sec par couche [g]	Poids de la solution obtenue par pressage [g]
2020113648	Baby Dry Taped P&G ; produit commercialisé - obtenu en ligne ; EUS ; Allemagne ;16 décembre 2019 ; Pampers ; Baby Dry ; couches -taille 2 ; 4 ; 9 350 4499 37 14:50 ; EUS ; WE ; BABY Taped	5	139,5	658,1

5. RÉFÉRENCES

[1] ANSES (janvier 2019). Sécurité des couches pour bébés. Avis révisé. Rapport d'expertise collective. 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

