SONDES PHOTONIQUES RESONANTES POUR LE DIAGNOSTIC ET LE SUIVI DYNAMIQUE DE TRANSITIONS DE PHASES EN PHYSIQUE : PROCESSUS DE LA MATIERE MOLLE EN AGROALIMENTAIRE, COSMETIQUE ET BIOLOGIE

Bruno Bêche[1*], Hervé Lhermite[1], Lucas Garnier[1], Hervé Cormerais[1], Fabrice Mahé[2], Alain Moréac[3], Arnaud Saint-Jalmes[3], Denis Morineau[3], Véronique Vié[3]

[1] Univ Rennes, CNRS, IETR (Institut d'Electronique et de Technologies numéRiques) - UMR 6164, F-35000 Rennes, France

[2] Univ Rennes, CNRS, IRMAR (Institut de Recherche Mathématique de Rennes) - UMR 6625, F-35000 Rennes, France

[3] Univ Rennes, CNRS, IPR (Institut de Physique de Rennes) - UMR 6251, F-35000 Rennes, France

* bruno.beche@univ-rennes1.fr ; https://www.ietr.fr/bruno-beche ; https://spm.univ-rennes1.fr/bruno-beche

RÉSUMÉ

Nous montrerons que l'utilisation de technologies connues et propres à la photonique intégrée résonante a permis d'apporter des solutions innovantes aux mesures des processus dynamiques de la matière molle et d'apporter de nouvelles réponses aux industriels de la cosmétique, de l'agroalimentaire et de la pharmacologie galénique. Nous présenterons quelques voies de recherche et développement en circuits photoniques résonants de surface mis en forme sur matériaux organiques sub-longueur d'onde. Nous développerons plus précisément deux applications respectivement en biologie puis cosmétique et agroalimentaire concernant les mesures de transitions de phases en physique de la matière molle. La première transition de la sphingomyéline (lipide) est du 1er ordre (gel<=>fluide) présentant ainsi une variation d'enthalpie, la 2d une transition de phase d'acides gras est quant à elle morphologique et structurelle (tubulaires<=>micelles). L'ensemble des mesures photoniques et interprétations seront corroborées avec les mesures parallèles effectuées en rhéologie (viscosité), en calorimétrie différentielle (changement d'état et mesure d'enthalpie), puis en analyses Raman et microscopie AFM propres aux physico-chimistes et industriels.

MOTS-CLEFS : *micro-résonateurs ; transitions de phases ; matière molle ; myéline ; acides-gras ; calorimétrie différentielle à balayage, rhéologie.*

1. INTRODUCTION

La nécessité de développer les principes de détection ultra-intégrés à haute sensibilité, avec mode de fonctionnement qualifié de *'on-line/on-live'*, est un défi majeur pour les domaines de la métrologie fine, de la santé mais aussi de suivi de produits de transformations dans certains milieux industriels ou laboratoires. Nous présenterons le développement de capteurs, qui sont basés sur des technologies associant la micro-optique, l'optoélectronique, l'informatique et le traitement des signaux des mesures. Les applications potentielles concernent aussi bien la détection de substances [1], que le suivi de la dynamique des transitions de phases [2,3] qui seront présentées, ou encore les mesures de vitesses de sédimentation et de crémage [4], les mesures de pertes massiques d'un corps [5], la qualification de produits en cosmétique, agroalimentaire, la pharmacologie galénique.

2. MATERIAUX ET METHODES

Ces microcavités optiques réalisées en matériaux organiques se flashant en UV profond (248 nm), sont des dispositifs connus permettant de contrôler les champs optiques en ce qui concerne leur localisation spatiale et leur durée de vie permettant de faire émerger des quantifications résonantes qui sont créées par une simple recirculation géométrique de la lumière (micro-résonateurs (MRs), notions de modes de galerie 'chuchotants' ou *'WGM'*). L'installation d'ondes

'stationnaires' qui fixe $P_{opt} = t.\lambda_{Maxwell}$, avec P_{opt} le périmètre 'optique' du micro-résonateur et t un entier, peut être perçu comme la quantification du moment cinétique (orbital) $\|\vec{L}\| = \|\vec{p} \wedge \vec{r}\| \equiv n$, *où* $\|\vec{p}\| = \hbar.\|\vec{k}\| = 2\pi\hbar/\lambda_{Maxwell}$ quantité de mouvement ou vecteur d'onde, n un entier. Les différentes familles de structures résonantes ('taper' et résonateurs de géométries R, L_c, g différentes, voir Fig. 1 et 2) ont été réalisées par des processus de photolithographie [2] permettant une excellente stabilité mécanique et thermique du polymère. Le polymère UV210 est une résine chimiquement amplifiée contenant un générateur photo-acide (catalyseur) provoquant une réaction en chaîne en se flashant en UV profond et présentant une capacité à développer des motifs sub-λ.

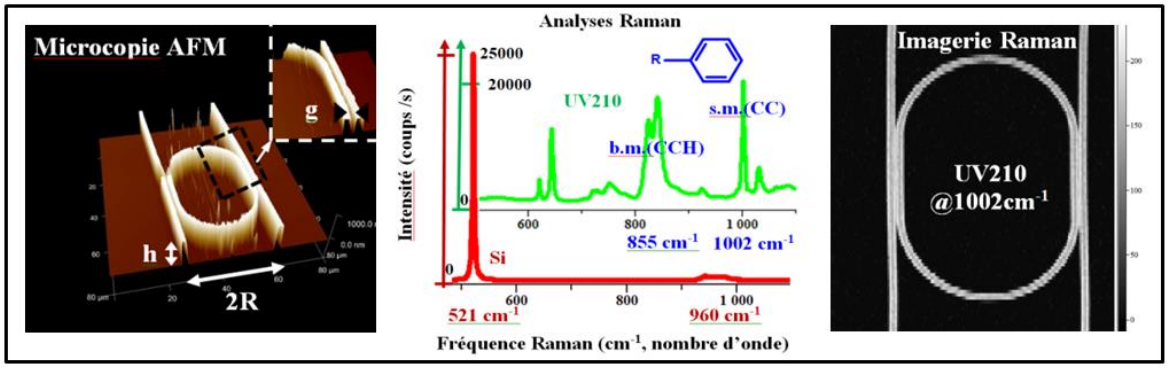


Fig. 1: Contrôle qualité du dispositif photonique. Microscopie à force atomique (AFM, rugosité de surface < 2 nm), analyses par spectroscopie Raman de surface et/ou de section des composants, imagerie Raman…

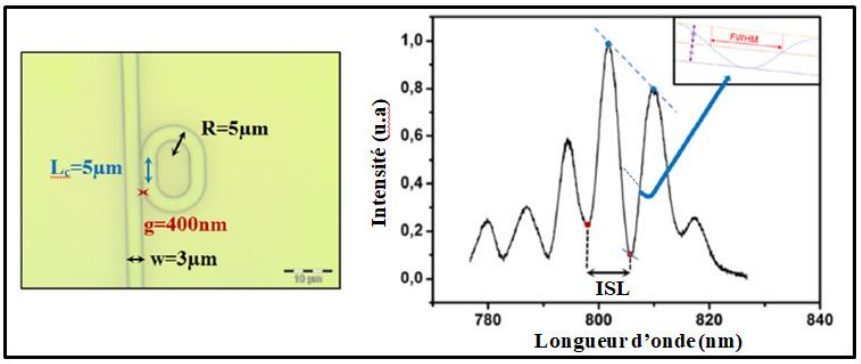


Fig. 2: Imagerie par microscopie optique d'une des familles de structures micro-résonateurs et son spectre associé et mesuré par analyseur de spectre optique. L_c représente ici une longueur de couplage guide/MR.

Après les contrôles qualités d'imageries et d'analyses variés dont Raman, la totalité des structures sont testés en photonique intégrée pour extraire puis traiter en temps réel les attributs spectraux comme la pseudo-période (ISL), les largeurs des résonances ('FWHM') et leurs décalages…

3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

La mise en contact (ou dépôt) des substances étudiées, sphingo-myéline en succession de bicouches lipidiques polaires puis acides gras de type 12-hydroxystéarique, a été obtenue par diverses techniques de biophysique, comme la déposition par fusion des vésicules [2,3]. La totalité des transitions de phases étudiées ont été observées en direct par voie photonique (ISL, FWM évoluant au cours du temps) puis corroborées par les méthodes industrielles actuelles de calorimétrie différentielle à balayage avec mesure de ΔH pour une transition du 1er ordre gel<=>fluide, puis de rhéologie avec mesures viscoélastiques et changement de morphologie tubulaires<=>micelles. Les interprétations seront présentées en particulier en étudiant l'évolution lors des transitions du rapport ('FWHM'/ISL) directement proportionnel à une fonction arc cosinus.

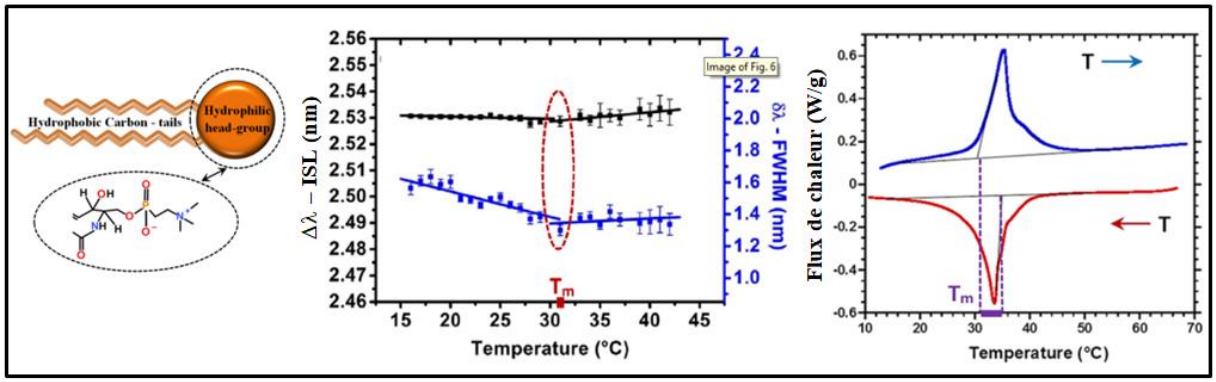


Fig. 3: Evolution du paramètre spectral 'pseudo-période' (ISL) et largeur à mi-hauteur ('FWHM') du signal résonant lors de la dynamique de transition de phase (du 1er ordre gel <=> fluide) du sphingolipide (myéline) ; Corrélation avec les mesures de calorimétrie différentielle à balayage (mesures ΔH).

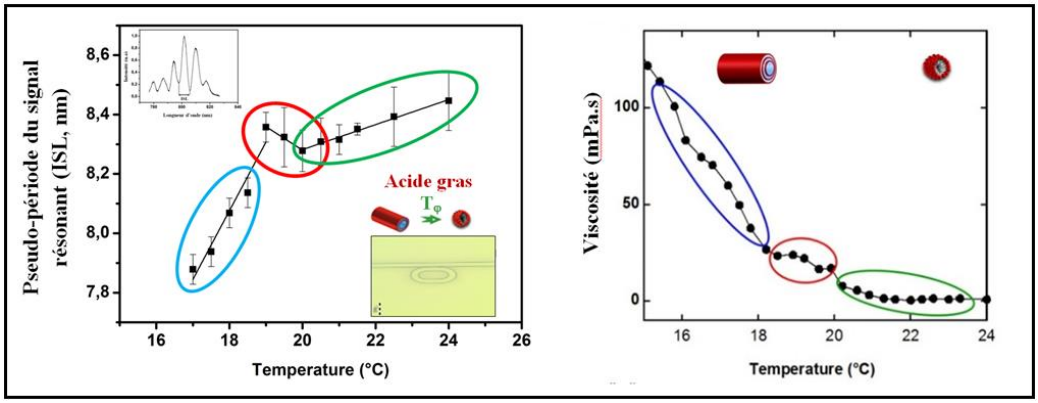


Fig. 4: Evolution du paramètre spectral 'pseudo-période' (ISL) du signal résonant du capteur lors de la dynamique de transition de phase de l'acide gras (acide 12-hydroxystéarique) ; modification de morphologie à l'échelle microscopique lors de la transition à Tφ (µ-tubes => nano-micelles) corrélée à une variation/modification viscoélastique (mesures de rhéologie) à l'échelle macroscopique.

CONCLUSION

L'utilisation de technologies propres à la photonique intégrée résonante et sondes en signaux de surface avec leur traitement en temps réel a permis d'apporter de nouvelles solutions aux industriels des domaines de la cosmétique, de l'agroalimentaire et de la pharmacologie galénique.

Nous remercions la plateforme NanoRennes pour sa réalisation.

RÉFÉRENCES

[1] R. Castro Beltran, N. Huby, V. Vié, H. Lhermite, L. Camberlein, E. Gaviot, B. Bêche, "A laterally coupled UV210 polymer racetrack micro-resonator for thermal tunability and glucose sensing capability", Adv. Dev. Mat., vol. 1, pp. 80-87, **2015**. https://doi.org/10.1080/20550308.2015.1133100

[2] Q. Li, V. Vié, H. Lhermite, E. Gaviot, C. Bourlieu, A. Moréac, D. Morineau, C. Bourlieu, D. Dupont, S. Beaufils, B. Bêche, "Polymer resonators sensors for detection of sphingolipid gel/fluidphase transition and melting temperature measurement", Sensors Actuators : Phys. A, vol. 263, pp. 707-717, **2017.** https://doi.org/10.1016/j.sna.2017.07.037

[3] R. Castro Beltran, L. Garnier, A. St Jalmes, H. Lhermite, E. Gicquel, H. Cormerais, A.-L. Fameau, B. Bêche, "Microphotonics for monitoring the supramolecular thermoresponsive behavior of fatty acid surfactant solutions", Opt. Comm., vol. 468, pp. 125773.1-7, **2020.** https://doi.org/10.1016/j.optcom.2020.125773

[4] B. Bêche, H. Lhermite, V. Vié, L. Garnier, "Method for determining a sedimentation or creaming rate", Brevet International, copropriété CNRS/Université Rennes 1, n° PCT/EP2019/051103, **2019**.

[5] L. Garnier, H. Lhermite, V. Vié, O. Pin, Q. Liddell, H. Cormerais, E. Gaviot, B. Bêche, "Monitoring the evaporation of a sessile droplet by means of integrated resonator", IoP - J. Phys. D: Appl. Phys., vol. 53, pp. 125107.1-10, **2020**. https://doi.org/10.1088/1361-6463/ab651d