

PACS numbers: 61.43.Dg, 72.15.Cz, 75.50.Bb, 75.50.Kj, 75.60.Ej, 81.05.Bx, 81.40.Rs

Електричні та магнетні властивості багатокомпонентних аморфних металевих композицій на основі заліза

О. М. Герцик, Т. Г. Переверзева, М. О. Ковбуз, Л. М. Бойчишин,
В. К. Носенко*, А. К. Борисюк**

*Львівський національний університет імені Івана Франка,
вул. Університетська, 1,
79000 Львів, Україна*

**Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Академіка Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна*

***Національний університет «Львівська політехніка»,
вул. Степана Бандери, 12,
79013 Львів, Україна*

Досліджено вплив елементного складу аморфного стопу, форми зразків, а також умов одержання (швидкість охолодження) за стандартною технологією на електромагнетні властивості стрічкових та об'ємних зразків стопів, виготовлених з однакової шихти.

Ключові слова: аморфні стопи, електромагнетні властивості стопів, питома намагнетованість.

Influence of the elemental composition of amorphous metal alloy (AMA), the shape of its final product, and the fabrication conditions (cooling rate) according to standard technology on the electromagnetic characteristics of tape

Corresponding author: Oksana Myronivna Hertsyk
E-mail: djunjer1@gmail.com

Ivan Franko National University of Lviv, 1 Universytetska Str., UA-79000 Lviv, Ukraine

**G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine*

***Lviv Polytechnic National University, 12 Bandera Str., 79013 Lviv, Ukraine*

Please cite this article as: O. M. Hertsyk, T. G. Pereverzeva, M. O. Kovbuz, L. M. Boichyshyn, V. K. Nosenko, and A. K. Borysiuk, Electrical and Magnetic Properties of Multicomponent Amorphous Metal Compositions Based on Iron, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 8: 1023–1033 (2017) (in Ukrainian), DOI: 10.15407/mfint.39.08.1023.

and bulk samples of alloys made from the same feedstock is investigated. A lower cooling rate in the process of obtaining bulk alloys (10^3 K/s), compared to the tape samples (10^6 K/s), increases structuring of bulk samples and causes higher divergence of surface elemental composition from the original feedstock. In the case of bulk samples, higher electrical resistance of cuts shows conservation of the amorphous phase inside the samples, compared to the surface. Due to the small size of nanocrystals formed during process of crystallization of the amorphous alloys, magnetostriction may be suppressed, and coercive force may be changed.

Key words: amorphous alloys, electromagnetic properties of alloys, specific magnetization.

Исследовано влияние элементного состава аморфного сплава, формы образца, а также условий получения (скорость охлаждения) по стандартной технологии на электромагнитные свойства ленточных и объёмных образцов сплавов, изготовленных из одинаковой шихты.

Ключевые слова: аморфные сплавы, электромагнитные свойства сплавов, удельная намагниченность.

(Отримано 3 липня 2017 р.)

1. ВСТУП

Між електричним опором аморфних металевих стопів (АМС) та їх кристалічних аналогів, одержаних із шихти однакового елементного складу, існує велика різниця. Аморфні стопи характеризуються значно вищим питомим опором, хоча у АМС концентрація електронів провідності достатньо висока. Опір АМС близький до опору їх розтопу і в процесі охолодження до затвердіння змінюється неперервно з невисоким температурним коефіцієнтом. Однак температурна зміна може бути від'ємною [1]. Зокрема, це простежується у подвійних, потрійних та багатокомпонентних аморфних стопів другої групи: Fe, Co, Ni з металоїдами B, Si, C, P, що містять також Nb, Zr, Pd, V, W та інші легувальні домішки [2]. Оскільки АМС застосовуються в осердях низькочастотних трансформаторів (50–60 Гц), то їх цінною особливістю є те, що при перемагнетуванні в осерді низькі опори АМС і мала товщина стрічки 20–30 мкм знижують втрати енергії, пов'язані з вихровими струмами. Так, втрата в осердях АМС FeSiB складає 0,06 Вт/кг, тобто в 20 разів нижча, порівняно з текстурованою листовою трансформаторною сталлю. За даними [3] у США заміна трансформаторної сталі АМС Fe–Si–B за 1 рік склала економію в 300 млн. доларів. Отже, ця область використання АМС є перспективною, і пошук нових аморфних металевих композицій з підвищеною стабільністю в екстремальних умовах (температурні та механічні навантаження, корозія) є актуальним.

Важливим чинником, що формує складні закономірності переносу електронів провідності, є елементний склад АМС [4]. До цього часу причини високого електроопору твердого аморфного стопу розглядалися на основі теорії рідкого стану. Зараз теорію електроопору АМС доповнено розглядом дефектів. В аморфних стопах йони, які є центрами розсіяння електронів, розташовані в масі металу не впорядковано, а перенос електронів провідності залежить, у першу чергу, від зіткнень з йонами і цим відрізняється від електропровідності в кристалічних матеріалах.

Прецизійне вивчення електропровідності уможливорює одержати інформацію про електронну структуру, механізм електропровідності і про зміни атомарної структури в аморфному стані. Густина енергетичних станів валентних електронів є фундаментальною фізичною характеристикою, яка зумовлює не тільки електричний опір і тепломісткість, але й здатність металевої композиції до аморфізації, а також її часову стабільність. Аморфізація і часова стабільність аморфного стану АМС є часто причинами обмеження галузей їх застосування.

2. МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕННЯ

Аморфні стопи синтезовано в Інституті металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України (табл. 1). Для виготовлення стопів використовували компоненти чистотою не нижче 99,8%. Стрічкові зразки стопів одержували методом швидкого гартування розтопу на охолоджуючому мідному барабані. Для одержаних за цією технологією зразків окремо досліджували зовнішню і контактну поверхні стрічки. Об'ємні зразки витоплювали у корундових формах, стрижні у кварцових трубках. Велика кількість компонентів різних легувальних домішок вводилася для забезпечення гомогенізації виробу, особливо, об'ємних аморфних стопів (ОАС), а також для підвищення склотвірної здатності композиції і запобігання розшаруванню під час охолодження [5].

Дифрактограми зразків АМС знімали на дифрактометрі ДРОН-3,0М (CuK $_{\alpha}$ -випромінення, Ni-фільтр) в неперервному режимі θ - 2θ -сканування з відміткою кута через 1 градус [6].

Мікроскопічні дослідження проводили на сканувальному (растровому) електронному мікроскопі JSM-6480 фірми JEOL. Енергодисперсійну мікроаналізу (ЕДМ) проводили за допомогою спектрометра Oxford INCAEnergy 51-ADD0098, який є приставкою до електронного мікроскопа JEOL 7000F [7].

Питомий електроопір аморфних і нанокристалічних зразків стопів оцінювали стандартною чотирозондовою методою з використанням цифрового омметра (Rigol DM 3068 Digital multimeter) [8]. Виміри електроопору проводили на зовнішній (з) і контактній (к)

ТАБЛИЦЯ 1. Елементний склад шихти для виготовлення аморфних стовпів різної форми.**TABLE 1.** The element composition of the initial feedstock for obtaining amorphous alloys with various shapes.

| Хімічний елемент | Код стовпу | | | | | | |
|------------------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | АМС-1 | АМС-2 | АМС-3 | АМС-4 | АМС-5 | АМС-6 | АМС-7 |
| Fe | 61,4 | 65,6 | 64,4 | 68,9 | 55,0 | 55,0 | 45,0 |
| Cr | 3,8 | 7,9 | 4,5 | 2,0 | 7,0 | 2,0 | 5,7 |
| Mo | 1,0 | 4,7 | 4,0 | 4,0 | 1,6 | 4,0 | 1,9 |
| Mn | – | – | 2,0 | 1,0 | – | – | – |
| Cu | – | – | 0,1 | 0,1 | – | – | – |
| V | 0,8 | – | 0,1 | – | 1,1 | 1,0 | – |
| W | 0,8 | – | – | – | – | – | – |
| Nb | 0,8 | – | – | – | – | – | – |
| Co | 6,8 | – | – | – | – | 6,0 | 8,5 |
| Ni | – | – | – | – | 20,3 | 8,0 | 19,4 |
| Al | – | – | – | – | 2,7 | 2,0 | – |
| B | 5,0 | 5,9 | 10,0 | 5,0 | 6,6 | 5,0 | 14,0 |
| P | 10,0 | 6,9 | 7,0 | 10,0 | – | 9,0 | – |
| C | 7,0 | – | 5,0 | 7,0 | – | 6,0 | – |
| Si | 2,0 | 2,9 | 2,9 | 2,0 | 1,1 | 2,0 | 15,5 |

поверхнях стрічок АМС. У випадку ОАС визначали опір поверхні і торцевого зрізу.

Магнетні властивості та їхні температурні залежності вимірювали вібраційним магнетометром.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

Унікальні властивості аморфних стовпів залежать від їх елементного складу та структурного стану. Зниження швидкості охолодження розтопу від 10^6 К/с для виготовлення стрічкової форми зразків до 10^3 К/с для об'ємних зразків приводить до значних структурних змін і впливає на склад поверхні. Шляхом енергодисперсійної мікроаналізи було встановлено співвідношення фаз поверхні ОАС, одержане за допомогою умовного виділення на мікрофотографіях світлої (легші елементи) та темної (важчі елементи) ділянок (рис. 1 і 2).

Високий питомий електроопір стрічок у порівнянні з опором ОАС, у першу чергу, обумовлений вищою невпорядкованістю структури, що збереглася в процесі затвердіння стрічки з розтопу в умовах миттєвого охолодження за швидкості у 10^6 К/с (табл. 2). Нижчий опір зразків ОАС, очевидно, пов'язаний з їх частковою кристалізацією за меншої швидкості охолодження розтопу (10^4 К/с).

Досить велика різниця опорів контактної та зовнішньої поверхонь стрічки ($\rho_{\text{конт}}$ і $\rho_{\text{зовн}}$) пояснюється різницею елементного складу. При цьому спостерігається поверхневе концентрування на зов-

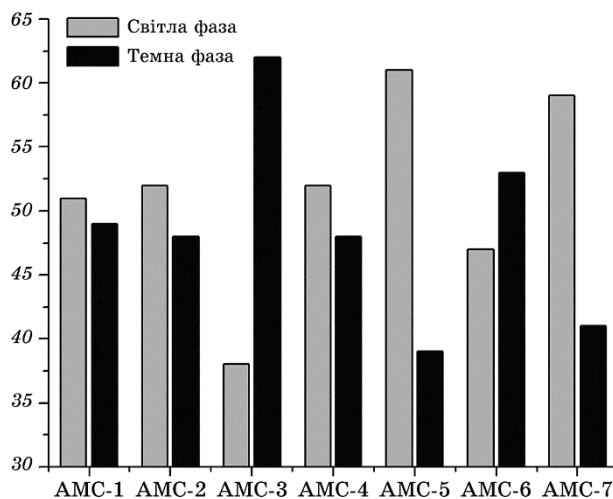


Рис. 1. Співвідношення фаз на поверхні об'ємних нанокристалічних зразків, одержане на основі мікрофотографій.

Fig. 1. Phase ratio on surface of the bulk nanocrystalline samples calculated based on microphotos.

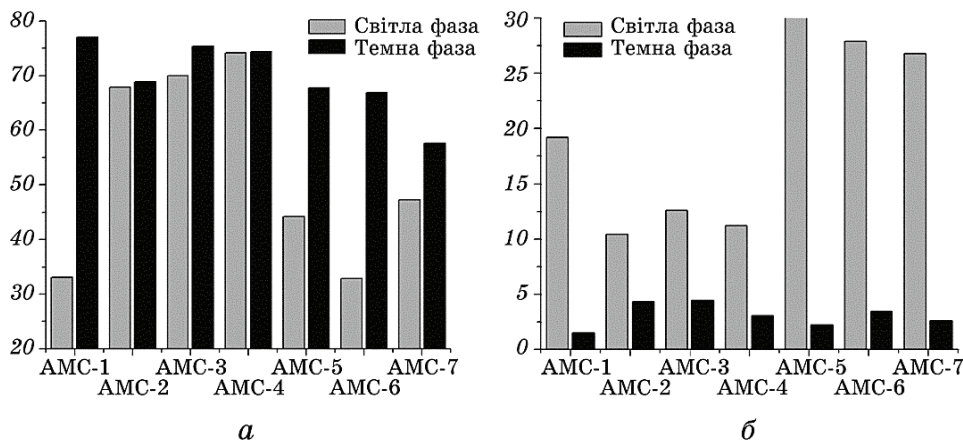


Рис. 2. Співвідношення вмісту Fe (а) та Мо (б) у світлій та темній фазах на поверхні об'ємних нанокристалічних зразків, одержане на основі мікрофотографій.

Fig. 2. Fe (a) and Mo (б) content ratio in bright and dark phases on surface of the bulk nanocrystalline samples calculated based on microphotos.

ТАБЛИЦЯ 2. Питомий електроопір аморфних зразків різної форми.**TABLE 2.** Resistivity of amorphous samples having various shapes.

| Стоп | Вилив | ρ , мкОм·см | | | | $\Delta\rho_1^*$, мкОм·см | $\Delta\rho_2^{**}$, мкОм·см |
|-------|-------|------------------|-------|------------|------------|-------------------------------|----------------------------------|
| | | Об'ємний | | Стрічка | | | |
| | | Поверхня | Зріз | Конт. пов. | Зовн. пов. | | |
| АМС-1 | – | 85,0 | 127,0 | 205,0 | 320,0 | 42,0 | 115,0 |
| АМС-2 | – | 135,0 | 185,0 | 145,0 | 410,0 | 50,0 | 275,0 |
| АМС-3 | 10 | 195,0 | 217,0 | 204,0 | 515,0 | 22,0 | 311,0 |
| | 11 | 230,0 | 320,0 | – | – | 90,0 | – |
| АМС-4 | 27 | 185,0 | 295,0 | 338,0 | 634,0 | 110,0 | 298,0 |
| | 29 | 350,0 | 453,0 | 505,0 | 826,0 | 103,0 | 321,0 |
| АМС-5 | 6 | 160,0 | 176,0 | 320,0 | 420,0 | 16,0 | 10,0 |
| | 8 | 182,0 | 203,0 | 445,0 | 578,0 | 21,0 | 133,0 |
| АМС-6 | – | 222,0 | 237,0 | 630,0 | 704,0 | 15,0 | 74,0 |
| АМС-7 | – | 650,0 | 890,0 | 632,0 | 650,0 | 240,0 | 18,0 |

* $\Delta\rho_1 = \rho_{\text{зрізу}}(\text{об'ємного}) - \rho_{\text{пов}}(\text{об'ємного})$. ** $\Delta\rho_2 = \rho_{\text{зовн}} - \rho_{\text{конт}}$.

нішньому боці непровідних металоїдів, зокрема В, Si. Так у випадку стопу $\text{Fe}_{80}\text{Si}_6\text{B}_{14}$ за даними енергодисперсійної мікроаналізи, залежно від тривалості нагріву (τ) при $T = 673 \pm 5$ К, вміст Si на зовнішній поверхні зростає в $\cong 1,5$ рази (табл. 3).

Згідно з [9, 10] опір складної багатокомпонентної системи можна розглядати як суму складових:

$$\rho(T) = \rho_{\text{зал}} + \rho_{\text{фон}}(T) + \rho_{\text{маг}}(T),$$

де $\rho_{\text{зал}}$ — залишковий опір, зумовлений розсіянням електронів на домішках і дефектах кристалічної структури при $T = 0$ К, $\rho_{\text{фон}}(T)$ — фононна складова $\rho(T)$, що враховує розсіяння електронів провід-

ТАБЛИЦЯ 3. Зміна елементного складу поверхні АМС (% мас.) залежно від тривалості нагріву при $T = 673 \pm 5$ К.**TABLE 3.** Change of the element composition of AMA-surface (% wt.) in dependence on heating time at $T = 673 \pm 5$ К.

| τ , год. | Fe-Si-B | | |
|---------------|---------|-----|-----|
| | Fe | Si | B |
| 0 | 96,3 | 1,9 | 1,8 |
| 5 | 96,7 | 2,8 | 0,5 |
| 24 | 95,6 | 3,2 | 1,2 |

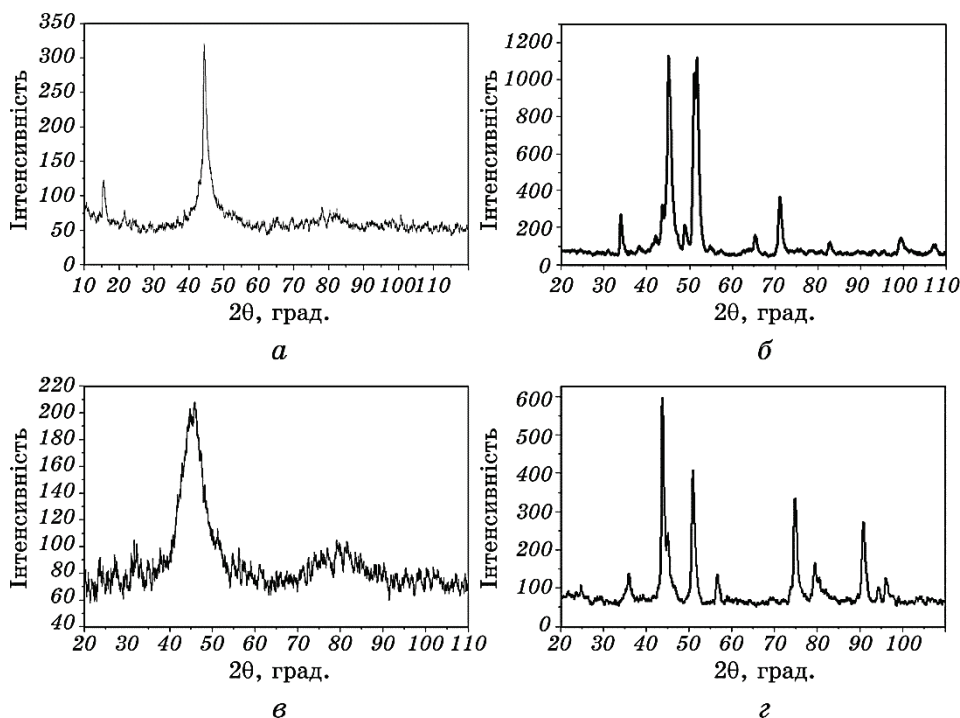


Рис. 3. Дифрактограми стрічкових (а, в) та об'ємних (б, г) зразків сплавів АМС-2 (а, б) та АМС-5 (в, г).

Fig. 3. Diffractograms of tape (a, в) and bulk (б, г) samples of alloys АМА-2 (а, б) and АМА-5 (в, г).

ности на коливаннях ґратниці та $\rho_{\text{маг}}(T)$ — магнетна складова, пов'язана з розсіянням на магнетних неоднорідностях.

Зразки ОАС нанокристалічні, тому окрім магнетного розсіяння електронів, характерного для феромагнетиків, додається ще й фонне розсіяння на коливаннях ґратниці нанокристалів.

Незалежно від складу (наприклад, АМС-2, АМС-5) на дифрактограмах стрічкових форм АМС (рис. 3, а і в) простежуються основне гало в межах кутів $2\theta \cong 40-50^\circ$ і менш інтенсивне при $2\theta \cong 80^\circ$.

У випадку об'ємних стопів (рис. 3, б і г) на дифрактограмах з'являється серія піків, що характеризують появу у зразках нанокристалічної фази.

Результати розрахунків об'ємної частки кристалічної фази (X_c), середніх міжатомових віддалей (R) та оцінки розмірів частинок α -Fe і розміру областей когерентного розсіяння аморфної фази за півириною піку (L) наведено в табл. 4.

Як впливає з одержаних даних, максимум, що описує розсіяння від аморфної фази, зміщений в сторону більших кутів розсіяння,

ТАБЛИЦЯ 4. Структурні параметри стопу АМС-2.

TABLE 4. Structural parameters of the АМА-2 alloy.

| Фаза | X_c , нм | R , нм | L , нм |
|--------------|------------|----------|----------------|
| α -Fe | 0,270 | 0,251 | $49,4 \pm 5,1$ |
| Аморфна | 0,730 | 0,248 | $3,00 \pm 0,3$ |

що вказує на зменшення середніх міжатомових віддалей, порівняно з кристалічною фазою. Очевидно, процес виділення з аморфної фази частинок α -Fe зумовлює її збагачення атомами В і, як наслідок, зменшення в ній міжатомових віддалей. Міжатомова віддаль в кристалічній α -фазі Fe дещо збільшена порівняно з аморфним Fe (0,248 нм) за рахунок розчинення атомів легувальних елементів в ОЦК-ґратниці. Середній розмір частинок α -Fe сягає $\cong 50$ нм.

За даними рентгенівської дифрактометрії об'ємний зразок АМС-2 характеризується кристалічною структурою. На дифрактограмі (рис. 3, б) присутні дві системи дифракційних ліній. Найінтенсивніші лінії належать фазі на основі кубічного бориду заліза $Fe_{23}B_6$ (ГЦК-ґратниця, просторова група $Fm\bar{3}m$). Друга система більш слабких максимумів належить твердому розчину на основі α -Fe.

На температурній залежності питомої намагнетованості стрічки АМС (рис. 4, а) простежуються в межах 650–800 К два піки, що свідчать про формування нових магнетних фаз у стрічковому матеріалі стопу АМС-7 [11].

Залежність питомої намагнетованості насичення об'ємного зразка NHRS має плавний характер (рис. 4, б) як при нагріванні, так і при охолодженні, що пов'язано з нанокристалізацією об'ємних зразків. Вже під час тверднення з розтопу в режимі зниження температури до 10^4 – 10^3 К/с у них формуються нанокристали α -Fe.

Лінійні петлі гістерези стрічкового та нанокристалічного об'ємного стопу NHRS (рис. 5, а і б) одержано в поперечному магнетному полі, тобто наведенням одновісної анізотропії перпендикулярно до осі стрічки чи пластинки [12].

На магнетні властивості нанокристалічних АМС впливають не тільки розміри кристалів α -Fe (Si), але й густина їх в об'ємі матеріалу. Крім цього, чим менші розміри нанокристалів, тим більша їхня густина і вищі магнетні властивості стопу [13]. Так, малі розміри нанокристалів фази, що формується в процесі кристалізації аморфних стопів, можуть подавляти магнетострикцію і змінювати коерцитивну силу (рис. 5, а і б).

У аморфній стрічці існують магнетні неоднорідності, які у цьому випадку є головним чинником розсіяння електронів, що разом з виходом металоїдів на зовнішню поверхню зумовлює аномально високий опір цієї поверхні стрічки АМС.

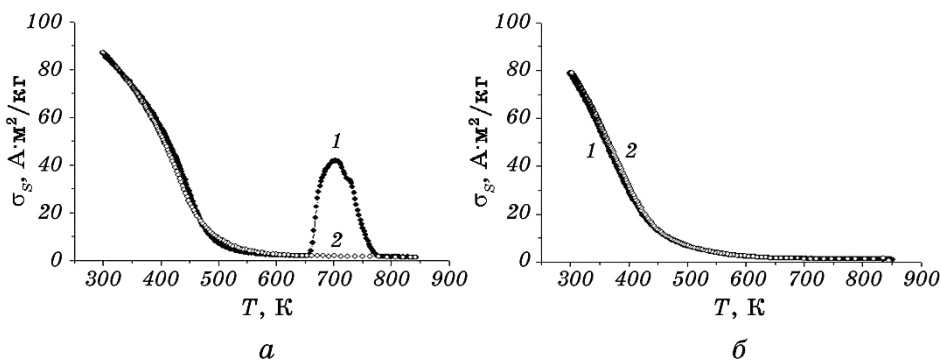


Рис. 4. Температурні залежності питомої намагнетованості насичення стрічки (а) та об’ємного зразка (б) стопу АМС-7.

Fig. 4. Temperature dependences of specific magnetization of the tape (а) and bulk (б) AMA-7 alloy.

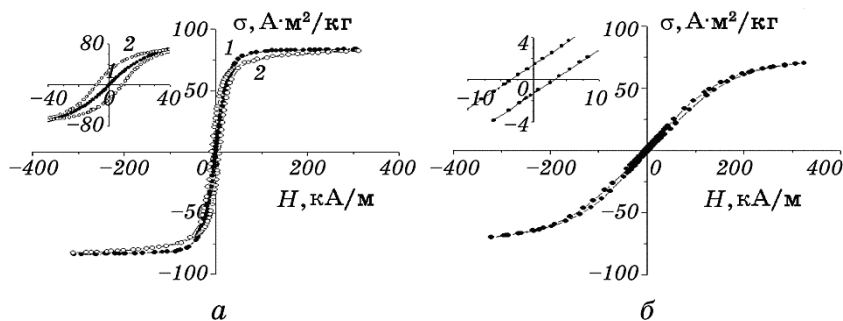


Рис. 5. Петлі гістерези магнетного моменту стрічки АМС-7 (а): 1 — вихідний аморфний стан, 2 — після нагрівання до 850 К; об’ємного зразка АМС-7 (б).

Fig. 5. Hysteresis loops of the magnetic moment of the tape AMA-7 (а): 1— initial amorphous state, 2—after heating to 850 K; bulk sample of AMA-7 (б).

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Н. П. Семенько, М. И. Захаренко, Ю. А. Куницкий, В. А. Макара, А. П. Шпак, *Успехи физ. мет.*, **10**, № 2: 131 (2009).
2. К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото, *Аморфные металлы* (Москва: Металлургия: 1987).
3. F. E. Luborsky, *Amorphous Metallic Alloys* (London: Butterworth & Co Ltd.: 1983).
4. R. Hasegawa, *Phys. Let. A*, **36**, Iss. 5: 425 (1971).
5. C. Yang, H. Huang, Q. Song, J. Zhang, and F. Liu, *J. Magn. Magn. Mater.*, **403**: 41 (2016).
6. С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев, *Рентгенографический и*

- электронно-оптический анализ* (Москва: МИСиС: 2002).
7. *Рентгеноспектральный микроанализ с использованием энергодисперсионного спектрометра: Методические указания к лабораторным работам по диагностике материалов* (Санкт-Петербург: ЦКП «Материаловедение и диагностика в передовых технологиях»: 2010).
 8. В. В. Кравчина, А. С. Сечин, *Методи дослідження матеріалів та компонентів електронної техніки: Методичні вказівки до лабораторних робіт. Частина II для студентів ЗДІА спеціальності 7.05080102 «Фізична та біомедична електроніка»* (Запоріжжя: Запорізька державна інженерна академія: 2014).
 9. T. Sobiecki, *Zeszyty Naukowe Akademii Gorniczo-Hutniczej. Fizyka*, **1063**, № 5: 79 (1971).
 10. Б. П. Яцишин, Д. М. Фреїк, Ю. К. Гореленко, О. Г. Миколайчук, Г. С. Байцер, *Фізика і хімія твердого тіла*, **8**, № 2: 305 (2007).
 11. Є. І. Ярмошук, М. П. Семенюк, М. І. Захаренко, *Вісник Київського національного університету імені Тараса Шевченка. Серія фізико-математичні науки*, вип. 2: 335 (2013).
 12. S. Jung, B.-K. Han, H. Yim, N.-H. Kim, J. Cho, and C.-Y. You, *J. Korean Phys. Soc.*, **65**, Iss. 1: 65 (2014).
 13. Y. Yoshizawa, S. Oguma, and K. Yamauchi, *J. Appl. Phys.*, **64**, Iss. 10: 6044 (1988).

REFERENCES

1. M. P. Semen'ko, M. I. Zakharenko, Yu. A. Kunitsky, V. A. Makara, and A. P. Shpak, *Uspehi Fiziki Metallov*, **10**, No. 2: 131 (2009) (in Ukrainian).
2. K. Sudzuki, H. Fudzimori, and K. Hasimoto, *Amorfnye Metally* [Amorphous Metals] (Moscow: Metallurgy: 1987) (Russian translation).
3. F. E. Luborsky, *Amorphous Metallic Alloys* (London: Butterworth & Co Ltd.: 1983).
4. R. Hasegawa, *Phys. Let. A*, **36**, Iss. 5: 425 (1971).
5. C. Yang, H. Huang, Q. Song, J. Zhang, and F. Liu, *J. Magn. Magn. Mater.*, **403**: 41 (2016).
6. S. S. Gorelik, Yu. A. Skakov, and L. N. Rastorguyev, *Rentgenograficheskiy i Elektronno-Opticheskiy Analiz* [X-Ray and Electron-Optical Analysis] (Moscow: MISiS: 2002) (in Russian).
7. *Rentgenospektralnyy Mikroanaliz s Ispol'zovaniem Energodispersionnogo Spektrometra* [X-Ray Microanalysis with Use of Energy-Dispersion Spectrometer] (Saint Petersburg: 'Materialovedeniye i Diagnostika v Peredovykh Tekhnologiyakh': 2010) (in Russian).
8. V. V. Kravchyna and A. S. Sechyn, *Metody Doslidzhennya Materialiv ta Komponentiv Elektronnoyi Tekhniki: Metodichni Vkazivky do Laboratornykh Robit. Chastyna II dlya Studentiv ZDIA Spetsialnosti 7.05080102 'Fizychna ta Biomedychna Elektronika'* [Investigation Methods for Materials and Components of Electronic Equipment: Guidance for Laboratory Works. Part II for Students of ZSEA Speciality 7.05080102 'Physical and Biomedical Electronics'] (Zaporizhzhya: Zaporizhzhya State Engineering Academy: 2014) (in Ukrainian).
9. T. Sobiecki, *Zeszyty Naukowe Akademii Gorniczo-Hutniczej. Fizyka*, **1063**,

- No. 5: 79 (1971) (in Polish).
10. B. P. Yatsyshyn, D. M. Freyik, Yu. K. Horelenko, O. G. Mykolajchuk, and H. S. Bajtser, *Physics and Chemistry of Solid State*, **8**, No. 2: 305 (2007) (in Ukrainian).
 11. Ye. I. Yarmoshchuk, M. P. Semen'ko, and M. I. Zakharenko, *Visnyk Kyivs'kogo Natsional'nogo Universytetu imeni Tarasa Shevchenka. Seriya Fyzyko-Matematychni Nauky*, Iss. 2: 335 (2013) (in Ukrainian).
 12. S. Jung, B.-K. Han, H. Yim, N.-H. Kim, J. Cho, and C.-Y. You, *J. Korean Phys. Soc.*, **65**, Iss. 1: 65 (2014).
 13. Y. Yoshizawa, S. Oguma, and K. Yamauchi, *J. Appl. Phys.*, **64**, Iss. 10: 6044 (1988).