## 科学研究費助成事業(科学研究費補助金)研究成果報告書

## 平成 24 年 4 月 19 日現在

機関番号:51303				
研究種目:若手研究(B)				
研究期間:2010~2011				
課題番号:22760255				
研究課題名(和文 ) 複合赤外レーザ対応高強度・高信頼性伝送路の研究				
研究理明之(苗文) Study of a Rugged wayequide with reliability for simultaneous				
delivery of infrared laser light				
研究代表者				
岩井 克全(Iwai Katsumasa)				
仙台高等専門学校・情報ネットワーク工学科・准教授				
研究者番号:10361130				

研究成果の概要(和文):体内に挿入して使用する赤外レーザ複合光伝送システムには、半径 40mm以下の曲げに耐える中空ファイバが必要とされる。しかし従来の中空ファイバの製法で は、充分な強度を有する中空ファイバの製造は難しい。本研究では、この強度劣化を防ぐため の新しい手法を提案する。先ず最初に、石英ガラスキャピラリーに保護膜として無機薄膜を成 膜し、ついで従来採用されていた手法により、無機薄膜内装中空ファイバを製作する。

研究成果の概要 (英文): A new method is proposed to fabricate infrared polymer-coated silver hollow fibers with high mechanical strength. Two kinds of Inorganic polymer are used as a protective polymer to the inner wall of silica glass capillary and a dielectric layer to a silver layer, respectively. Mechanical and transmission properties of the hollow fibers have been discussed.

交付決定額

			(金額単位:円)
	直接経費	間接経費	合 計
2010 年度	1,700,000	510,000	2,210,000
2011 年度	1,500,000	450,000	1,950,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野:工学

科研費の分科・細目:電気電子工学・電子デバイス・電子機器 キーワード:光デバイス・光回路・赤外伝送路

## 1.研究開始当初の背景

近年、医療用レーザ光源としては、 Ho:YAG レーザ(波長 2.1 µm)、Er:YAG レ ーザ(波長 2.94 µm)、CO<sub>2</sub> レーザ(波長 10.6 µm)等の高出力レーザ光源が挙げられ、こ れらの伝送システムに関する研究が盛ん に行われている。泌尿器科領域において、 低侵襲の尿管内視鏡下レーザ結石破砕術 が行われており、申請者は更に効率よい 破砕のため、Er:YAG レーザ光と Ho:YAG レーザ光の同時伝送システムを考案し、八 イパワーレーザ光用伝送路として高耐久 性を有する無機薄膜内装銀中空ファイバ の製作を図った。しかし曲げて使用すると 折れ易く、特に高出力赤外レーザ伝送の際 には、大きな曲げ機械強度特性を有する中 空ファイバの実現が必要であると分った。 そのためにはファイバの曲げ破損の原因 となっている石英ガラスキャピラリーの 微小欠陥成長の助長を抑える保護膜とし て、耐久性、付着力に優れた無機膜を用い た高強度中空ファイバの製作を行う必要

A +T >>/ />

があると本研究課題の着想に至った。

2.研究の目的

本研究では以下のことを明らかにする。

- (1) 内径 0.7 mm、長さ1m程度の長さ で半径 40 mmの曲げに耐える大きな 機械的強度をもちかつ、高出力赤外レ ーザ光伝送に耐える保護膜に無機膜を 内装した高強度無機薄膜内装銀中空フ ァイバを実現する。
- ハイパワーEr:YAG レーザ光と
  Ho:YAG レーザ光を同時伝送可能な高
  強度無機薄膜内装銀中空ファイバを設
  計・製作する。
- (3) 高強度無機薄膜内装銀中空ファイバの機械的特性ならびに赤外伝送特性について評価を行う。またレーザ結石破砕特性の測定・評価を行う。
- 3.研究の方法 本研究の方法について、以下に示す。
  - 保護膜に無機膜を用いた高強度中 (1)空ファイバの製作 従来、ポリマー内装銀中空ファイバ の製作においては、一種類のポリマー が用いられ、赤外レーザ光に対して吸 収が小さい材料が採用されていた。高 強度ファイバを製作する上では、保護 膜の作用をもつ無機膜を石英キャピ ラリーに内装し、その次に、従来から 採用されていた手法により無機膜内 装中空ファイバを製作する。この際、 各種膜同士の接着性ならびに送液時 の安定性が重要な課題になる。ガラス キャピラリー (内径 0.7 mm、長さ1 m)内部に、全液相法を用い、保護用無 機膜、銀膜、低損失化用無機膜を 0.1 ~0.9 µmの厚さにコートする。保護 膜と銀膜を成膜し、中空ファイバの強 度と伝送特性について調べる。
  - (2) 赤外レーザ複合光伝送用中空ファ イバの設計と製作 Er:YAGレーザ光とHo:YAGレーザ 光を低損失に同時伝送を行うために、 無機膜の厚さを数十nmオーダーで精 密に制御することによって、最適膜厚 0.3 µmの成膜を行う。低損失化膜の成 膜で、最も簡易な方法は、保護膜と同 じ無機膜を用いることである。しかし ながら、同じ無機膜を用いると、銀膜 下にある保護膜が溶解することもあ る。よって成膜可能な無機膜の検討を 行い、最適膜厚の成膜条件を明らかに する。
  - (3) 任意赤外波長帯伝送用無機薄膜形成材料の調査
    現在、評価した中で最も適した無機

薄膜形成材料を用いているが、更に適 した保護膜用無機膜、低損失化用無機 膜の材料について調査を行う。

- (4) 高強度無機薄膜内装銀中空ファイバ 伝送装置の構築と評価 高強度無機薄膜内装銀中空ファイ バ伝送システムを構築し、ファイバの 耐久性を明らかにし、伝送装置として の問題点を調査する。
- (5) 2 波長破砕用無機薄膜内装銀中空フ ァイバの結石破砕への応用 予備実験では、直線状態のファイバ を用いて、Er:YAG レーザ光と Ho:YAG レーザ光の複合照射により、 細かく破砕できることが分った。高強 度無機薄膜内装銀中空ファイバを用 いて、ファイバを曲げた状態(曲げ半 径40 mm 程度、曲げ角 90 度)にして、 結石破砕特性の測定を行う。
- 4.研究成果

銀鏡反応の際に生じるガラスキャピラ リーチューブ内面の微小欠陥を防ぐため に、銀鏡反応溶液とガラスキャピラリーチ ューブ内面が触れないように保護コーテ ィングを行う。まず適切な無機薄膜溶液の 探索を行った。数種類の無機塗料を用い、 ガラス基板上ならびに銀中空ファイバに 成膜して、無機膜の評価を行った。無機塗 料の OC クリヤーNo. 300 で成膜した無機 薄膜は、ガラス基板上で付着力が強く、 Er:YAG レーザ光の発振波長で吸収特性が 比較的小さく、また必要な膜厚を、1回の コーティング工程により、成膜できた。耐 久性試験として、ガラス基板上に成膜した 無機薄膜を、オートクレーブ(高圧加熱滅 菌処理器)処理を行った結果、膜は剥離、 損傷を生じないことが分った。よって、本 研究では OC クリヤーNo. 300 (OC300)を 用いる。

濃度 16 wt%の OC300 溶液を、ガラスキ ャピラリーチューブ (内径 0.7 mm、長さ1 m) にマイクロチューブポンプを用いて、送 液速度4 cm/min で送液し、送液後、空気 を流しながら室温乾燥 12 時間を行い、保 護層としての無機膜を形成した。その上に 銀鏡反応によって銀を成膜し、銀内装中空 ファイバの製作を行った。保護無機膜の厚 さは、約 0.2 μm である。同様の製作法で、 濃度9 wt%のOC300 溶液を用いた場合、 溶液の硬化時間は1週間程度かかり、保護 無機膜の厚さは約 0.1 μm であったが、銀 鏡反応後にファイバを曲げると折れてし まった。濃度 48 wt%、濃度 32 wt%の OC300 溶液を用いた場合、保護無機膜の厚 さは、それぞれ約 0.8 um と、約 0.4 um で あり、曲げ半径 15 mm で曲げても折れな かったが、成膜工程において、およそ3時 間程度で溶液の硬化が観察された。溶液を 調合後、すぐにコーティング作業に取り掛 かる必要がある。濃度16 wt%を用いると、 保護無機薄膜の膜厚は約0.2 μm で、溶液 はおよそ1日で硬化する。溶液の色は、濃 度48 wt%、濃度32 wt%のOC300 溶液の 透明な黄色よりも、更に黄色が薄く透明で あり、硬化時間も適度に長く、複数の高強 度中空ファイバを1つのOC300 溶液で製 作するのに適していると思われるため、濃 度16 wt%のOC300 溶液を選択した。

図1に、無機薄膜内装高強度銀中空ファ イバ(内径0.7 mm、長さ1 m)の損失波長 特性を示す。図中の時間は銀鏡反応時間を 示す。銀鏡反応時間6 minで製作した高強 度中空ファイバは、無機保護膜の粗さによ る損失上昇はなく、損失値は従来の銀中空 ファイバ(図1破線参照)と同程度であるこ とを確認した。保護膜なしの場合、曲げ半 径30 mm で破損したが、高強度中空ファ イバは、曲げ角360 度、曲げ半径15 mm に耐えた。





光学膜として、保護膜と同じ OC300 を 用いたところ、送液の際に、保護膜に影響 して均一な膜の成膜が困難であることが 分った。そこで、無機材料で、銀膜との付 着力が強く、耐熱性と耐久性に優れ、また 毒性がないといわれるヨウ化銀(AgI)膜に 注目し、光学膜として成膜したところ、保 護膜に影響することなく、均一な光学膜の 成膜に成功した。本研究では、光学膜とし て AgI 膜を選択することとする。

光学膜内装中空ファイバは、内装する光 学膜の膜厚を変えることで目的のレーザ 光の発振波長で低損失にすることができ る。そこで、Er:YAG レーザ光と Ho:YAG レーザ光の伝送損失を、幾何光学的手法を 用いて理論的に算出することにより、2 波 長赤外レーザ光用の最適膜厚の設計を行 った。無機薄膜の膜厚に対する各種レーザ 光の伝送損失の理論計算結果を図2に示す。





AgI 膜厚を 0.1~0.2 μm の範囲で、成膜 することで、Er:YAG レーザ光と Ho:YAG レーザ光を低損失に伝送できることが分 った。

図3に、無機保護膜つき AgI 膜内装銀中 空ファイバの構造を示す。AgI 膜の成膜は、 ヨウ素液と銀膜との反応によって行う。送 液の際に、銀膜との反応によってヨウ素液 の濃度が変化すると、AgIの膜厚が変化す るため、長さ1mの中空ファイバに均一な AgI 膜を成膜するために、送液速度を速く し、また、溶液の濃度変化による膜厚の変 動を抑えるために、数回に分けて、ヨウ素 液を送液することで必要な膜厚を成膜し た。具体的には、濃度 0.6wt%のヨウ素液 を、内径 0.7 mm ガラスキャピラリーチュ ーブに 15 cm 吸引し、無機保護膜つき銀中 空ファイバ (内径 0.7 mm、長さ 1.1 m)に シリンジポンプを用いて、送液速度 84 mm/sec で送液し、送液後、空気を流しな がら室温乾燥 30 分を行い、この成膜工程 を4回行って、AgI 膜を形成した。



図3 高強度中空ファイバの構造

図 4 に AgI 膜内装高強度中空ファイバ (AgI/Ag/OC300、長さ 1 m)の損失波長特 性を示す。測定には光スペクトラムアナラ イザを用い、光源はハロゲンランプで FWHM10.6°のガウスビームで励振して いる。比較として、高強度銀中空ファイバ (Ag/OC300)の伝送特性も示す。明確な干 渉ピークが見られ、均一な AgI 膜が成膜で きていると思われる。膜厚を推定した結果、 成膜した AgI 膜厚は 0.12 µm と分った。2 波長レーザ光を伝送するのに適した膜厚 を成膜できていると思われる。



図 4 AgI 内装高強度中空ファイバ(内径 0.7 mm、長さ1m)の損失波長特性 (FWHM10.6°のガウスビームによ り励振)

図 5 に示す測定系で先端曲げ状態での Er:YAG レーザ光伝送損失特性の評価を行 った。Er:YAG レーザ光を焦点距離 71 mm の CaF<sub>2</sub> レンズで集光し、結合ファイバ (内径 0.7 mm、長さ 15 cm)を通して、無 機保護膜つき AgI 内装銀中空ファイバ (AgI/Ag/OC300、内径 0.7 mm、長さ 1 m) に入射する。中空ファイバの出射端を一定 の曲げ半径で曲げ、Er:YAG レーザ光 (パ ルス幅 300 μs、繰り返し周波数 5 Hz、エ ネルギー50 mJ)に対する伝送特性を評価 した。



結果を図 6 に示す。曲げ半径 15 mm で も折れず、270°に曲げた際にも曲げ付加 損失は約 2 dB 程度であった。直線状態の 伝送損失は約 2 dB である。



: 15 mm : 29 mm O: 50 mm

次に、曲げ状態(曲げ半径15 mm、曲げ 角270°)における無機保護膜つき AgI内 装銀中空ファイバ(内径0.7 mm、長さ1 m) の高出力伝送特性の測定を行った。 Er:YAG レーザ光 (パルス幅300 µs、繰り 返し周波数10 Hz)を入射し、最大出射エネ ルギー約129 mJで、高強度中空ファイバ は、破損することなく伝送可能であった。 赤色パイロット光 (発振波長650 nm) の伝送特性の測定を行った。直線状態にお

いて入力パワ-5.1 μWで、出射パワ-0.3 μWとなり、十分に視認可能であった。

結石破砕への応用として、Er:YAG レー ザ光と Ho:YAG レーザ光を同時に伝送可 能な無機薄膜内装銀中空ファイバを用い、 曲げ角 270 °、曲げ半径 15 mm の状態で モデル結石(アルミナボール)に照射した 後の破砕量を測定した。モデル結石として、 直径6mmの活性化アルミナボール(1個の 重さは 115 mg 程度)を用いた。この活性ア ルミナボールは、結石のように多数の小さ な穴が開いた構造をしており、吸水性を有 することから、モデル結石として用いた。 Er:YAG レーザ光の照射エネルギーは約50 mJ、繰り返し周波数 10 Hz である。照射 時間は、30分とした。Er:YAG レーザ光に よる破砕量は0.07gであり、曲げ状態で破 砕することに成功した。Ho:YAG レーザ光 (パルスエネルギー約 100 mJ、繰り返し 周波数 10 Hz、照射時間 10 分)の破砕量 は 0.06 g 程度である。Er:YAG レーザ光と 同時伝送することで破砕量は増加する。 Er:YAG レーザ光の照射により、光軸方向 に強い衝撃波が生じ、Er:YAG レーザ光の 出射エネルギーを増加すると小さい結石 は大きく動く。本実験では、結石をピンセ ットで固定して連続的にレーザ光を照射 したが、効率よく結石破砕を行うために結 石を固定するための先端器具が必要と思

われる。

得られた成果の国内外における位置づ けとインパクト、今後の展開について、以 下に示す。

- (1) 可視~赤外波長帯レーザ用で、フレキシブルに扱うことができ、機械的に安定なファイバは高強度中空ファイバのみである。
- (2) 石英ガラスキャピラリーの保護膜 に無機膜を用いた、曲げ負荷に対し て強く、高い信頼性で高出力 Er:YAG レーザ光を伝送可能な中空 ファイバは本課題で製作した中空フ ァイバが最初である。

結石破砕治療を主眼とし、1本の中空フ ァイバで

- (1) 衝撃波・熱蒸散機能を有する赤外 光の同時伝送による高効率破砕
- (2) 全結石に対しての有効な破砕
- (3) ハイパワーレーザ光を安全かつ柔 軟に伝送

という特長を持つ多機能性のある破砕器 具は今まで全く提案されたこともなく、学 術的にも先進的な研究であり、素材を無機 薄膜内装銀中空ファイバにすることによ り、高出力レーザ光を安全に柔軟に扱うこ とが可能となった。また、用いる無機薄膜 は、各種赤外レーザ光の波長における材料 吸収が小さく、レーザ医療の多くの診療科 目への応用が可能であると思われる。

5.主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者に は下線)

〔雑誌論文〕(計11件)

<u>K. Iwai</u>, M. Suzuki, M. Miyagi, Y. W. Shi, and Y. Matsuura, "Uniform polymer-film formation in 100-µm-bore hollow fiber for Er:YAG laser transmission," Proc. SPIE Vol. 8218, (2012, in press), 査読有.

H. Jelinkova, M. Nemec, M. Miyagi, <u>K.</u> <u>Iwai</u>, H. Takaku, M. Doroshenko, T. Basiev, A. M. Prokhorov, V. Badikov, and D. Badikov, "Dy:PbGa2S4 laser radiation and its delivery by hollow waveguide," Proc. SPIE Vol. 8218, (2012, in press), 査読有.

B. S. Sun, X. L. Tang, Y. W. Shi, <u>K. Iwai</u>, and M. Miyagi, "Optimal design for hollow fiber inner-coated by dielectric layers with surface roughness," Proc. SPIE Vol. 8218, (2012, in press), 査読有.

A. Hongo, S. Sato, A. Hattori, <u>K. Iwai</u>, H. Takaku, and M. Miyagi, "Agl-coated silver-clad stainless steel hollow waveguides for infrared lightwave transmission and their applications," Appl. Opt.51, 1, pp. 1-7 (2012), 査読 有.

B. S. Sun, X. L. Tang, Y. W. Shi, K. Iwai, and M. Miyagi, "Optimal design for inner-coated hollow fiber bv dielectric layers with surface roughness, " Optics Letters, Vol. 36, No. 17, pp. 3461-3463 (2011), 査読有. H. Jelinkova, M. Nemec, J. Sulc, M. Miyagi, <u>K. Iwai</u>, H. Takaku, M. Doroshenko, T. T. Basiev, V. K. Komar, and A. S. Gerasimenko, "Transfer of Fe:ZnSe laser radiation by hollow waveguide, "Laser Phys. Lett. Vol. 8, No. 8, pp. 613-616 (2011), 查読有. M. Nemec, H. Jelinková, J. Šulc, M. Miyagi, <u>K. Iwai</u>, H. Takaku, M. Doroshenko, T. Basiev, and V. Komar, "Fe:ZnSe laser radiation transmission by hollow waveguide, " Proc. SPIE Vol. 7894, pp. 789405-1-789405-7 (2011), 查

読有. <u>K. Iwai</u>, M. Miyagi, Y. W. Shi, and Y. Matsuura, "Fabrication of silver-coated hollow fiber with an inner diameter of 100 μm or less, "Proc. SPIE Vol. 7894, 78940B-1-78940B-8 (2011), 査読有.

B. S. Sun, X. Zeng, <u>K. Iwai</u>, M. Miyagi, N. Chi, and Y. W. Shi, "Experimental investigation on liquid-phase fabrication techniques for multiplayer infrared hollow fiber," Optical fiber technology, Vol. 17, pp. 281 285 (2011), 查読有.

T. Watanabe, <u>K. Iwai</u>, T. Katagiri, and Y. Matsuura, "Synchronous radiation with Er:YAG and Ho:YAG lasers for efficient ablation of hard tissues," Biomedical Optics Express, Vol. 1, pp.337-346 (2010), 査読有.

C. Yang, H. Hua, W. Tan, <u>K. Iwai</u>, M. Miyagi, N. Chi, and Y. Shi, "Loss spectrum measurement for infrared hollow fiber based on the Fourier transform infrared spectrometer," Appl. Opt. Vol. 49, pp. 2504-2509 (2010), 査 読有.

## 〔学会発表〕(計12件)

<u>岩井 克全</u>,高久 裕之,宮城 光信,石 芸尉,"内視鏡用高強度ポリマー内装中 空ファイバによる Er:YAG レーザー伝 送,"第 32 回レーザー学会学術講演会,

I701pVI03、(2012.2.1 TKP 仙台カン ファレンスセンター 仙台市). B. S. Sun, X. L. Tang, Y. W. Shi, K. Iwai, and M. Miyagi, "Optimal design for hollow fiber inner-coated bv dielectric with lavers surface roughness," Optical Fibers and Sensors for Medical Diagnostics and Treatment Applications XII, (2012. 1. 22, The Moscone Center San Francisco, California, USA). H. Jelinkova, M. Nemec, M. Miyagi, <u>K.</u> Iwai, H. Takaku, M. Doroshenko, T. Basiev, A. M. Prokhorov, V. Badikov, and D. Badikov, "Dy:PbGa2S4 laser radiation and its delivery by hollow waveguide," Optical Fibers and Sensors for Medical Diagnostics and Treatment Applications XII, (2012. 1.22, The Moscone Center San Francisco, California, USA). K. Iwai, M. Suzuki, M. Miyagi, Y. W. Shi, Υ. Matsuura, "Uniform and polymer-film formation in 100-µm-bore hollow fiber for Er:YAG laser transmission, " Optical Fibers and Sensors for Medical Diagnostics and Treatment Applications XII, (2012. 1.21, The Moscone Center San Francisco, California, USA). <u>岩井 克全</u>, 鈴木 雅尚, 宮城 光信, 石 芸尉, "均一無機薄膜内装内径 100 µm 中空ファイバの伝送特性,"電子情報通 信学会エレクトロニクスソサイエティ大 会, B-13-9, (2011. 9.14 北海道大学 札幌市). 岩井 克全 高久 裕之, 宮城 光信,石 芸 尉, "シリコーン熱収縮ゴムチューブ外 装高強度中空ファイバの製作," 平成 23 年度電気関係学会東北支部連合大会, 2H15, (2011.8.26 東北学院大学 多賀 城市). 岩井 克全, 鈴木 雅尚, 宮城 光信, 石 芸尉,"均一無機薄膜内装内径 100 µm 中空ファイバの製作,"電子情報通信学 会総合大会, p. 520. B-13-44, (2011. 3.17 東京都市大学 東京). M. Nemec, H. Jelinková, J. Šulc, M. Miyagi, <u>K. Iwai</u>, H. Takaku, M. Doroshenko, T. Basiev, and V. Komar, "Fe:ZnSe laser radiation transmission by hollow waveguide," Optical Fibers, Sensors, and Devices for Biomedical Diagnostics and Treatment XI, (2011. 1. 22, The Moscone Center San Francisco, California, USA).

K. Iwai, M. Miyagi, Y. W. Shi, and Y. "Fabrication Matsuura. of silver-coated hollow fiber with an inner diameter of 100 µm or less, (Optical Fibers, Sensors, and Devices for Biomedical Diagnostics and Treatment XI, (2011. 1. 22, The Moscone Center San Francisco, California, USA). 岩井 克全, 高久 裕之, 宮城 光信, 石 芸尉, "無機薄膜内装高強度銀中空ファ イバの製作,"第31回レーザー学会学術 講演会、1410p 05、(2011.1.10 電気 通信大学 調布市) 岩井 克全, 元木 沙綾, 宮城 光信, 石 芸尉, "内径 50 μm 銀中空ファイバの伝 送特性の改善," 電子情報通信学会エレ クトロニクスソサイエティ大会, C-3-38, (2010. 9.16 大阪府立大学 堺市). <u>岩井 克全</u> ,高久 裕之 , 宮城 光信 ,石 芸 尉, "中空ファイバにおける環状オレフ ィンポリマー成膜法の改善 - COP 溶液の 濃度に対する粘度特性 - ,"平成 22 年度 電気関係学会東北支部連合大会,2B11, (2010.8.27 八戸工業大学 八戸市). 〔図書〕(計0件) 〔産業財産権〕 出願状況(計1件) 名称:中空導波路、及びレーザ治療器具 発明者:岩井 克全,宮城 光信,岡上 吉 秀,村上晴彦 権利者:モリタ製作所 種類:特願 番号:2010-277099 出願年月日:平成 22 年 12 月 13 日 国内外の別:国内 取得状況(計0件) [その他] ホームページ等 特になし

6.研究組織
 (1)研究代表者
 岩井 克全(Iwai Katsumasa)
 仙台高等専門学校・
 情報ネットワーク工学科・准教授
 研究者番号:10361130