

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Московский физико-технический институт
(национальный исследовательский университет)»
Физтех-школа Фундаментальной и Прикладной Физики
Кафедра физики и техники низких температур

Направление подготовки / специальность: 03.04.01 Прикладные математика и физика
(магистратура)

Направленность (профиль) подготовки: Физика низких температур

НЕМАТИЧЕСКАЯ СВЕРХПРОВОДИМОСТЬ В МАТЕРИАЛАХ SRXB12SE3

(магистерская диссертация)

Студент:

Брызгалов Максим Андреевич

(подпись студента)

Научный руководитель:

Кунцевич Александр Юрьевич,
канд. физ.-мат. наук

(подпись научного руководителя)

Консультант (при наличии):

(подпись консультанта)

Москва 2019

Содержание	
Введение.....	4
Топологические изоляторы.	5
<i>Материалы семейства Bi_2Se_3</i>	5
Топологические сверхпроводники.....	7
Обзор сверхпроводящих свойств $A_xBi_2Se_3$ (A = Cu, Sr, Nb).	9
<i>Измерения сдвига Найта.</i> ^[1]	9
<i>АС-калориметрия в материалах $Cu_xBi_2Se_3$</i> . ^[2]	11
<i>Транспортные измерения материалов $Sr_xBi_2Se_3$</i> . ^[1]	12
Обзор теории нематической сверхпроводимости.	13
Методы измерений.....	14
<i>Рост кристаллов.</i>	14
<i>Монтаж образца.</i>	14
<i>Транспортные измерения.</i>	16
<i>Рентгеновская дифракция.</i>	18
Результаты.	20
<i>Рентгеновская дифракция.</i>	20
<i>Блочная структура.</i>	22
<i>Транспортные измерения:</i>	23
<i>Транспорт в сверхпроводящем состоянии:</i>	23
<i>Транспорт в нормальном состоянии.</i>	25

<i>Связь структурного искажения и сверхпроводящей нематичности.....</i>	<i>27</i>
<i>Феноменология магнитосопротивления в нормальном состоянии.</i>	<i>29</i>
<i>Морфология поверхности</i>	<i>35</i>
Обсуждение.....	36
Выводы.....	37
Благодарности.....	38

Введение.

Наиболее изученный топологический изолятор, Bi_2Se_3 , становится сверхпроводящим при допировании Sr, Nb или Cu^[1-19]. Последние несколько лет природа этой сверхпроводимости и возможный её топологический характер интенсивно изучаются. Топологический сверхпроводник может быть интересен наличием в нём фермионов Майораны, на основе которых возможно создание схем для защищённых квантовых вычислений. Недавние экспериментальные и теоретические исследования показали, что сверхпроводимость в этих материалах – нематическая, т.е. имеет выделенное направление, отсутствующее в симметрии кристалла: Сверхпроводящие свойства зависят от ориентации магнитного поля в базальной плоскости^[2-9]. Критическое поле, намагниченность, сопротивление, сдвиг Найта и теплоёмкость обладают 180° симметрией по отношению к вращению в плоскости, в то время, как кристалл обладает осью симметрии 3 порядка. В работах [23-24] была построена теория^[23,24], в которой нематическая сверхпроводимость является частным случаем топологической сверхпроводимости с двухкомпонентным параметром порядка. В представленной дипломной работе было обнаружено, что понижение симметрии в сверхпроводящем состоянии в $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ происходит не спонтанно, а в соответствии с небольшими структурными искажениями, присущими кристаллам этого типа. В частности, направление нематичности, определяется тем, сжат кристалл или растянут. Наблюдаемая корреляция находится в полном согласии с нематической теорией сверхпроводимости.

Топологические изоляторы.

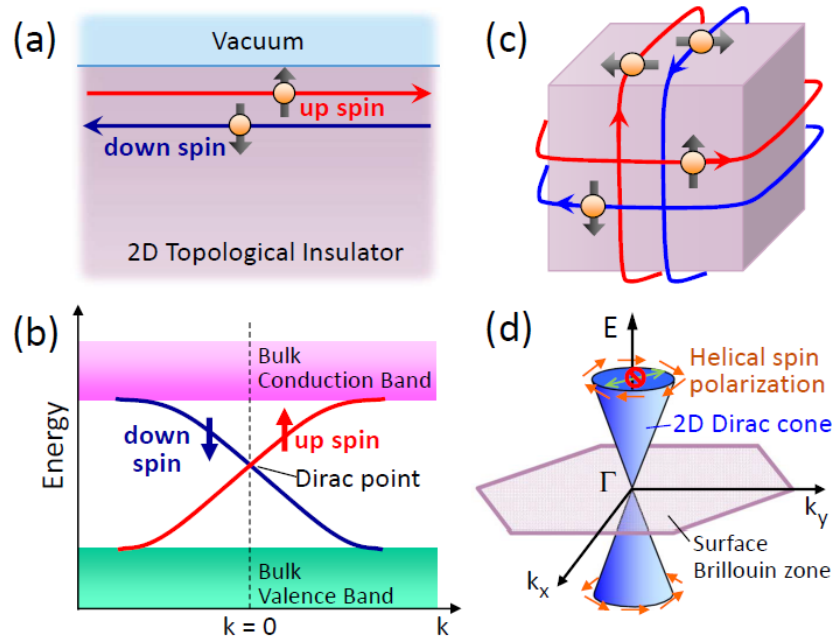


Рис. 1: Краевые и поверхностные состояния топологических изоляторов^[40].
 (a) Схема 1D краевых состояний в 2D ТИ в реальном пространстве. (b) Спектр невырожденных по спину краевых состояний в 2D ТИ. (c) Схема 2D поверхностных состояний в 3D ТИ в реальном пространстве. (d) Спектр невырожденных по спину поверхностных состояний в 3D ТИ.

Топологические изоляторы (ТИ) – материалы, в которых из-за симметрии волновых функций электронов объём образца ведёт себя как изолятор, тогда как на поверхности существуют проводящие поверхностные (для трёхмерного ТИ) или краевые (для двухмерного ТИ) состояния. В наиболее распространённом Z_2 типе топологических изоляторов, поверхностные состояния обладают линейным дираковским спектром, при этом электрона жёстко связан с импульсом (см. рис.1). Таким образом, поверхностные состояния не вырождены по спину.

Материалы семейства Bi_2Se_3 . Структура Bi_2Se_3 показана на рис.2. Он представляет из себя слоистый материал структуры тетрадимии. Пространственная группа симметрии $R3m$ (тригональная сингония.

Элементарная ячейка состоит из 3 квинтслоёв. Внутри квинтслоёв связи ковалентны, между ними – Ван-дер-Ваальсовы. Каждый

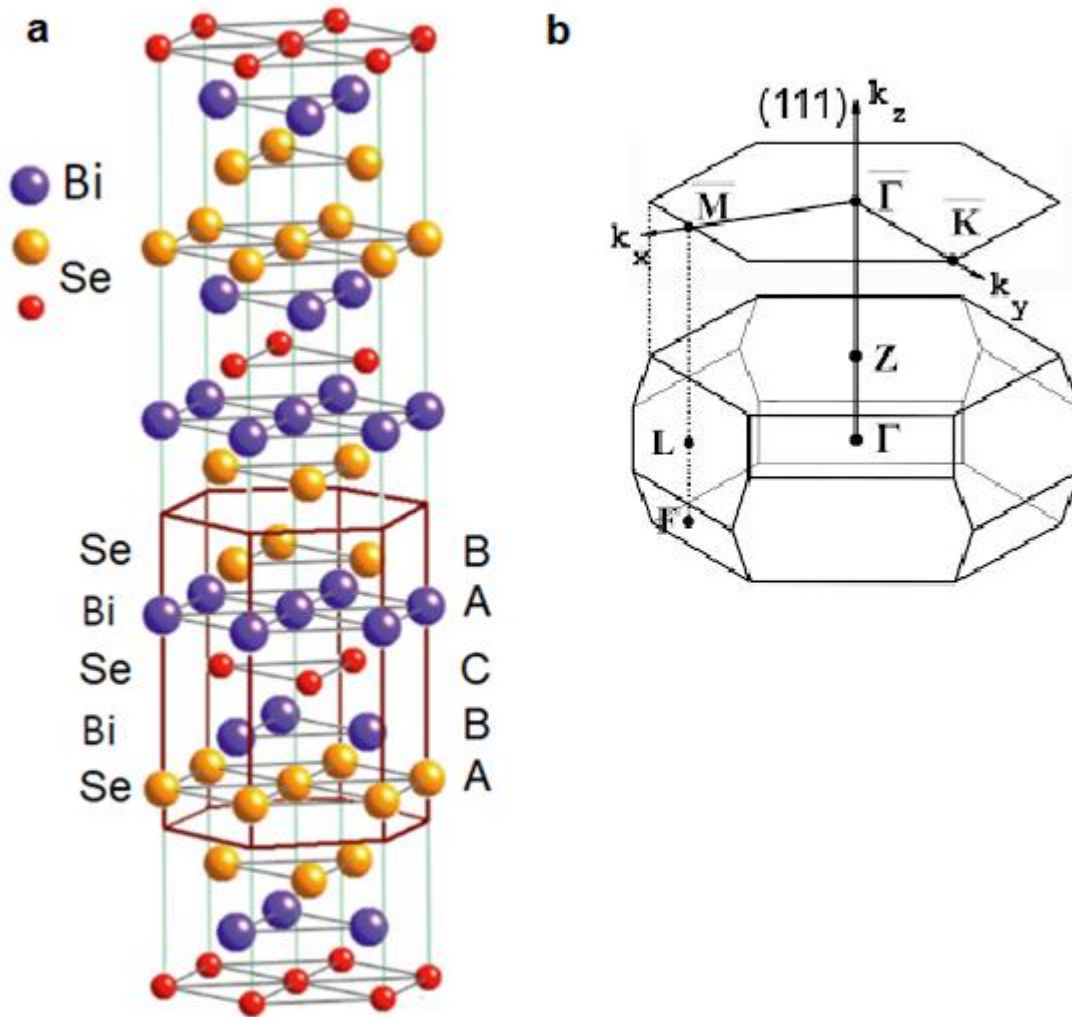


Рис. 2: (a) Кристаллическая структура Bi_2Se_3 .^[40] (b) Зона Бриллюэна для Bi_2Se_3 .

квинтслой – состоит из слоя Se, затем слоя Bi, Se, Bi и Se. Позиции атомов в слоях бывают трёх типов А, В и С, которые последовательно чередуются. В итоге – одна элементарная ячейка состоит из 15 слоёв (наименьшее общее кратное 5 и 3). Решётка обладает центром инверсии и осью симметрии третьего порядка, проходящую через ось с. Параметр с решётки – 3 нм. Параметр а решётки: 0.4 нм.

Чистый Bi_2Se_3 является узкозонным полупроводником, ширина запрещённой зоны в котором составляет 0.3 эВ. Тем не менее, из-за высокой концентрации собственных точечных дефектов, возникающих при росте монокристалла, даже стехиометрический Bi_2Se_3 является электронно легированным ($n \sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$). Поэтому доминирующий вклад в проводящие свойства монокристаллов вносят объёмные носители, в то время, как вкладом поверхностных топологических носителей можно пренебречь. Дно зоны проводимости находится в центре зоны Бриллюэна, показанной на рисунке 2.

Материалы $\text{A}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ ($\text{A} = \text{Cu}, \text{Sr}, \text{Nb}$) получают добавлением соответствующего материала A в расплав при росте. Концентрация электронов проводимости в сверхпроводящих кристаллах $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ составляет $\sim 2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ (по данным эффекта Холла). Сверхпроводимость с такой малой концентрацией носителей интересна сама по себе. Материалы являются сверхпроводниками 2 рода с критической температурой 2.5K - 3.2K для $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$, $\text{Cu}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ 3K – 3.7K и критическими полями H_{c2} порядка несколько Тесла.^[1-19]

Топологические сверхпроводники.

Понятие топологического сверхпроводника связано с существованием необычных поверхностных состояний.^[41] Для целей данной работы нам представляется бессмысленным вдаваться в точное определение и классификацию топологий данных материалов. Их можно найти в соответствующих обзорах. На текущий момент считается, что есть несколько возможностей получить топологический сверхпроводник из топологического изолятора. Во-первых, сверхпроводящий переход в топологических изоляторах можно получить при высоких давлениях (10 ГПа и выше): [44,45,46]. Температура

сверхпроводящего перехода обычно растет с увеличением давления, вплоть до величин давлений, при которых возникает структурный переход.

Во-вторых, в гетероструктурах сверхпроводник-топологический диэлектрик сверхпроводимость в топологическом изоляторе наводится в следствие эффекта близости. И, хотя сверхпроводник в гетероструктуре имеет параметр порядка s -типа, наведенная на поверхности топологического диэлектрика сверхпроводимость должна, хотя бы частично, проявлять свойства ТСП. В такой гетероструктуре сверхпроводник либо напыляется в виде тонкой пленки из таких материалов, как Sn, Pb, W и Nb или ТИ наносится в виде эпитаксиальной пленки из NbSe₂ или ВТСП [47,48,49,50]. В настоящее время имеется множество публикаций о наблюдении ТСП в описанных гетероструктурах, однако, однозначно о топологической природе СП по их данным утверждать нельзя, все они нуждаются в дальнейших исследованиях и подтверждениях.

В-третьих, ТСП можно получить, легируя топологический изолятор. Путь легирования топологического изолятора в последние три года получил наиболее интенсивное развитие.

Обзор сверхпроводящих свойств $A_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ ($A = \text{Cu}, \text{Sr}, \text{Nb}$).

Измерения сдвига Найта. ^[1]

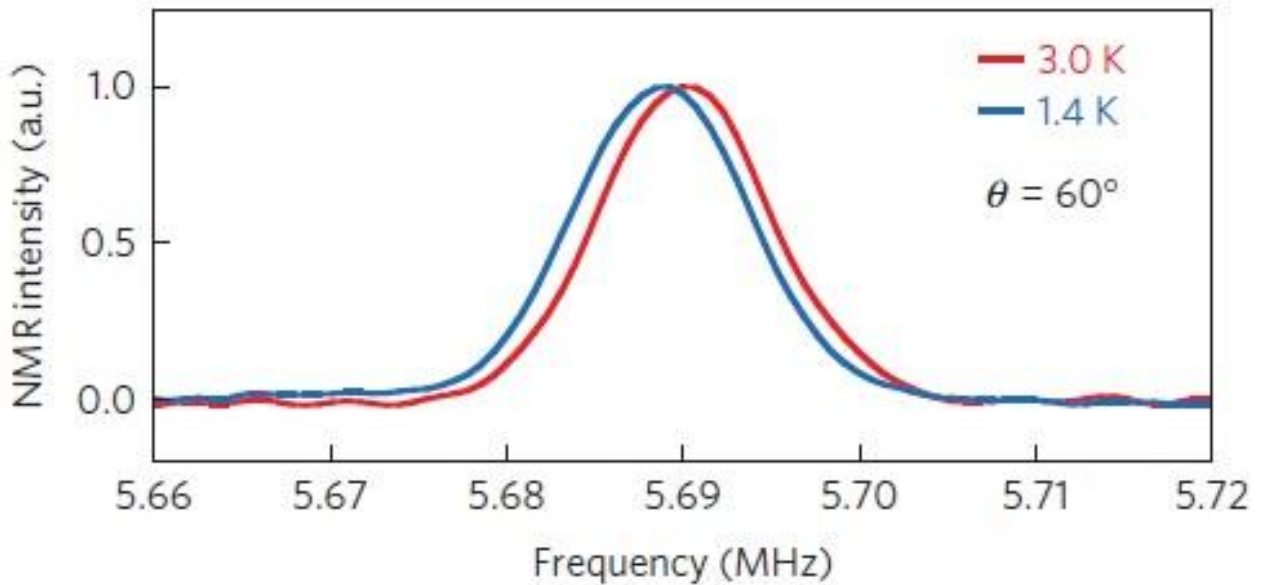


Рис. 3: ЯМР спектр на ядрах ^{77}Se при $T = 3\text{K}$ и $T = 1.4\text{K}$.^[1]

В работе производились измерения ядерного магнитного резонанса ядер ^{77}Se на образцах $\text{Cu}_{0.3}\text{Bi}_2\text{Se}_3$, чтобы определить симметрию спаривания в объёме $\text{Cu}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$. Сдвиг Найта в сверхпроводящем состоянии пропорционален спиновой намагниченности электронов через сверхтонкое взаимодействие, что является индикатором ориентации спинов куперовских пар. Измерения при температурах выше T_c и ниже T_c (рисунок 3) показывает, что сдвиг Найта различен для сверхпроводящего и нормального состояний. Это индикатор того, что куперовские пары имеют спин. Интересный результат этой работы – измерение зависимости сдвига Найта от угла поворота поля в плоскости слоёв образца, изображённой на рисунке 4. По вертикальной оси – относительный сдвиг $\Delta K_s/K$, где $\Delta K_s = K(T = 3\text{K}) - K(T = 1.4\text{K})$, $K_s = K(T = 3\text{K}) - K_0$, а K_0 – сдвиг для чистого Bi_2Se_3 .

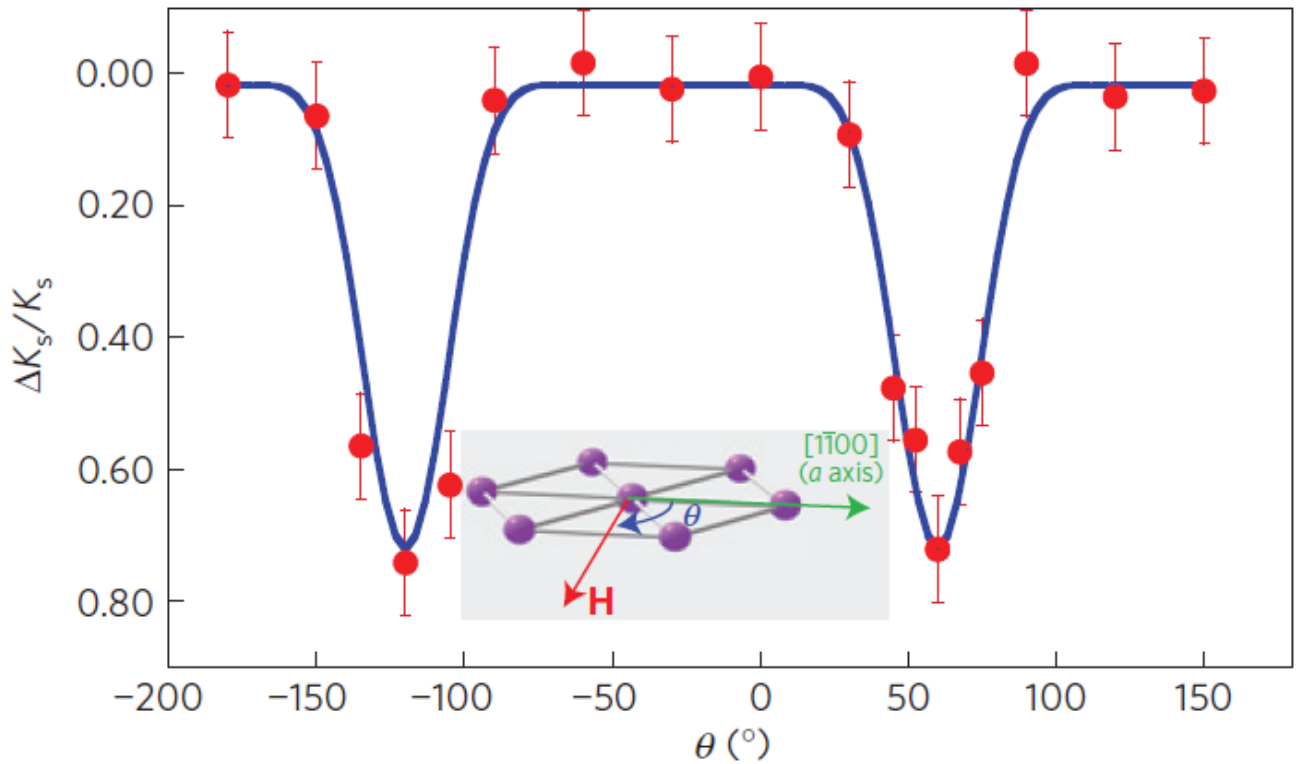


Рис. 4: Угловая зависимость уменьшения сдвига Найта ниже T_c как функция угла θ поворота магнитного поля в базальной плоскости относительно оси a .^[1]

Измерения показали 2 провала при $\theta = 60^\circ$ и $\theta = -120^\circ$, разделённые на 180° , что, очевидно, нарушает тригональную симметрию решётки кристалла. При этом, в нормальном состоянии выше T_c сдвиг Найта не зависит от угла поворота магнитного поля. Случайное симметричное распределения сигнала ЯМР на ядрах ^{63}Si говорит о том, что Si не является причиной анизотропии ниже T_c . Таким образом можно утверждать, что симметрия сверхпроводящего конденсата ниже симметрии решетки и за это нарушение ответственны электроны селена, как раз и являющиеся электронами проводимости в данном материале.

AC-калориметрия в материалах $Cu_xBi_2Se_3$.^[2]

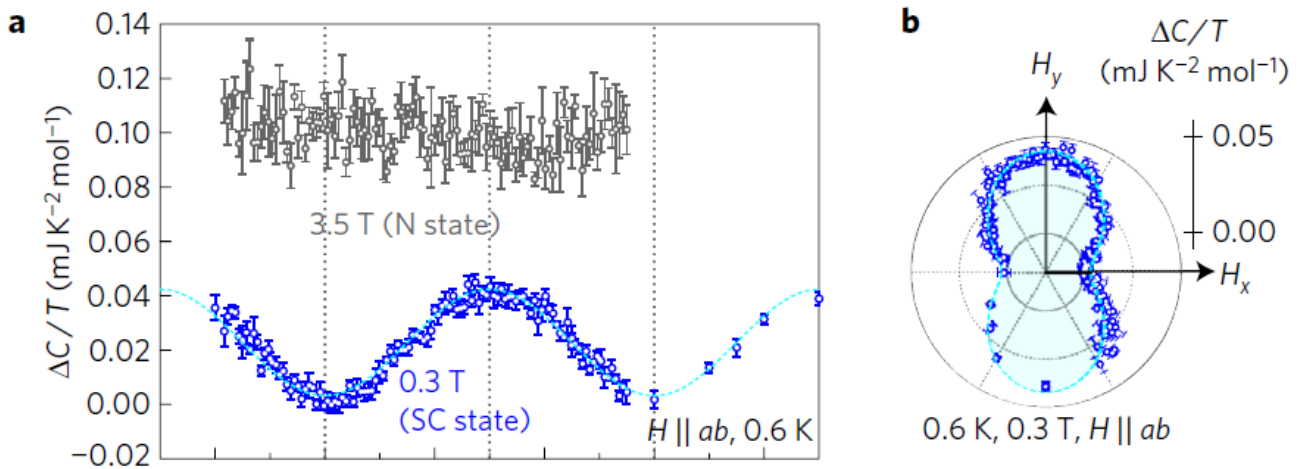


Рис. 5: (а) Осцилляции теплоёмкости в 0.6K в зависимости от угла поворота магнитного поля в базальной плоскости. Чёрная кривая – нормальное состояние в поле 3.5T, синяя кривая – сверхпроводящее состояние в (0.3T). $\Delta C(\varphi)/T = C(\varphi)/T - C(H||x)/T$.^[2]

В этой статье проводились высокоточные измерения теплоёмкости на кристаллах $Cu_xBi_2Se_3$. Измерения проводились в магнитном поле, лежащем в плоскости слоёв кристалла, а угол θ – угол между осью a кристалла и магнитным полем, лежащим в базальной плоскости. На рисунке 5 изображена зависимость C/T от угла θ для нормального (чёрная кривая) и сверхпроводящего (синяя кривая) кристаллов. При температуре выше T_c теплоёмкость нечувствительна к направлению поля, тогда как в сверхпроводящем состоянии наблюдаемая зависимость испытывает осцилляции вида $A\cos(2\theta) + B\sin(2\theta)$. Это опять же указывает на нарушение симметрии в сверхпроводящем состоянии, а также на то, что оно происходит во всем объеме кристалла (так как теплоёмкость - объемное свойство).

Транспортные измерения материалов $Sr_xBi_2Se_3$.^[4-6]

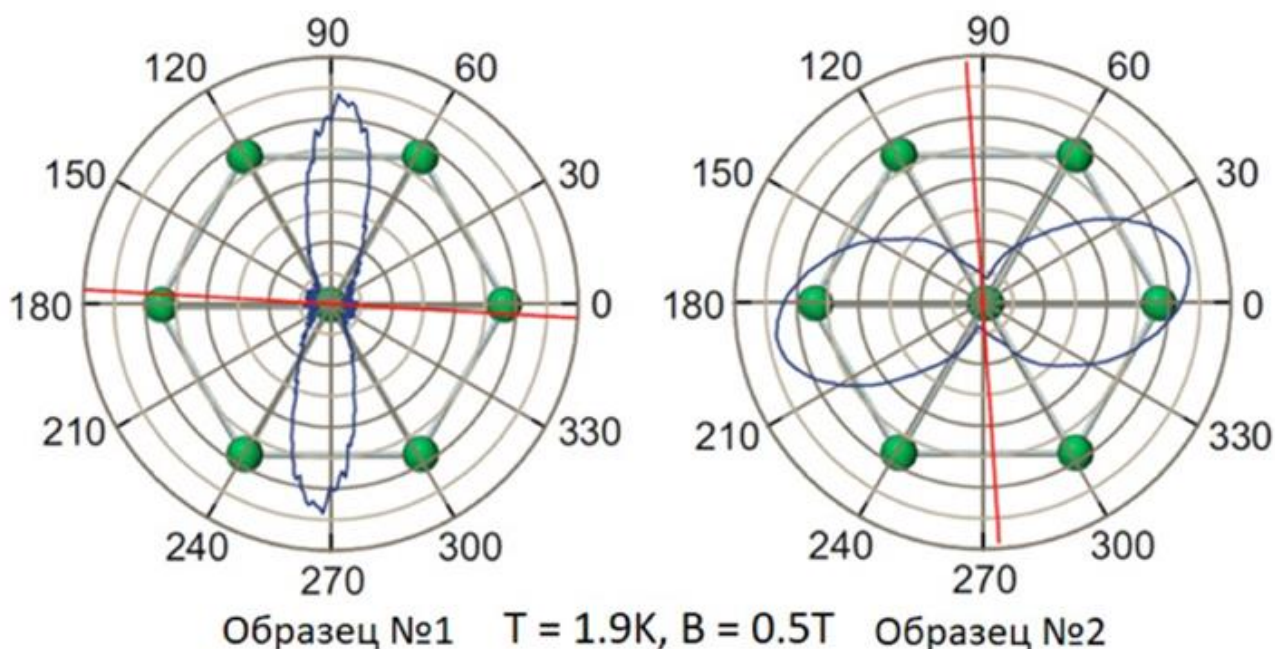


Рис. 6: Зависимости сопротивления от угла поворота магнитного поля в базальной плоскости. Слева образец, в котором максимум сопротивления перпендикулярен оси a , справа – параллелен.^[5]

В работах [4-6] проводились транспортные измерения на $Sr_xBi_2Se_3$. Подобная анизотропия свойств, в этом случае – транспортных, была обнаружена и для этих образцов были обнаружены в транспортных измерениях (см. рисунок 6). При фиксированных температуре ниже T_c и магнитном поле выше H_{c2} образец поворачивался в плоскости слоёв и снималась зависимость сопротивления. Полученные данные показали, что H_{c2} обладает выделенным направлением, которое либо параллельно, либо перпендикулярно одной из кристаллографических осей кристалла.

Обзор теории нематической сверхпроводимости.

Из анализа теоретической работы^[24] нашими коллегами Александром Львовичем Рахмановым и Рамилем Шарифулловичем Акзяновым была получена зависимость критического поля от ориентации магнитного поля в плоскости. Конкретно, искался минимум функционала Гинзбурга-Ландау для двухкомпонентного параметра порядка. В функционал Гинзбурга-Ландау были включены все члены, которые допускала симметрия системы, а также небольшое структурное искажение:

$$f_{GL} = f_{hom} + f_D + f_{SB},$$

f_{hom} – однородный член (2), где $A \propto T - T_c$, $u_1 > 0$, $u_2 < 0$, а $\eta = (\eta_1, \eta_2)$ – двухкомпонентный параметр порядка:

$$f_{hom} = A(|\eta_1|^2 + |\eta_2|^2) + u_1(|\eta_1|^2 + |\eta_2|^2)^2 + u_2(\eta_1^2 + \eta_2^2)^2$$

f_D – градиентный член, где $D_i = -i\partial_i - (2e/c)A_i$, а \mathbf{A} – электромагнитный вектор-потенциал:

$$f_D = J_1(D_i\eta_\alpha)^* D_i\eta_\alpha + J_3(D_z\eta_\alpha)^* D_z\eta_\alpha + J_4[|D_x\eta_1|^2 + |D_y\eta_2|^2 - |D_x\eta_2|^2 - |D_y\eta_1|^2 + (D_x\eta_1)^* D_y\eta_2 + (D_y\eta_1)^* D_x\eta_2 + (D_x\eta_2)^* D_y\eta_1 + (D_y\eta_2)^* D_x\eta_1]$$

f_{SB} – член, ответственный за структурное искажение:

$$f_{SB} = g\varepsilon_{xx} (|\eta_1|^2 - |\eta_2|^2)$$

Одним из результатов решения этого уравнения является формула для H_{c2} , приведённая ниже:

$$\frac{H_{c2}(\varepsilon_{xx}, \phi)}{H_{c2}(0)} = \frac{1 - a\varepsilon \cos 2\phi - \sqrt{(1 - a\varepsilon \cos 2\phi)^2 - (1 - a^2)(1 - \varepsilon^2)}}{1 + |a|}$$

где, $H_{c2}(0) = |A|/[\sqrt{|J_1 J_2|} (1 - |a|)]$ критическое поле при $\varepsilon_{xx} = 0$; $\epsilon = g\varepsilon_{xx}/(|A|\sqrt{|J_1 J_2|})$ и $a = J_4/2J_1$. В дальнейшем, эта формула будет сравниваться с экспериментом.

Методы измерений.

Рост кристаллов.

Образцы росли из расплава методом Бриджмана^[25]. Была выращена партия образцов с номинальным $x = 0.1, 0.15$ и 0.20 . Реальное содержание Sr в образцах соответствовало $x \approx 0.06$ и определялось, по видимому, растворимостью Sr в расплаве Bi_2Se_3 . Чистые Bi, Se и Sr высокого качества (99.999% для Bi и Se, 99.95% для Sr) в необходимых стехиометрических соотношения были загружены в кварцевую ампулу. Смесь в ампуле была разогрета до 850°C на 24 часа, с периодическим помешиванием. Далее расплав охлаждался до 650°C со скоростью 2°C в час, после чего следовал отжиг при 620° в течении 48 часов. В конце кристаллы закалялись в воде. Выращенные кристаллы обладали зеркальной поверхностью и легко раскалывались вдоль слоёв.

Монтаж образца.

Подбор кристаллов происходил в режиме постоянной обратной связи с рентгеноструктурным анализом. На каждом образце после роста снимались кривые качания в разных точках. На рисунке 7(с) показано, как в большом кристалле (рис. 7(а)) присутствует большое количество блоков, а ширина кривой качания порядка 2° . Каждая кривая замерена в различных точках образца.

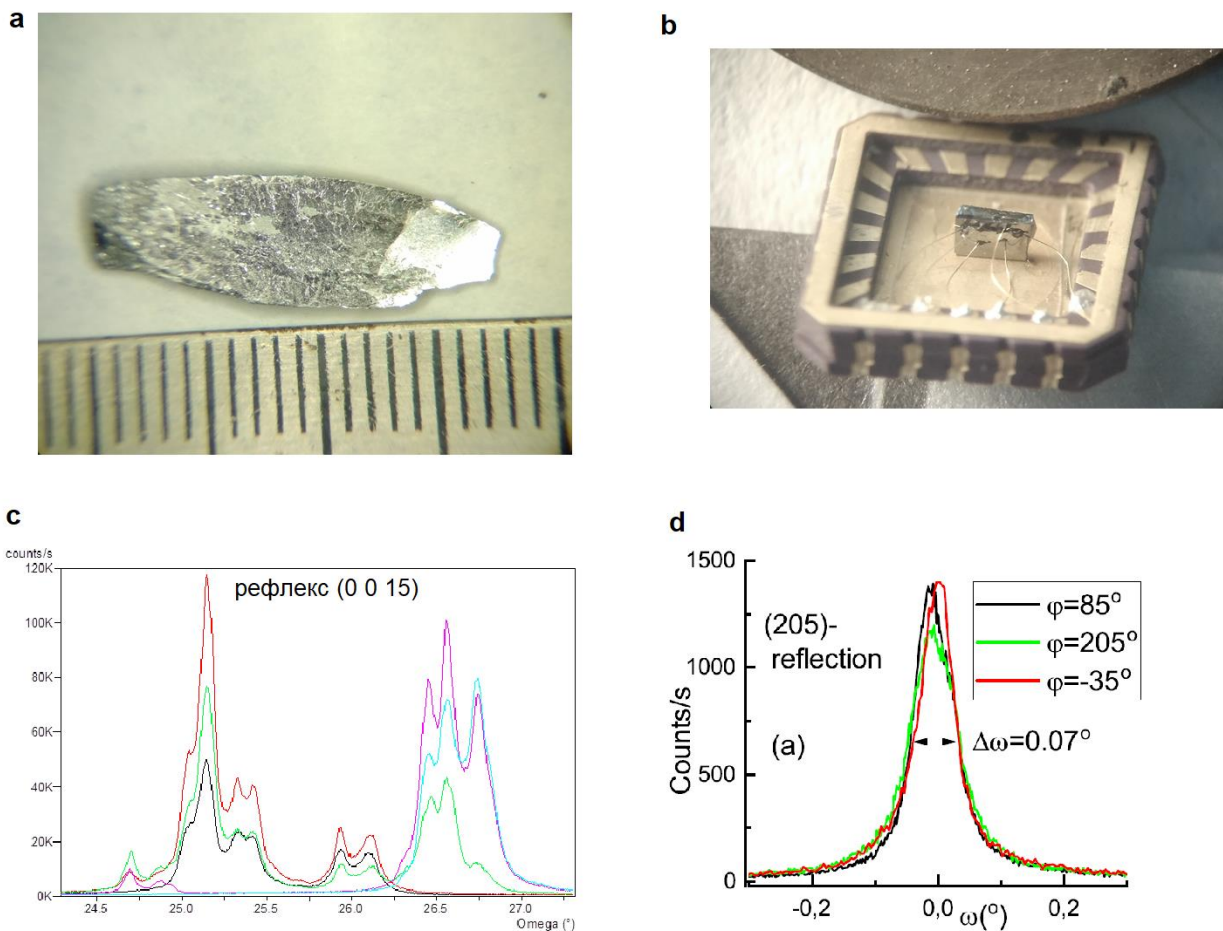


Рис. 7: (a) Фотография большого образца. (b) Фотография выколото от (a) образца. (c) Кривая качания на рефлекс (0 0 15). Кривые разного цвета соответствуют различным точкам образца, изображённого на (a). (d) Кривая качания на рефлекс (2 0 5) сколотого образца, изображённого на (b).

Если же выколоть маленький образец (рис. 7(b)), то может случиться так, что в образце останется один блок, для которого полуширина кривой качания $\Delta\omega \sim 0.07^\circ$, как показано на рисунке 7(d).

Далее, образец приклеивался к площадке криостата, к нему подводилась платиновая проволока толщиной 25мкм и концы её приклеивались графитовой проводящей пастой к образцу, образуя контакты с сопротивлением 20-100 Ом на контакт (при этом сопротивление образца – десятки мОм). Для некоторых

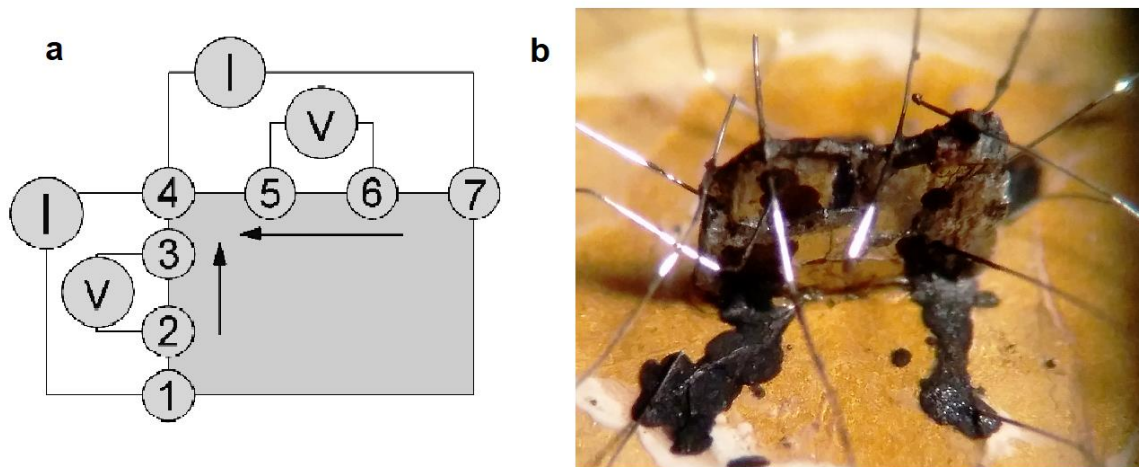


Рис. 87: (а) Схема измерений. (б) Фотография образца $Sr_{0.1}Bi_2Se_3$ #306-2 с обозначенными контактами.

образцов количество контактов позволяло измерения для различных направлений протекания тока. Образец выравнивался так, чтобы базальная плоскость образца и плоскость поворота были параллельны с точностью $\sim 3^\circ$. Образец #306В, смонтированный под криостат CFMS изображён на рисунке 8(б), цифрами указаны номера контактов, соответствующих схеме измерений на рисунке 8(а).

Транспортные измерения.

Для транспортных измерений использовались криостаты Quantum Design PPMS (Physical properties measurement system) с наименьшей возможной температурой образца 1.6К и наибольшим полем 9Т, Cryogenics CFMS (Cryogen free measurement system) с возможной температурой до 2К и полем до 16Т. Вставки для этих криостатов оборудованы платформой, которая может вращаться на $\sim 360^\circ$. Измерения проводились по 4-х точечной схеме, с большим количеством контактов для возможности изменения направления протекания

тока. Измерения разности потенциалов осуществлялись при помощи синхронных детекторов на частотах от 13 до 190 Гц с током до 500 мкА. Также было проверено, что образец не перегревается измерительным током: температура сверхпроводящего перехода не сдвигается, сигнал с синхронного детектора пропорционален приложенному току.

Измерения зависимости магнетосопротивления от направления магнитного поля в плоскости слоёв проводились при постоянном магнитном поле и стабилизированной с точностью в 0.1К температурой. Измерения зависимости магнетосопротивления от магнитного поля, как и измерения других групп^[2-6,8,9] проводились при фиксированной температуре и положении образца. Измерялась зависимость как для положительного, так и отрицательного направлений поля. Затем, данные симметризовались.

К магнетосопротивлению неизбежно добавляется примесь эффекта Холла, что выражается появлением первой гармоники $A\cos(\varphi) + B\sin(\varphi)$. Для этого существует две причины. Во-первых, выставить базальную плоскость образца идеально параллельно к плоскости вращения не представляется возможным. Во-вторых, конечные размеры неидеальных контактов на боковых гранях образца приводят к появлению компоненты тока, направленной вдоль оси *c*. Для типичного магнитного поля в 10Т и наклона образца в 3° значение перпендикулярной компоненты поля составляет 0.5Т. Исходя из результатов измерения эффекта Холла, оценка первого эффекта составляет 2% от ρ_{xx} . Это сопоставимо или меньше, чем значение первой гармоники, полученное в эксперименте. Поскольку величина измеряемого эффекта при измерениях выше T_c мала, мы вычитали из полученных результатов нижнюю гармонику $A\cos(\varphi) + B\sin(\varphi)$.

Появление перпендикулярной компоненты поля может привести к появлению второй гармоники $A\cos(2\varphi) + B\sin(2\varphi)$. Но поскольку даже при магнитном поле $\sim 10\text{T}$ магнетосопротивление составляет значение порядка процента, в поле $0,5\text{T}$ это значение станет в 40 раз меньше, считая зависимость параболической, мы считаем. Таким образом, мы считаем, что этот механизм несущественен.

Рентгеновская дифракция.

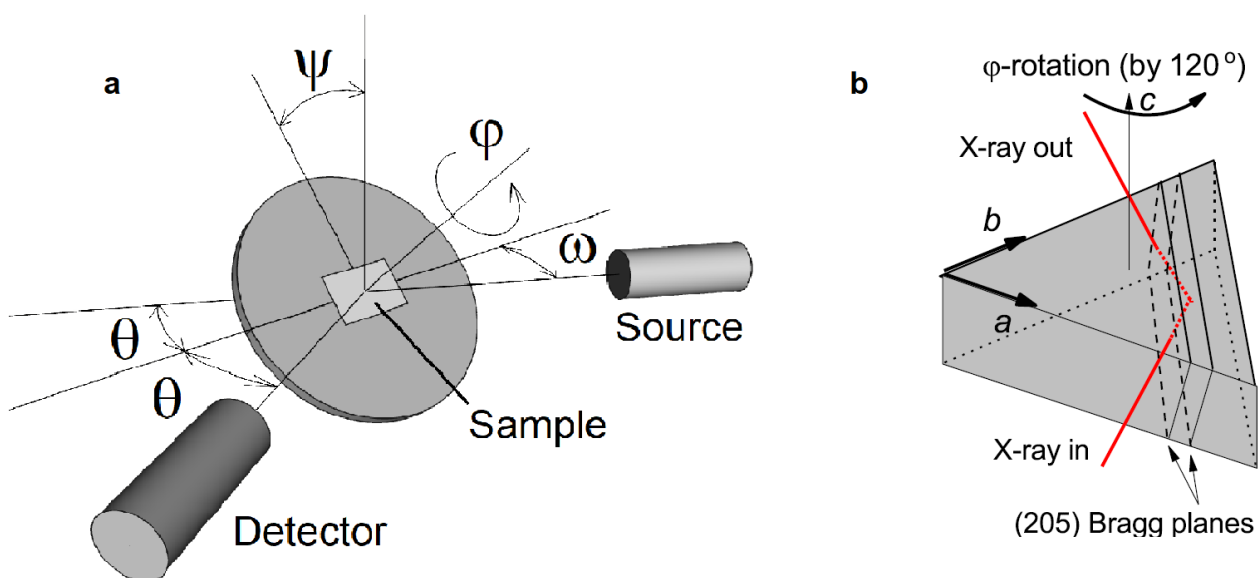


Рис. 8: (a) геометрия рентгеновского эксперимента (b) схематическое изображение образца и Брэгговский плоскостей интенсивного рефлекса (205)

Для рентгеноструктурного анализа образцов использовалась установка Panalytical XPert Pro MRD Extended с гибридным монохроматором и параболическим зеркалом и монокристаллическим $2\text{Ge}(220)$ монохроматором.

Сильные симметричные рефлексы $(0\ 0\ n)$ использовались в предыдущих работах по структурному исследованию $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ ^[10,14]. Но они чувствительны только к параметру решётки вдоль оси c , что не позволяет исследовать анизотропию в плоскости. Поэтому, мы использовали ассиметричные сильные

рефлексы (2 0 5) и (1 1 15). Эти рефлексы чувствителен также к параметру решётки a . Поскольку кристалл поглощает рентгеновские лучи, использовалась скользящая геометрия (см.Рисунок 9). Если бы решётка была недеформированной тригональной, то положения пиков отражения при $2\theta/\omega$ измерениях не изменялась бы при повороте на 120° , как показано на рисунке 9(b).

Поскольку исследуемые изменения параметра решётки очень малы, мы использовали детектор с тройным кристаллом анализатором 3xGe (220) для кривых($2\theta - \omega$) высокого разрешения. Перед измерением каждой ($2\theta - \omega$) кривой, образец поворачивался вокруг оси ψ . Точность измерения параметра решётки была лучше, чем 0.0001Å , ограниченная качеством кристаллов. Так как материал слоистый, то для удобства мы везде использовали индексы Миллера в гексагональном (а не тригональном) представлении. Для того, чтобы исключить эффекты температурного расширения, измерения проводились в комнате с системой контроля температуры воздуха при температуре $22.5 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

Результаты.

Рентгеновская дифракция.

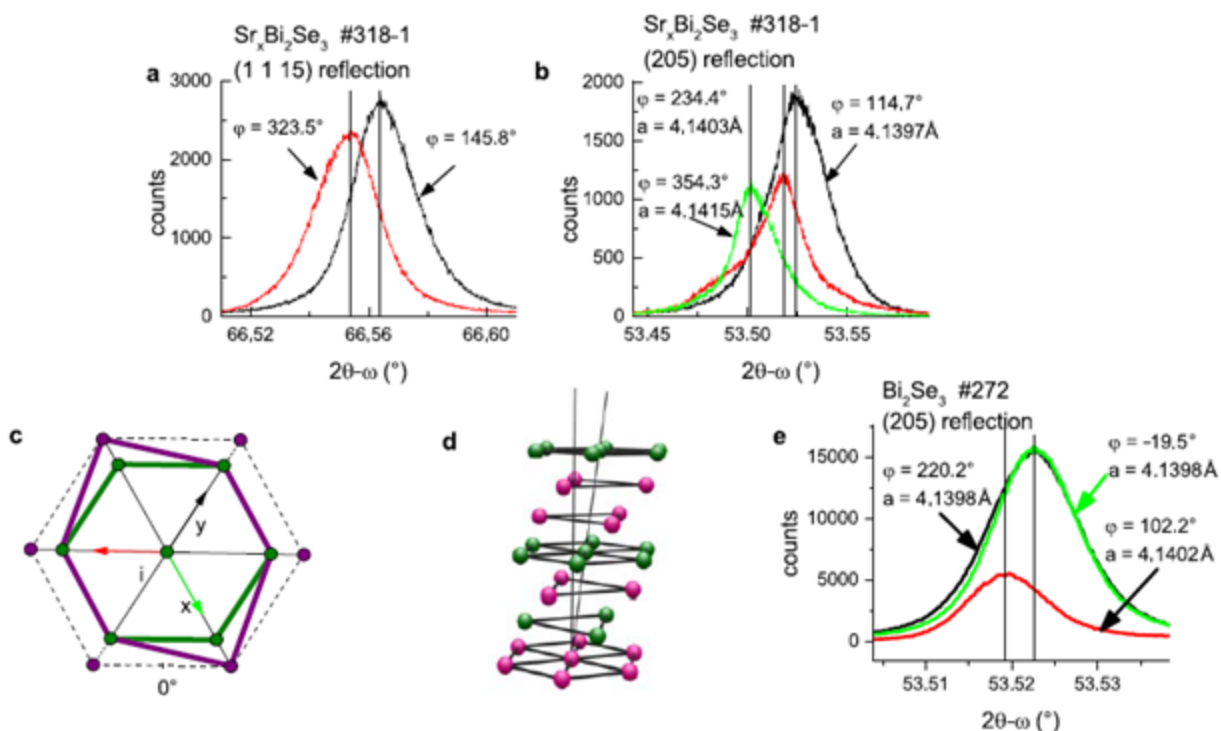


Рис. 9: Рентгеноструктурный анализ образца #318-1. Кривые сканирования $2\theta - \omega$ (a) для рефлекса с симметрией 6 порядка (1 1 15) и (b) для рефлекса (2 0 5), обладающего симметрией 3 порядка.

Для выбора подходящих образцов хорошего качества, на выращенных кристаллах проводились рентгеновские исследования. По результатам оценки по количеству пиков на кривой качаний, наши кристаллы $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ всегда состояли из блоков с характерными размерами 0.05 – 0.5 мм. Блоки обладали одинаковой структурой с разориентацией не больше чем 1° друг относительно друга и небольшим изменением параметра решётки c . Для транспортных измерений мы, в основном, выбирали кристаллы с наименьшим количеством блоков. Для этого возникала необходимость в образцах малого размера. На образцах, показавших наличие лишь одного доминирующего блока

проводились транспортные измерения. Мы считаем, что этот блок определяет транспортные свойства.

Очевидно, что в отсутствие искажений решётки максимумы на рефлексах (2 0 5) и (1 1 15) для разных азимутальных углов должны оставаться неизменными. Но во всех наших образцах эти пики сдвигались при повороте в плоскости образца. Изменение положения пика для рефлекса (2 0 5) (рисунок 10(b)) для углов $\varphi = 114.7^\circ$ и $\varphi = 354.3^\circ$ составляет примерно 0.02° , что соответствует удлинению вдоль оси a на 0.02%, что схематически показано на рисунке 10(c). Наблюдалось как уширение вдоль оси a относительно остальных параметров решётки в плоскости для образцов #315, #317s, #308 или сжатие вдоль оси a для образцов #306 и #317s7.

Подобные результаты измерений рентгеновской дифракции могут быть объяснены небольшим отклонением оси c от перпендикуляра к плоскости. Чтобы определить влияние этого фактора использовался рефлекс (1 1 15), номинальной имеющий ось симметрии 6 порядка. Если бы ось c не была наклонена, то положение максимумов рефлексов (1 1 15) и (-1 -1 15), полученные поворотом вокруг угла φ на 180° , должно быть одинаково. Но, как показано на рисунке, положение максимумов для рефлекса (1 1 15) ($\varphi = 145.8^\circ$) и рефлекса (-1 -1 15) ($\varphi = 323.5^\circ$) отличаются на 0.01° (рисунок 10(a)). Это соответствует наклону оси c на 0.005° в сторону искажённой оси a , что схематично изображено на рисунке 10(d). Таким образом, рентгеновская дифракция явно показывает наличие нарушения симметрии в системе. Для всех образцов были обнаружены искажения обоих типов. Параметр искажения $\Delta(a)/a$ имеет похожее значение для всех кристаллов.

Чтобы показать влияние интеркалированного Sr на вышеуказанные структурные искажения, для сравнения мы привели кривые $2\theta/\omega$ для чистого Bi_2Se_3 (рисунок 10(e)), выращенного при тех же условиях (температура, отжиг и закалка). Положение двух пиков совпадает, третий же сдвинут на небольшой угол, который соответствует удлинению на 0.002%. Это на порядок меньше, чем в допированных стронцием кристаллов. Это наблюдение доказывает влияние атомов Sr на анизотропию элементарной ячейки.

Блочная структура.

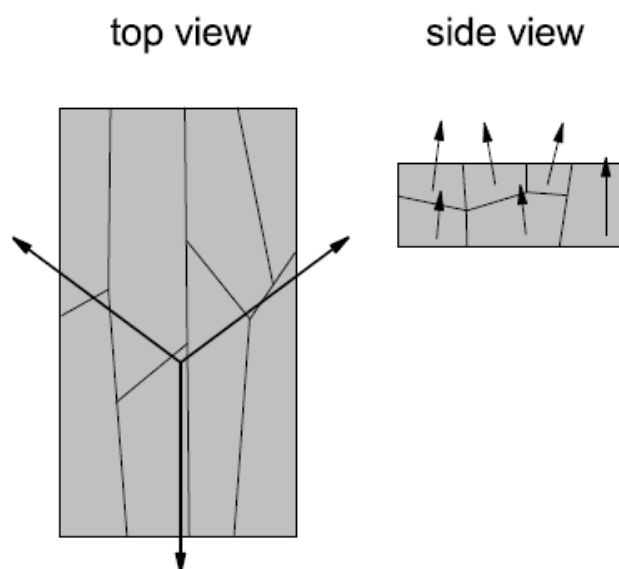


Рис. 10: Схематичное изображения блочной структура в базальной плоскости (слева) и в боковой плоскости (справа). Направление осей a одинаково в разных блоках, тогда как направление оси c изменяется от блока к блоку.

Кроме исследований структурных искажений внутри одного блока, было изучено угловое распределение блоков внутри кристалла. Для этого изучалась зависимость кривой качаний на рефлексе (1 1 15). На рисунке 12 показано, что ширина кривой, измеренной при $\varphi = 40^\circ$ меньше, чем ширина кривых для

соседних на 60° кривых. Поскольку уширение кривых определяется разориентацией блоков в соответствующих направлениях, то эти результаты рентгеновских измерений можно интерпретировать как блочную структуру, схематично показанную на рис. 11. Направление оси a одно и то же для всех блоков, но в то же время распределение по направлениям оси c более изменчиво от блока к блоку, что приводит к уширению кривой качания для $\varphi = -20^\circ$.

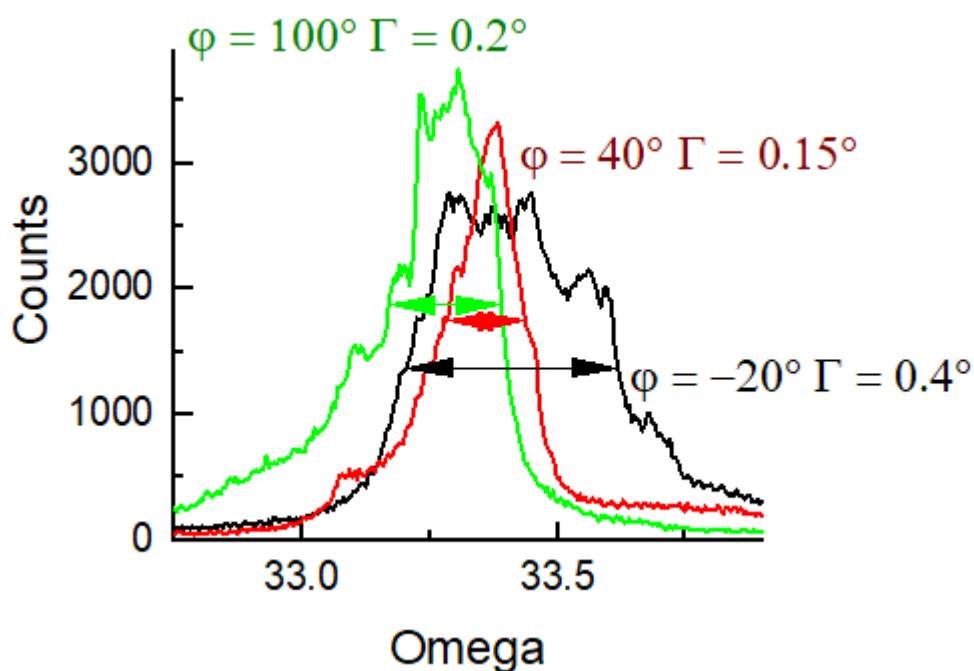


Рис. 11: Кривые качания на рефлексе (1 1 15) для образца #318.

Транспортные измерения:

Транспорт в сверхпроводящем состоянии:

Угловая зависимость сопротивления в резистивном (то есть находящимся на границе перехода из сверхпроводящего состояния в нормальное) состоянии повторила результаты предыдущих измерений: кривая зависимости представляет из себя «восьмерку» с осью симметрии 2 порядка. Направление

минимального сопротивления было либо параллельно, либо перпендикулярно одной из осей а решётки. Также это направление не чувствительно к

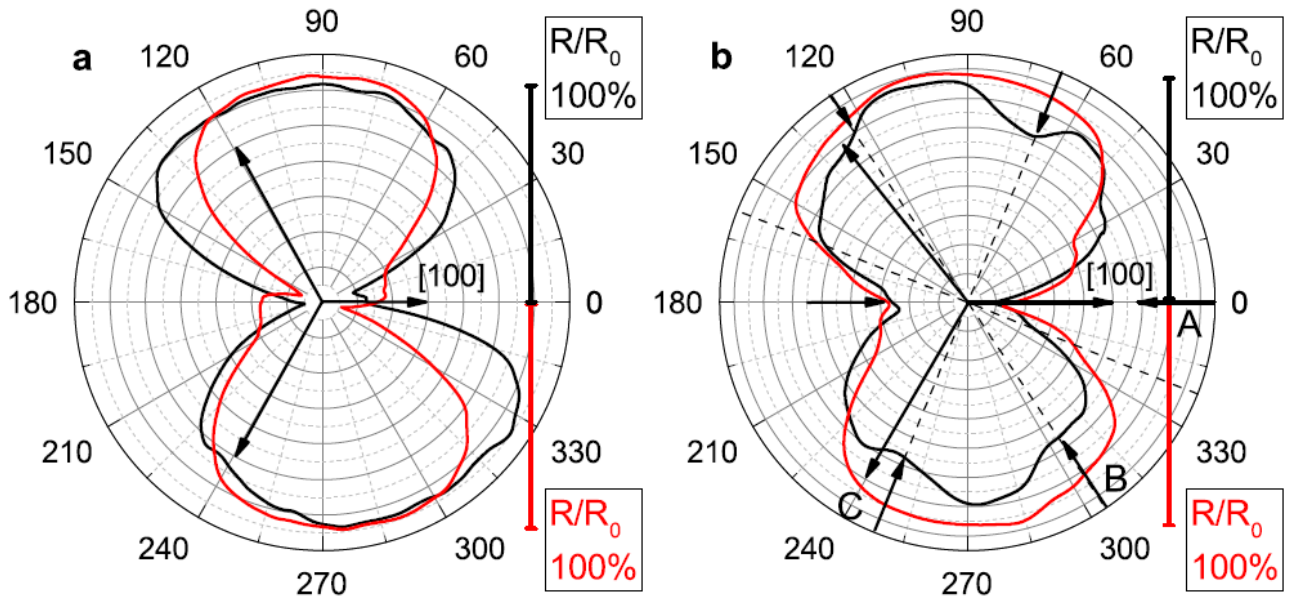


Рис. 12: Анизотропия сверхпроводимости. (а) Анизотропное сопротивление R_{7456} (красная линия) и R_{1423} (чёрная кривая) для маленького образца $Sr_{0.1}Bi_2Se_3$ #306-1 при $T = 2.3K$ и магнитном поле в плоскости $B = 0.8T$. (b) То же для большого образца $Sr_{0.1}Bi_2Se_3$ #306-2 при $B = 0.4T$. Стрелки, направленные к центру, показывают направления А, В и С минимумов сопротивления. Стрелки, направленные внутрь, - кристаллографические оси.

направлению протекания тока. Это сходится с предыдущими результатами исследования электронного транспорта^[5], где направление тока было перпендикулярно базальной плоскости, а также термодинамическими исследованиями^[3,9], и это было также подтверждено недавними исследованиями^[6]. На рисунке показаны полученные результаты для маленького образца #306-1: при параллельном направлении протекания тока (чёрная кривая) и при перпендикулярном направлении протекания тока (красная кривая).

Образцы, состоящие из нескольких блоков, как правило не демонстрировали однородность сверхпроводящих свойств: форма кривой часто отличалась от идеальной «восьмёрки». Подобная структура была обсуждена в [42]. Маленькие образцы ожидаемо показали более однородные результаты. В то время как измерения на большом образце #306-2 показали наличие зависимости от выбора контактов. На рисунке 13 черной и красной кривой показаны полученные результаты для разных направлений протекания тока. Для одного направления кривая имеет лишь глобальные максимумы и минимумы. В то время, как для другого направления кривая имеет также имеет 2 локальных минимума повёрнутых на 60° относительно основного (показано стрелками В, С на рисунке). Это явно указывает на наличие нескольких сверхпроводящих доменов в образце недалеко от контактов 1 и 2. Мы считаем, что разные домены соответствуют различным кристаллитам. В качестве другого примера многодоменной структуры кристаллов можно привести измерения намагниченности образцов $Nb_xBi_2Se_3$ ^[9]. Интересно, что в этой работе данные были видимо ошибочно интерпретированы как следствие перемешивания спонтанного нарушения симметрии сверхпроводимостью и симметрии 3 порядка от решётки.

Транспорт в нормальном состоянии.

Мы задались вопросом, проявляются ли структурные искажения в магнетотранспортных свойствах нормального состояния. В работе [6], идейно похожей на нашу, анизотропии нормального состояния не было обнаружено. По видимому, это связано с тем, что использовались слишком маленькие магнитные поля (до 1кЭ). Для дальнейшего изучения структурного нарушения симметрии были совершены детальные исследования магнетосопротивления для

температур выше T_c в существенно больших полях (до 15 Тесла) и в широком диапазоне температур от 5K до 200K. После вычитания примесной первой гармоники, связанной с паразитной добавкой от эффекта Холла (см. Методы) кривая зависимости сопротивления от угла поворота поля для большинства образцов представляла собой «восьмерку» и обладала осью симметрии 2 порядка.

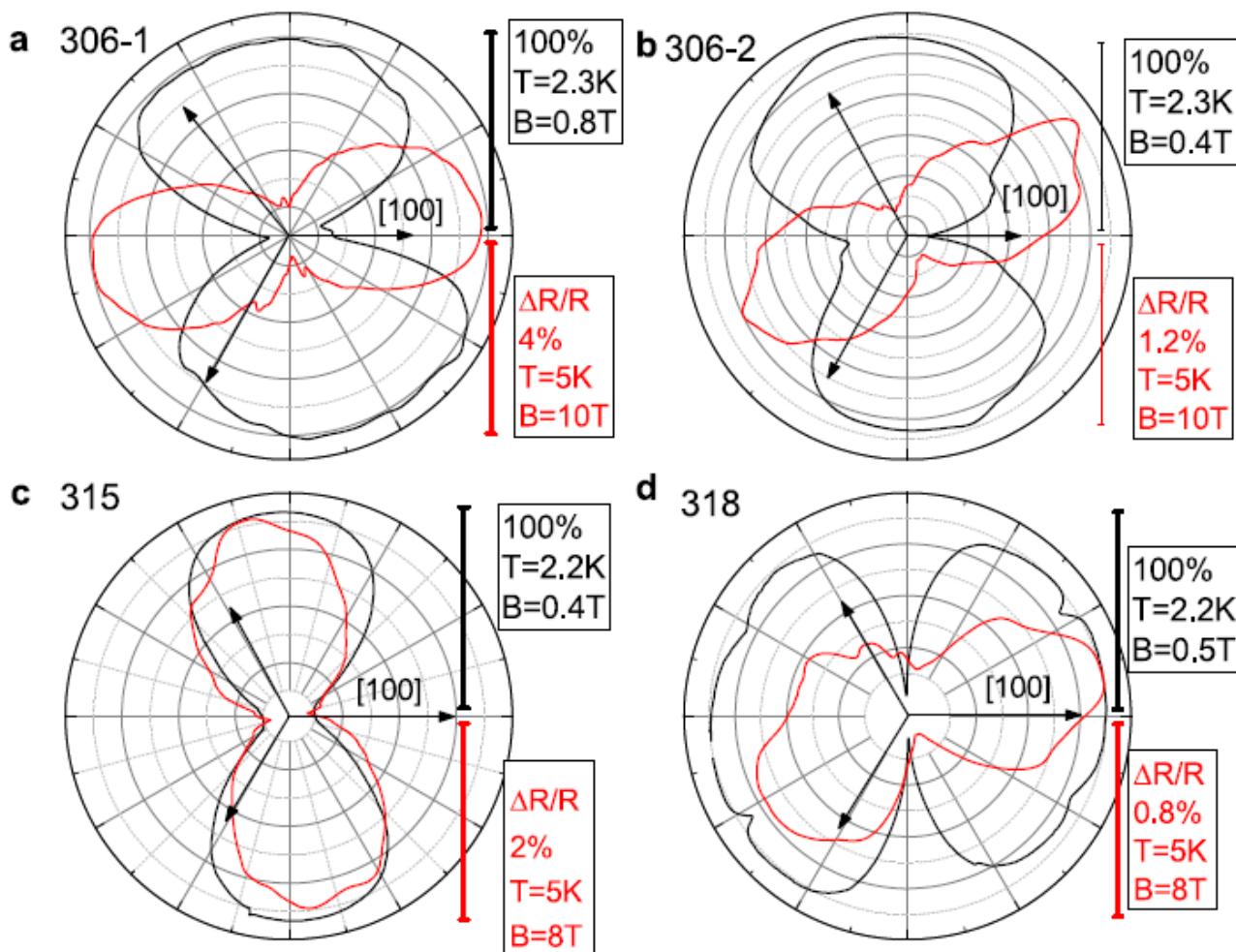


Рис. 13: (a-d) Анизотропия сверхпроводимости (красные кривые) и анизотропия магнетосопротивления.

Данные изображены на рисунке 14. Для системы, обладающей осью симметрии 3 порядка, введение тока также должно создавать выделенное направление.

Тем не менее, в монокристаллических образцах нами было установлено, что не только ориентация магнетосопротивления, но и его относительная величина не зависит от выбора направления протекания тока. Таким образом, было установлено, что направление на максимальное сопротивление выше T_c жёстко привязано к кристаллу, так же, как и направление на максимальное сопротивление ниже T_c . Угол разориентации между этими направлениями, тем не менее не демонстрировал универсальности: в большинстве образцов он составлял 90° ; для #315 образца – 0° ; для образцов, выколотых из кристалла #318 – 60° . Причина такого рассогласования в настоящий момент не установлена.

Из сравнения однодоменных и многодоменных образцов, отколотые от одного #306 образца, было обнаружено, что величина магнетосопротивления в однодоменном образце больше, чем в многодоменном. Это значит, что магнетосопротивление при температуре выше T_c определяется больше структурными искажениями, чем границами зёрен. В многодоменном образце #306-2 добавки от доменов с различной ориентацией ослабляют магнетосопротивления. Этот факт говорит о том, что магнетосопротивление в сверхпроводящем и в нормальном состояниях определяются одними и теми же структурными искажениями.

Связь структурного искажения и сверхпроводящей нематичности.

Каждый из образцов #317s, #317s9 и #317s7 сжат, недеформирован (вплоть до экспериментальной неточности) и растянут соответственно. В них мы исследовали зависимости критического поля H_{c2} от угла φ , где угол φ есть угол между искажённой осью и магнитным полем B в плоскости. H_{c2} измерялось при фиксированной температуре $T = 2.2\text{K}$. В различных положениях угла с шагом

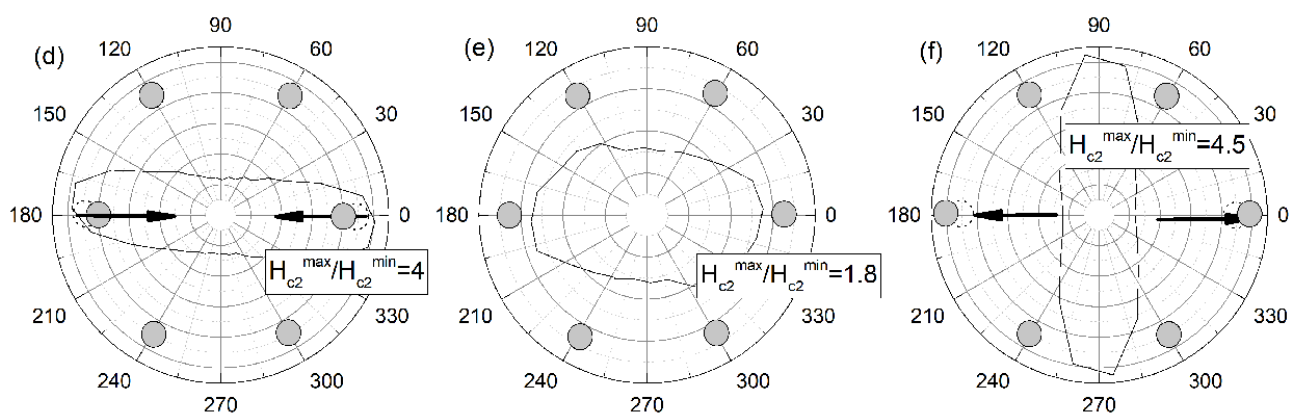


Рис. 14: Кривые зависимости критического поля H_{c2} для (а) сжатого образца #317s, (б) изотропного образца #317s9.

15° в интервале от 0° до 180° и с шагом 30° в интервале от 180° до 360° измерялась зависимость сопротивления от магнитного поля. Поле H_{c2} определялось по точке, где сопротивление было равно половине нормального сопротивления. Полученные результаты в полярной системе координат показаны на рисунке 15. В сжатом образце значение критического поля минимально тогда, когда направление магнитного поля перпендикулярно оси деформации, в то время как в растянутом образце H_{c2} максимально, когда \mathbf{B} параллельно оси деформации. Для обоих деформированных образцов параметр анизотропии $H_{c2}^{max}/H_{c2}^{min}$ порядка 4. Подобное соотношение было обнаружено во всех наших образцах. Для недеформированного в комнатной температуре образца нематичность также была обнаружена, но со значительно меньшим параметром анизотропии $H_{c2}^{max}/H_{c2}^{min} = 1.8$. Причина наличия анизотропии связано либо со спонтанным нарушением симметрии, либо недостаточной точности измерения деформации. Такое поведение блестяще согласуется с теоретическим предсказанием по формуле, выведенной теорией, показанном на рисунке 15. пунктирной линией. Если положить параметр деформации ϵ в растянутом образце равным 0.5, а в сжатом - равным -0,5, то

полученное согласие не только качественное, но и количественное. Это наблюдение является центральным результатом работы и одним из немногих имеющихся на сегодняшний день экспериментальных проявлений сверхпроводимости с нечетным спариванием.

Феноменология магнетосопротивления в нормальном состоянии.

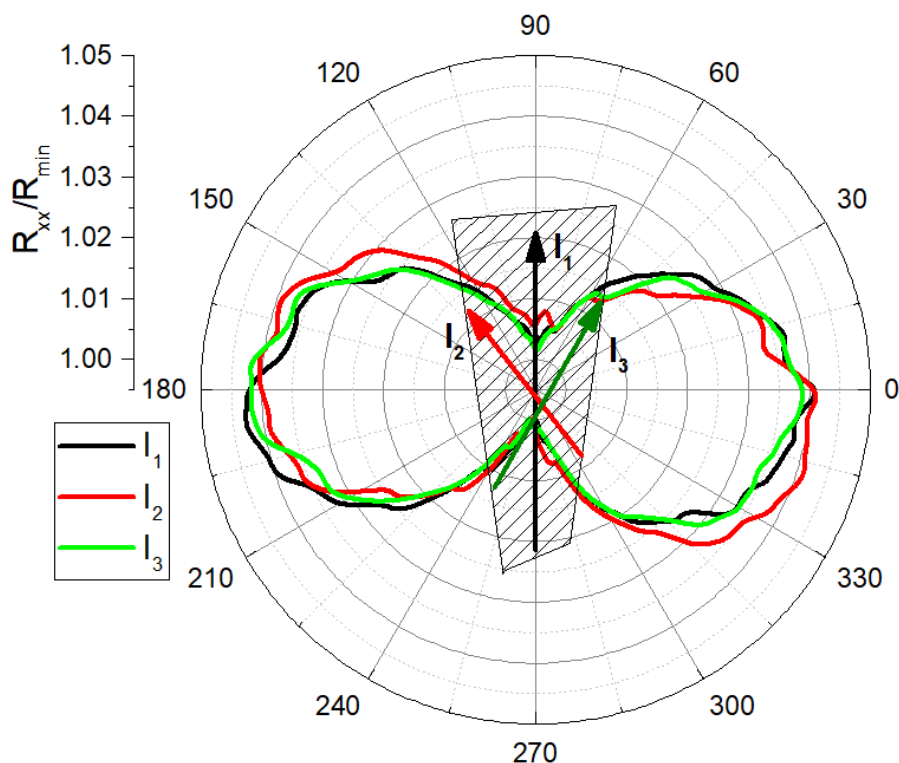


Рис. 166: Зависимость сопротивления от угла поворота магнитного поля в нормальном состоянии при $T = 5K$. Цвета кривых соответствуют цветам стрелок направления тока.

Для образца 317s детально измерялось зависимость эффекта в нормальном состоянии от различных направлений протекания тока. Для этого к образцу приклеивалось большое количество контактов. Затем для трёх различных пар токовых и потенциальных контактов проводились стандартные

измерения зависимости магнетосопротивления для $T > T_c$ от угла поворота магнитного поля. Конфигурация контактов позволила снять зависимости для 3 направлений тока: вдоль образца и по 45° от первого направления. На рисунке 16 показаны полученные данные в виде R/R_{min} . Это ещё одно подтверждение тому, что величина и направление «восьмёрки» не зависит от выбора контактов.

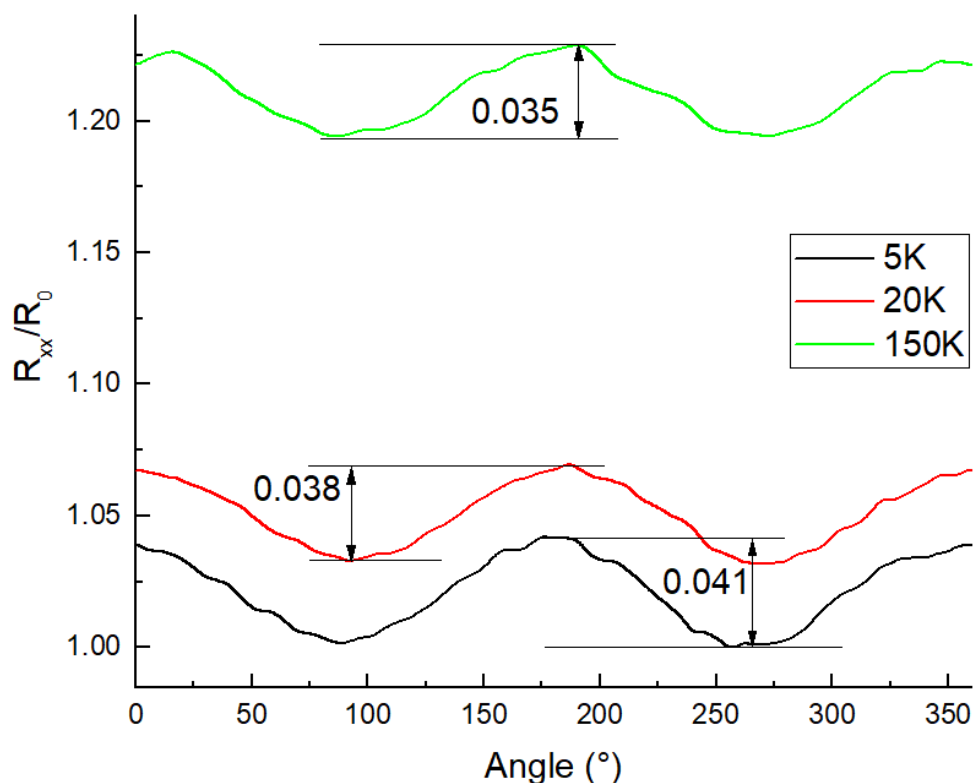


Рис. 17: Зависимость кривых анизотропии сопротивления выше T_c от температуры.

На том же образце была проведена серия измерений зависимости магнетосопротивления выше T_c от угла поворота поля для температур 5K, 20K и 150K. На рисунке 17 данные приведены в величинах R/R_0 , где R_0 – сопротивление при минимальной температуре в нормальном состоянии. На фоне температурного роста сопротивления из-за рассеяния на фононах, амплитуда второй гармоники анизотропного магнетосопротивления практически не

изменяется с температурой. Это говорит в пользу того, что структурные искажения кристалла, которые определяют анизотропию нормального магнетотранспорта, не зависят от температуры. Это значит, что наблюдаемые методами рентгеновской дифракции при комнатной температуре искажения остаются неизменными вплоть до низких температур; в системе не происходит фазовых переходов и дополнительного понижения симметрии.

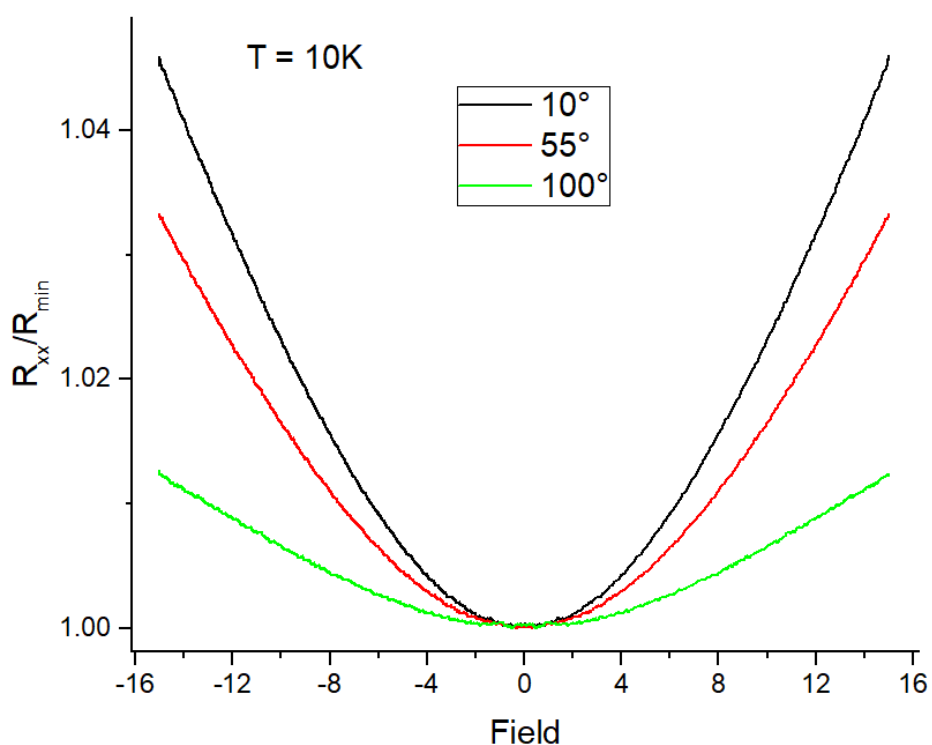


Рис. 18: Зависимость сопротивления от магнитного поля для одноблочного образца #317 при температуре 10К. Чёрная кривая соответствует положению максимального, зелёная – минимального сопротивления на «восьмёрке» выше T_c . Красная кривая – промежуточное положение.

Измерения зависимости сопротивления от магнитного поля для различных его направлений (вдоль направлений максимума, минимума и

среднего направления угловой зависимости сопротивления) показали, что для однодоменных образцов зависимость примерно квадратична (см. рисунок 18). Для многодоменных образцов ситуация меняется. Измерения на образце #306-2 показали сложную немонотонную зависимость, с отрицательным магнетосопротивлением в малых полях (см. рисунок 19(b)). Таким образом, отрицательное магнетосопротивление, по-видимому, связано с границами зёрен. Также в литературе обсуждаются другие механизмы: квазидвумерное поведения спектра (Lahoud et al в $\text{Cu}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ [36]); (ii) сильное спин-орбитальное взаимодействие, характерное для халькогенидов висмута, эффекты памяти, [37] магнетосопротивление, вызванное фазой Берри^[38].

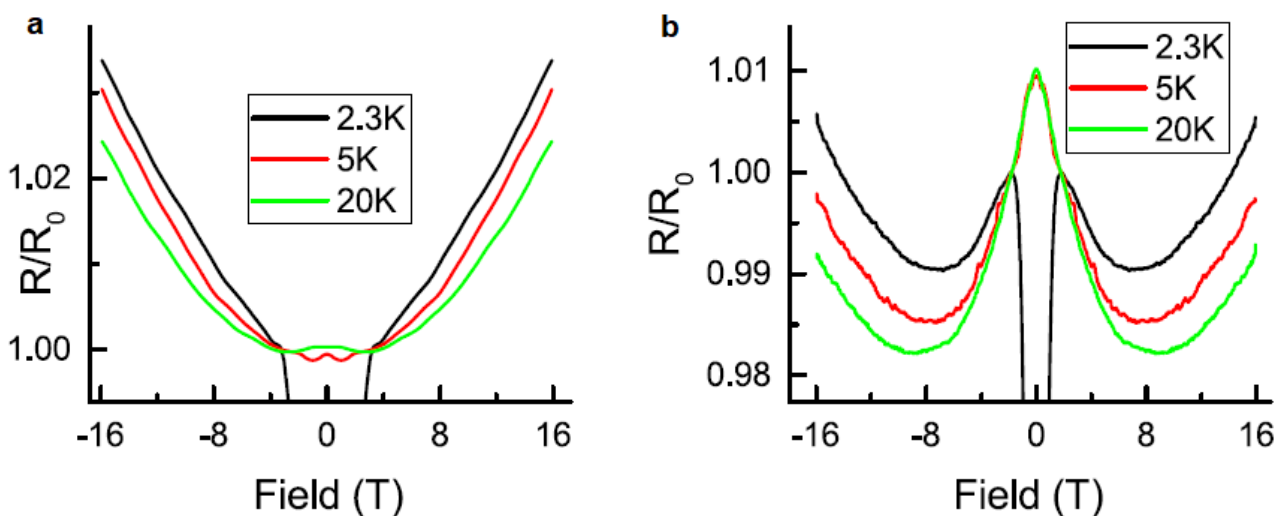


Рис. 19: Зависимость сопротивления от магнитного поля для (a) маленького одноблочного образца #306s, (b) – для большого образца #306B для разных температур.

В многоблочных образцах, несмотря на практически одинаковую кристаллическую ориентацию блоков, может наблюдаться большой разброс направления нематичности от блока к блоку. На рисунке 20 показаны кривые зависимости магнетосопротивления ниже T_c от угла для большого, сильно

многоблочного образца, которые показывают сложность возможных относительных ориентаций блоков: существуют домены с почти перпендикулярной ориентацией и домены, повернутые на угол 60° . Панели (a) и (b) показывают кривые магнетосопротивления для перпендикулярных направлений тока. Видно, что положения локальных минимумов совпадают, но амплитуда совершенно разная. Это связано с тем, что путь протекания тока проходит по разным доменам.

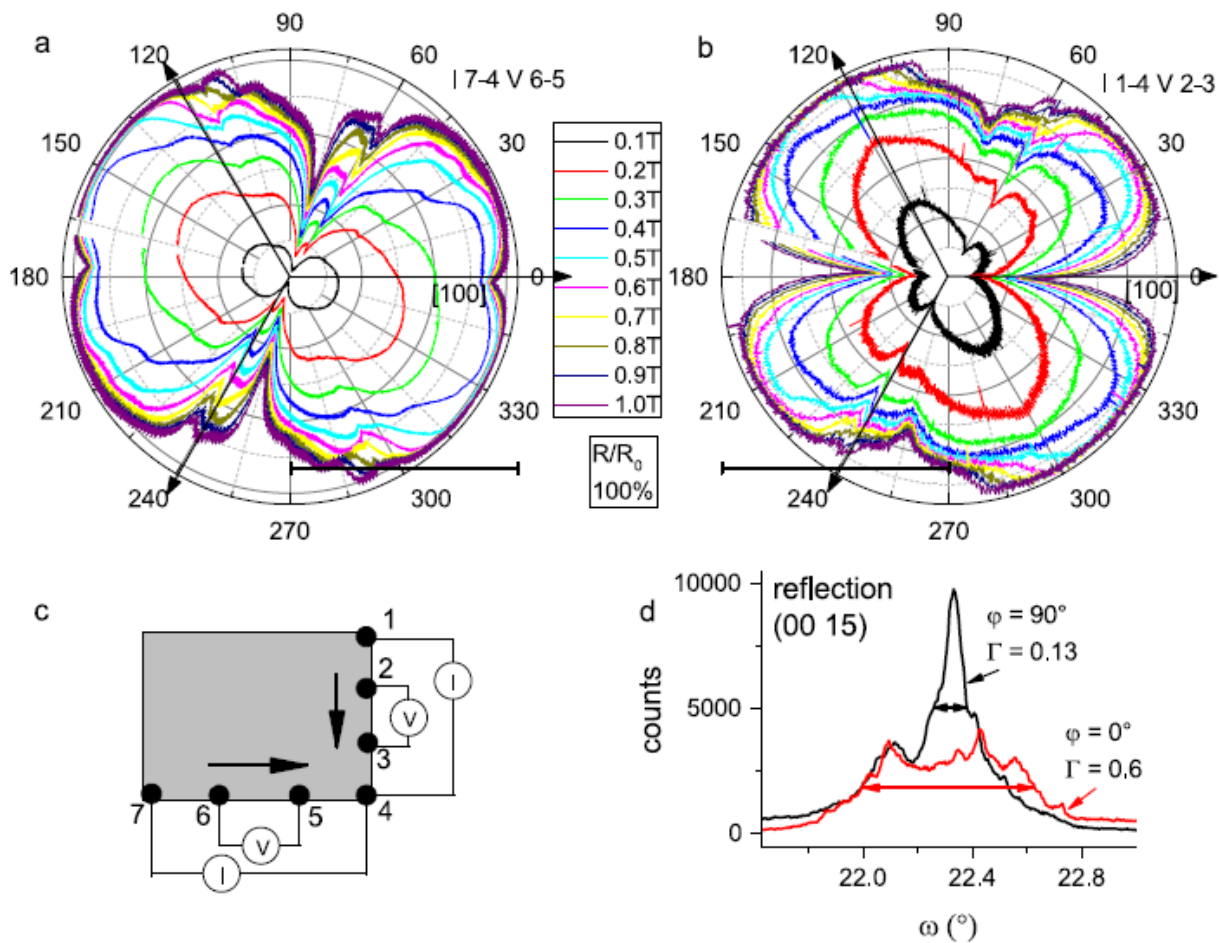


Рис. 19: Анизотропия магнетосопротивления ниже T_c для сильно многоблочного образца. (a), (b) – кривые для перпендикулярных направлений тока. (c) – Схема измерений. (в) Кривые качания на рефлексе (0 0 15) на этом образце для взаимно перпендикулярных направлений.

Измерения осциллирующей Шубникова-де-Гааза.

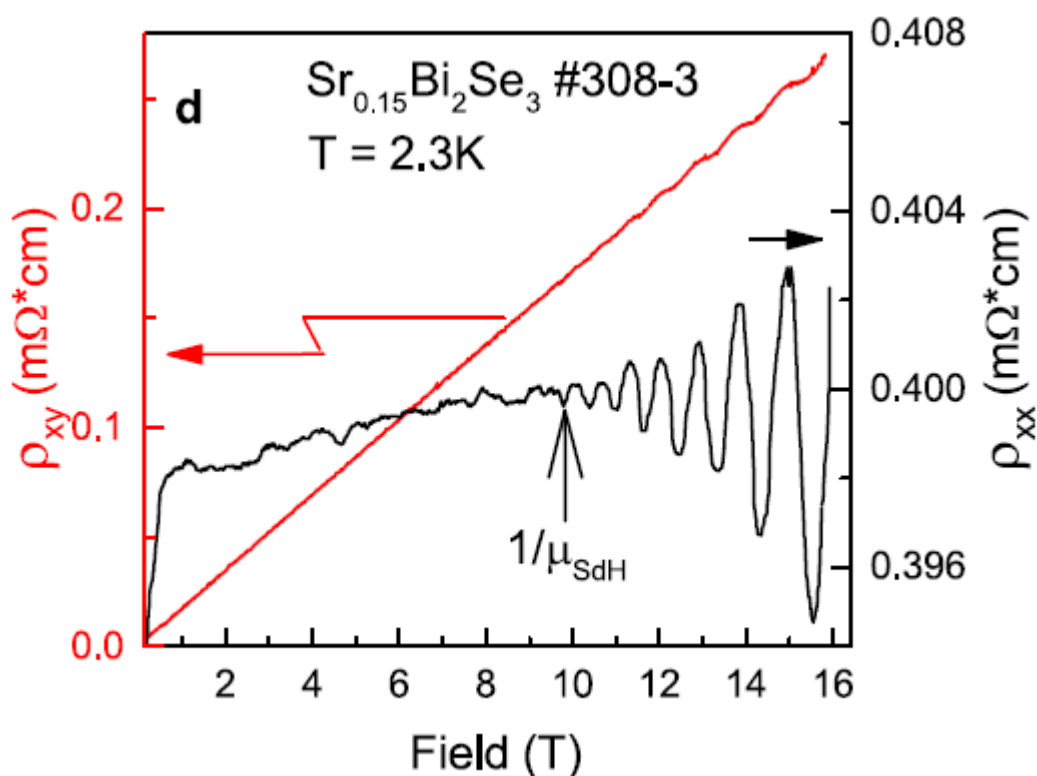


Рис. 20: Зависимость магнетосопротивления образца #308-3 от магнитного поля, направленного перпендикулярно базальной плоскости. Красная кривая – холловское сопротивление ρ_{xy} . Чёрная кривая – сопротивление ρ_{xx} .

Другое подтверждение роли границ зёрен появилось из измерений магнетотранспорта в перпендикулярном магнитном поле. На рисунке 21 показано магнетосопротивление и холловское сопротивление при 2K для образца $\text{Sr}_{0.15}\text{Bi}_2\text{Se}_3$ #308-3. Холловская подвижность $\mu_{Hall} = 400 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ определяется отношением холловского наклона к удельному сопротивлению. В то же время, подвижность, определённая по началу осцилляций Шубникова-де-Гааза $\mu_{SdH} \sim 1/B_{ons} = 1000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$. В однокомпонентной системе обе подвижности определяются одними и теми же процессами рассеяния и μ_{SdH}/μ_{Hall} должно быть меньше, чем 2. В нашем случае, $\mu_{SdH}/\mu_{Hall} \sim 2.5$. Это указывает на то, что границы зёрен добавляют высокое сопротивление, в то

время как в чистых кристаллитах происходят интенсивные магнитные осцилляции, которые начинаются с относительно низких полей. Таким образом объясняется большое соотношение μ_{sdH}/μ_{Hall} .

Найдена корреляция для направления H_{c2} и направлением деформации кристалла: направление максимального H_{c2} оказывалось либо перпендикулярно (1), либо параллельно (2). Дальнейшие исследования показали, что для сжатых образцов проявляется случай (1), а для растянутых – случай (2). Направление максимального сопротивления при температурах выше T_c оказывалось фиксированной для каждого образца и бывало перпендикулярно, параллельно или повёрнуто на 30° .

Морфология поверхности.

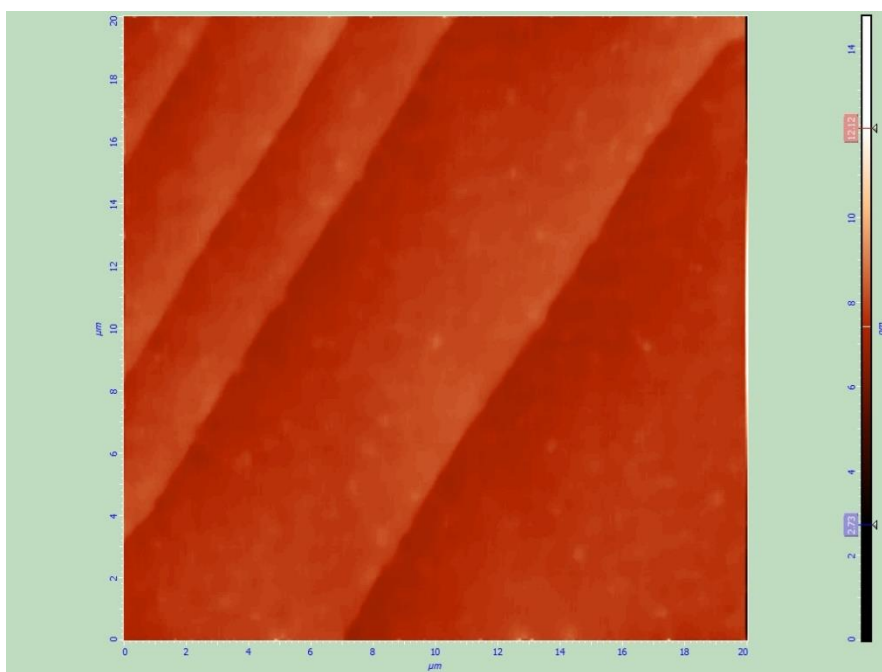


Рис. 21: Топографическая карта скола монокристалла $Sr_xBi_2Se_3$ на масштабе 20×20 мкм

На сколе кристалла $Sr_xBi_2Se_3$ также проводились измерения на атомно-силовом микроскопе Solver. Игла была наведена на участок ровной зеркальной

поверхности, затем снята карта высоты на масштабе 20x20 мкм (рисунок 22). Масштабы по высоте – от 0 до 10 нм. Ступени обладают характерным размером 1нм, что близко к толщине квинтслоя.

Обсуждение.

Полученные результаты говорят о том, что в соединениях состава $Sr_xBi_2Se_3$ существует структурные деформации, приводящие к появлению выделенного направления для различных свойств при приложении магнитного поля в плоскости слоев. Рентгеновские данные показывают подобную деформацию. Удивительным кажется тот факт, что деформация порядка 0.02% слишком мала, чтобы обеспечить параметр анизотропии $H_{c2}^{max} / H_{c2}^{min}$ от 2 до 8. Также измерения вне сверхпроводящего состояния говорят о том, что выделенное направление существует структурно. То, что корреляция между направлениями максимального магнетосопротивления в нормальном и резистивном состоянии не однозначна, указывает на то, что помимо деформации решетки в плоскости, есть и другие факторы анизотропии, не различимые методами рентгеновской дифракции. Примером могут служить корреляции в расположении атомов стронция или линейные дефекты.

В любом случае, нам представляется большой экспериментальной удачей, что во всех образцах удалось установить однозначно соответствующую теории связь направления структурного искажения и сверхпроводящей нематичности. Мы считаем, что в дальнейшем открывается путь управления этим удивительным явлением при помощи внешнего одноосного сжатия.

Выводы.

Наши результаты показывают, что, хотя структура кристаллов $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ очень близка к тетрадимиту (пространственная группа $R\bar{3}m$), в ней существуют небольшие структурные искажения, которые существенно определяют анизотропию транспортных свойств (так называемую «нематичность») как в нормальном, так и в сверхпроводящем состояниях. Получены следующие результаты:

- (1) направление нематичности сверхпроводящих свойств $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$, определяется тем, сжат или растянут образец в плоскости: в растянутом образце направление на максимальное H_{c2} параллельно оси деформации, в сжатом – перпендикулярно. Такое поведение находится в полном согласии с теорией двухкомпонентной нематической топологической сверхпроводимости.
- (2) В нормальном состоянии также наблюдается анизотропия магнетосопротивления в магнитном поле, параллельном базальной плоскости: анизотропное магнетосопротивление положительно, не зависит от направления протекания транспортного тока и температуры.
- (3) Кристаллы $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ имеют блочное строение, латеральный размер блоков может достигать до 1мм. При этом, ориентация блоков также имеет анизотропию, а границы блоков оказывают существенное влияние на транспортные свойства кристаллов.
- (4) Сравнение $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ с кристаллами Bi_2Se_3 показывает, что источником структурной и транспортной анизотропии являются атомы стронция.

Полученные результаты опубликованы в работе [39] и частично в работе [43]. Также, ещё одна статья готовится к публикации.

Благодарности.

Хочу поблагодарить своего научного руководителя, Кунцевича Александра Юрьевича, за помощь, наставничество и терпение в трудном пути науки. Также, хочу поблагодарить своих коллег и друзей, Крючкова Дениса и Волошенюка Сергея, за моральную поддержку в трудную минуту, за вдохновение к достижению нового.

Библиография.

- [1] Levy N, Zhang T, Ha J, Sharifi F, Talin A A, Kuk Y and Stroscio J A 2013 Experimental evidence for s-wave pairing symmetry in superconducting $Cu_xBi_2Se_3$ single crystals using a scanning tunneling microscope Phys. Rev. Lett. 110 117001
- [2] Matano K, Kriener M, Segawa K, Ando Y and Zheng G 2016 Spin-rotation symmetry breaking in the superconducting state of $Cu_xBi_2Se_3$ Nat. Phys. 12 852–4
- [3] Yonezawa S, Tajiri K, Nakata S, Nagai Y, Wang Z, Segawa K, Ando Y and Maeno Y 2017 Thermodynamic evidence for nematic superconductivity in $Cu_xBi_2Se_3$ Nat. Phys. 13 123
- [4] Pan Y, Nikitin A M, Araizi G K, Huang Y K, Matsushita Y, Naka T and de Visser A 2016 Rotational symmetry breaking in the topological superconductor $Sr_xBi_2Se_3$ probed by upper-critical field experiments Sci. Rep. 6 28632
- [5] Du G, Li Y, Schneeloch J, Zhong R D, Gu G, Yang H, Lin H and Wen H-H 2017 Superconductivity with two-fold symmetry in topological superconductor $Sr_xBi_2Se_3$ Sci. China Phys., Mech. Astron. 60 037411
- [6] Smylie M P et al 2018 Superconducting and normal-state anisotropy of the doped topological insulator $Sr_{0.1}Bi_2Se_3$ Sci. Rep. 8 7666

- [7] Tao R, Yan Y-J, Liu X, Wang Z-W, Ando Y, Zhang T and Feng D-L 2018 Direct visualization of the nematic superconductivity in $\text{Cu}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ arXiv:1804.09122
- [8] Shen J, He W-Y, Yuan N F Q, Huang Z, Cho C-W, Lee SH, Hor Y S, Law K T and Lortz R 2017 Nematic topological superconducting phase in Nb-doped Bi_2Se_3 npj Quantum Mater. 2 59
- [9] Asaba T, Lawson B J, Tinsman C, Chen L, Corbae P, Li G, Qiu Y, Hor Y S, Fu L and Li L 2017 Rotational symmetry breaking in a trigonal superconductor Nb-doped Bi_2Se_3 Phys. Rev. X7 011009
- [10] Liu Z, Yao X, Shao J, Zuo M, Pi L, Tan S, Zhang C and Zhang Y 2015 Superconductivity with topological surface state in $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ J. Am. Chem. Soc. 137 10512
- [11] Nikitin AM, Pan Y, Huang YK, Naka T and de Visser A 2016 High-pressure study of the basal-plane anisotropy of the upper critical field of the topological superconductor $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ Phys. Rev. B 94 144516
- [12] Smylie MP et al 2017 Robust odd-parity superconductivity in the doped topological insulator $\text{Nb}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ Phys. Rev. B 96 115145
- [13] Du G et al 2017 Drive the dirac electrons into cooper pairs in $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ Nat. Commun. 8 14466
- [14] Shruti, Maurya VK, Neha P, Srivastava P and Patnaik S 2015 Superconductivity by Sr intercalation in the layered topological insulator Bi_2Se_3 Phys. Rev. B 92 020506(R)
- [15] Huang H, Gu J, Tan M, Wang Q, Ji P and Hu X 2017 Degradation of topological surface state by nonmagnetic S doping in $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$ Sci.Rep. 7 45565
- [16] Kobayashi K, Ueno T, Fujiwara H, Yokoya T and Akimitsu J 2017 Unusual upper critical field behavior in Nb-doped bismuth selenides Phys. Rev. B 95 180503(R)

- [17] Ribak A, Chashka KB, Lahoud E, Naamneh M, Rinott S, Ein-Eli Y, Plumb NC, Shi M, Rienks E and Kanigel A 2016 Internal pressure in superconducting Cu-intercalated Bi₂Se₃ Phys. Rev. B 93 064505
- [18] Li Z et al 2018 Possible structural origin of superconductivity in Sr-doped Bi₂Se₃ Phys. Rev. Mater. 2 014201
- [19] Neupane M et al 2016 Electronic structure and relaxation dynamics in a superconducting topological material Sci. Rep. 6 22557
- [20] Fu L and Berg E 2010 Odd-parity topological superconductors: theory and application to CuxBi₂Se₃ Phys. Rev. Lett. 105 097001
- [21] Michaeli K and Fu L 2012 Spin-orbit locking as a protection mechanism of the odd-parity superconducting state against disorder Phys. Rev. Lett. 109 187003
- [22] Sasaki S, Kriener M, Segawa K, Yada K, Tanaka Y, Sato M and Ando Y 2011 Topological superconductivity in CuxBi₂Se₃ Phys. Rev. Lett. 107 217001
- [23] Venderbos JWF, Kozii V and Fu L 2016 Identification of nematic superconductivity from the upper critical field Phys. Rev. B 94 180504(R)
- [24] Fu L 2014 Odd-parity topological superconductor with nematic order: application to CuxBi₂Se₃ Phys. Rev. B 90 100509(R)
- [25] Aleshchenko Y A, Muratov AV, Pavlova VV, Selivanov YG and Chizhevskii EG 2014 Infrared spectroscopy of Bi₂Te₂Se JETP Lett. 99 187
- [26] Castellani E and Ismael J 2016 Which Curie's principle? Phil. Sci. 83 1002–13 12 New J. Phys. 20 (2018) 103022 A Y Kuntsevich et al
- [27] Hecker M and Schmalian J 2018 Vestigial nematic order and superconductivity in the doped topological insulator CuxBi₂Se₃ npj Quantum Mater. 3 26
- [28] Bond WL 1976 Crystal Technology (New York: Wiley)
- [29] Schwartz A, Kumar M, Adams B and Field D (ed) 2009 Electron Backscatter Diffraction in Materials Science 2nd edn (New York: Springer)

- [30] Stangl J, Mocuta C, Diaz A, Metzger TH and Bauer G 2009 X-ray diffraction as a local probe tool *ChemPhys Chem* 10 2923
- [31] Kuntsevich A Y, Shupletsov AV and Minkov GM 2018 Simple mechanisms that impede the Berry phase identification from magnetooscillations *Phys. Rev. B* 97 195431
- [32] Das Sarma S and Stern F 1985 Single-particle relaxation time versus scattering time in an impure electron gas *Phys. Rev. B* 32 8442
- [33] Sun J P et al 2016 Dome-shaped magnetic order competing with high-temperature superconductivity at high pressures in FeSe *Nat. Commun.* 7 12146
- [34] Willa K, Willa R, Song KW, Gu GD, Schneeloch J A, Zhong R, Koshlev A E, Kwok W-K and Welp U 2018 Nanocalorimetric evidence for nematic superconductivity in the doped topological insulator $\text{Sr}_{0.1}\text{Bi}_2\text{Se}_3$ [arXiv:1807.11136](https://arxiv.org/abs/1807.11136)
- [35] Tarakina NV et al 2014 Suppressing twin formation in Bi_2Se_3 thin films *Adv. Mater. Interfaces* 1 1400134
- [36] Lahoud E et al 2013 Evolution of the Fermi surface of a doped topological insulator with carrier concentration *Phys. Rev. B* 88 195107
- [37] Dmitriev A, Dyakonov M and Jullien R 2002 Anomalous low-field classical magnetoresistance in two dimensions *Phys. Rev. Lett.* 89 266804
- [38] Dai X, Du Z Z and Lu H-Z 2017 Negative magnetoresistance without chiral anomaly in topological insulators *Phys. Rev. Lett.* 119 166601
- [39] A. Y. Kuntsevich, M. A. Bryzgalov, V. A. Prudkoglyad, V. P. Martovitskii, Y. G. Selivanov, and E. G. Chizhevskii, Structural distortion behind the nematic superconductivity in $\text{Sr}_x\text{Bi}_2\text{Se}_3$, *New Journal of Physics*, 20, 103022 (2018).
- [40] Y. Ando Topological insulator materials, *J. Phys. Soc. Jpn.* 82, 102001 (2013)
- [41] X.-L. Qi and S.-C. Zhang, *Rev. Mod. Phys.* 83, 1057 (2011).

- [42] Yonezawa, Shingo. 2019. "Nematic Superconductivity in Doped Bi_2Se_3 Topological Superconductors." *Condens. Matter* 4, no. 1: 2 (2019)
- [43] S. O. Volosheniuk, Yu. G. Selivanov, M. A. Bryzgalov, V. P. Martovitskii, and A. Yu. Kuntsevich Effect of Sr doping on structure, morphology, and transport properties of $\text{Bi}_{22}\text{Se}_{33}$ epitaxial thin films *Journal of Applied Physics* **125**, 095103 (2019) [Qu2012, Wang2012, Wang2013, Finck2014]
- [44] K. Kirshenbaum, P. S. Syers, A. P. Hope, N. P. Butch, J. R. Jeffries, S. T. Weir, J. J. Hamlin, M. B. Maple, Y. K. Vohra, and J. Paglione, Pressure-induced unconventional superconducting phase in the topological insulator Bi_2Se_3 , *Phys. Rev. Lett.* **111**, 087001 (2013).
- [45] K. Matsubayashi, T. Terai, J. S. Zhou, and Y. Uwatoko, Superconductivity in the topological insulator Bi_2Te_3 under hydrostatic pressure, *Phys. Rev. B* **90**, 125126 (2014).
- [46] J. Zhu, J. L. Zhang, P. P. Kong, S. J. Zhang, X. H. Yu, J. L. Zhu, Q. Q. Liu, X. Li, R.C. Yu, R. Ahuja, W. G. Yang, G. Y. Shen, H. K. Mao, H. M. Weng, X. Dai, Z. Fang, Y. S. Zhao, and C.Q. Jin. Superconductivity in topological insulator Sb_2Te_3 induced by pressure, *Sci. Rep.* **3**, 2016 (2013).
- [47] M.-X. Wang, C. Liu, J.-P. Xu, F. Yang, L. Miao, M.-Y. Yao, C. L. Gao, C. Shen, X. Ma, X. Chen, Z.-A. Xu, Y. Liu, S.-C. Zhang, D. Qian, J.-F. Jia, and Q.-K. Xue, The coexistence of superconductivity and topological order in the Bi_2Se_3 thin films, *Science* **336** 52, (2012).
- [48] E. Wang, H. Ding, A. V. Fedorov, W. Yao, Z. Li, Y.-F. Lv, K. Zhao, L.-G. Zhang, Z. Xu, J. Schneeloch, R. Zhong, S.-H. Ji, L. Wang, K. He, X. Ma, G. Gu, H. Yao, Q.-K. Xue, X.

Chen, and S. Zhou, Fully gapped topological surface states in Bi₂Se₃ films induced by a d-wave high-temperature superconductor, *Nat. Phys.* 9, 621 (2013).

[49] A. D. K. Finck, C. Kurter, Y. S. Hor, and D. J. van Harlingen, Phase coherence and Andreev reflection in topological insulator devices, *Phys. Rev. X* 4, 041022 (2014).