# 第2章 実験装置および実験方法

#### 2.1 はじめに

第1章で述べたように、Fe-Cu-Nb-Si-B系アモルファス薄帯に張力下で熱処理を施し、ナノ構造 を構築しつつクリープ誘導磁気異方性を付与することで作製する低透磁率軟磁性薄帯には、次世 代の低透磁率磁気コア用材料として高いポテンシャルが期待される.本研究では、Fe-Cu-Nb-Si-B 系アモルファス薄帯を日立金属(株)から御提供いただいた上で、"ナノ構造の構築"、"異方性付 与からコア成形"、"磁気特性評価"までを一貫して行った.本章では、実験で用いた試料につい て説明した後、実験全般で共通する実験装置および実験方法について記述する.

#### 2.2 試料の組成および形状

本研究では日立金属社製のFe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub>およびFe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub>アモルファス薄帯を用 いて実験を進めた.このアモルファス薄帯は、液体急冷法の一種である単ロール法[1]にて、熔湯 を約 10<sup>6</sup> °C/sec 程度の冷却速度で急速に凝固させることで作製されたものである[2]. Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub>アモルファス薄帯は Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub>アモルファス薄帯に比べて、結晶化後 の磁気歪みが小さく、薄帯状試料をトロイダル成形する際、磁気弾性効果による磁気特性の劣化 を抑制することができる (5.2 節).また、Si 量の増加に伴い、張力あたりの誘導磁気異方性エネ ルギーが増加する傾向があるため[3,4]、小さな張力で大きな異方性を誘導することができ、試料 や熱処理装置への重量負荷を軽減できる.このため、本研究では主に Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub>アモルフ ァス薄帯を用いて実験を行った.5章の実験結果の中に一部 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub>アモルファス薄帯 を用いて行った実験があるが、その際は表記する.

薄帯の幅と厚さは 5 mm×20 µm および 2 mm×20 µm とした (Fig.2-1). 市販品は 5 mm 幅であ るが,熱処理時に吊り下げるおもりによる装置への重量負荷軽減およびコアの小型化の観点から 2 mm 幅の試料も用いた. 試料は入手した時点ではアモルファス (3.2.2 節)であり,熱処理によ り微細結晶 bcc Fe-Si を析出させた.参考として,アモルファス  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_7$  および  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ 薄帯の X線光電子分光分析(ESCA: Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) による各元素の含有率の定性分析結果および 200 MPa の張力下で熱処理を施し微細結晶を構築し た試料の透過型電子顕微鏡 (TEM: Transmission Electron Microscope)像[5]を Fig.2-2, Fig.2-3 にそれ ぞれに示す. Fig.2-2 より,試料内部での各元素比は一定となっており,均質な薄帯であることが 了解される.また Fig.2-3 より,熱処理後の薄帯には 20 nm 以下の微細結晶 (ナノ結晶)が構築さ れており,電子線回折像がリング状のパターンを示したことから,結晶配向が無い多結晶体であ ることが了解される.

22



Fig.2-1 Dimension of ribbons used in this study.



Fig.2-2 Qualitative analysis results of content of elements in amorphous (a)  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_7$  ribbon and (b)  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  one. The analysis was carried out using ESCA with etching the samples from the free surfaces.



Fig.2-3 TEM micrograph of a ribbon crystallized under tensile stress of 200 MPa [5].

# 2.3 長尺ナノ結晶薄帯のトロイダルコア成形

本研究では 50~70 cm 程度の長尺のアモルファス薄帯を張力下で熱処理し、ナノ構造を構築し つつ異方性を付与した後、Fig.2-4 に示す形状のセラミック製コアボビンにトロイダル状に巻き、 磁気コアを作製した.コア内径 D は 3~32 mm まで変化させた. Fig.2-4 に D=10 mm のボビンを 用いて作製したトロイダルコアの写真を示す.結晶化した試料はアモルファス状態の時よりも脆 弱となるため、D が過度に小さい場合、コア成形時の曲げ応力により薄帯が機械的に破断した. 本実験で用いた幅 5 mm の試料では、コア成形限界径が 6 mm であった.なお、幅 2 mm の試料で は、D=3 mm のボビンへの成形においても破断することはなかった.

空隙補償用コア(2.4節)は、室温での磁気特性の測定時にはベーク材にて、高温下での磁気特 性測定時にはセラミックにてそれぞれ作製した.



 $50{\sim}70$  cm

Fig.2-4 A magnetic core made of a ribbon with low permeability.

#### 2.4 直流磁気特性の測定

薄帯状試料およびトロイダル成形した磁気コアのヒステリシスループを測定し、ディジタルデ ータ処理により飽和磁化 *I*<sub>s</sub>, 異方性エネルギー*K*<sub>u</sub>, 異方性磁界 *H*<sub>A</sub>, 比透磁率µ<sub>r</sub>, 保磁力 *H*<sub>c</sub>を求め た. ヒステリシスループの測定には理研電子社製直流磁化特性自動記録装置 Model BHS-40 (以後 B-H ループトレーサと呼ぶ)を使用した. B-H ループトレーサの出力はアナログ値であるため, AD 変換ボード PCI-3179 (Interface 社)を用い、分解能 16 bit, サンプリング周波数 50 Hz にて AD 変換を行い、パーソナルコンピュータに取り込んだ後、ディジタルデータ処理を行った. Fig.2-5 に薄帯状試料の、Fig.2-7 にコア状試料の直流ヒステリシスループ測定装置図をそれぞれ示す.

#### (a) 薄帯状試料の直流磁気特性の測定

磁化検出コイル(Bコイル)内に薄帯状試料を挿入し、それを励磁コイル(Hコイル)に挿入 した.その後、励磁コイルに周波数 0.05 Hz の準直流三角波電流を流すことにより、検出コイル付 近の最大磁界強度 H<sub>m</sub>が 5000 A/m 程度となるような準直流三角波磁界を発生させた.この時、検 出コイルには試料内部の磁束の時間変化に伴った電圧が誘起される.これを B-H ループトレーサ (積分器)に取り込み、換算定数を乗じることで磁束密度 B を得た.なお、検出コイルと同形の 補償コイルを検出コイルの背面に設置することで空隙補償を行った.

ここで、励磁コイル内の磁場分布について記述する. Fig.2-6 (a)は本実験で用いた励磁コイルの 実際の寸法であり、(b)は(a)をモデル化し、有限要素法による静磁場解析により得られた励磁コイ ル内の磁界強度コンター図である. *H<sub>m</sub>* = 5000 A/m を想定し、各要素で得られた解析解(磁界強度) を *H<sub>m</sub>*で規格化し、色の濃淡で磁場分布を示した. 励磁コイルの端部では磁場強度に分布が生じて いるが、検出コイル付近での磁界強度は *H<sub>m</sub>*で一様な磁場分布となった. 本解析結果から、試料は ほぼ一様に励磁されると考えられる.

26



Fig.2-5 Equipment for dc-hysteresis loop measurement of a ribbon.



Fig.2-6 Shape of an exciting coil and analysis result of static magnetic field in the coil.

#### (b) コア状試料の直流磁気特性の測定

コア状試料に1次巻線,2次巻線を施し,B-Hループトレーサに接続した(Fig.2-7).その後, 薄帯試料と同様の手順にてヒステリシスループを測定した.作製したトロイダルコアには内部に 空隙部が存在するため,被測定コアと同形の空隙補償用コアを用い,空隙補償を行った(Fig.2-8).



Fig.2-7 Equipment for dc-hysteresis loop measurement of a magnetic core.



Fig.2-8 Compensation of air space using a dummy core.

# 2.5 異方性エネルギー,異方性磁界および直流透磁率の算出

本研究で用いた Fe-Cu-Nb-Si-B 系薄帯における熱処理後のヒステリシスループ(薄帯の長手方向を測定)は、熱処理時の張力の有無により Fig.2-9 のように変化した. Fig.2-9 に示されるように、 張力下での熱処理後には、薄帯を飽和まで磁化するのに高磁界が必要となった. これは、張力下 での熱処理により、薄帯の長手方向が磁化困難軸となったためである. このことから、張力の有 無により生じた磁気エネルギーの差(Fig.2-9 の塗りつぶし部分)をクリープ誘導磁気異方性エネ ルギーK<sub>uc</sub>と定義した.



Fig.2-9 Determination of anisotropy energy.

すなわち, 張力熱処理後のKucは,

$$K_{uc} = \int_0^{I_s} \boldsymbol{H} \cdot d\boldsymbol{I}$$
 (2-1)

で与えられる.ここで、 $I_s$ は飽和磁化である.本実験では、測定したヒステリシスループの第1 象限部分を数値積分することにより  $K_{uc}$ を算出した.誘導された磁気異方性は一軸性であると仮 定し、異方性磁界  $H_A$ を(2-2)式[6]より、直流透磁率 $\mu$ を(2-3)式より算出した.

$$H_A = \frac{2K_{uc}}{I_s}.$$
(2-2)

$$\mu_r = \frac{B_s}{\mu_0 H_A} \approx \frac{I_s}{\mu_0 H_A} = \frac{I_s^2}{2\mu_0 K_{uc}}.$$
(2-3)

なお, (2-3)式では軟磁性材料では,  $I_s \approx B_s$  であることを用いた.

 $I_s$ は試料により決まる物理定数であり一定値となるため、(2-3)式から透磁率の減少と異方性 ( $H_A$ ,  $K_{uc}$ )の増加は等価関係となる.本論文では主として異方性エネルギーの増加で透磁率の減少の程度を評価した.

## 2.6 交流磁気特性の測定

一般に磁性体は印加磁界の周波数の増加に伴い透磁率が減少する.これは,Hの時間変化にB が追従できなくなるためである.フェライト材料では磁気共鳴[7]が高周波特性を左右し、スヌー クの限界[8]と呼ばれる制限が存在する.ノイズフィルタ用磁気コアとして使用する場合、ノイズ やスイッチング過渡期に生じる高調波サージには様々な周波数成分が含まれているため、1.3節で 述べたように磁気コアが有効に働くためには、高周波成分に対しても透磁率がある程度の値を持 つ必要がある.加えて、発熱による他の素子への悪影響等を抑制する観点から、コア自身の磁気 損失が小さいことが要求される.ゆえに、透磁率および磁気損失の周波数特性の評価は、コアの 性能指標として欠かすことができない.本研究では薄帯をトロイダル成形し、作製したコアに対 して交流磁気特性を評価した.

#### 2.6.1 コア状試料の交流磁気特性の測定

コア状試料の交流磁気特性の測定では、岩通社製 B-H アナライザ (SY-8232) およびコア状試 料測定用ポッド (Dc-10 MHz: SY-928) を使用した. Fig.2-10 に測定装置構成図を示す. 直流ヒス テリシスループ測定時と同様に被測定コアに1 次巻線と2 次巻線を施し、それぞれの巻線を B-H アナライザに接続した. 空隙補償は直流ヒステリシスループ測定時 (2.4 節) と同様に空隙補償用 のコアを用いて行った. B-H アナライザとパーソナルコンピュータを GP-IB 接続し、交流透磁率, 交流磁気損失および交流ヒステリシスループの測定データを取得した. 測定は最大磁束密度  $B_m$  と 励磁磁界周波数 f を指定し、励磁電圧正弦波制御にて行った. 同条件で 6 回の測定を行い、得ら れた透磁率と損失値は最大と最小のものを除いた 4 つのデータの平均値を測定値とした. 透磁率  $\mu_r$ は交流ヒステリシスループの最大磁束密度  $B_m$  と最大印加磁界  $H_m$ を用いて、

$$\mu_r = \frac{B_m}{\mu_0 \cdot H_m} \tag{2-4}$$

と定義した.

#### Personal computer



Fig.2-10 Measurement equipment of ac-magnetic properties for a magnetic core.

#### 2.6.2 直流重畳特性の測定

低透磁率軟磁性材料をチョークコイル等に応用する場合には、より高い重畳磁界まで安定した 磁気特性が得られるものが所望される.この特性を評価するために作製したコアの直流重畳特性 を測定した.本実験では、透磁率と磁気損失について直流重畳特性の評価を行った.Fig.2-11 に直 流重畳特性測定装置の構成を示す.交流磁気特性測定時と同様、空隙補償用コアを接続した被測 定コアに、1 次巻線、2 次巻線に加えて、直流重畳磁界発生用の巻線を施し、所望する重畳磁界と なるように、可変定電流源(高砂製作所製 EX-750L2)を GP-IB 接続したパーソナルコンピュータ にて制御した.重畳磁界発生用巻線の発熱がコアの磁気特性へ与える影響を考慮し、重畳磁界発 生用回路へ通電する直流電流は、測定中のみの通電とした.なお、直流重畳回路に挿入されたイ ンダクタは、コア内部に生じる磁束変化によって重畳磁界発生用回路に流れる交流電流を抑制す るためのものである.



Fig.2-11 Measurement circuit for dc-bias characteristics of a magnetic core.

## 2.7 高温磁気特性の測定

本実験で用いた Fe-Cu-Nb-Si-B 系試料のキュリー温度は 600 °C 程度と一般的なフェライト材料 と比較し 2~3 倍高く (°C 換算),本試料を用いて作製したコアは高い温度まで動作可能であると 考えられる.また,クリープ誘導磁気異方性は動作温度によりその大きさが変化すると考えられ るため,高温時では室温時と比較して透磁率が変化することが予測される.そこで,作製したコ アの高温特性を評価した.

Fig.2-12 に高温磁気特性測定回路構成図を示す. 熱電対および温度コントローラを接続したオー ブンに被測定コアを入れ,温度コントローラを用いてオーブン内の温度を制御した.オーブン内 の温度が一定となったところで,直流磁気特性として 2.4 節で述べた手法で異方性エネルギーお よび飽和磁化を,交流磁気特性として 2.6 節で述べた手法で透磁率および磁気損失をそれぞれ評 価した.直流磁気特性の評価の際は B-H ループトレーサに,交流磁気特性の評価の際は B-H アナ ライザに,1次および2次巻線をそれぞれ接続した.



Fig.2-12 Schematic representation of equipment for evaluation of magnetic properties of a core under a high temperature.

## 2.8 熱磁気特性の測定

アモルファス試料の結晶化温度の評価,熱処理後の試料に残存するアモルファス相の度合い評価およびキュリー温度の評価に熱磁気特性を用いた.熱磁気特性の測定には玉川製作所製の振動試料型磁力計(VSM: Vibrating Sample Magnetometer)を使用した. Fig.2-13 に熱磁気特性測定時のVSMの構成図を示す.本実験では、3.3.2節で各磁性相の量を議論するために印加磁界を 20 kOe(1.6 MA/m)とした以外は、高印加磁界による常磁性成分の発生を抑制するため、印加磁界は 0.1 kOe(8 kA/m)とした.温度の制御は PI 制御温度コントローラで行い、室温から昇温速度 6~7 ℃/min程度で 820 ℃ まで上昇させた.測定中は温度上昇による試料の酸化を防ぐため、拡散ポンプを用い石英管内を 10<sup>-5</sup> Torr (10<sup>-3</sup> Pa)台の真空に保った.

# 2.9 走査型電子顕微鏡 (SEM) による磁区観察

磁性体の振る舞いを知る上で磁区構造の観察は重要である.本研究では、1.6節で述べたように クリープ誘導磁気異方性を用い、試料内に一軸異方性を形成することで低透磁率を達成する.そ の一軸異方異性の形成を確認するために、走査型電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope) を用いて磁区観察を行った.測定原理について Fig.2-14 のモデルを用いて説明する.試料表面に 電子線を入射すると、一部は試料の内部に入り、一部は反射する.その際、電子線は試料の磁化 の方向に応じたローレンツ力を受け、反射の方向が変わる.磁化の向きにより検出器に入る電子 線量が変化するため、ある方向の磁区が明るく検出される.結果として明暗のコントラストとし て磁区構造が観察できる.



Fig.2-13 Block diagram of VSM for measurement of thermomagnetic properties.



Fig.2-14 Observation of magnetic domain pattern by SEM.

#### **2.10** 電気抵抗率の測定

第3章にて異方性の誘導過程と結晶化過程の関係を検討する際,試料の結晶化度合いを評価する手段として,電気抵抗率の変化を用いた.一般にアモルファス状態は結晶状態よりも電気抵抗率が高くなる.これは,アモルファス状態では原子が無秩序に配列することにより,伝導電子の 平均自由行程が規則的に配列した結晶状態よりも短くなるためである.本研究では,アモルファ ス状態に対して結晶状態の電気抵抗率が下がることを利用し,試料の結晶化度合いを評価した.

本研究で用いた試料は金属系材料であり、電気抵抗率が低いことから、リード線の抵抗や接触 抵抗の影響をできる限り抑制するために4端子法を用い試料の電気抵抗率を測定した.測定回路 図を Fig.2-15 に示す.直流可変電源と電流計を用いて回路を流れる電流値を制御し、まず試料の I-V 特性を得た.次に、I-V 特性の傾きを最小2乗近似法により算出し、電圧プローブ間抵抗 R を 算出した.その後、試料の幅w、その厚さd、プローブ間距離 L を用いて、

$$\rho = \frac{R \cdot w \cdot d}{L} \tag{2-5}$$

より、電気抵抗率pを算出した.この際、電流プローブ間距離を 10 cm 程度と比較的大きく設定 し、電圧プローブ間で試料に均一に電流が分布するようにした.また、過度の電流を通ずると試 料の状態が変化することが予測される(4.2.2節)ことから、電流密度として1A/mm<sup>2</sup>以下となる ような低い電流領域で測定を行った.



Fig.2–15 Measurement circuit of resistivity by the 4–probes method.

# 2.11 長手方向の延び率の測定

クリープ磁気異方性を誘導する過程では、薄帯試料の長手方向に張力を印加しながら熱処理を 施すため、試料に塑性変形が生じる.本研究では、試料長手方向の塑性変形量をスキャナを用い 評価した.まず、熱処理前の試料に市販の修正テープで印をつけ(Fig.2-16)、スキャナで解像度 600 dpi 以上で試料と定規を取り込み、熱処理後に再び試料と定規をスキャナで取り込み、延び率 ΔL/L を計算した.



Fig.2-16 Measurement of elongation of a ribbon with a scanner.

#### 2.12 飽和磁気歪み定数の測定

本実験で用いた試料では、アモルファス状態から結晶化の進行に伴って磁気歪み定数が変化する[9]. 熱処理後の試料をコアボビンにトロイダル成形する際,試料外側の引っ張り応力および内側の圧縮応力が磁気歪みを介して新たに磁気異方性を誘起し、磁気特性を劣化させる場合がある (5.2 節). その応力誘導磁気異方性の大きさは磁気歪みの絶対値に比例するため,試料の磁気歪み値を知る必要がある.本研究では、正の飽和磁気歪み定数え、を有する試料に、引っ張り応力を加えるとその方向を磁化容易軸とする一軸異方性が誘起されることを利用してえ、を決定した.

あらかじめ試料の長手方向と垂直方向に異方性を付与し,透磁率を低減させた試料を磁化検出 コイルに入れた後,試料の両端を金属板ではさんで一方を固定し,他方は滑車を介してのおもり により,試料の長手方向に引っ張り応力σ。を加えた(Fig.2-17).この応力σ。によって試料には磁 気弾性効果による磁気異方性が新たに誘導され,直流ヒステリシスループの形状に変化が現われ る.熱処理後の試料はλ<sub>s</sub>>0であるため,Fig.2-18のように印加応力の増加に伴い透磁率が上昇し, 付与した異方性エネルギーが減少する.この減少分が応力誘導磁気異方性エネルギーに相当する.



Fig.2-17 Measurement of dc-hysteresis loop under tensile stress for evaluation of saturation magnetostriction constant,  $\lambda_s$ .

すなわち,応力のを試料に印加することによるエネルギーの減少分AEは,

$$\Delta E = K_{uc(\sigma_s=0)} - K_{uc(\sigma_s)}$$
(2-6)

となる.また、応力誘導磁気異方性のエネルギーEはσsとんを用いて、

$$E = \frac{3}{2}\lambda_s \times \sigma_s \tag{2-7}$$

と表せる[10]. (2-7)式より、両辺をosで微分し、Asについて整理すると、

$$\lambda_s = \frac{2}{3} \times \frac{\partial E}{\partial \sigma_s} \tag{2-8}$$

となる.本実験では $\sigma_s \in 10 \sim 200$  MPa の範囲で変化させ、 $E - \sigma_s$  特性を測定し、その傾き $\Delta E / \Delta \sigma_s$  から $\lambda_s$ の値を決定した.



Fig.2-18 Change in dc-hysteresis loop by application of tensile stress,  $\sigma_{s}$ .

#### 2.13 ヤング率の測定

薄帯試料をトロイダル成形する際,試料に加わる曲げ歪みによる応力の大きさを決定するため にはヤング率が必要となる.そこで本研究では,振動リード法[11,12]を用いて熱処理後の試料の ヤング率 Yを決定した.Fig.2-19に示すように,試料の一端を固定し,加振用鉄心により試料を 振動させた.鉄心(10 mm, 40 mm)には巻線(0.4 mm, ホルマル線,分布巻,100 turn 程度)が施 されており,電源(Leader Electronics LFG-1300S)より交流電流が供給される(出力ピーク電圧 1.5 V に調整).試料は鉄心からの交流磁界による電磁力で振動する.交流電流の周波数を変化さ せ,試料が最も大きく振動する周波数(共振周波数)を決定した.なお,本実験で用いた試料は, コイル磁極が N,S のいずれにおいても引き寄せられるため,共振周波数は,発振器周波数の2倍 とした.共振周波数とヤング率の間には,

$$f_r = \frac{\alpha_0^2 d}{4\pi l^2} \sqrt{\frac{Y}{3\rho_d}}$$
(2-9)

の関係[13]があり、共振周波数から試料のヤング率を算出することができる.ここで、 $f_r$ 、 $\alpha_0$ , d,  $\rho_d$ 、 *l*はそれぞれ、共振周波数、定数、試料の厚さ、試料の密度、試料の長さである.本方法では、振 動は0次モードの基本振動なので $\alpha_0$ の値は1.875 とした.



Fig.2-19 Measurement of Young modulus, Y, of a ribbon.

## 参考論文

- [1] H. S. Chen, C. E. Miller, Rev. Sci. Instrum., 41 (1970) 1237.
- [2] ナノ結晶軟磁性材料ファインメット® 解説書, HITACHI Metals (2004).
- [3] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, **30** (1994) 4800.
- [4] 田中博達,柳井武志,古川仁吉,高橋賢一郎,中野正基,福永博俊,平成12年電気学会全国大 会講演論文集,2 (2000) 752.
- [5] M. Ohnuma, K. Hono, T. Yanai, H. Fukunaga, Y. Yoshizawa, Appl. Phys. Lett., 83 (2003) 2859.
- [6] 例えば,島田 寛他:磁性材料-物性・工学的特性と測定法,講談社 (1999) 21.
- [7] 例えば,太田 恵造,磁気工学の基礎 II,共立出版,(1994)339.
- [8] 例えば,太田 恵造,磁気工学の基礎 II,共立出版,(1994)363.
- K. Twarowski, M. Kuzminski, A. Slawska-Waniewska, H.K. Lachowicz, G. Herzer, J. Magn. Magn. Mater., 140-144 (1995) 449.
- [10] 例えば、太田 恵造、磁気工学の基礎 II, 共立出版, (1973) 246.
- [11] V. S. Postnilov, V. K. Belogonov, I. V. Zolotukhin, Fiz, Met. Metalloved, 23 (1967) 946.
- [12] K. Uozumi, H. Honda, H. Ebisu, H. Yokota, Thin Solid Films, 34 (1976) 221.
- [13] 例えば、日本学術振興会 薄膜第131委員会、薄膜ハンドブック、オーム社、(1983) 343.