

Étude de cas

Cosmétique

Suivi par micro-tomographie X du devenir d'un produit cosmétique après application

Les fabricants du secteur cosmétique rivalisent d'ingéniosité pour mettre au point les produits qui séduiront les consommateurs. Être innovant dans leurs formulations et apporter la preuve de leur efficacité sont deux facteurs clés de succès qui nécessitent les technologies les plus puissantes basées sur la complémentarité de techniques d'imagerie et d'analyse. C'est dans cette dynamique de recherche de performance que la micro-tomographie X devient la technique d'imagerie 3D incontournable pour la recherche, le développement mais aussi le marketing dans ce secteur industriel très concurrentiel.

Le challenge :

L'imagerie des produits cosmétiques (crèmes, gels, émulsions, suspensions, poudres, etc.) dans leurs conditions d'utilisation est souvent délicate. Les techniques de microscopie optique, nécessitant le plus souvent un marquage, donnent une première idée de leur structure mais restent souvent insuffisantes. L'imagerie 3D conventionnelle par tomographie X permet d'aller plus loin mais atteint ses limites lorsqu'il s'agit de différencier les matériaux peu absorbants tels que ceux constituant les produits cosmétiques ou les tissus biologiques. La tomographie X sur synchrotron permet de relever ce défi. Grâce à cette technique non destructive, il devient possible d'observer l'organisation interne de la grande majorité des produits cosmétiques et des tissus biologiques, en 3D, sans marquage et en contrôlant les conditions environnementales des échantillons.

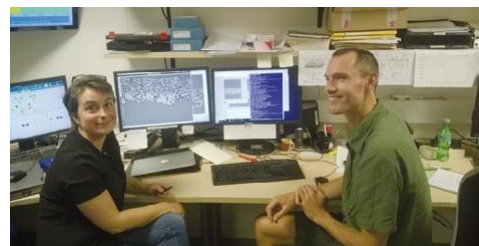
La solution de SOLEIL :

La ligne d'imagerie par micro-tomographie X PSICHE tire profit de la propriété de haute cohérence spatiale du rayonnement synchrotron pour proposer une imagerie en mode de contraste de phase. L'augmentation considérable du contraste de phase permet ainsi de différencier sans difficultés les domaines aqueux des domaines huileux, et d'observer l'organisation interne des crèmes, gels et émulsions. En outre, l'utilisation du rayonnement synchrotron permet d'améliorer la résolution spatiale (taille de pixel sub-micrométrique) et de réduire les temps d'acquisition (entre quelques minutes et 1 seconde). De plus, la ligne PSICHE est dotée d'une large plateforme de rotation avec la possibilité d'installer en son centre un appareillage adapté pour contrôler l'environnement de l'échantillon (température, humidité, sollicitation mécanique). Il est donc envisageable d'effectuer des mesures *in situ* et en temps réel.

l'entreprise



Emilie LECCIA, ingénieure de la société **NOVITOM** avec **Andrew KING**, scientifique de la ligne **PSICHE** de **SOLEIL**



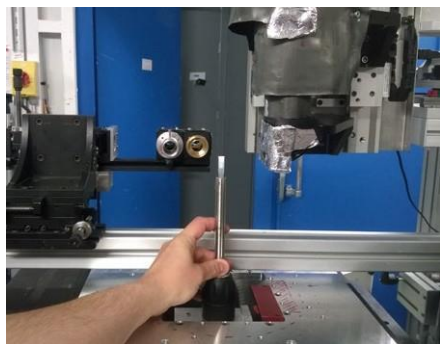
Emilie LECCIA (NOVITOM) avec Andrew KING (SOLEIL).

Pionnière dans la prestation de services autour de la technologie synchrotron, NOVITOM (www.novitom.com) est une société spécialisée dans la caractérisation des matériaux par des techniques avancées d'imagerie 3D et de micro-analyse, et qui développe des outils expérimentaux et numériques innovants. De l'évaluation de la problématique jusqu'au suivi post-livraison, NOVITOM met l'accent sur la réactivité et la prestation de service personnalisé pour répondre aux besoins de ses clients, grands noms de l'industrie et instituts de recherche, dans des secteurs variés tels que les cosmétiques, l'agroalimentaire ou l'aéronautique.

« Dans le secteur cosmétique, la demande vient à la fois des services de R&D mais aussi du contrôle qualité (matières premières ou produits finis) et du »

L'expérience :

L'objectif est d'observer le devenir du dépôt d'un aérosol cosmétique après pulvérisation et humidification. Le produit anti-transpirant disponible dans le commerce contient des huiles, des sels d'aluminium et des argiles. Il a été pulvérisé sur un support de $15 \times 2 \text{ mm}^2$. Cet échantillon a ensuite été fixé sur un support en aluminium et centré dans le faisceau de rayons X monochromatique (25 keV).



Montage expérimental : support sur lequel a été pulvérisé le produit anti-transpirant. Il est fixé sur le porte-échantillon et centré sur la trajectoire du faisceau de rayons X.

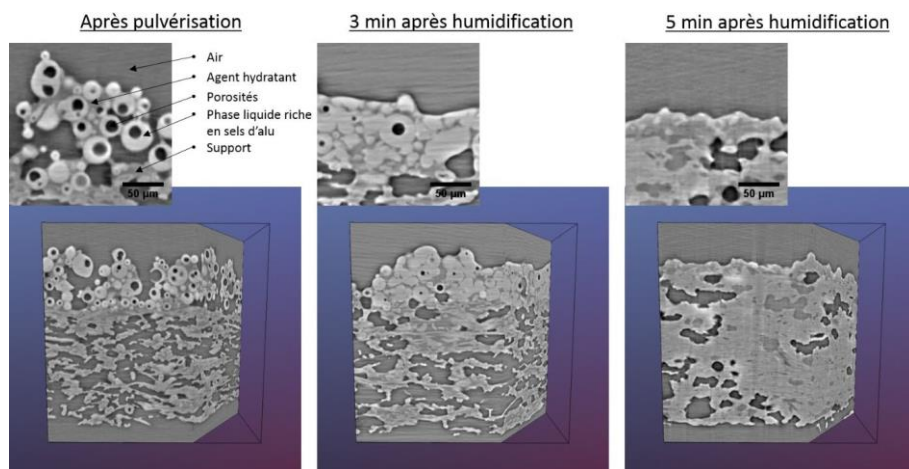
La mise en contact du produit avec de l'eau a été effectuée par humidification du support. Les images de l'échantillon ont été acquises à trois temps : 5 min après pulvérisation puis 3 min et 5 min après humidification. Pour chaque observation, 1500 radiographies ont été acquises sur 360°. Les dimensions des volumes 3D reconstruits sont de $1.3 \times 1.3 \times 1.3 \text{ mm}^3$ avec une taille de pixel de $0.65 \text{ }\mu\text{m}$.

Les résultats obtenus :

Les images de micro-tomographie permettent de distinguer clairement les différents ingrédients présents dans le spray anti-transpirant : l'agent hydratant (huile dérivée de plante), la phase liquide (cyclométhicone) contenant les sels d'aluminium et l'argile ainsi que des bulles de gaz (Fig. ci-dessous).

- À sec, le dépôt formé après pulvérisation est très poreux et ne recouvre pas de façon continue le support. La phase liquide forme des gouttes sphériques de taille très variable (diamètre compris entre 5 et $50 \text{ }\mu\text{m}$), emprisonnant parfois des bulles de gaz (retrouvées d'ailleurs uniquement dans cette phase). L'agent hydratant qui enrobe les gouttes de phase liquide et les lie entre elles, se retrouve aussi à l'interface entre le produit et le support.
- L'humidification du support entraîne rapidement une réorganisation du dépôt en surface qui devient continu. Les porosités et la plupart des bulles de gaz disparaissent tandis que les gouttes de phase liquide gonflent.
- Cinq minutes après l'humidification, la majorité de la phase liquide a été absorbée par le support, et seul un film d'agent hydratant subsiste en surface.

L'expérience montre clairement le potentiel de la technique pour suivre l'évolution d'un tel produit sous l'effet du contact avec l'eau et dans des conditions qui miment au mieux ce qui se passerait *in vivo*.



Images de l'échantillon (volumes reconstruits en bas et zoom sur le dépôt en haut) acquises avant et après humidification à une résolution spatiale de $0.65 \text{ }\mu\text{m}$.

L'entreprise suite

J marketing. Dans tous les cas, nous nous efforçons de tirer profit des techniques d'imagerie et d'analyse les plus performantes pour apporter une réponse originale et précise à la problématique de nos clients. Dans cet objectif, nos experts ont mis au point de nombreux protocoles originaux pour caractériser les produits cosmétiques et leurs effets sur les différents tissus (peau, cheveu, etc.).

L'étude réalisée ici en est un parfait exemple : la microtomographie X sur synchrotron était la seule technique permettant d'observer la micro-organisation d'un produit en volume sans le dénaturer.

Nous avons mis au point un protocole adapté à la fois au produit à analyser et au montage expérimental pour répondre aux interrogations de notre client quant à l'évolution du produit dans le temps et en condition humide. »

Pour faciliter les échanges avec les scientifiques de ligne, améliorer sa réactivité et gagner en efficacité lors des expériences, NOVITOM dont les experts sont tous des utilisateurs réguliers des installations synchrotrons, a implanté ses bureaux à proximité immédiate des synchrotrons SOLEIL (Paris-Saclay) et ESRF (Grenoble). Cette synergie s'illustre parfaitement pour cette expérience réalisée sur la ligne PSICHE de SOLEIL où toutes les conditions étaient réunies pour le bon déroulement des mesures. Toutes les données ont été acquises très rapidement, en 1h seulement.

Pouvoir reconstruire en ligne les volumes 3D en mode « contraste de phase » est un autre atout majeur de la ligne PSICHE. Ceci nous a permis de contrôler sur place la qualité du dépôt et d'ajuster au mieux les temps auxquels les images ont été acquises afin de gagner un temps précieux. La facilité avec laquelle SOLEIL nous a donné accès à ces installations et le soin avec lequel nous avons été reçus et accompagnés, nous encouragent à renouveler l'expérience ! »

Remerciements : Céline LORY et Andrew KING (SOLEIL)