

令和 4 年 6 月 5 日現在

機関番号：12601  
研究種目：基盤研究(B) (一般)  
研究期間：2019～2021  
課題番号：19H02475  
研究課題名(和文) デジタルホログラフィック顕微鏡を用いた鋼のせん断型変態組織の局所変形挙動の解明  
  
研究課題名(英文) Observation of local deformation behavior of microstructure formed through displacive transformation  
  
研究代表者  
井上 純哉 (Inoue, Junya)  
  
東京大学・生産技術研究所・教授  
  
研究者番号：70312973  
交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,400,000円

研究成果の概要(和文)：近年、金属材料の更なる高性能化を目指す上で不可欠となる極めて重要な技術として、結晶粒レベルで不均一な変形挙動の解析が注目されている。そのため、局所的な変形挙動の解明に向け、AFMやSEM/EBSD、TEMなどを用いた解析が広く用いられているものの、リアルタイム性と計測精度の両立には限界があった。そこで本研究では、デジタルホログラフィック顕微鏡でリアルタイムに大量に取得した情報を元に、高速度・高精度・高解像度に局所変形を再構築する革新的なシステムの構築を目指した。その結果、Wavelet変換を用いた手法を構築し、表面起伏の微細な起伏を再現することを可能にした。

#### 研究成果の学術的意義や社会的意義

鉄鋼材料の高機能化や高強度化の鍵として、近年マルテンサイト変態等の変位型相変態が盛んに研究されている。このような組織形成を理解し、構造材料の長期的な信頼性を向上する上では、形成相やその周辺で生じる変形挙動の解明が極めて重要である。特に、高強度化と高延性化の両立を目指す上では、形成相の形態や体積率の制御が重要であり、その最適化には異相界面や高強度相で生じるひずみの局所化挙動の理解が不可欠となっている。本研究は、このような変位型変態組織の形成過程や変形挙動を支配するメカニズムを解明する上で不可欠となる、新たな計測手法を提供するものである。

研究成果の概要(英文)：The analysis of heterogeneous deformation behavior at the grain level has been attracting attention, and considered as an important technology for achieving higher performance in metallic materials. Therefore, analysis using AFM, SEM/EBSD, TEM, etc. are widely used to elucidate local deformation behavior. There is, however, a limit to both real-time performance and measurement accuracy. Accordingly, in this study, we aimed to construct a new method to measure nano-scale changes in surface undulations caused by transformation strain and plastic deformation in real time. As a result, we developed a 3D shape reconstruction method using the Wavelet transform, and enabled the reproduction of fine surface undulations.

研究分野：データ駆動型材料科学

キーワード：デジタルホログラフィック顕微鏡 変位型変態 組織形成 局所変形挙動 Wavelet変換

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

近年、金属材料の更なる高性能化を目指す上で不可欠となる極めて重要な技術として、結晶粒レベルで不均一な変形挙動の解析が注目されている。例えば、高機能化や高強度化の鍵として近年盛んに研究されているマルテンサイト変態等の変位型相変態では、形成相やその周辺での変形挙動の解明は組織形成の理解や材料の長期的な信頼性を向上する上では不可欠となっている。また、高強度化と高延性化の両立を目指し様々な材料の開発が進められているが、その最適化には異相界面や高強度相で生じるひずみの局所化挙動の理解が不可欠となっている。そのため、局所的な変形挙動の解明に向け、AFMやSEM/EBSD、TEMなどを用いた解析が広く用いられているものの、リアルタイム性と計測精度の両立には限界がある。

### 2. 研究の目的

本研究では、変態ひずみや塑性変形により生じる表面起伏のナノスケールの変化をデジタルホログラフィック顕微鏡でリアルタイムに大量に取得することで、高速度・高精度・高解像度に局所変形を再構築する革新的なシステムの構築を目指した。

### 3. 研究の方法

高精度・高解像度化の実現には、DHMシステムのハードウェアとソフトウェアの両面からの改善が不可欠となる。ハードウェアの面では、半導体レーザーの短波長化と高輝度化に伴う光学系の抜本的な見直しが必要となる。また、ソフトウェア面では従来のフーリエ変換を用いた手法に代わる新たな手法の構築が必要になる。そこで、2019年度においては新たなハードウェアの構築、2020年度においては新たなソフトウェアの構築を行った。また、2021年度においては、構築したDHMシステムの精度検証、並びにマルテンサイト変態やベイナイト変態時に生じる微細な表面形状の変化をその場計測した。具体的な研究方法は以下の通りである：

#### ① DHMシステム・新規光学系の構築

現有のDHMシステムでは、既存の光学顕微鏡内にレーザーを導入することでホログラフィック像を得る形式であったため、寸法精度の問題があり、レーザー光源からビームスプリッターを通して分岐されたレーザーは、光ファイバーを通して光学顕微鏡の鏡筒内に導入する方式を採用していた。そのため、レーザー輝度の増加や短波長化に伴い、非線形光学の影響が増大し、明確な干渉縞を取得することが困難となる問題が生じており、DHMの高速度化・高精度化・高解像度化の実現の大きな妨げとなっていた。そこでここでは、光ファイバーを介さずにミラーだけで導波を実現する新たなDHM専用の光学系の構築を試みた。

#### ② DHMシステム・新規3次元再構築プログラムの構築

従来、ホログラフィック像から3次元を再構築するには、フレネル変換式をフーリエ変換により解く方法が広く用いられている。この場合、周波数空間においては干渉像強度を示す領域と位相情報を含む領域が現れるが、この位相情報を含む領域を抽出することで実現されている。しかし、フーリエ変換を用いた手法で位相情報を含む周波数領域を抽出するためには、一般にはバンドパスフィルターを用いる必要がある。しかし、バンドパスフィルターを用いると、位相情報に含まれる高周波成分も失われる事となる。一般に高周波成分には表面の微細な凹凸情報が含まれており、結果として再現形状の解像度が低下することとなる。そこでここでは、機械学習を用いた手法やウェーブレット変換を用いた手法を検討することで、新たな3次元再構築プログラムの構築を目指した。

#### ③ 新規開発DHMシステムの精度検証

構築したDHMシステムの精度検証のため、既存の表面起伏の測定手法であるAFMや共焦点レーザー顕微鏡との比較を行った。比較検討には原子レベルで平坦なシリコン基板と、予めマルテンサイト変態によって表面起伏が生じた低炭素鋼を用いた。また、リアルタイム性の確認のため、ベイナイト変態ならびにマルテンサイト変態のその場計測も実施した。

### 4. 研究成果

#### ① DHMシステム・新規光学系の構築

図1に新たに設計したDHMシステムの光学系を示す。光学系による減衰やひずみを極力抑制するため、ビームエキスパンダーや対物レンズ・チューブレンズを除き、全てミラーのみで構成されている。レーザー光源としては高輝度のレーザーダイオードを用い、 $1/2\lambda$ 波長板とビームスプリッターを用いて照射光と参照光の割合を自由に選択できる設計となっている。また、光学系の微調整用に、それぞれ独立した光軸調整用光学系を用意すると共に、それぞれを外部に取

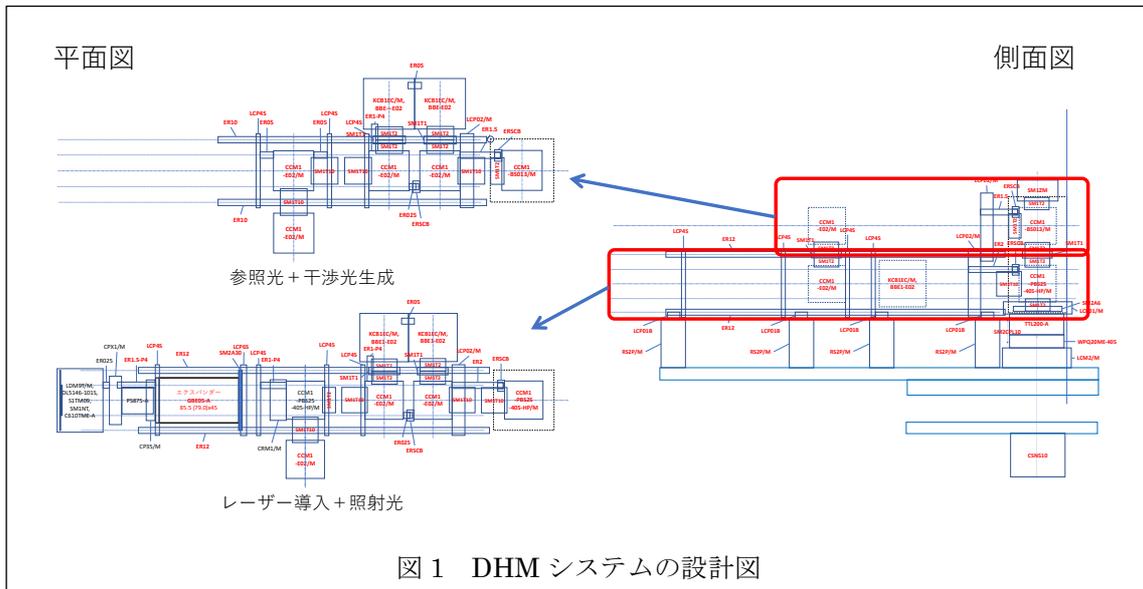


図1 DHMシステムの設計図

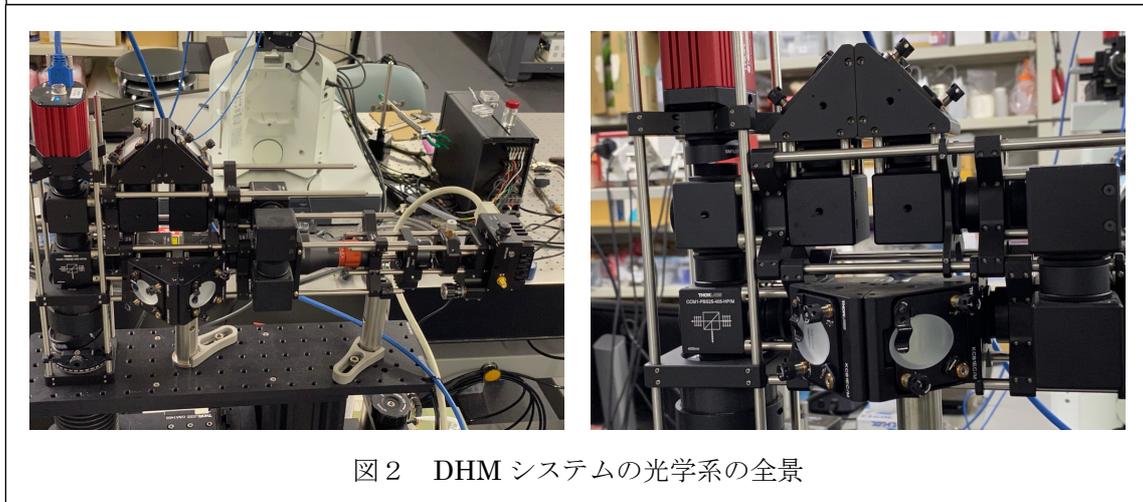


図2 DHMシステムの光学系の全景

り出せる仕様となっている。図2に構築したDHMシステムの光学系の全景を示す。用いたレーザーダイオードは波長405nm, 出力40mWであるが、ファイバーやレンズを廃したことで、最高出力で照射した場合においても明瞭な干渉縞を形成することが確認された。

## ② DHMシステム・新規3次元再構築プログラムの構築

様々な手法を検討した結果、ガボールウェーブレット変換 (Gabor Wavelet Transform) を用いた手法が、簡便に高精度に再構築データを取得できることが判明した。

DHMでは、物体光と参照光が干渉した光の強度が撮像素子を通して取得される。つまり、取得される画素の強度は以下の式で与えられる：

$$I(x, y) = |U_r(x, y) + U_o(x, y)|^2 = A_r^2 + A_o^2 + A_r A_o \exp[i\Delta\phi_o(x, y)] + A_r A_o \exp[-i\Delta\phi_o(x, y)] \quad (1)$$

ここで、 $x, y$ は受光素子上の座標、 $I(x, y)$ ,  $U_r(x, y)$ ,  $U_o(x, y)$ はそれぞれ干渉光、参照光、物体光の強度である。また、 $A_r, A_o$ は参照光と物体光の振幅、 $\Delta\phi_o(x, y)$ は相対位相値であり、以下の式で与えられる：

$$\Delta\phi_o(x, y) = \phi_o(x, y) - \phi_r(x, y) \quad (2)$$

ここで、 $\phi_o(x, y)$ ,  $\phi_r(x, y)$ はそれぞれ物体光と参照光の絶対位相である。FFTを用いた従来手法では、周波数空間上で物体光のみが存在する領域を抽出することで、位相情報を抽出している。つまり、マスキング関数を $M(f_x, f_y)$ とすると、位相情報を含んだホログラム $H(f_x, f_y)$ は、

$$H(f_x, f_y) = FT^{-1}[FT[I(x, y)]M(f_x, f_y)] \quad (3)$$

となる。ここで、 $FT, FT^{-1}$ はそれぞれフーリエ変換と逆フーリエ変換演算子である。一方で、GWTを用いた手法では、次式で与えられるガボールウェーブレット母関数を用いた変換を用いる：

$$\Psi(x, y) = 1/\sqrt[4]{\pi} \sqrt{R} \exp[-(R^2(x^2 + y^2))/2 + 2\pi i(x + y)] \quad (4)$$

ここで、 $R = \sqrt{2 \ln 2}$ である。母関数から平行移動、回転や伸縮の属性を加えると、ガボールウェーブレット子関数集は以下の様になる：

$$\Psi_{s, \theta}(x, y, a, b) = 1/s^2 \Psi((x - a)/s, (y - b)/s, \theta) \quad (5)$$

$$= 1/s^2 \cdot \sqrt{R}/\sqrt[4]{\pi} \exp\{-(R^2 [(x-a)^2 + (y-b)^2 ])/(2s^2) + 2\pi i((x-a)\cos\theta + (y-b)\sin\theta)/s\}$$

ここで、 $s$  ( $s > 0$ )は伸縮係数、 $\theta$ は回転係数、 $(a, b)$ は干渉縞の測定位置( $x, y$ )に対するシフト係数である。これらの係数を特定するとガボールウェブレット子関数 (以下ウェブレット関数) が特定され、二次元上にウェブレット関数の形状が決まる。その結果、干渉縞と畳み込み計算を行うことで、ウェブレット係数 $W(s, \theta, a, b)$ が得られる：

$$W(s, \theta, a, b) = \iint I(x, y) \Psi_{s, \theta}(x, y, a, b) dx dy \quad (6)$$

干渉縞 $I(x, y)$ は0次項 $W_1$ 、物体光 $W_2$ 、共役像 $W_3$ の三項に分けることが可能であり、それぞれ以下の式で与えられる：

$$W_1 Q = (A_r^2 + A_0^2) \exp\left\{-\frac{z''}{R^2}\right\} \quad (7)$$

$$W_2 = Q A_r A_0 \exp[i\Delta\phi_0(x, y)] \exp\left\{-\frac{z''}{R^2} \left[\left(\frac{s}{T} - 1\right) + 2\frac{s}{T} (1 - \cos(\alpha - \theta))\right]\right\} \quad (8)$$

$$W_3 = Q A_r A_0 \exp[-i\Delta\phi_0(x, y)] \exp\left\{-\frac{z''}{R^2} \left[\left(\frac{s}{T} + 1\right) - 2\frac{s}{T} (1 - \cos(\alpha - \theta))\right]\right\} \quad (9)$$

ここで、 $Q = 2 \cdot \sqrt[4]{\pi^3/R^3}$ であり、 $T$ は干渉縞の間隔、 $\alpha$ は干渉縞と干渉平面の $x$ 軸と成す角度である。式(8)から分かるように、 $s = T$ と $\alpha = \theta$ を満たすとき、物体光成分 $W_2$ が最大値となり、 $(a, b) = (x, y)$ において式(6)は以下のように変形できる：

$$W_{T, \alpha}(x, y) = Q(A_r^2 + A_0^2) \exp\left(-\frac{z''}{R^2}\right) + Q A_r A_0 \exp[i\Delta\phi_0(x, y)] + Q A_r A_0 \exp[-i\Delta\phi_0(x, y)] \exp\left(-\frac{z''}{R^2}\right) \quad (10)$$

ここで、 $\exp\left(-\frac{2\pi^2}{R^2}\right)$ 、 $\exp\left(-\frac{8\pi^2}{R^2}\right)$ は0に近い値となるため、次の近似式が得られる：

$$W_{T, \alpha}(x, y) \approx Q A_r A_0 \exp[i\Delta\phi_0(x, y)] \quad (11)$$

以上より得られる位相情報 (以下を相対位相値と呼ぶ) は、物体光の位相情報 (以下を絶対位相値と呼ぶ) だけではなく、実際には光学システム由来の位相誤差も含まれている。そのため、従来は参照光成分 $\varphi_r(x, y)$ を適当に設定することで、位相シフト法<sup>10)</sup>などにより相対位相値から物体光を再生することが一般となっている。しかし、再現計算の精度を上げるためには、実際の参照光に含まれる位相誤差を考慮し、絶対位相値を算出する方法が不可欠である。ここでは、参照光の位相成分の除去手法と、それに基づく GWT の実装を述べる。式(11)に式(2)を代入すると：

$$\varphi_o(x, y) = \varphi_N(x, y) + \varphi_r(x, y) - i \cdot \arctan[W_{T, \alpha}(x, y)] \quad (12)$$

$\varphi_N(x, y)$ は光学システム由来の位相誤差である。式(12)に示す通り、物体光の絶対位相値は参照光の位相値 $\varphi_r(x, y)$ とウェブレット変換結果 $W_{T, \alpha}(x, y)$ だけが関係する。ここで、試料表面が原子レベルで平坦なリファレンス試料を考えた場合、物体光の絶対位相値は $\varphi_o(x, y) = k$ となり、次式を得る：

$$k = \varphi_N(x, y) + \varphi_r(x, y) - i \cdot \arctan[V(x, y)] \quad (13)$$

ここで $V(x, y)$ はリファレンス試料の干渉縞における GWT の計算結果である。つまり、式(12)と式(13)から、観察したい試料の物体光の絶対位相値 $\varphi_o(x, y)$ は以下の式で与えられることが分かる：

$$\varphi_o(x, y) = i \cdot \arctan[V(x, y)] - \arctan[W(x, y)] - k \quad (14)$$

リファレンス試料の位相値は定数であるため、実際の計算では無視している ( $k = 0$ )。以上より、絶対位相値の取得は、単に同一条件で撮影したリファレンス試料の GWT 計算結果を差し引くだけで良いことが分かる。

### ③ 新規開発 DHM システムの精度検証

構築した三次元再構成システムによる再現精度の検証は、旧 DHM システムで取得したデータに対し、FFT による従来手法と GWT を用いた新規手法を適用した結果、並びに AFM と共焦点レーザー顕微鏡を用いて同軸で測定した結果を比較することで行った。AFM と共焦点レーザー顕微鏡としては Olympus OLS4500 を用いた。図からも分かるように、従来手法と比較しても十分な精度の改善が図られていることが分かる。これは、新規手法においては、光学系のひずみや光路内の

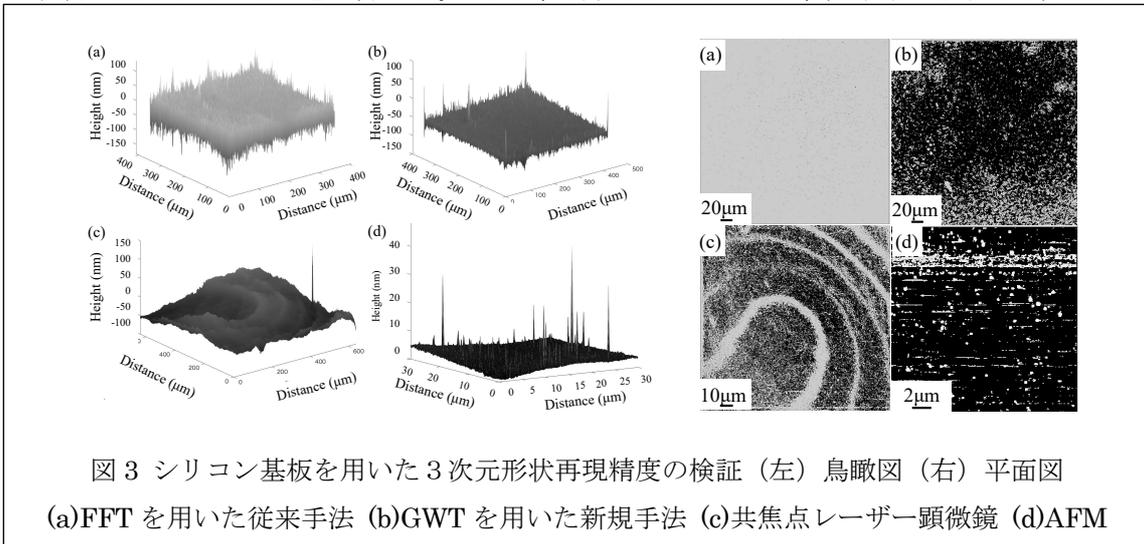


図3 シリコン基板を用いた3次元形状再現精度の検証 (左)鳥瞰図 (右)平面図  
(a)FFTを用いた従来手法 (b)GWTを用いた新規手法 (c)共焦点レーザー顕微鏡 (d)AFM

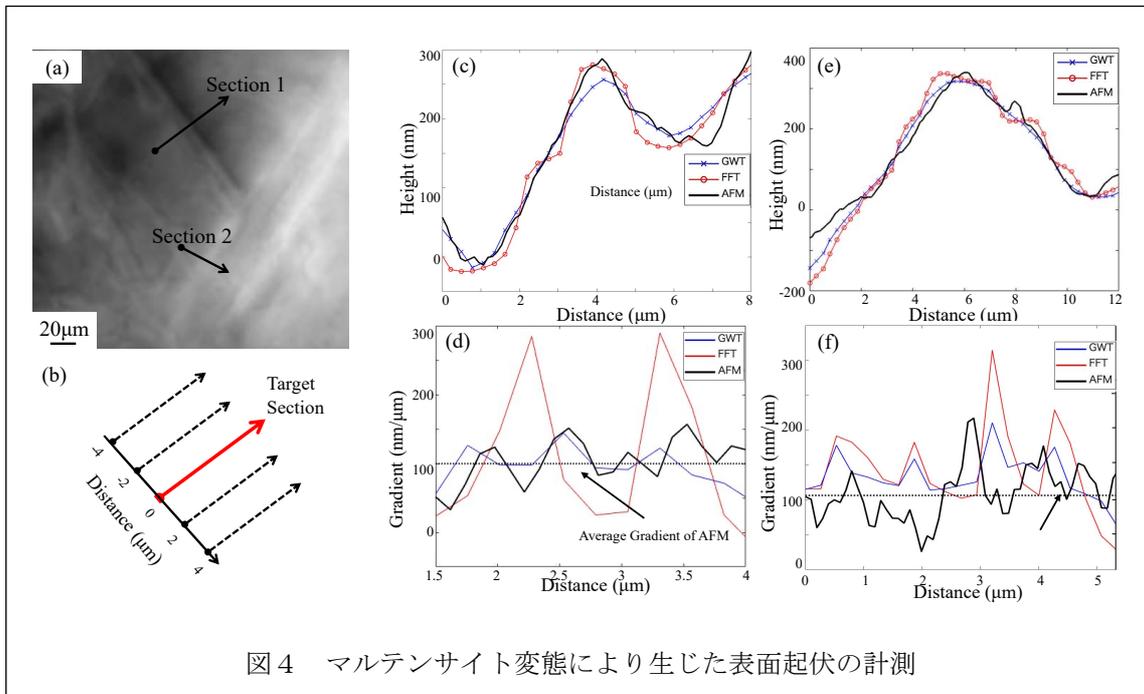


図4 マルテンサイト変態により生じた表面起伏の計測

チリに起因するノイズをリファレンスデータにより消去できることによる。また、共焦点レーザー顕微鏡との比較においても、新規手法におけるノイズ・平坦性は優れており、微小な変化が重要となる計測においては非常に有効な手段となりうることを示している。流石に AFM と同等の計測精度は難しいものの、AFM で問題となるトレース間に生じるズレは発生せず、また計測のリアルタイム性は、AFM とは比較にならない。

図4にマルテンサイト変態によって生じた表面起伏の断面形状を抽出した結果を示す。GWT を用いた手法は AFM で取得した結果とほぼ同等の形状を抽出できていることが分かる。また、FFT を用いた手法では、表面の勾配が大きく変化する領域で、形状が大きく逸脱する傾向があることが分かる。これは、高周波成分が除去された影響と考えられる。

図5は既存の DHM システムでベイナイト変態の過程をその場取得したデータに対し、GWT を用いた手法を適用した結果である。ベイナイトブロックが形成することで生じる表面起伏は 100nm に満たない微小な寄付機であるが、その形成過程が明瞭に捉えられていることが分かる。ベイナイトブロックの形成に伴い生じる表面起伏がマルテンサイトの現象論的解釈 (PTMC) を用いた推定と良く一致するだけでなく、ベイナイトブロックの形成に伴い、ベイナイトブロック周辺の未変態オーステナイトにも大きな塑性変形が生じていることが示されている。

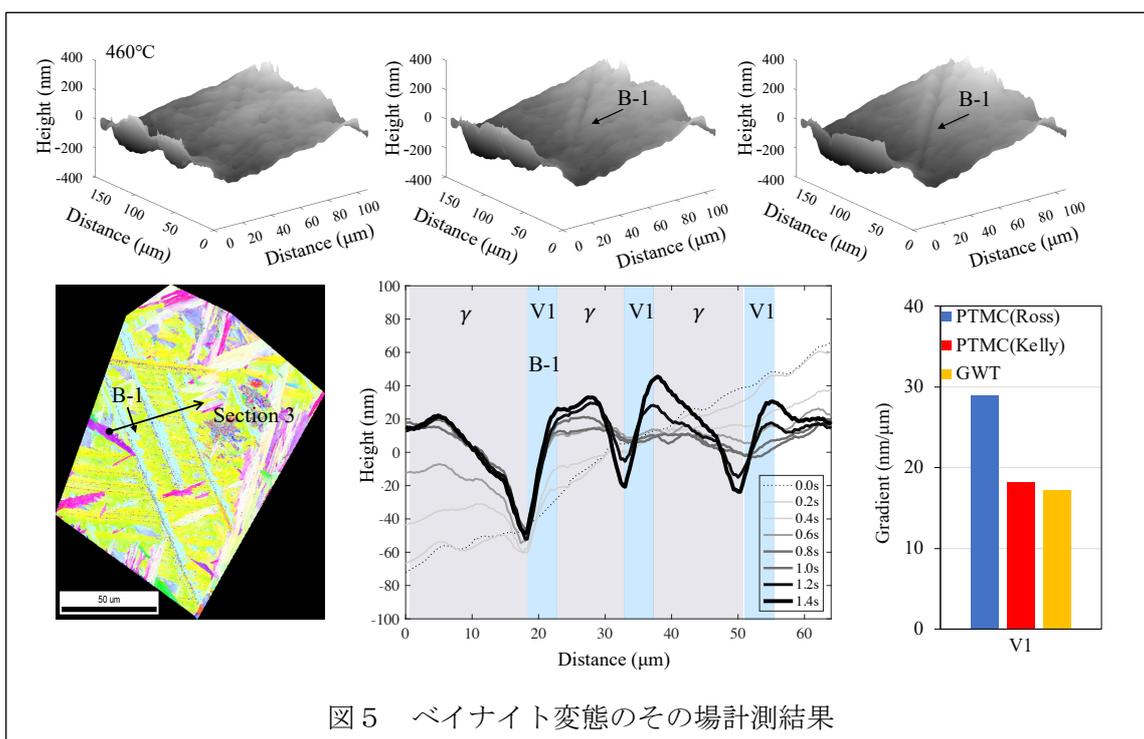


図5 ベイナイト変態のその場計測結果

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 J. Inoue, S. Komine, R. Misaki, and K. Sekido	4. 巻 61
2. 論文標題 Development of Digital Holographic Microscope for In-Situ Surface Relief Measurement of Low-Carbon Steel	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 42-48
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.MT-MJ2019005	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Lin Chengrong, Sekido Kenji, Kim Ho-Heok, Inoue Junya	4. 巻 108
2. 論文標題 In-situ Measurement of Bainitic Transformation Process using Digital Holographic Microscope	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Tetsu-to-Hagane	6. 最初と最後の頁 360 ~ 369
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2021-128	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Niino Taku, Inoue Junya, Ojima Mayumi, Nambu Shoichi, Koseki Toshihiko	4. 巻 106
2. 論文標題 Effects of Solute Carbon on the Work Hardening Behavior of Lath Martensite in Low-Carbon Steel	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Tetsu-to-Hagane	6. 最初と最後の頁 488 ~ 496
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2019-109	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 1件／うち国際学会 1件）

1. 発表者名 井上純哉
2. 発表標題 In-situ measurement of surface relief effect of displacive transformation in low-carbon steels
3. 学会等名 Thermec 2021（招待講演）（国際学会）
4. 発表年 2020年 ~ 2021年

1. 発表者名 井上純哉, 小峯周平
2. 発表標題 DHMを用いた低炭素マルテンサイト変態のその場観察
3. 学会等名 日本金属学会2019年秋季講演大会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------