

利用蚕丝制作的微米光器件的研究*

金虎¹, 白晓淞², 王鹏³, 郑伟强¹, 薛怀庆¹, 牛福龙¹, 周晓燕¹

(1. 甘肃联合大学师范学院, 甘肃兰州 730000;

2. 中山大学光电材料与技术国家重点实验室, 广东广州 510275;

3. 兰州大学物理科学与技术学院, 甘肃兰州 730000)

摘要: 利用 Na_2CO_3 水溶液将蚕茧去除丝胶得到直径为 $5 \sim 15 \mu\text{m}$ 的生物纤维, 采用扫描电镜 (SEM) 和透射电镜 (TEM) 观察了其形貌特征。通过倏逝波耦合的方法, 利用 SiO_2 微纳光锥将波长为 671 nm 的红光、 532 nm 的绿光、 473 nm 的蓝光分别耦合进入微米蚕丝生物光纤, 分析了其导光特性, 测量了光在蚕丝纤维中的传输损耗。制作了 2×2 、 3×1 、 1×4 、环形等光子结构。实验证明蚕丝微米生物光纤具有良好的柔韧性和表面光滑度, 其中波长为 532 nm 的绿光在直径为 $9.0 \mu\text{m}$ 的蚕丝纤维中传输时的损耗为 $0.78 \text{ dB} \cdot \text{mm}^{-1}$ 。

关键词: 光学器件; 微米生物光纤; 倏逝波耦合; 蚕丝纤维

中图分类号: O439 文献标志码: A 文章编号: 0529-6579(2013)03-0006-05

Silk Fiber-Based Microphotonic Devices

JIN Hu¹, BAI Xiaosong², WANG Peng³, ZHENG Weiqiang¹, XUE Huaiqing¹, NIU Fulong¹, ZHOU Xiaoyan¹

(1. Normal College, Gansu Lianhe University, Lanzhou 730000, China;

2. State Key Laboratory of Optoelectronic Materials and Technologies, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 510275, China;

3. School of Physical Science and Technology, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China)

Abstract: By removing the sericin from the silk fibers using Na_2CO_3 solution, bio-fibers in diameters of $5 \sim 15 \mu\text{m}$ were fabricated and their morphology was observed using SEM and TEM. With the method of evanescent wave coupling, red/green/blue light at the wavelength of $671/532/473 \text{ nm}$ was coupled into the micrometer-sized silk fiber-based optical fibers, followed by the investigation of the waveguiding properties and measurement of the optical propagating loss. Various photonic devices, including 2×2 , 3×1 , 1×4 and ring structures, were fabricated using the silk fibers. Experimental results confirm that the silk fiber-based bio-optical fibers exhibit good flexibility and surface smoothness. A propagating loss of $0.78 \text{ dB} \cdot \text{mm}^{-1}$ was obtained for the green light at 532 nm guided in the silk fiber with diameter of $9.0 \mu\text{m}$.

Key words: optical device; micro/nano bio-optical fiber; evanescent wave coupling; silk fiber

随着生物光子学的发展, 采用生物相容性材料制作微纳光子学器件并应用于生物领域已成为一个研究热点。微纳光纤是纳米光子学中的一个重要研究领域, 对微纳光纤特性、微纳光纤光子器件以及微纳光纤的应用等研究正受到越来越多的关注^[1-5]。蚕丝作为一种天然的蛋白纤维, 具有良好

的机械性能、光学特性^[6-7]、生物相容性^[7-12]、生物可降解性和生物可植入能力^[7-8, 11-13], 展现出很高的研究价值。蚕丝的丝素蛋白成分具有很好的导光性能, 因此可以用来制作生物光纤。蚕丝主要由丝胶和丝素构成。丝胶是线型肽链弯曲盘绕而成的球状蛋白质, 它含有较多的极性氨基酸, 水溶性

* 收稿日期: 2013-01-05

基金项目: 甘肃省高等学校研究生导师科研资助项目 (1215-03)

作者简介: 金虎 (1963年生), 男, 副教授; E-mail: jgw63@sina.com

较好，易溶于弱碱溶液；丝素是纤维状蛋白质，是由生物大分子肽链以 β -折叠形式构成，不溶于水，在弱碱环境中稳定。丝素蛋白由 18 种氨基酸组成，具有良好的生物亲和性，对机体无毒性、致敏和刺激作用，且可部分生物降解，其降解产物不仅对组织无毒副作用，还对如皮肤、牙周组织等有营养与修复作用，在体内会被缓慢吸收。正是由于蚕丝蛋白具有上述性质，在生物医用领域得到了日益广泛的应用^[11,14-18]。最近，美国 Tufts 大学的 Omenetto 研究小组^[19]，将蚕丝制作成蚕丝蛋白，利用蚕丝蛋白成功制作了各种生物光子器件。而 Parker 等^[20]将蚕丝蛋白溶液装进一个针孔直径为 5 μm 的注射器中，注射器在三维控制系统下将蚕丝蛋白溶液（折射率 $n = 1.54$ ）直接“写”在玻璃基底（折射率 $n = 1.52$ ）上，形成了生物相容性光波导。在蚕丝薄膜和二维光学元件基础上，Manocchi 等^[21]又成功制作了二维生物聚合物平面光波导。综上所述，生物蛋白被用来制作生物光子器件，能很好的与生物体相容，同时还可在生物体内降解，是未来生物光子器件理想的材料。但是目前制作的光波导尺寸较大，工艺较复杂，需要探索制作更小尺寸以及更加灵活的生物光波导，所以本文进行了基于蚕丝纤维制作微米生物光器件的实验研究。

1 样品制作

首先将如图 1 (a) 所示的蚕茧放置在质量分数为 0.05% 的 Na_2CO_3 水溶液中煮沸 30 min，再用去离子水冲洗，并重复三次，以完全去除丝胶，然后将其吹干，蓬松，便可得到实验所需的分离状蚕丝纤维，如图 1 (b) 所示。接着用镊子抽取出单根蚕丝，抽出的蚕丝长度大约 30 cm，直径在 5 ~ 15 μm 之间，折射率 $n = 1.5576$ ，将抽取出来的蚕丝固定在带有两个支撑臂的固定架上，让蚕丝纤维悬空，利用扫描电子显微镜 (SEM) 和透射电子显微镜 (TEM) 观察蚕丝的形貌特征，如图 2 所示。

图 2 (a) 给出了四根平行放置的蚕丝纤维的 SEM 图；图 2 (b) 为 (a) 中小框部分的放大 SEM 图，蚕丝纤维的直径为 12.5 μm ，结果表明蚕丝纤维表面光滑、直径均匀；图 2 (c) 为两根并排的弯曲蚕丝 SEM 图，从左至右直径分别为 10.2 μm 和 9.9 μm ；图 2 (d) 为一根直径 11.6 μm 蚕丝被打成结状的 SEM 图；图 2 (e) 为两根直径分别为 13.3 μm 和 11.0 μm 的蚕丝被扭缠三圈的 SEM

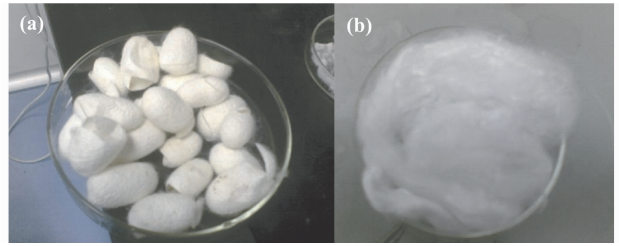


图 1 实验中所用蚕丝的光学照片 (a) 蚕茧的实物图片；
(b) 经处理后得到的分离状蚕丝纤维
Fig. 1 Photographs of the silk (a) For raw silk;
(b) For the silk fiber after process

图；图片说明蚕丝具有良好的柔韧性；图 2 (f) 为蚕丝的透射电子显微镜 (TEM) 图片，蚕丝纤维直径为 2.2 μm ，结果再次表明蚕丝内部结构十分均匀，无杂质，且表面十分光滑。通过这些电子显微镜图片，能够发现蚕丝纤维具有良好的机械性能和表面光滑度，且柔韧性也十分优良。

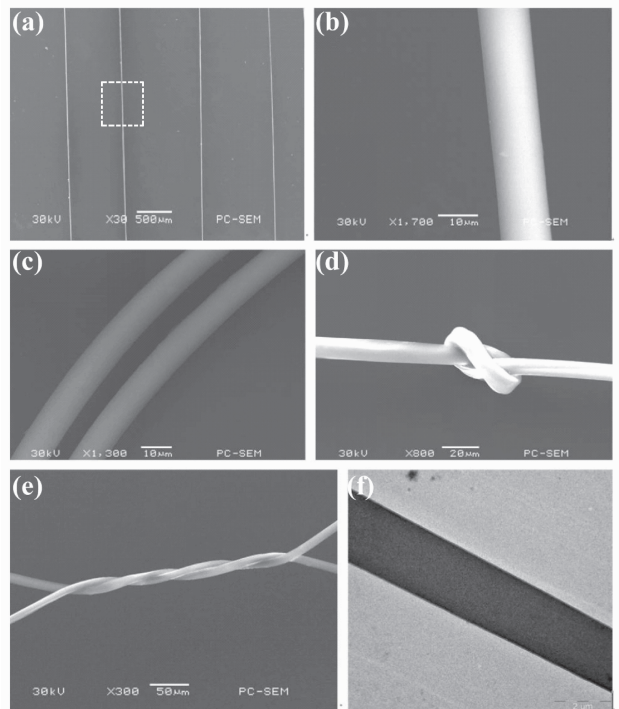


图 2 蚕丝的形貌表征 SEM 及 TEM 图
Fig. 2 Morphology of the silk
(a) ~ (e) SEM image; (f) TEM image

2 实验测试

采用倏逝波耦合的方法^[22]，将光信号导入微米蚕丝波导中。首先利用火焰法从普通单模 SiO_2 光纤拉制出微纳米尖锥，并将微米蚕丝波导悬空固

定在两个支架上；利用微调节架将 SiO_2 微纳尖锥慢慢靠近蚕丝纤维，由于静电力和范德瓦尔斯力的作用，两者吸附在一起；然后通过倏逝波耦合，将来自 SiO_2 微纳尖锥的光信号耦合进微米蚕丝光纤。实验中，利用三维控制系统移动显微 CCD 观察蚕丝纤维的导光情况，将采集的数据传输到计算机进行分析，利用功率计和光谱仪来测量微米蚕丝光纤的输出功率。

实验中采用了三种方法将光耦合到蚕丝纤维中，如图 3 所示。图 3 (a) 为 SiO_2 微纳光锥与直径为 $4.5 \mu\text{m}$ 的蚕丝纤维重叠一部分，进而将波长为 671 nm 的红光耦合到蚕丝纤维中；图 3 (b) 为 SiO_2 微纳光锥末端靠在直径为 $4.8 \mu\text{m}$ 蚕丝纤维上，将波长为 532 nm 的绿光导入蚕丝纤维中；图 3 (c) 为 SiO_2 微纳光锥与直径为 $5.2 \mu\text{m}$ 蚕丝纤维交叉接触（接触点的交叉角为 6° ，使波长为 473 nm 的蓝光导入蚕丝纤维的暗场光学照片。

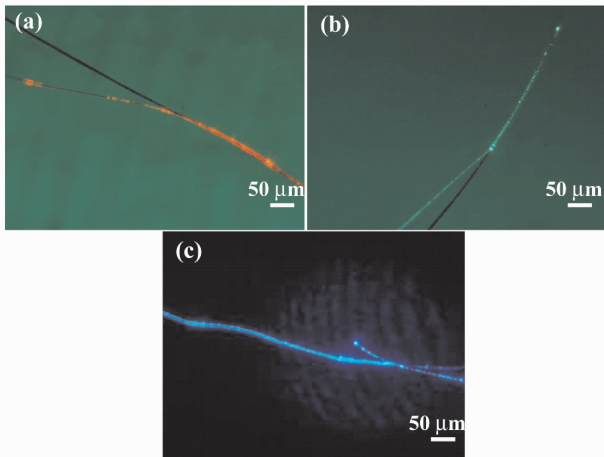


图 3 SiO_2 微纳光锥与蚕丝纤维以不同方式耦合

Fig. 3 Different methods for coupling from SiO_2 microfiber taper into silk fibers

图 4 给出了光学性能检测装置示意图，插图为 CCD 采集到的光学照片。利用一根光锥将波长 671 nm 的红光耦合到一条长度为 1 cm ，直径为 $12.0 \mu\text{m}$ 的蚕丝纤维中。观察发现，红光能很好的在蚕丝纤维中传输。图 4 (1) - (3) 显示红光沿蚕丝的表面和内部共同传输；在图 4 (4) - (6) 中，由于用胶带将蚕丝纤维粘贴在支架上，胶带表面粗糙而将光信号散射，沿蚕丝表面传入的红光被损耗；而由于图 4 (7) - (10) 不在同一平面，实验中三维控制 CCD 的移动，在不同聚焦平面采集得到光学图片，发现光在蚕丝内部传输，且在蚕

丝纤维末端观察到一个光斑。从光锥耦合位置到末端，蚕丝纤维长度为 2.5 mm 。接着采用“截断法”测量了光在蚕丝纤维中传输时的损耗^[23]。图 5 给出了波长为 532 nm 的绿光在蚕丝纤维中传输到末端的光斑图，其中图 5 (a) 为明场的光学照片，图 5 (b) 为暗场的光学照片。实验中测量到波长为 532 nm 的绿光在直径 $9.0 \mu\text{m}$ 的蚕丝纤维中传输时损耗为 $0.78 \text{ dB} \cdot \text{mm}^{-1}$ 。

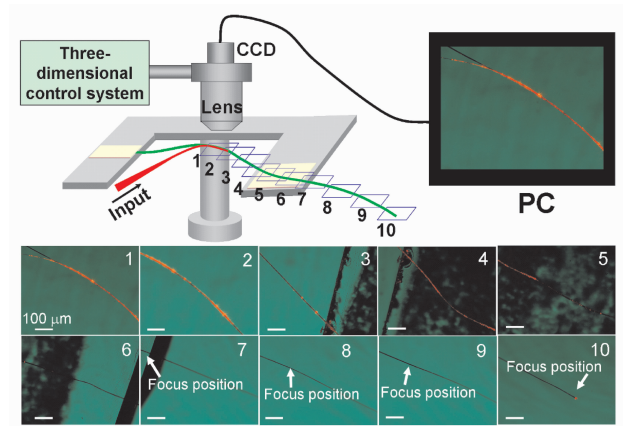


图 4 蚕丝纤维的光学性能检测实验装置示意图
插图 (1) - (10) 为显微 CCD 采集得到的光学照片

Fig. 4 Experimental setup for testing the optical properties of the silk fiber. Insets (1) - (10) are the optical microscopic images captured by the CCD camera

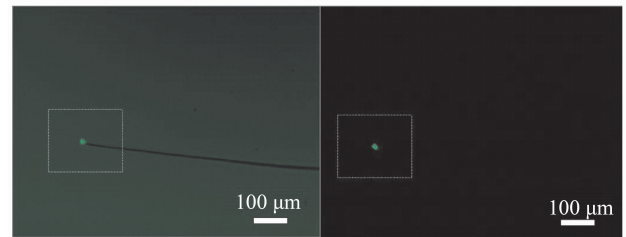


图 5 波长为 532 nm 的绿光在直径为 $9.0 \mu\text{m}$ 的蚕丝纤维中传输时观察到蚕丝纤维末端的光斑

Fig. 5 Spots at the end of the silk fiber for the green light at 532 nm guided in the silk fiber with diameter of $9.0 \mu\text{m}$
(a) 为明场的光学照片；(b) 为暗场的光学照片

实验中利用蚕丝纤维制作了不同的光子结构。图 6 是把直径为 $4.2 \mu\text{m}$ 的蚕丝剪成两段制作的一个 2×2 分束结构，其中图 6 (a) 为未通光时的光学照片；图 6 (b) 为利用一根 SiO_2 微纳光锥以重叠耦合的方式将波长为 671 nm 的红光耦合进入的暗场光学照片（箭头表示光的传输方向，下同）；

图 7 为利用一根 SiO₂ 微纳光锥以一定交叉角靠在一个 3 × 1 的叉状结构上，将波长为 473 nm 的蓝光耦合进入蚕丝纤维中的暗场光学照片，其中蚕丝直径依次为：上 10.9 μm、中 8.0 μm、下 9.5 μm；图 8 是将波长为 532 nm 的绿光利用光锥耦合进入一个 1 × 4 的蚕丝叉状结构中的暗场光学照片，其中蚕丝直径依次为：上 6.7 μm、中（偏上）7.4 μm、中（偏下）4.5 μm、下 5.8 μm；而图 9 是将波长为 532 nm 的绿光利用光锥耦合进入直径为 160 μm 环形结构蚕丝纤维中的暗场光学照片，其中蚕丝直径为 6.6 μm。

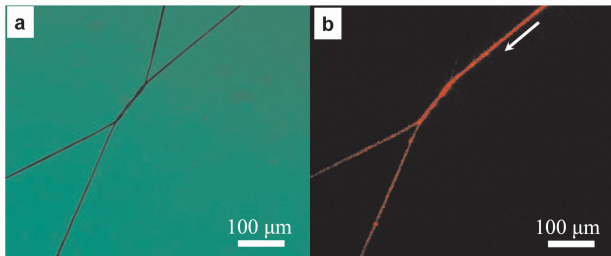


图 6 将波长 671 nm 的红光耦合进入 2 × 2 蚕丝分束结构
 Fig. 6 Red light at 671 nm coupled into 2 × 2 splitter in silk fibers
 (a) 为未通光时的光学照片；(b) 为耦合进入红光时的暗场光学照片

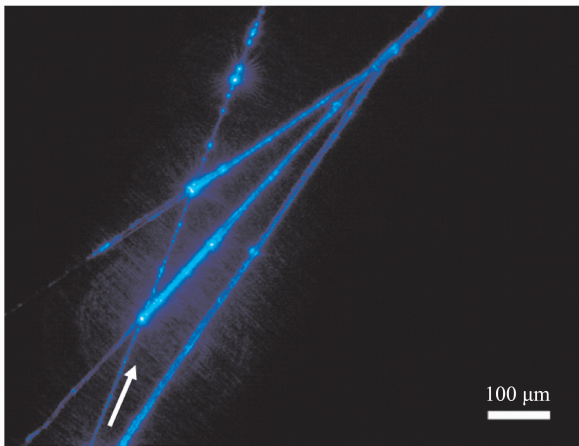


图 7 将波长为 473 nm 蓝光交叉耦合进入 3 × 1 蚕丝分支结构的暗场光学照片
 Fig. 7 Optical microscopic image for the blue light at 473 nm coupled into 3 × 1 branch structures in silk fibers in the dark field

以上实验说明微米蚕丝纤维具有良好的导光性能、柔韧性和机械性能，可以用来制作生物光纤。

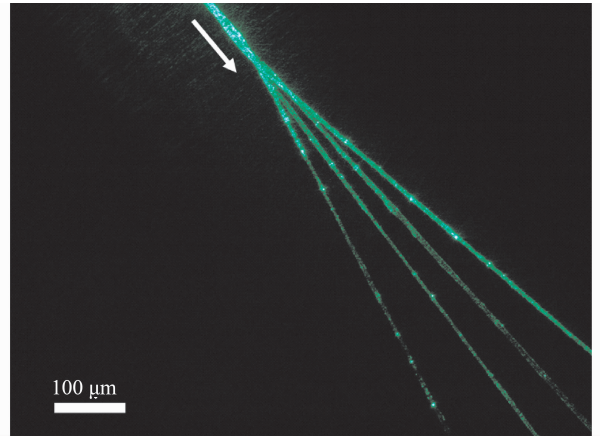


图 8 将波长为 532 nm 的绿光耦合进入 1 × 4 的蚕丝叉状结构的暗场光学照片
 Fig. 8 Optical microscopic image for the green light at 532 nm coupled into 1 × 4 splitters in silk fibers in the dark field

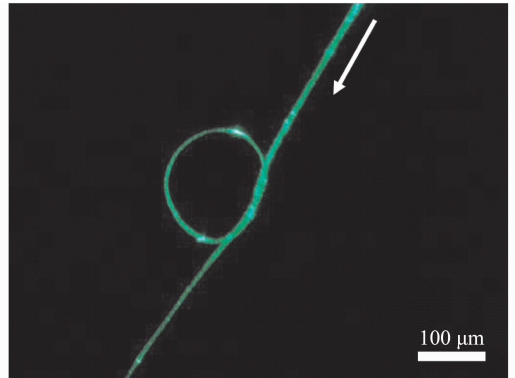


图 9 将波长为 532 nm 的绿光耦合进入直径为 160 μm 的蚕丝纤维环形结构中的暗场光学照片
 Fig. 9 Optical microscopic image for the green light at 532 nm coupled into a ring structure with diameter of 160 μm in silk fibers in the dark field

3 结 论

分析了天然蚕丝的成份，通过简单的方法制备得到直径为 5 ~ 15 μm 的蚕丝生物纤维，观察了其形貌特征，发现蚕丝纤维具有良好的柔韧性和机械性能。采用倏逝波耦合的方法，用不同方式使波长为 671 nm 的红光、波长为 532 nm 的绿光、波长为 473 nm 的蓝光分别耦合进入不同直径的微米蚕丝纤维，分析了其导光特性，采用“截断法”测量了波长为 532 nm 的光信号在直径为 9.0 μm 的蚕丝纤维中的传输损耗为 0.78 dB · mm⁻¹，并利用蚕丝纤维制作了 2 × 2、3 × 1、1 × 4、环形等不同的光子

结构。实验证明蚕丝微米生物光纤具有良好的柔韧性和表面光滑度,其传输损耗低于 $1\text{dB} \cdot \text{mm}^{-1}$ 。蚕丝微米生物光纤提供了一种能运用于生物体植入的新型光纤,由于蚕丝纤维具有优良的生物相容性,它在生物光子器件领域将有重要的研究价值。

参考文献:

- [1] 田丰,杨国光,白剑,等. 亚微米线条的微纳光纤笔直写技术研究[J]. 光学学报,2010, 30(1):206-209.
- [2] 杜垚,陈哲,余健辉,等. 耦合型微纳光纤偏振滤光器研究[J]. 中国激光,2012, 39(6):210-216.
- [3] 赵浙明,吴平辉,隋成华. 基于白光干涉的新型微纳光纤传感器[J]. 中国激光,2010, 37(8):2001-2004.
- [4] 何华龙,冯国英,邓国亮,等. 微纳光纤改善光束质量的研究[J]. 中国激光,2011, 38(8):184-188.
- [5] 任卫红,赵楚军,文双春. 平顶模式微纳光纤的色散特性[J]. 激光与光电子学进展,2010, 47(6):47-50.
- [6] PERRY H, GOPINATH A, KAPLAN D L, et al. Nano- and micropatterning of optically transparent, Mechanically robust, biocompatible silk fibroin films[J]. Adv Mater, 2008, 20(16): 3070-3072.
- [7] LAWRENCE B D, GOLOMB M C, GEORGAKOUDI I, et al. Bioactive silk protein biomaterial systems for optical devices [J]. Biomacromolecules, 2008. 9(4): 1214-1220.
- [8] KIM D, VIVENTI J, AMSDEN J J, et al. Dissolvable films of silk fibroin for ultrathin conformal bio-integrated electronics[J]. Nat Mater, 2010, 9(6): 511-517.
- [9] LEE S W, BELCHER A M. Virus-based fabrication of micro- and nanofibers using electrospinning [J]. Nano Lett, 2004, 4(3): 387-390.
- [10] JIN H J, PARK J, KARAGEORGIU V, et al. Water-stable silk films with reduced β -sheet content[J]. Adv Funct Mater, 2005, 15(8): 1241-1247.
- [11] LU S, WANG X, LU Q, et al. Stabilization of enzymes in silk films [J]. Biomacromolecules, 2009, 10(5): 1032-1042.
- [12] BENFENATI V, TOFFANIN S, CAPELLI R, et al. A silk platform that enables electrophysiology and targeted drug delivery in brain astroglial cells[J]. Biomaterials, 2010, 31(31): 7883-7893.
- [13] LAWRENCE B D, MARCHANT J K, PINDRUS M A, et al. Silk film biomaterials for cornea tissue engineering [J]. Biomaterials, 2009, 30(7): 1299-1308.
- [14] LOVETT M, CANNIZZAROA C, DAHERON L, et al. Silk fibroin microtubes for blood vessel engineering[J]. Biomaterials, 2007, 28(35): 5271-5279.
- [15] AMSDEN J J, DOMACHUK P, GOPINATH A, et al. Rapid nanoimprinting of silk fibroin films for biophotonic applications[J]. Adv Mater, 2010, 22(15): 1746-1749.
- [16] BRESLAUER D N, MULLER S J, LEE L P. Generation of Monodisperse silk microspheres prepared with microfluidics[J]. Biomacromolecules, 2010, 11(3): 643-647.
- [17] OMENETTO F G, KAPLAN D L. New opportunities for an ancient material [J]. Science, 2010, 329(5991): 528-531.
- [18] TAO H, AMSDEN J J, STRIKWERDA A C, et al. Metamaterial silk composites at terahertz frequencies [J]. Adv Mater, 2010, 22(32): 3527-3531.
- [19] OMENETTO F G, KAPLAN D L. A new route for silk [J]. Nat Photonics, 2008, 2(11): 641-643.
- [20] PARKER S, DOMACHUK T P, AMSDEN J, et al. Biocompatible silk printed optical waveguides [J]. Adv Mater, 2009, 21(23): 2411-2415.
- [21] MANOCCHI A K, DOMACHUK P, OMENETTO F G, et al. Facile fabrication of gelatin-based biopolymeric optical waveguides [J]. Biotechnol Bioeng, 2009, 103(4): 725-732.
- [22] TONG L, GATTASS R R, ASHCOM J B, et al. Sub-wavelength-diameter silica wires for low-loss optical waveguiding [J]. Nature, 2003, 426(6960): 816-819.
- [23] XING X B, WANG Y Q, LI B J. Nanofiber drawing and nanodevice assembly in poly(trimethylene terephthalate) [J]. Opt Express, 2008, 16(14): 10815-10822.