



Etude de cas

Sécurité

Décontamination de la peau avec la terre de foulon

La terre de foulon, nom générique pour les silicates d'aluminium poreux, très abondante dans la nature et connue pour ses propriétés adsorbantes, présente des opportunités pour la décontamination de la peau. Utilisé par les militaires sur le terrain des conflits, ce produit de référence a été introduit dans les procédures de décontamination de la peau pour les civils en cas d'exposition accidentelle ou criminelle aux agents nucléaires radiologiques biologiques ou chimiques (NRBC).

Le challenge :

Suite à l'étude réalisée pour l'évaluation de son efficacité dans la décontamination de la peau [1], il est apparu essentiel de déterminer les caractéristiques physico-chimiques de la terre de foulon, en complément des données du fournisseur.

Il nous a semblé pertinent de caractériser cette terre par des techniques photoniques.

Les techniques conventionnelles ont été complétées par des techniques synchrotron pour l'étude des différentes phases en présence, l'analyse élémentaire, la composition en oxydes métalliques et la structure morphologique. Les signatures obtenues et les critères de références définis à partir des caractéristiques physico-chimiques de la terre de foulon analysée, permettront de comparer les différents silicates d'aluminium. La création d'un label (ou marquage CE) apporterait une garantie supplémentaire de qualité pour son application sur la peau.

Les solutions de SOLEIL :

Les propriétés du rayonnement synchrotron [2] telles que sa brillance et sa grande étendue spectrale permettent d'améliorer le rapport signal sur bruit, d'obtenir une grande qualité spectrale et une haute résolution spatiale.

1. La spectroscopie IR sur la ligne SMIS, ligne de spectro-microscopie Infrarouge travaillant dans la gamme d'énergie de 0,025 - 0,8 eV, ($\sim 1,5 \mu\text{m}$ - $100 \mu\text{m}$) permet sur des systèmes amorphes ou cristallins, l'identification de groupements moléculaires (fonctions chimiques et/ou liaisons caractéristiques) grâce à leurs absorptions spécifiques dans ce domaine spectral.

2. La diffraction de poudre sur la ligne CRISTAL, ligne de diffraction dédiée à l'étude des monocristaux et des poudres fonctionnant dans la gamme d'énergie de 4-30 keV, permet l'étude de systèmes de structure ordonnée (ici polycristallins).

Le diagramme de diffraction X de poudre (DRXP) représente l'intensité des rayons X diffusés en fonction de l'angle de diffusion (2θ) et



Annick Roul (voir témoignage), Erik Elkaim, Scientifique de la ligne CRISTAL, Céline Lory, chargée des relations industrielles, lors des mesures de DRXP réalisées sur la ligne CRISTAL.

Focus



Figure incontournable du secours et de la gestion de crise en France, la Sécurité civile a pour mission la protection des personnes, des biens et de l'environnement. La Direction Générale de la Sécurité Civile et de la Gestion des crises (DGSCGC) concourant à la sécurité nationale apporte une réponse efficace et adaptée notamment face à un événement majeur impliquant des matières nucléaires, radiologiques, biologiques, chimiques et explosives (NRBCE).



Annick Roul, Dr en Pharmacie, Pharmacien colonel de sapeur- pompier professionnel et Conseiller pharmacien sécurité civile.

Très impliquée sur le terrain dans le risque NRBC et plus spécifiquement dans la décontamination de populations civiles après exposition aux toxiques dangereux, c'est dans le cadre de ma thèse d'Université, au sein de l'unité mixte CNRS, Université Claude Bernard Lyon 1 UMR 5305, que j'ai souhaité orienter mes travaux de recherche sur la caractérisation de la terre de



Contact : Céline Lory - 01 69 35 91 40
celine.lory@synchrotron-soleil.fr

donne une information moyennée. Il permet l'identification au sein d'un mélange, de phases cristallines dont les signatures sont connues (bases de données), l'analyse quantitative (proportion des différentes phases), la résolution et l'affinement de la structure d'un composé (paramètres de mailles...), ou encore l'analyse microstructurale (taille des grains, déformations...).

La DRXP par synchrotron permet d'accroître la résolution des informations obtenues.

3. Le MEB (microscopie électronique à balayage) sur le Zeiss SUPRA 55-VP-SEM de SOLEIL et IPANEMA, via le détecteur d'électrons secondaires SE2 pour les images morphologiques couplé à l'EDX (analyse par dispersion en énergie) pour l'analyse élémentaire a également été utilisé avec d'autres techniques conventionnelles (DRXP sur le BRUKER D2 Phaser du Laboratoire de chimie de SOLEIL).

Les résultats obtenus :

1. La technique DRXP [3] à haute résolution sur CRISTAL a mis en évidence une phase majoritaire : la palygorskite, argile fibreuse.

Le quartz (SiO_2) est révélé par l'analyse synchrotron.

2. L'analyse IR [4, 5] sur SMIS confirme la présence d'une phase majoritaire de palygorskite dans les grains de terre de foulon analysés et la présence de composants additionnels qui feront l'objet d'études complémentaires.

Le pic caractéristique à $3\,700\text{ cm}^{-1}$ (élongation de la liaison OH) révèle

une structure en couches lamellaires avec des aluminiums sur la partie extérieure.

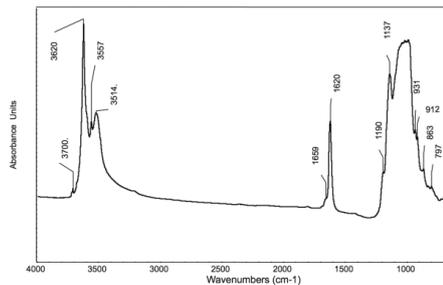


Figure 2 : spectre infrarouge enregistré dans le domaine de 650 à 4000 cm^{-1} sur la ligne SMIS.

3. Les résultats de l'analyse MEB-SE2 mettent en évidence la morphologie typique de la palygorskite (fig. 3).

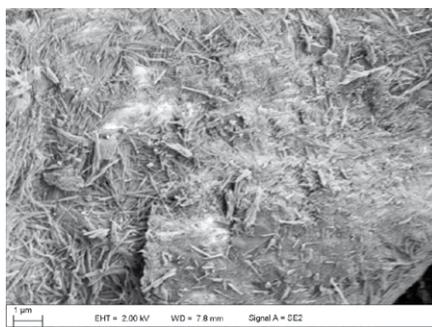


Figure 3 : image observée par MEB (SE2).

L'approche multimodale basée sur l'utilisation et le couplage de techniques avancées et fiables ont permis de caractériser les échantillons dans leur état d'origine. Des informations visuelles, rapides et discriminantes convergent pour les 3 techniques et ont permis d'obtenir la signature géologique caractéristique de la palygorskite en composant essentiel.

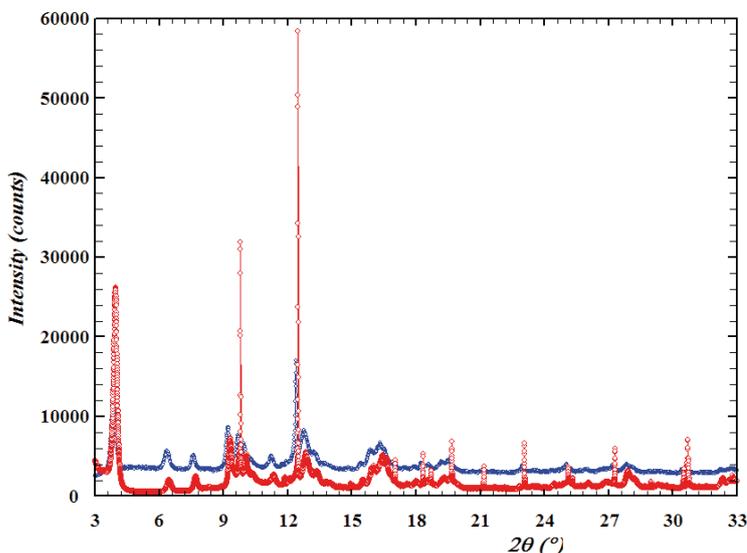


Figure 1 : diagramme de diffraction X de poudre de la terre de foulon obtenu au Laboratoire de chimie (bleu) puis sur la ligne CRISTAL (rouge).

focus suite

foulon pour obtenir sa signature géologique et en mesurer son efficacité sur la peau.

Paul Dumas, Chercheur Émérite et conseiller scientifique de SOLEIL que j'ai rencontré lors du congrès COBIP 2015 dédié à la biologie de la peau, a identifié l'enjeu sociétal de la qualité de la décontamination de la peau. J'ai tout de suite perçu SOLEIL comme un partenaire incontournable par le potentiel des techniques disponibles autour du rayonnement synchrotron et l'expertise de ses équipes.

Synchrotron SOLEIL m'a offert l'opportunité de mettre au point un ensemble de méthodes rapides, fiables et reproductibles pour garantir une signature géologique de cette terre de foulon, référence pour la comparaison d'autres terres qui pourraient être commercialisées.

À la suite de cette première étude, nous avons plusieurs perspectives : comparer différents lots de terre de foulon, évaluer l'équivalence de nouvelles poudres par rapport à cette terre de foulon standard, valider l'efficacité et l'innocuité de la décontamination, avec l'étude des interactions de cette terre de foulon avec la peau saine ou lésée.

Remerciements: Erik Elkaim, Scientifique de CRISTAL, Paul Dumas, Chercheur Émérite de SOLEIL, Stéphanie Blanchandin, Responsable du Laboratoire de Chimie et Karine Chaouchi, Assistante Ingénieure du Laboratoire de Chimie, François Nicolas, Assistant Ingénieur du Laboratoire de Surfaces.

Références :

1. Roul A, Le C-A-K, Gustin M-P, Clavaud E, Verrier B, Pirot F, et al. Comparison of four different fuller's earth formulations in skin decontamination. *J Appl Toxicol* [Internet]. 2017 Jul 26
2. Bazin D, Daudon M, Chevallier P, Rouzière S, Elkaim E, Thiaudière D, et al. Les techniques de rayonnement synchrotron au service de la caractérisation d'objets biologiques: un exemple d'application, les calculs rénaux. In: *Annales de Biologie Clinique* [Internet]. 2006 [cited 2017 Aug 31]. p. 125-139.
3. Yalcin H, Bozkaya Ö. Sepiolite-palygorskite from the Hekimhan Region (Turkey). *Clays Clay Miner* [Internet]. 1995 [cited 2017 Sep 28];43(6):705-17.
4. Cheng H, Yang J, Frost RL, Wu Z. Infrared transmission and emission spectroscopic study of selected Chinese palygorskites. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc* [Internet]. 2011 Dec 1 [cited 2017 Dec 3];83(1):518-24.
5. Madejová J, Komadel P. Baseline studies of the clay minerals society source clays. *Clays Clay Miner* [Internet]. 2001 Oct 1 [cited 2017 Dec 3];49(5):410-32.