

2010.11.028A

厚生労働科学研究費補助金  
医療機器開発推進研究事業

# 極細径内視鏡用高機能中空ファイバの製作に関する研究

平成22年度 総括研究報告書

研究代表者 岩井 克全

平成23（2011）年3月

厚生労働科学研究費補助金  
医療機器開発推進研究事業

## 極細径内視鏡用高機能中空ファイバの製作に関する研究

平成22年度 総括研究報告書

研究代表者 岩井 克全

平成23（2011）年3月

目 次

I. 総括研究報告 極細径内視鏡用高機能中空ファイバの製作に関する研究 岩井 克全	-----	1
II. 研究成果の刊行に関する一覧表	-----	9
III. 研究成果の刊行物・別刷	-----	11

極細径内視鏡用高機能中空ファイバの製作に関する研究

研究代表者 岩井 克全 仙台高等専門学校情報ネットワーク工学科 准教授

研究要旨：本研究では、①無機材料が内面にコートされた銀中空ファイバを用いる、②内径 0.1 mm の細径中空ファイバ、③製作法が単純、低コスト化が可能な特長を有する超細径中空ファイバの製作を目的とする。高エネルギー伝送ならびに滅菌工程に耐える超細径中空ファイバが実現できれば、歯科内視鏡などの低侵襲治療の高効率化を図ることが可能である。

研究分担者  
なし

A. 研究目的

治療の数多くのレーザーの中、波長が  $2 \mu\text{m}$  以上の赤外波はその有効性が確認されつつも、レーザー発振器から患部へのレーザー光の導光手段は従来の石英光ファイバが使えないため、最近は図 1 のような中空ファイバが多く使用されてきている。

ガラスキャピラリーチューブ

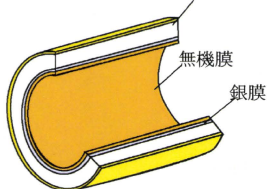


図 1 中空ファイバの構造

中空ファイバで効率的な内視鏡治療を行うためには、患部に接触して使用できること、高効率でレーザー光を導光できること、高エネルギー伝送に耐えること、内視鏡に挿入可能な細径ファイバであることが要求されている。現時点ではこの要求性能を満たす中空ファイバが無いため、導光効率を犠牲にした短尺の中実のガラスファイバ素子が使用されている。極細径内視鏡用の場合、ファイバの細径化によるレーザーエネルギー密度の増加で従来の光学ポリマー膜の損傷が問題となるが、最近、耐久性に極めて優れた無機ガラス材料を用いた中空ファイバ（内径 0.7 mm、長さ 10 cm）の試作に成功した。無機ガラス薄膜を内装した超細径

中空ファイバが実現できれば、その導光効率の高さ、高耐久性のメリットで、歯科内視鏡（図 2, 3 参照）などの低侵襲治療の高効率化を図ることが可能である。

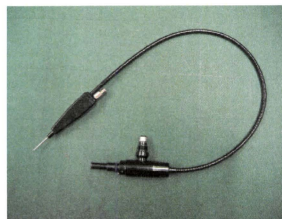


図 2 歯科内視鏡  
イメージ部

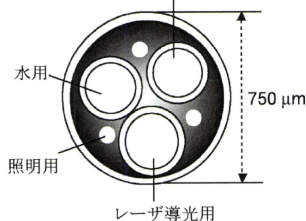


図 3 内視鏡の先端部

本研究では、図 4 のように使用可能な超細径中空ファイバとして、

- ①無機材料が内面にコートされた銀中空ファイバを用いる
- ②外径 0.17 mm、内径 0.1 mm の細径中空ファイバとして機能する

③製作法が単純で、低コスト化が可能であるの特長を有し、現存する赤外伝送路に対して、機能、価格の上で極めて優位に立つことが期待される超細径中空ファイバの製作を目的とする。

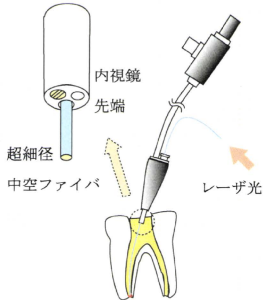


図4 内視鏡用中空ファイバ

進捗状況並びに達成すべき課題の事業年度並びに数値レベルは、以下の通りである。

- ①平成20年度 超細径銀中空ファイバの製作  
 目標値：内径0.1 mm、長さ25 cm  
 達成値：内径0.1 mm、長さ35 cm、伝送損失3 dB (波長1 μm、長さ20 cm)
- ②平成21年度 無機ガラス薄膜内装中空ファイバの製作  
 目標値：内径0.1 mm、長さ10 cm、Er:YAG透過率60 %  
 達成値：内径0.1 mm、長さ10 cm、透過率80 % (波長1.7 μm)
- ③平成22年度 超細径中空ファイバの先端封止技術の開発  
 目標値：先端封止部のEr:YAG透過率70 %  
 内径0.1 mm、長さ10 cm、Er:YAG透過率60 %、可視光透過率20 %

なお、現状では、レーザー光用の先端装置で、赤外光の透過率は30 %を超えるものはない。このことはレーザーへの要求を半減できる。また、本研究で提案するような細径中空ファイバは存在しない。

技術課題は、中空ファイバの銀膜の成膜が本質的な課題であり、平成20年度の研究で、内径0.1 mm、長さ25 cmの超細径銀中空ファイバの製作を行い、液相法による銀膜形成条件を明らかにした。

平成21年度の研究では、Er:YAGレーザー (波長2.94 μm)を高効率に伝送するために、無機ガラス薄膜内装銀中空ファイバ (内径0.1 mm、長さ10 cm)の製作を行い、液相法による無機ガラス薄膜形成条件を明らかにした。

平成22年度の研究では、Er:YAGレーザー光により切除された飛散物が中空ファイバ内部に侵入し、

損傷しないように、先端ガラス部の溶融による封止法の開発を行うことを目標とする。またEr:YAGレーザー装置に製作した無機薄膜内装細径中空ファイバを組み込み伝送特性の評価を行うことを目標とする。

## B. 研究方法

中空ファイバを医療応用する場合に、体液や切除された軟組織がファイバ内に入らないよう、ファイバ先端を保護する目的でシーリングファイバキャップ (図5参照)という先端デバイスの製作を行う。

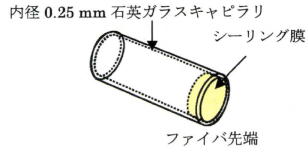


図5 シーリングキャップの構造

このデバイスは、透明なガラスキャピラリーチューブの先端にシーリング膜が形成された構造になっており、細径中空ファイバ先端にキャップとして取り付けて使用するデバイスである。シーリング膜に要求される条件としては、

- ① 当該波長帯で透明であること
  - ② 人体に対して無害であること
  - ③ 耐久性に優れること
- が必要である。この3つの条件を満足するシーリング膜を種々検討した結果、石英ガラスが一つの候補であることが分った。図6に示すように、石英ガラス膜はEr:YAGレーザー光の共振波長である波長2.94 μmで比較的吸收が小さく、また耐薬品性、耐久性に優れており、酸素溶接バーナーを用いて溶融することで、容易にシーリング膜を形成することが出来る。

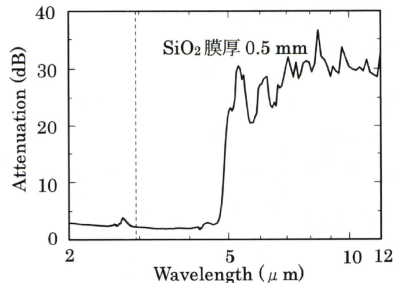


図6 石英ガラス膜の損失波長特性  
 但し、厚さ0.5 μm

シーリングキャップは、内径0.25 mmの石英ガ

ラスキャビリティチューブ(外径0.31 mm程度)の先端部をLPGとO<sub>2</sub>の混合ガスを用いた溶接バーナー(ノズル径0.5 mm)で加熱し、石英ガラスを溶融して先端封止を行った。ガスバーナーの照射時間はおおよそ1秒である。シーリング膜の形成法としては、キャップ先端にポリマー溶液を注入し、加熱乾燥を行う方法もあるが、石英ガラスキャビリティ先端の石英ガラスを溶融してシーリング膜を形成する手法は非常に簡易であり、短時間で製作可能である。製作した石英ガラスシーリングキャップの写真を図7に示す。

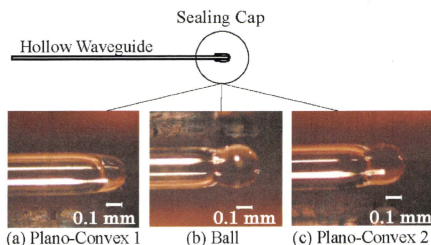


図7 内径0.1 mm中空ファイバ用石英ガラスシーリングキャップ

先端形状をレンズ形状に加工すると集光効果が得られ、焦点距離も変えることができる。キャップの左端面、及び右端面の形状を考慮し、キャップの名称をつけた。図7(a)は、平凸型1で先端石英ガラス膜厚は、おおよそ0.18 mmである。図7(b)はボール型でシーリング膜の厚さは、約0.3 mm、図7(c)は、平凸型2で、先端石英ガラス膜厚は約0.25 mmである。

伝送路に対して、より柔軟な動作や先端部の外径の細径化が要求されるような場合には、無機薄膜内装細径銀中空ファイバ(内径0.1 mm、外径0.17 mm)の先端部を溶融し、シーリング膜を形成した先

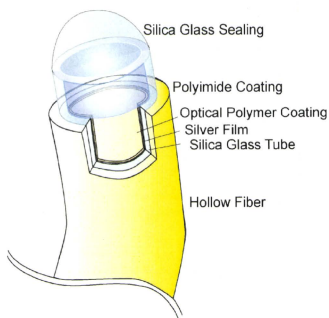


図8 先端封止中空ファイバ

端封止細径中空ファイバ(図8参照)を使用することもできる。先端封止にノズル径0.5 mmのガスバーナーを用いると、加熱により、剥離、蒸散する光学膜の範囲が先端からおよそ1 cmあり、先端封止中空ファイバの伝送損失が大きく増加してしまう。そこで、光ファイバ融着接続器のアーチ放電を用いる。細径中空ファイバを光ファイバ融着接続器のV溝に設置し、アーチ放電を用いて約1秒間加熱した。加熱による光学膜の剥離部分は、約1 mmとなり損傷範囲を抑えることに成功した。しかしながら、先端封止部に剥離した光学膜があると伝送損失が大きく増加する。封止前に、先端封止部分の光学膜をエッチングする工程を導入した。銀膜のエッチングには、硝酸溶液を用いる。マイクロチューブポンプを用いて、ファイバ内に硝酸溶液を入れ、銀膜を取り除いた後、蒸留水を用いて残った硝酸溶液と銀膜を取り除く。エッチング部分を1 cm程度にするために、硝酸溶液の流速を制御する必要がある。マイクロチューブポンプのチューブ径は、内径1.15 mmであり、内径0.1 mm銀中空ファイバの断面積に対して、約132倍ある。そのため、マイクロチューブポンプ内では、ゆっくりとした流速であっても、内径0.1 mm銀中空ファイバ内では、制御が困難な流速となる。マイクロチューブポンプ内のチューブ(内径1.15 mm)に内径0.3 mm、外径0.4 mmのシリコンチューブを挿入し、通常用いる内径0.7 mmの接続チューブから内径0.25 mmの接続チューブに変更した。改良したマイクロチューブポンプを用いることで、銀中空ファイバ先端から約1 cmのエッチングを行うことができた。エッチング後、無機溶液のコーティングを行う。光学ポリマーとして、室温湿気硬化型特殊無機塗料OC No.300クリアー(OC300)を用いる。無機薄膜の形成は送液法により行う。図9に無機薄膜内装超細径銀中空ファイバの製作装置を示す。

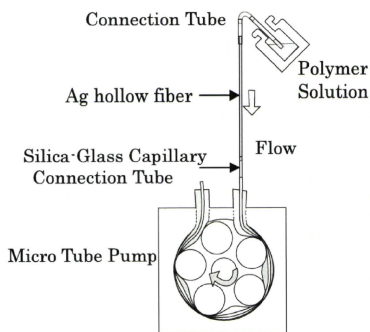


図9 内径0.1 mm光学ポリマー内装銀中空ファイバ製作装置

中空ファイバの内径が細くなると、無機溶液の流速が急激に速くなる。そのため、送液系の接続点におけるチューブ径の違いにより、送液速度が変化し、ファイバ上・下部で膜厚変動を生じる。改良したマイクロチューブポンプを用いることで、接続点における送液速度の変動を抑えた。またポンプの流量を減少させることで、送液速度を抑え、均一な無機薄膜形成を行う。Er:YAG レーザ光 (波長  $2.94 \mu\text{m}$ ) 伝送に適した膜厚を成膜するために、濃度  $71.4 \text{ wt}\%$  の溶液を用いた。内径  $0.1 \text{ mm}$ 、長さ  $33 \text{ cm}$  の銀中空ファイバに無機溶液を送液し、その後、窒素ガスを流量  $10 \text{ ml/min}$  で流しながら、室温乾燥を  $30 \text{ 分間}$  行った。従来法の送液速度は、 $6 \text{ cm/min}$  で、新手法は、 $1 \text{ cm/min}$  である。

製作した先端封止細径中空ファイバの写真を図10に示す。

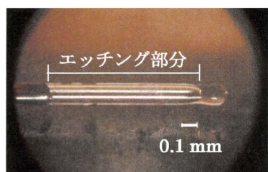


図10 内径  $0.1 \text{ mm}$  先端封止細径中空ファイバ

エッチング部分の距離は、約  $0.95 \text{ mm}$ 、先端封止石英ガラス厚は、約  $0.17 \text{ mm}$  である。

(倫理面への配慮)

当該研究は、倫理面の問題がない。生命倫理・安全対策に対する取り組みが必要とされている研究に該当しない。

### C. 研究結果・考察

Er:YAG レーザ光 (パルス幅  $300 \mu\text{s}$ 、繰り返し周波数  $5 \text{ Hz}$ ) を、図7の内径  $0.1 \text{ mm}$  中空ファイバ用石英ガラスシーリングキャップを装着した細径中空ファイバ (内径  $0.1 \text{ mm}$ ) に入射し、出射特性を測定した。平凸型1キャップの透過率は約  $88 \%$ 、ボール型は透過率約  $75 \%$ 、平凸型2は透過率約  $75 \%$  となった。図11に各種先端形状によるバーンパターンを示す。平凸型1は、先端部表面に集光効果があり、各種形状の中で接触時の照射面積は最も小さい。ボール型は先端部表面で平凸型1より照射面積は大きく、照射距離  $1 \text{ mm}$  では平凸型1と比較して照射面積は小さくなり、焦点距離が  $1 \text{ mm}$  であることが分る。平凸型2は、ボール型と比較して、焦点距離  $1 \text{ mm}$  でより小さく集光されていることが分る。図12に従来のマイクロチューブポンプを用いて製作した内径  $0.1 \text{ mm}$  無機薄膜内装銀中空ファイバ (長さ  $10 \text{ cm}$ ) の可視・近赤外波長帯における損失波長スペクトル (FWHM  $10.6^\circ$  のガウスビームで励

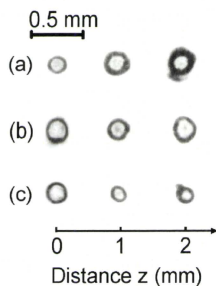


図11 各種先端形状によるバーンパターン  
(a) 平凸型1 (b) ボール型 (c) 平凸型2

振)を示す。図中の(a)、(b)、(c)は、それぞれファイバの上部、中部、下部である。比較として、内径  $0.1 \text{ mm}$  銀中空ファイバ (長さ  $33 \text{ cm}$ ) も示す。

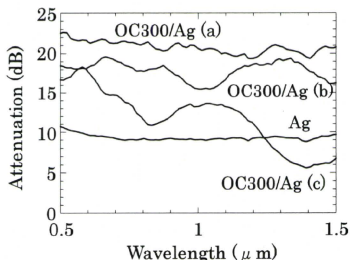


図12 従来法で製作した内径  $0.1 \text{ mm}$  中空ファイバの可視・近赤外の損失波長スペクトル

図13に改良したマイクロチューブポンプで製作した内径  $0.1 \text{ mm}$  無機薄膜内装銀中空ファイバ (長さ  $10 \text{ cm}$ ) を示す。

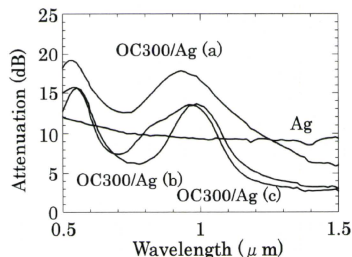


図13 新手法で製作した内径  $0.1 \text{ mm}$  中空ファイバの可視・近赤外の損失波長スペクトル

膜厚範囲は、 $0.24\sim 0.25\ \mu\text{m}$ であり、従来法と比較して無機薄膜の均一膜性が向上した。また明確な干渉ピークが見られ、ファイバ内に均一な無機薄膜を形成できていると思われる。図14に改良したマイクロチューブポンプを用いて製作した先端エッチング距離7 mmの無機薄膜内装銀細径中空ファイバ(長さ11.7 cm)を示す。図中の(a)はエッチングありの細径中空ファイバで、(b)はエッチングなしの細径中空ファイバである。干渉ピークが見られ、ファイバ内に均一な無機薄膜を形成できていると思われる。エッチング(長さ7 mm)を行うことで、波長 $1.5\ \mu\text{m}$ の伝送損失は、エッチングなしのファイバに比べて約4.8 dB増加していることが分った。

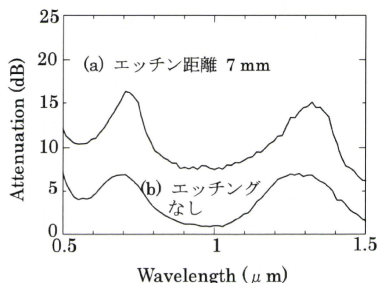


図14 内径0.1 mm無機薄膜内装銀中空ファイバの可視・近赤外の損失波長スペクトル但し、(a) エッチング距離7 mm、ファイバ長11.7 cm、(b) エッチングなし、ファイバ長10 cm

エッチング部分の内面は石英ガラスであり、銀膜に比べて赤外光の反射は低いため、エッチング距離が長いと、伝送損失は大きくなると思われる。伝送損失を抑えるために、エッチング部分を短くして、エッチング距離 $1.5\ \text{mm}$ で製作した。図15に損失波長スペクトルを示す。

干渉ピークは明確ではないが、波長 $1.5\ \mu\text{m}$ での損失値は、 $1.5\ \text{dB}$ 程度と低損失と思われる。エッチングした銀中空ファイバの先端封止を行い、Er:YAGレーザー光(パルス幅 $300\ \mu\text{s}$ 、繰り返し周波数 $5\ \text{Hz}$ )を用いて先端封止細径中空ファイバ(内径 $0.1\ \text{mm}$ )の出射特性を測定した。先端封止部分の透過率はおよそ $70\ \%$ であり、エッチング部分(長さ $0.95\ \text{mm}$ )の透過率は約 $63\ \%$ であった。エッチング部分の長さをより短くできると、低損失な先端封止中空ファイバが出来ると思われる。

次に、歯科治療での使用を考慮して、図16に示す測定系でファイバの曲げ伝送特性の評価を行った。焦点距離 $71\ \text{mm}$ の $\text{CaF}_2$ レンズで集光したレーザー光(Er:YAGレーザー、発振波長 $633\ \text{nm}$ の赤色LD)を、孔径 $0.05\ \text{mm}$ のピンホールに照射し、内径 $0.1\ \text{mm}$ 、長さ $10\ \text{cm}$ の細径中空ファイバへ入射した。

細径中空ファイバは、入射端の $4\ \text{cm}$ を直線状態に保持し、出射側の部分を一定曲率で曲げている。

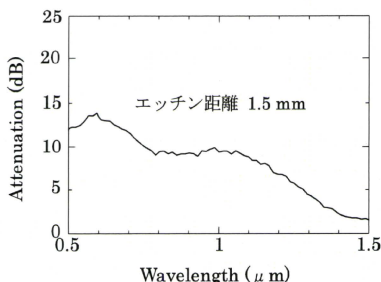


図15 内径0.1 mm無機薄膜内装銀中空ファイバの可視・近赤外の損失波長スペクトル但し、エッチング距離 $1.5\ \text{mm}$ 、ファイバ長 $10.5\ \text{cm}$

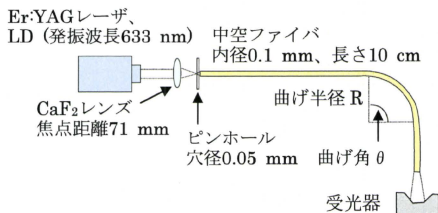


図16 先端曲げ状態でのEr:YAGレーザー光伝送損失測定系

Er:YAGレーザー光は不可視のレーザー光であるため、特に医療分野でEr:YAGレーザー光を使用する場合にはガイド光伝送が必要となる。

内径 $0.1\ \text{mm}$ のファイバに対し、曲げ半径 $R$ と曲げ角 $\theta$ を変えた時の赤色LD(波長 $633\ \text{nm}$ )光伝送特性を図17に示す。入力パワーは $130\ \mu\text{W}$ である。銀中空ファイバ(Ag)の損失値は曲げ半径にあまり依存せずに、曲げ角が大きくなるに従い上昇している。OC300内装銀中空ファイバ(OC300/Ag)先端を曲げ半径 $13.5\ \text{mm}$ で $90^\circ$ 曲げた状態においても、損失上昇は $1.5\ \text{dB}$ 程度であり、また照明を付けた室内において十分に視認可能であった。ガイド光を紙に当てた際の写真を図18に示す。写真にははっきりとしたガイド光を確認することができる。

Er:YAGレーザー光の曲げ特性の評価を行った。測定系を図16に示す。繰り返し周波数 $5\ \text{Hz}$ 、パルス幅 $300\ \mu\text{s}$ でEr:YAGレーザー光を励振させた。ファイバの先端を一定の曲げ半径 $R$ 、曲げ角 $\theta$ で曲げた際の伝送損失特性を図19に示す。



OC300内装銀中空ファイバ(OC300/Ag)先端を曲げ半径13.5 mmで90度曲げた状態においても、損失上昇は1 dB程度であり、十分に使用できると思われる。

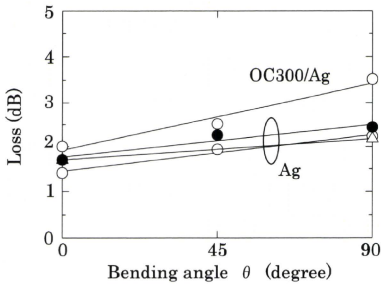


図17 先端曲げ状態における細径中空ファイバ(内径0.1 mm、長さ10 cm)の赤色LD波長633 nm)光伝送特性  
但し、曲げ半径は、 $\Delta$ : 1 mm、 $\bullet$ : 6.9 mm、 $\circ$ : 13.5 mmである。

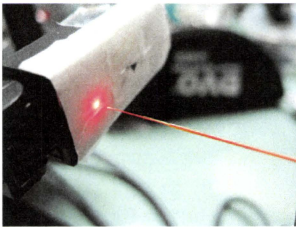


図 18 紙にガイド光を当てた際の写真

直線状態における無機薄膜内装細径銀中空ファイバ(内径0.1 mm、長さ10 cm)のEr:YAGレーザー光の透過率は、約73%、赤色LD光の透過率は、約63%であった。Er:YAGレーザー光の最大出射エネルギーは、約6.6 mJであった。

細径中空ファイバ伝送システムとして、細径中空ファイバへEr:YAGレーザー光を安定に入射させるためにテーパ型結合器(入射端内径0.7 mm、出射端内径0.1 mm、テーパ部分の長さ1 cm)を利用した。中空テーパ型入射結合器の構造は、細径中空ファイバと同様であり、石英ガラスキャピラリーを母材とし、その内側に銀層を内装した構造になっている。

図20の測定系を用いて、Er:YAGレーザー光に対する伝送特性を評価した。使用したEr:YAGレーザー光源は、繰り返し周波数10 Hz、パルス幅300  $\mu$ s、パルスエネルギー33 mJである。

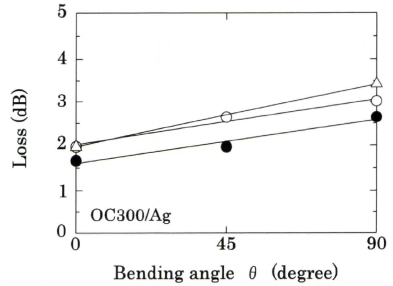


図19 先端曲げ状態における細径中空ファイバ(内径0.1 mm、長さ10 cm)のEr:YAGレーザー光伝送特性  
但し、曲げ半径は、 $\Delta$ : 1 mm、 $\bullet$ : 6.9 mm、 $\circ$ : 13.5 mmである。

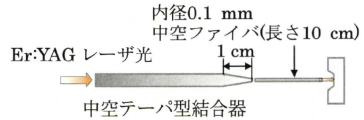


図 20 細径中空ファイバ伝送システム

入射端内径0.7 mm、出射端内径0.1 mmのテーパ型中空ファイバ(中空ファイバ長5 cm+テーパ長1 cm)により、レーザー光を内径0.1 mm中空ファイバに入射し、バーンパターンを測定した。図21に測定したバーンパターンを示す。

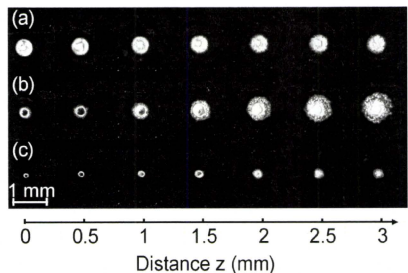


図21 内径0.1 mm超細径中空ファイバのバーンパターン  
但し、(a)は、内径0.7 mm中空ファイバ、(b)は、テーパ型中空ファイバ、(c)は内径0.1 mm超細径中空ファイバである。

内径 0.1 mm 中空ファイバからの出射ビーム径は、照射距離 3 mm でも非常に小さいことが分る。またテーパ型中空ファイバからの出射ビームは、広がり角が大きいことが分る。

次にファイバの直線状態における伝送損失を測定した。測定結果を表 1 に示す。

表 1 Er:YAG レーザ光の伝送特性

	Energy (mJ)		Loss (dB)
	入力	出力	
Ag	24	0.7	15.3
OC300/Ag	24	3.2	8.8

テーパ型中空ファイバのみの損失は 1.4 dB、細径中空ファイバの損失値は、OC300 内装銀中空ファイバ(OC300/Ag)での 8.8 dB となった。この原因は、テーパ型中空ファイバを接続することにより、ファイバ内に多くの高次モードが励振されたためと思われる。テーパの形状を検討することで損失を低減することが可能であると思われる。

#### D. 結論

従来の導光効率を犠牲にしたEr:YAGレーザ用の短尺な充実型ガラスファイバに対して、高エネルギー伝送ならびに滅菌工程に耐える超細径中空ファイバが実現できれば、内視鏡治療において、Er:YAGレーザ光を効率よく用いることができる。また導光効率の飛躍的な向上により、レーザ光源の低出力化に繋がり経済性のメリットも生じる。現在、用いられている医療用レーザ装置の短尺な充実型ガラスファイバは、加工工程が複雑なため高価である。一方中空ファイバは簡単な構造で安価に製造でき、消耗品のコストを下げることができるため、医療費の抑制に繋がる。最小侵襲治療が叫ばれている医療現場において、レーザによる低侵襲治療は社会的な要求であり、それに関連する治療装置の開発は極めてニーズが大きい。経済性を考慮しつつ、医療現場において感染症を防止することも重要な課題である。これらの要求を一度に満たす手段として、耐久性の高い無機材料を用い、製作が容易でしかも滅菌可能な、もしくはディスプレイ可能な医療用ファイバを実現することは、極めて大きな意味を持つ。また、治療・療養期間の短縮化、高齢者保護の上で、その社会的な効果も十分ある。平成22年度に超細径中空ファイバの先端封止技術の開発を行い、

目標値：先端封止部のEr:YAG透過率70%

内径0.1 mm、長さ10 cm、Er:YAG透過率60 %、可視光透過率20 %

達成値：先端封止部のEr:YAG透過率88%

内径0.1 mm、長さ10 cm、Er:YAG透過率73 %、可視光透過率63 %(波長633 nmの赤色LD)

と目標値を達成することができた。先端封止部として、取り扱いが容易なキャップ型の先端封止素子と、伝送路をより柔軟に取り扱えるように中空ファイバ先端を直接封止する先端封止中空ファイバの製作を行った。キャップ型先端封止素子は、細径中空ファイバにかぶせるだけで使用可能であり、精密なアライメントは必要としない。患者ごとにシーリングキャップを取り替えて使用することが可能になると思われる。先端封止中空ファイバは、先端外径を太くすることなく、先端封止を行うことができるため、より細部の治療に用いることができると思われる。無機薄膜内装細径銀中空ファイバは、小さな曲げ半径でも折れることなく、また曲げによる損失上昇も小さいことから、十分に実用的である。内径0.1 mm細径中空ファイバのEr:YAGレーザ光の出射エネルギーは6.6 mJで、これは、内径0.7 mm中空ファイバの約323 mJと同等のエネルギー密度である。本研究で超細径無機ガラス薄膜内装銀中空ファイバ用の先端封止素子を製作できたことにより、歯科内視鏡用内径0.1 mm無機ガラス薄膜内装銀中空ファイバの実用化が期待できる。

E. 健康危険情報  
特になし

#### F. 研究発表

##### 1. 論文発表

- 1) K. Iwai, A. Hongo, H. Takaku, M. Miyagi, J. Ishiyama, Y. W. Shi, and Y. Matsuura, "Transmission properties of dielectric-coated hollow optical fibers based on silver-cladding stainless pipe," Proc. SPIE Vol. 7559, pp. 755904-1-755904-12 (2010).
- 2) H. Jelinková, M. Nemeč, P. Koranda, J. Pokorný, O. Kohler, M. Miyagi, K. Iwai, Y. Matsuura, "Hollow waveguide for urology treatment," Proc. SPIE Vol. 7559, pp. 755907-1-755907-7 (2010).
- 3) C. H. Yang, H. Hua, W. Tan, Y. W. Shi, K. Iwai, and M. Miyagi, "FT-IR based loss-spectrum measuring system for infrared hollow waveguides," Proc. SPIE Vol. 7559, pp. 75590R-1-75590R-8 (2010).
- 4) C. Yang, H. Hua, W. Tan, K. Iwai, 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, No. 13, pp. 2504-2509 (2010).
- 5) T. Watanabe, K. Iwai, 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 Issue 2, pp.337-346 (2010).

2. 国際学会発表

- 1) K. Iwai, M. Miyagi, Y. W. Shi, and Y. Matsuura, "Fabrication of silver-coated hollow fiber with an inner diameter of 100  $\mu$ m or less," *SPIE Photonics West 2011 Optical Fibers, Sensors, and Devices for Biomedical Diagnostics and Treatment XI*, 7894-14, (Jan. 22 2011).
- 2) M. Nemeč, H. Jelinková, J. Šulc, M. Miyagi, K. Iwai, H. Takaku, M. Doroshenko, T. Basiev, and V. Komar, "Fe:ZnSe laser radiation transmission by hollow waveguide," *SPIE Photonics West 2011 Optical Fibers, Sensors, and Devices for Biomedical Diagnostics and Treatment XI*, 7894-5, (Jan. 22, 2011).

3. 国内学会発表

- 1) 岩井 克全, 本郷 晃史, 高久 裕之, 宮城 光信, 石山 純一, 石 芸尉, "各種金属管を用いたCOP内装金属中空ファイバの伝送特性," *レーザー学会学術講演会第30回年次大会講演予稿集*, I64aIII07, p. 237 (Feb. 4, 2010).
- 2) 岩井 克全, 本郷 晃史, 高久 裕之, 宮城 光信, 石山 純一, 石 芸尉, "CO<sub>2</sub>レーザー光伝送用極細金属プローブ," *レーザー学会学術講演会第30回年次大会講演予稿集*, I64aIII06, p. 237 (Feb. 4, 2010).
- 3) 岩井 克全, 高久 裕之, 宮城 光信, 石山 純一, 本郷 晃史, 石 芸尉, "AgI内装銀クラッドSU-8中空ファイバのAgI膜厚制御," *2010年電子情報通信学会総合大会講演論文集*, B-13-37, p. 532 (Mar. 19, 2010).
- 4) 岩井 克全, 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講演論文集*, 2B11, p. 69 (Aug. 27, 2010).
- 5) 岩井 克全, 元木 沙綾, 宮城 光信, 石 芸尉, "内径50  $\mu$ m銀中空ファイバの伝送特性の改善," *2010年電子情報通信学会エレクトロニクスソサイエティ大会講演論文集*, C-3-38, p. 159 (Sep. 16, 2010).
- 6) 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," *レーザー学会学術講演会第31回年次大会講演予稿集*, I410pX05, P. 241 (Jan. 10, 2011).

G. 知的財産権の出願・登録状況

1. 特許取得
  - 1) 岩井 克全, 宮城 光信, 岡上 吉秀, 村上晴彦, "中空導波路、及びレーザー治療器具," 特願2010-277099 (Dec. 13, 2010).
  2. 実用新案登録  
特になし
  3. その他  
特になし

- H. その他  
特になし

研究成果の刊行に関する一覧表

雑誌

発表者氏名	論文タイトル名	発表誌名	巻号	ページ	出版年
K. Iwai, A. Honogo, H. Takaku, M. Miyagi, J. Ishiyama, Y. W. Shi, and Y. Matsuura	Transmission properties of dielectric-coated hollow optical fibers based on silver-cladding-stainless pipe	Proc. SPIE	Vol. 7559	755904-1-755904-12	2010
H. Jelinková, M. Nemeč, P. Koranda, J. Pokorný, O. Kohler, M. Miyagi, K. Iwai, Y. Matsuura	Hollow waveguide for urology treatment	Proc. SPIE	Vol. 7559	755907-1-755907-7	2010
C. H. Yang, H. Hua, W. Tan, Y. W. Shi, K. Iwai, and M. Miyagi	FT-IR based loss-spectrum measuring system for infrared hollow waveguides	Proc. SPIE	Vol. 7559	75590R-1-75590R-8	2010
C. Yang, H. Hua, W. Tan, K. Iwai, 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	2504-2509	2010
T. Watanabe, K. Iwai, 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	337-346	2010

国内学会予稿集

発表者氏名	論文タイトル名	発表誌名	巻号	ページ	出版年
岩井 克全, 本郷 晃史, 高久 裕之, 宮城 光信, 石山 純一, 石 芸尉	各種金属管を用いたCOP内装金属中空ファイバの伝送特性	レーザー学会学術講演会第30回年次大会講演予稿集		237	2010
岩井 克全, 本郷 晃史, 高久 裕之, 宮城 光信, 石山 純一, 石 芸尉	CO <sub>2</sub> レーザー光伝送用極細金属プローブ	レーザー学会学術講演会第30回年次大会講演予稿集		237	2010

岩井 克全, 高久裕之, 宮城 光信, 石山 純一, 本郷 晃史, 石 芸尉	AgI内装銀クラッドSU S中空ファイバのAgI膜 厚制御	2010年電子情報 通信学会総合大 会講演論文集	532	2010
岩井 克全, 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 部連合大会講演 論文集	69	2010
岩井 克全, 元木沙綾, 宮城 光信, 石 芸尉	内径50 $\mu\text{m}$ 銀中空フ ァイバの伝送特性の改 善	2010年電子情報 通信学会エレクト ロニクスソサイ エティ大会講 演論文集	159	2010
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	レーザー学会学 術講演会第31回 年次大会講演予 稿集	241	2011

# Transmission properties of dielectric-coated hollow optical fibers based on silver-cladding-stainless pipe

Katsumasa Iwai<sup>1)</sup>, Akihito Hongo<sup>2)</sup>, Hiroyuki Takaku<sup>1)</sup>, Mitsunobu Miyagi<sup>1)</sup>,  
Junichi Ishiyama<sup>1)</sup>, Yi-Wei Shi<sup>3)</sup>,\*, Yuji Matsuura<sup>4)</sup>

- 1) Sendai National College of Technology,  
4-16-1 Ayashi-chuo, Aoba-ku, Sendai, 989-3128, Japan.
- 2) Hitachi Cable, Ltd.,  
880 Isagozawa-cho, Hitachi-shi, Ibaraki, 319-1418, Japan.
- 3) School of Information Science and Engineering, Fudan University,  
220 Handan road, Shanghai 200433, China  
\* Email: ywshi@fudan.edu.cn, TEL/ FAX: +86-21-5566-4945
- 4) Graduate School of Engineering, Tohoku University,  
Aramaki Aoba, Aoba-ku, Sendai 980-8579, Japan.

## Abstract

Silver-cladding-stainless pipe is used as the supporting tube for the infrared hollow fiber to obtain high durability and strong mechanical strength. For the dielectric inner-coating layer, cyclic olefin polymer (COP) and silver iodide (AgI) are used to lower the transmission loss. The COP layer is formed by using liquid-phase coating method as it is done before. For the AgI layer, liquid-filling technique is developed to reduce the waste liquid of iodine solution. Rigid hollow fiber with optimized COP or AgI inner film thicknesses for CO<sub>2</sub> laser light were fabricated and reasonable transmission losses for an output tip was demonstrated.

**KEYWORD:** hollow fiber, output tip, infrared laser.

## 1. Introduction

The CO<sub>2</sub> laser radiation at the wavelength of 10.6  $\mu\text{m}$  has found applications in industrial processing owing to its high output power. It is also one of the most commonly used lasers in medical field for laser surgery because of the high water absorption coefficient at the wavelength. Laser power

transmission system has been critically required and actively developed [1-6] because of the wide application of CO<sub>2</sub> laser. We have developed hollow fiber with polymer and silver inner-coating films based on glass capillary with high flexibility. Low-loss infrared hollow fibers with inner diameters from 320 μm to 1000 μm and length of 2 meters were successfully developed [6].

In medical application, such as dentistry and otorhinolaryngology, sterilization process must be done for the recycled output probe of infrared laser delivery system. It has been shown that the dielectric-coated silver hollow tips were damaged after several sterilization cycles [7] by using autoclave. It was observed that the coated silver layer was detached from the inner surface of the glass capillary. This is mainly caused by the rather thin silver film. In order to obtain a smooth silver surface for a better optical film, the silver film had to be rather thin [8], which is normally from 50 nm to 200 nm thick.

In this paper, we propose to use metal supporting pipes for the fabrication of the infrared hollow fiber. Cyclic olefin polymer (COP) [9] and AgI [10] were used as the dielectric coating material. COP is non-toxic, transparent material in the infrared regions, and capable of forming optical film with high quality. AgI is a traditional infrared material, which suits high power delivery for its good adhesion with silver film and heat-resistance property. These two kinds of dielectric film were used in the hollow output probe in the fabrication and transmission properties were experimentally evaluated.

## 2. Supporting pipe

We have used a glass capillary as a supporting tube for the hollow fiber because of its smooth inner surface. To increase the heat resistance and durability for sterilization process, we fabricate some hollow fibers using several kinds of metal tubes instead of the glass capillary. They are a stainless steel pipe (SUS) with a smooth polished inner surface, a gold-coated stainless steel pipe (Au/SUS), and a silver-clad stainless steel pipe (Ag/SUS) [11]. Figure 1 shows the structure of various metal pipes. The inner polished SUS pipe is commercially available.

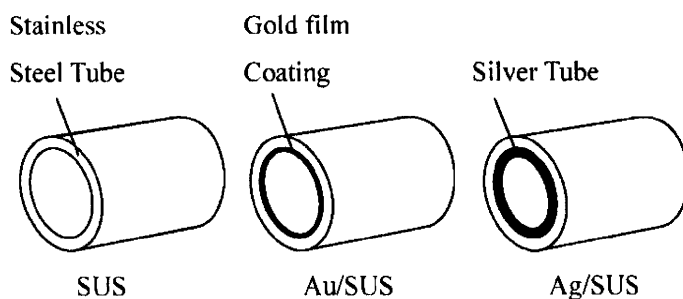


Figure 1. Structure of various metal pipes

The gold thin film of Au/SUS pipe was coated by electric plating on the inner surface of the SUS pipe. Ag/SUS pipe was integrally formed as a metal pipe made of a silver-clad layer and a stainless steel layer by extruding a cylindrical silver pipe arranged inside to a stainless steel pipe arranged outside. After forming the pressure-bonding silver and stainless steel dual-clad pipe, the inside wall of the silver-clad layer was polished to a mirror-smooth state. The silver clad layer has the wall thickness of 100  $\mu\text{m}$  and expected to be of high durability and low loss when inner-coated with optical films.

Figure 2 shows transmission loss spectra for several kinds of pipes from the visible to the mid-infrared regions. We estimated some metal pipes shown in Fig. 1 and a silver-plated silica capillary (Ag/SiO<sub>2</sub>) as well for comparison.

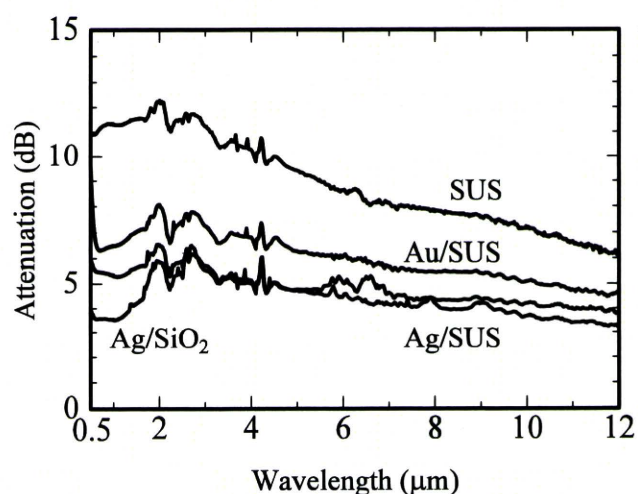


Figure 2. Loss spectra of metal pipes and Ag-plated silica capillary from visible to infrared regions.

Table 1 summarizes the transmission losses for CO<sub>2</sub> laser light through these pipes as well as their sizes. For measurement of the loss spectra in Fig 2, we used a white light source and an optical spectral analyzer up to 1.7  $\mu\text{m}$  in wavelength and a NiCr heat source and an infrared monochrometer from 1.7  $\mu\text{m}$  to 12  $\mu\text{m}$  in wavelength.

Table 1. Sizes and losses of CO<sub>2</sub> laser light through various kinds of metal pipes and Ag-plated silica capillary

Material	Size (mm)			Loss (dB)
	ID	OD	L	
SUS	0.94	1.2	285	3.7
Au/SUS	0.94	1.2	285	2.1
Ag/SUS	0.75	1.2	280	1.7
Ag/SiO <sub>2</sub>	0.75	0.9	280	1.8

ID: Inner Diameter, OD: Outer Diameter, L: Length



In Table 1, the transmission losses for CO<sub>2</sub> laser light shown were estimated by the ratio of input power launched through an incident lens to output power at the distal end. In general, transmission losses for CO<sub>2</sub> laser light are lower than loss spectra at 10.6 μm in wavelength in Fig.2, because the laser source can excite lowest order mode (HE<sub>11</sub> mode) more efficiently than the incoherent light source. Although we have not measured quantitatively the inner roughness of each pipe, we can infer that the inner roughness of Ag/SiO<sub>2</sub> is smaller than other metal pipes, because Ag/SiO<sub>2</sub> has a rather low-loss in the visible and near-infrared regions as shown in Fig.2. The glass capillary has a very smooth inner surface that guarantees smooth silver layer plating and thus causes smaller additional loss. The longer wavelength is, the less the additional loss due to inner surface roughness increases. As a result, the transmission property of the Ag/SUS is equivalent to that of the Ag/SiO<sub>2</sub> in the mid-infrared region.

We made the inner polished Ag/SUS pipe up to 1 m long, which is restricted by the polishing machine. Although it is difficult to obtain longer Ag/SUS pipe, the metal pipe has strong mechanical strength, heat resistance and capability of withstanding sharp bending. Therefore it is proper and safe for the application as an output probe attached at the distal end of laser delivery system. On the other hand, the hollow fiber using a glass capillary is suitable for long transmission of laser light because of its flexibility and inner smooth surface.

### 3. Polymer inner coating

Optical film coating on the metal surface can dramatically increase the reflectance of the surface. Therefore, it is an ordinary method to coat a dielectric film on the inner surface of the metal pipe to reduce the transmission loss. Cyclic olefin polymer (COP) and silver iodide (AgI) are two successful dielectric coating materials for infrared hollow fiber. For a target wavelength, there is an optimum film thickness [12] for each dielectric material.

Figure 3 shows the theoretical loss of the HE<sub>11</sub> mode in the dielectric coated hollow fiber as a function of dielectric film thickness. The target wavelength is 10.6 μm for CO<sub>2</sub> laser light. In the calculation, the complex refractive index for Ag at the wavelength of 10.6 μm is 13.5 - j 75.3. The refractive indices for COP and AgI are 1.53 and 1.95 [13], respectively. We note in Fig. 3 that optimum thicknesses for minimum loss are 1.36 μm and 0.98 μm for COP and AgI layer, respectively. The loss of COP/Ag hollow fiber is a little smaller than that of the AgI/Ag hollow fiber because the optimum refractive index for the dielectric layer is theoretically 1.41.

We used the COP as the dielectric coating material. The COP polymer was dissolved in cyclohexane. The solution was forced to flow through the metal pipe and a liquid-phase film was formed on the inner surface. After the curing process, the film was solidified to form a stable polymer

layer. Detailed fabrication techniques and parameters to control film thickness have been published elsewhere [14].

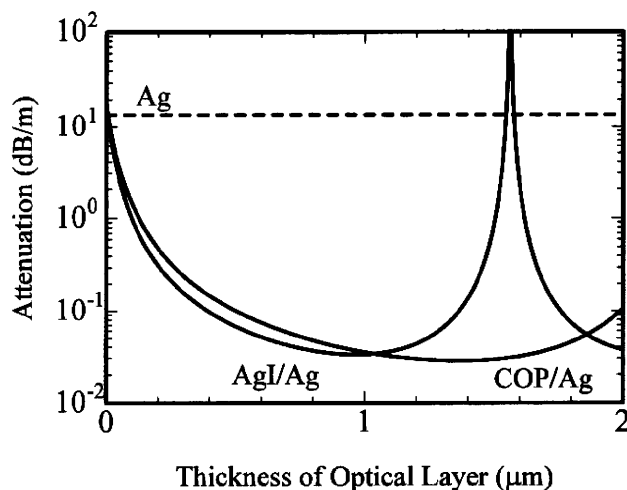


Figure 3. Theoretical losses for the  $HE_{11}$  mode in the hollow fiber of 0.75 mm inner diameter as a function of dielectric film thickness for  $CO_2$  laser light.

Fig.4 and Table 2 show loss spectra and losses for  $CO_2$  laser light of several kinds of COP-coated hollow fibers, respectively. The COP layer was coated on the inside wall of each metal pipe or silver-plated silica capillary in Table 1.

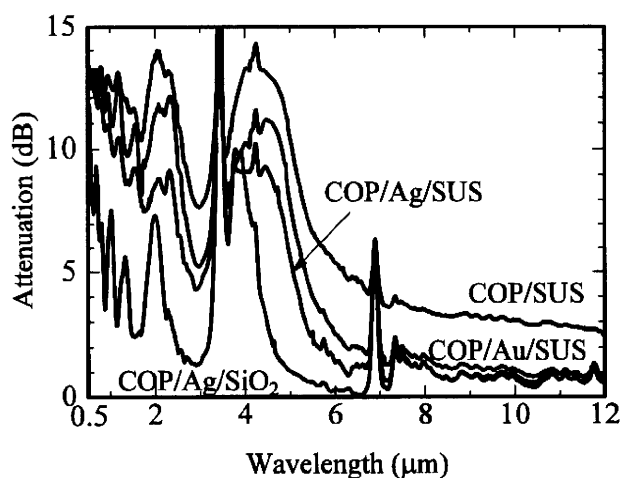


Figure 4. Loss spectra of COP-coated metal pipes and COP-coated Ag-plated silica capillary

In Fig. 4, loss peaks in the wavelength region shorter than 5  $\mu m$  came from the interference effect of light in the thin COP optical film. According to the position of the interference peaks, the film thicknesses for the COP layer can be calculated. For the four kinds of COP-coated metal pipes,

the film thickness was estimated to be range from 0.85  $\mu\text{m}$  to 0.95  $\mu\text{m}$ . Comparing with the theoretical optimum COP thickness of 1.36  $\mu\text{m}$  shown in Fig.3, the practical thickness was made somewhat thinner. We take into account that the bottom loss range is broad around the optimum thickness and the thicker film is likely to cause the rougher inner surface. Therefore, just a little thinner film than the theoretical optimum thickness is normally preferred in fabrication. As shown in Table 2, low loss under 0.2 dB for CO<sub>2</sub> laser light was obtained for COP-coated Ag hollow pipes.

Table 2. Sizes and losses of CO<sub>2</sub> laser light through various kinds of COP-coated metal pipes and COP-coated Ag-plated silica capillary

Material	Size (mm)			Loss (dB)
	ID	OD	L	
COP/SUS	0.94	1.2	285	0.6
COP/Au/SUS	0.94	1.2	285	0.22
COP/Ag/SUS	0.75	1.2	280	0.18
COP/Ag/SiO <sub>2</sub>	0.75	0.9	280	0.13

ID: Inner Diameter, OD: Outer Diameter, L: Length

#### 4. Silver iodide coating

The coating technique for the AgI layer is an iodination process that changes part of the silver layer into AgI layer. The iodine cyclohexane solution is flown through the silver coated tube and the upper surface of the silver layer is changed into silver iodide. This AgI coating technique has been working well for hollow fiber with inner diameters ranging from 0.25 to 0.7 mm [15]. However, a rather high flowing rate is necessary in the iodination process. To form the AgI layer, 20 ml iodine solution was needed. We propose a new method that significantly reduces the waste of the iodine solution.

A syringe is used to fill the iodine solution into the Ag/SUS pipe. The pipe is fully filled and the solution is kept for a period of time for AgI layer formation. Then the iodine solution is pushed out. By using the newly developed method, the volume of the iodine solution is only 0.1 ml for the short metal pipe with 0.75 mm bore diameter and 280 mm long. In the fabrication process, the iodine solution was made by dissolving the iodine pellet in cyclohexane. And then the solution was stirring for fully mixture in a supersonic device for ten minutes.

Figure 5 shows the AgI film thickness versus liquid-filling time. The concentrations of the iodine solution are also shown. The dashed line shows the theoretical optimum film thickness for Er:YAG laser that irradiates at 2.94  $\mu\text{m}$ . The fabrication parameter for Er:YAG hollow pipe could be like 60

seconds filling time for iodine solution with 0.5% concentration. The transmission loss for Er:YAG laser light through the AgI/Ag/SUS pipe with 0.25  $\mu\text{m}$  thick AgI film was 0.4 dB (92 %). Film thickness tends to be thicker when the filling time is prolonged. However, there exists a saturation time for a certain concentration as it can be observed in Fig. 5. This is because the concentration of Iodine solution decreases with the chemical reaction time and the AgI formed on the surface also restrains the chemical reaction speed.

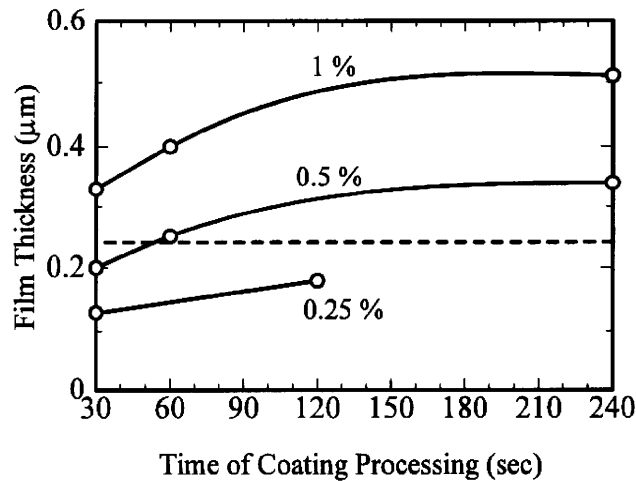


Figure 5. AgI film thicknesses versus liquid-filling time for solutions with various concentrations

To form a thicker AgI film for CO<sub>2</sub> laser light, we used 1 % concentration solution and multiple liquid-filling processes. As one process could not achieve enough film thickness, we repeat the same filling process three to five times. Figure 6 shows the AgI film thickness versus repeating times. Holding times for each filling process are also shown in this figure.

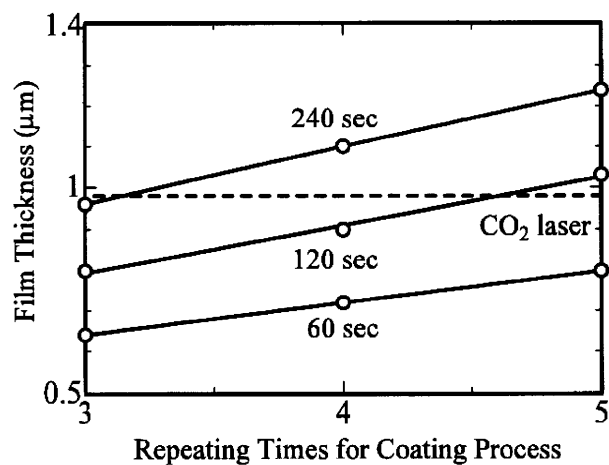


Figure 6. AgI film thicknesses versus repeating times for liquid-filling process.