

# Sinteza monokristala topološkog izolatora modificiranom Bridgman metodom

Toni Marković, F-4017

Fizički odsjek, PMF  
Bijenička c. 32, 10 000 Zagreb

25. siječanj 2016.

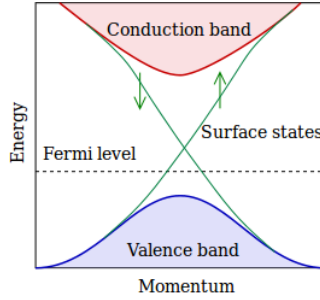
## Sažetak

Modificiranom Bridgman metodom uspješno su sintetizirani monokristali topoloških izolatora  $BiSbTeSe_2$  i  $BiSbTe_2S$ . Rengenskom difrakcijom određena im je kristalna struktura i utvrđeno poklapanje s literaturom. Transportnim mjerenjima četverokontaktnom metodom određeno je povećanje otpora od sobne temperature do 20 K za jedan red veličine za  $BiSbTeSe_2$ , te za dva reda veličine za  $BiSbTe_2S$ . U  $BiSbTe_2S$  je na niskim temperaturama primijećena dominacija vodljive površine nad izolatorskom unutrašnjosti. Ovo je značajan rezultat jer se u ovakvom slučaju može proučavati zanimljiva površinska stanja bez smetnje od unutrašnjosti. Mjerenjem Hallova efekta za  $BiSbTe_2S$  određen je negativan predznak većinskih nosioca naboja i njihova koncentracija reda veličine  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Izrađen je nosač za ion-liquid gating mjerenje. Chemical Vapour Transport metodom uspješno su sintetizirani monokristali  $ZrSiS$ , no presitni za transportna mjerenja, pa je sinteza ponovljena.

## 1 Uvod

### 1.1 O topološkim izolatorima

Topološki izolatori (TI) su kvantni materijali čija je unutrašnjost izolatorska ili poluvodička, a površina vodljiva. Vodljiva površina nije dovoljan uvjet za karakterizaciju takvog tipa materijala, jer i neki obični izolatori mogu posjedovati vodljivu površinu. U unutrašnjosti energijske vrpce u topološkom izolatoru izgledaju kao vrpce običnog izolatora. Dakle, imamo vodljivu i valentnu vrpcu, i ukoliko je materijal zbilja izolator u unutrašnjosti Fermijeva energija se nalazi između ove dvije vrpce (1). Vodljivi elektroni na površini predstavljaju Diracove čestice zaključanog spina i količine gibanja, što znači da se spin i količina gibanja čestice nalaze međusobno pod pravim kutem. Te čestice imaju linearnu disperzijsku relaciju u  $\vec{k}$  vektoru. TI su prvo teorijski predviđeni u tankim slojevima materijala kao što su  $HgTe$  i  $CdTe$ , a kasnije su i eksperimentalno potvrđeni u istoj klasi materijala. Najpoznatiji materijali iz klase topoloških izolatora pripadaju tzv. tetradimitnim materijalima koji su oblika  $M_2X_3$ , gdje su  $M = Bi, Sb$  i  $X = Se, Te, S$ . Prvi proučavani materijali iz te skupine su  $Bi_2Se_3$  i  $Bi_2Te_3$ . Oni su u unutrašnjosti vodljivi zbog prisutstva defekata u materijalu kao što su vakancije i "antisite" defekti, što ometa proučavanje površinskih stanja koja su puno zanimljivija kako u znanosti tako i u primjeni. Materijali koji su u unutrašnjosti jako izolatorski se pokušavaju pronaći u istoj klasi supstituiranjem drugih atoma u osnovnu heksagonsku matricu, kao npr. uvođenje  $Sb$  umjesto nekih  $Bi$ , te kombiniranje udjela  $Te$ ,  $Se$  i  $S$ . Na tom tragu je i ovaj seminar gdje se pokušalo sintetizirati dva materijala iz te klase  $BiSbTeSe_2$  i  $BiSbTe_2S$ . Naravno to nije jedina klasa materijala koja spada u TI. Jedan od drugih materijala koji će isto biti sintetiziran u ovom seminaru je  $ZrSiS$ .



Slika 1: Prikazana je idealizirana struktura vrpce topološkog izolatora. Vidimo da je Fermijeva energija  $E_F$  unutar procjeka i vidimo prikazanu i disperziju površinskih stanja.

## 1.2 Topologija u topološkim izolatorima

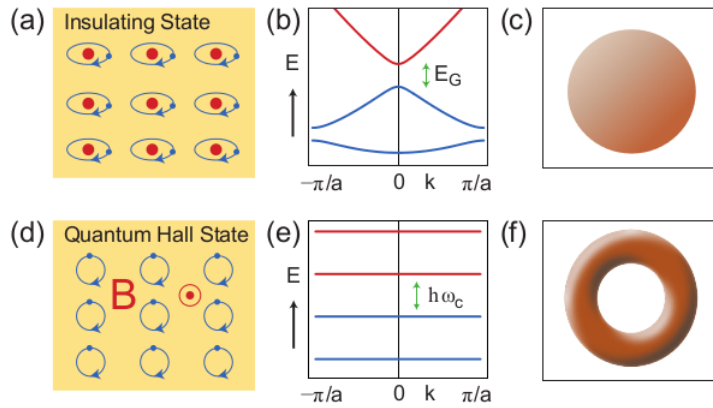
U fizici čvrstog stanja uobičajeno je bilo istraživanje raznih faza materijala koje su teorijski bile opisane spontanom lomom simetrije preko Landauovog principa. Proučavanje kvantnog Hallovoeg efekta (QHE) uvodi novu klasifikaciju u obliku topološkog uređenja. Stanje QHE ne lomi simetrije, no može se definirati topološka faza u smislu da u njoj postoje neka određena fundamentalna svojstva (npr. kvantizirana vrijednost Hallove konstante) koja su nepromjenjiva sa glatkim promjenama parametara, te se jedino mijenjaju putem kvantnog faznog prijelaza (QPT). Po toj topološkoj klasifikaciji su topološki izolatori usko povezani sa cjelobrojnim kvantnim Hallovim efektom (IQHE), te ćemo to koristiti kao osnovu za pokazivanje nekih svojstava. Osnovna svojstva topoloških izolatora, preko IQHE, mogu se shvatiti pomoću Blochove teorije vrpce. Ako zamislimo neki izolatorski sustav opisan Hamiltonijanom  $H(\vec{k})$  koji ima Blochove valne funkcije  $|u_m\rangle$  i vrpce  $E_m(\vec{k})$  ( $m$  je oznaka vrpce), njihova struktura u principu i nije puno drukčija od npr. poluvodičkih vrpce. Možemo zamisliti da kontinuirano mijenjamo Hamiltonijan dok se ta dva slučaja ne poklope i to tako da se energijski procjep ni u jednom trenu ne zatvori. Svi takvi izolatori u kojima je moguće kontinuirano mijenjati Hamiltonijan tako da se preklope jedni s drugima bez zatvaranja energijskog rascjepa su topološki ekvivalentni, te su isto tako ekvivalentni s vakuumom. Vakuum ima energijski procjep za produkciju parova te vodljivu vrpcu (elektroni) i valentnu vrpcu (pozitroni). No to nije jedina mogućnost, već postoje izolatori s kojima gornji postupak nije moguće provesti bez zatvaranja energijskog procjepa i njih nazivamo topološkim izolatorima. Sad je pitanje kako se identificira ta topološka faza. Zato se uvodi Chernov broj  $n$ . Za to nam treba Berryeva faza  $A_m$  (1) koja je faza koju dobiva Blochova valna funkcija  $|u_m\rangle$  kad valni vektor  $\vec{k}$  opiše zatvorenu krivulju u  $k$ -prostoru. Može se definirati i fluks Berryeve faze  $F_m$  (1).

$$A_m = i \langle u_m | \nabla_{\vec{k}} | u_m \rangle; \quad F_m = \nabla \times A_m \quad (1)$$

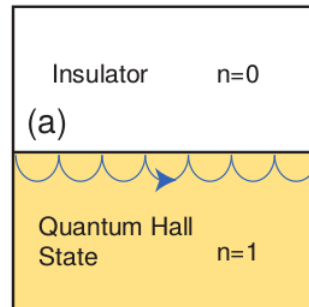
Chernov broj za pojedinu vrpcu  $n_m$  (u 2D, (2)) jednak je integralu Berryevog fluksa po Brillouinovoj zoni, dok ukupan Chernov broj odgovara sumi njih po svim vrpcama.

$$n_m = \int_{B.Z.} d^2k F_m; \quad n = \sum_{m=1}^N n_m \quad (2)$$

Chernov broj je topološka invarijanta zato jer se ne mijenja glatkom i kontinuiranom promjenom Hamiltonijana, tj. u svjetlu prijašnje rasprave za sve topološki ekvivalentne materijale je isti. U svrhu stvaranja nekog intuitivnog shvaćanja klasifikacije topološke faze možemo napraviti analogiju sa geometrijom. Površine u geometriji se mogu klasificirati preko genusa  $g$  koji je zapravo broj rupa u površini. Tako npr. sfera ima  $g = 0$ , dok recimo američka krafna ima  $g = 1$  (Slika 2). Može se pokazati da mora doći do zatvaranja energijskog procjepa, tj. do pojave vodljivog ruba (2D) odnosno površine (3D) na granici između dvije različite topološke faze. Najjednostavniji primjer toga je IQHE (Slika 3). Na slici vidimo odbijanje ciklotronske orbite elektrona od ruba između materijala. Do kvantizirane ciklotronske frekvencije u IQHE dolazi zbog prisutnog magnetskog polja. Vidimo da efektivno na kraju imamo rubnu struju u smjeru desno. Ovo je bila samo uvodna rasprava o topološkim izolatorima gdje cilj nije bio detaljno i u jednadžbama govoriti o njima, već ih probati objasniti koristeći IQHE kao modelni sistem i pokušati "na prste" pokazati neke njihove najvažnije značajke. Ti materijali su teorijski i eksper-



Slika 2: (gore) Obični izolator; a) Izolatorsko stanje b) vrpce u izolatoru c) analogija s geometrijom  $g = 0$  (dolje) Cjelobrojni kvantni hall efekt u magnetskom polju a) ciklotronsko igbanje elektrona b) Landauovi nivoi c) analogija s geometrijom  $g = 1$

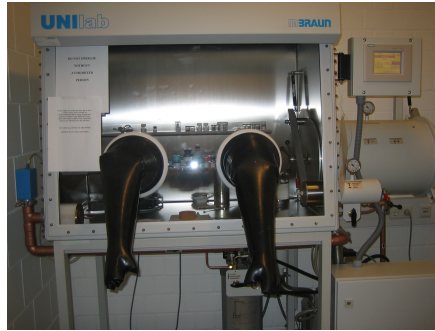


Slika 3: a) Prikazana je granica između vakuuma i IQHE stanja. Pokazuje se odbijanje ciklotronskih orbita elektrona u magnetskom polju od granice, tako zapravo možemo shvatiti nastajanje površinske struje zaključanog spina u IQHE materijalu.

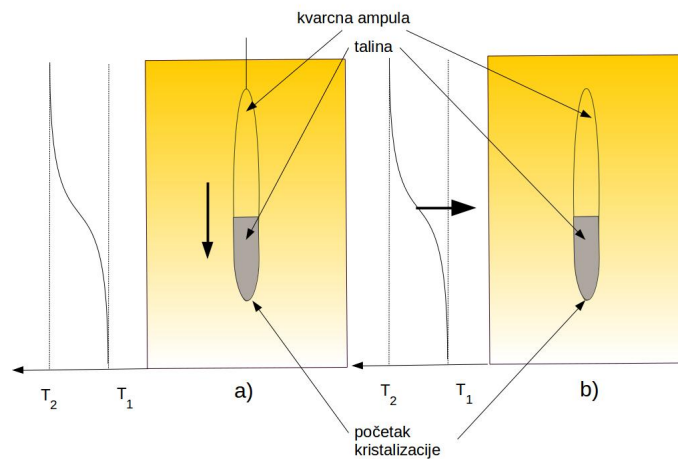
mentalno detaljno razrađeni u preglednim člancima [1] i [2], te doseg tih članaka nadilazi doseg ovog seminara.

## 2 Sinteza

Primarni cilj seminara bio je sintetizirati monokristale topoloških izolatora. Za tu svrhu izabrana su tri materijala i dvije različite tehnike. Izabrani su  $BiSbTeSe_2$ , skraćeno  $BSTSe$  i  $BiSbTe_2S$ , skraćeno  $BSTS$  koji su sintetizirani modificiranom Bridgman metodom, te  $ZrSiS$  koji je sintetiziran Chemical Vapour Transport (CVT) tehnikom. Korišteni elementi bili su kemijske čistoće 99.99%, osim  $Bi$  koji je bio 99,9%. Kako bi se izbjeglo nastajanje oksida korištenih materijala oni ni u jednom trenutku nisu došli u kontakt sa zrakom. Glovebox je zabrtvljena s jedne strane prozirna kutija u kojoj se nalazi atmosfera argona pod višim tlakom od atmosferskog i u kojoj se može raditi pomoću gumenih rukavica (Slika 4). Kemijski elementi se u gloveboxu stave u stehiometrijski željenom omjeru u s jedne strane zataljenu kvarcnu cjevčicu. Kvarcne cjevčice su prije stavljanja materijala u njih bile zagrijane na  $900^\circ C$  i zatim ispumpane kako bi se s njihove površine izžarili voda, kisik i neke druge nečistoće. Nakon punjenja se cjevčica zatvori s ventilom, izvadi iz gloveboxa i priključi na vakuumsku pumpu. Kvarcna cjevčica se ispumpa do  $10^{-5}$  bara i zatim se zatali i s druge strane čime se dobije kvarcna ampula s materijalom unutra.



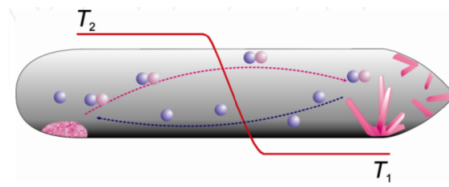
Slika 4: Prikazan je Glovebox poput onog u kojem se radilo. Na slici vidimo glavnu kutiju gloveboxa s gumenim rukavicama za rad. S desne strane se vidi komora za unos, koju se više puta ispumpa i napuni argonom prilikom unosa nečega u glovebox kako bi se osigurali niske koncentracije kisika i vode unutar istog. Uvjeti prilikom punjenja ampule su bili  $O_2 < 1$  ppm i  $H_2O < 10$  ppm.



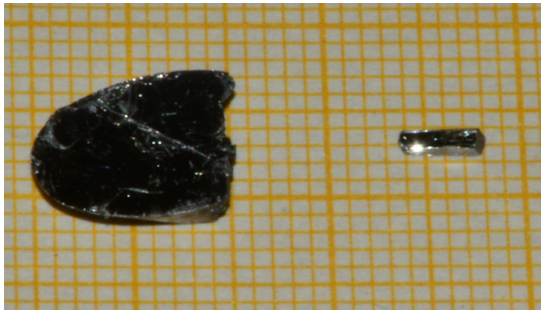
Slika 5: Shematski je prikazana peć za sintezu s kvarcnom ampulom unutra. S lijeve strane je shematski dan profil temperature. a) Standardna Bridgman metoda, b) Modificirana Bridgman metoda

## 2.1 Modificirana Bridgman metoda

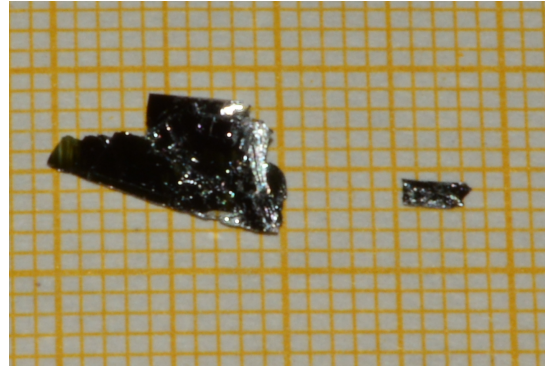
Standardna Bridgman metoda sastoji se od peći u kojoj imamo gradijent temperature, kvarcne ampule u peći i elektromotora koji ampulu vrlo sporo provlači kroz gradijent iz više u nižu temperaturu čime se osigurava početak kristalizacije na dnu ampule (Slika 5). Za ovaj seminar smo tu tehniku modificirali tako što nismo ampulu provlačili kroz gradijent, već utvrdili gdje se gradijent nalazi u peći pomoću K-tip senzora i onda peć zagrijali iznad temperature kristalizacije, te je zatim sporo hladili računajući na to da bi gradijent trebao ostati oblikom isti, iako se sveukupna temperatura u peći smanjuje, čime smo zapravo postigli isti efekt kao kod Bridgman metode. Protokol sinteze je bio grijanje uzorka od sobne temperature do  $850^\circ\text{C}$  linearno u 24h, zatim je uzorak bio 72h na  $850^\circ\text{C}$  uz povremeno trešenje ampule kako bi se materijal unutra što bolje izmiješao. Zatim se od  $850^\circ\text{C}$  ampula linearno hladila na  $500^\circ\text{C}$  96h na kojoj temperaturi je stajala još 120h u anilaciji. Anilacija je bitna kako bi se atomi posložili na mjesta u kristalnoj rešetki tako da minimiziraju slobodnu energiju unutar kristala. Potrebno ju je vršiti na razmjerno visokoj temperaturi kako bi atomi imali dovoljno kinetičke energije za međusobnu zamjenu mjesta.



Slika 6: Krutina (rozo) reagira sa transportnim agentom (ljubičasto), njihov plinoviti produkt difundira u hladniji dio ampule gdje se događa depozicija prvotne krutine u kristal.



(a)



(b)

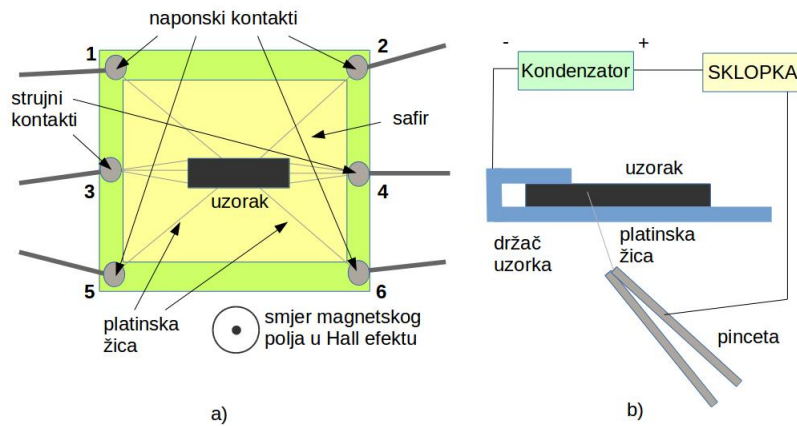
Slika 7: Prikazani su komadi materijala dobivenog sintezom modificiranom Bridgman metodom (a)  $BSTSe$  b)  $BSTS$ ). Do njih s desne strane su prikazani monokristalni uzorci oblikovani za transport mjerenje. Mali kvadrati na skali su dimenzije  $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ .

## 2.2 Chemical Vapour Transport - CVT

Često puta je neku krutinu teško rastaliti ili sublimirati kako bi se postigla ponovna kristalizacija ili se načinila legura u kontroliranim uvjetima. Rješenje za to je CVT reakcija gdje se uvodi transportni agent tipično plin koji reagira sa površinom krutine gdje nastaje kemijski spoj tih dvaju elemenata koji je također plin. Takav plin prelazi difuzijom na hladniji dio ampule i tako se događa povratna reakcija te se prvotna krutina deponira izrastajući tako kristal (Slika 6). Ova osnovna ideja postaje kompliciranija za konkretnu sintezu i nije bila cilj razmatranja ovog seminarara. U literaturi [5] su pronađeni uvjeti za sintezu  $ZrSiS$  s  $I_2$  kao transportnim plinom pri  $1100^\circ\text{C}$ .

## 2.3 Rezultati sinteze

Modificirana Bridgman metoda dala je velike monokristale  $BSTSe$  i  $BSTS$  koji su se mogli lako kalati u tanke slojeve okomito na  $c$  kristalografsku ravninu (Slika 7). Iz toga smo i zaključili da se radi o monokristalima. CVT je ponudila jako sitne monokristale  $ZrSiS$ , koji nisu praktični za transportna mjerenja, te tu sintezu treba ponoviti. Do takvog rezultata je moglo doći zbog više razloga. Jedan je da je koncentracija  $I_2$  kao agenta reakcije bila premala, te se tako reakcija odvijala presporo što je dovelo do toga da je kristalizacija počela na više mjesta i posljedično su nastali sitni monokristali. Još jedan razlog bi mogao biti u stabilnosti držanja niže temperature  $T_1$  kod kristalizacije jer fluktuacija te temperature utječe na depoziciju i kristalizaciju te bi isto dala sitne monokristale. Sintezu bi trebalo ponoviti uz višu koncentraciju joda, ili na višoj temperaturi. Do nedostataka u dobivenim materijalima moglo je doći zbog grešaka u stehiometrijskim omjerima čemu je uzrok bila konačna preciznost vage (do jednog miligrama). Isto tako, nesavršenosti u kristalima mogu doći od nečistoća u samim elementima korištenima za sintezu i eventualno zaostalog kisika ili vode u kvarcnim cjevčicama prije sinteze.



Slika 8: a) Shematski prikazana je safirna pločica na kojoj je montiran uzorak sa spot-weldanim kontaktima za četverokontaktno mjerenje otpora i za mjerneje Hallvog efekta b) Shematski je prikazan postupak spot-weldanja kontakata na uzorak. U strujnom krugu se nalazi nabijeni kondenzator kojem je na + pol priključena pinceta s kojom držimo platinsku žicu, a na - pol uzorak preko držača. Kad dotaknemo uzorak platinskom žicom i otvorimo sklopku žicom i uzorkom poteče struja koja je dovoljno jaka da na točki dodira blago rastali uzorak i uhvati platinsku žicu stvarajući dobar kontakt. Spot weldano je po tri platinske žice za strujni kontakt, kako bi se pokušalo dobiti homogeniju struju, te po dva para naponskih kontakata za mjerenje četverokontaktnom metodom.

### 3 Eksperimentalni postavi i mjerenja

#### 3.1 Transportna mjerenja

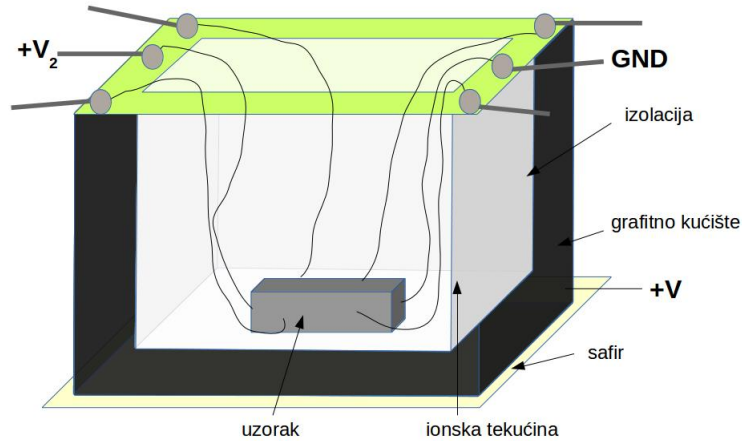
Mjerenje otpora se vršilo četverokontaktnom metodom na dva mjesta na uzorku (gore i dolje) (Slika 8 a)). Platinski kontakti na uzorak su stavljeni spot-welding metodom (Slika 8 b)). Mjerenje se vršilo u kriostatu, uređaju koji može kontrolirano spuštati temperaturu uzorka od sobne temperature do 20 K. Kroz uzorak je puštana struja na strujnim kontaktima (3 i 4) i mjerena pad napona na uzorku na parovima naponskih kontakata (1 i 2, 5 i 6). Otpor uzorka se potom računao preko ohmova zakona  $R = U/I$ . Mjerilo se na dva para naponskih kontakata kako bi se međusobno mogli usporediti rezultati što bi onda govorilo o homogenosti uzorka tj. ukoliko bi se rezultati razlikovali mogli bismo reći da najvjerojatnije mjereni uzorak nije monokristalan ili da imamo pukotine u uzorku koje onemogućuju relativno homogeno vođenje struje. Mjerenje se vršilo u hlađenju od sobne temperature do 20 K i u grijanju, natrag do sobne temperature. Mjerenja otpora su vršena u  $a$ - $b$  kristalnoj ravnini jer je bilo teško odrediti smjerove kristalografskih osi (osim  $c$ ) bez Laue eksperimenta.

#### 3.2 Mjerenja Hallvog efekta

Kod mjerenja Hallvog efekta vrše se mjerenja napona na nasuprotnim kontaktima (1 i 5, 2 i 6) na uzorku (Slika 8 a)). Pad napona na uzorku  $U_H$  dan je izrazom:

$$U_H = \frac{R_H}{t} IB + RI \quad (3)$$

gdje je  $R_H$  Hallova konstanta,  $t$  debljina uzorka,  $I$  struja puštana kroz uzorak,  $B$  magnetsko polje, a  $R$  ohmski otpor koji može doći od blage asimetričnosti postavljanja kontakata prilikom spot-weldanja. Iz



Slika 9: Shema nosača za ion-liquid gating.

literature znamo da se iz  $R_H$  može izračunati predznak i broj nositelja naboja (4).

$$R_H = \frac{1}{ne} \quad (4)$$

gdje je  $n$  koncentracija nosioca, a  $e$  je njihov naboj. Negativan  $R_H$  odgovara elektronima, a pozitivan šupljinama.

### 3.3 Izrada nosača za ion-liquid gating

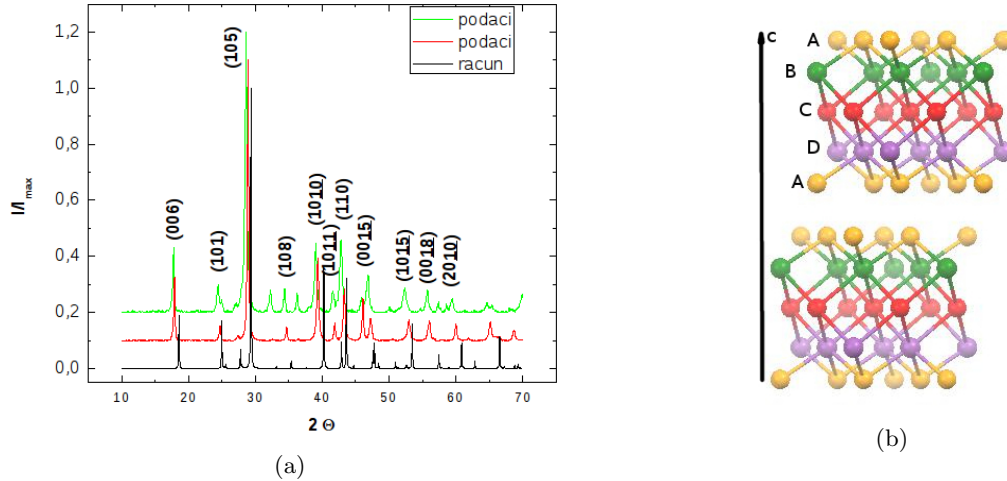
Ion-liquid gating je eksperimentalni postav pomoću kojeg se može pomicati razina Fermijeve energije, odnosno koncentracija većinskih nositelja naboja u uzorku. Radi na sličnom principu kao MOSFET tranzistori. U sklopu ovog seminara izradio se nosač za ovaj eksperiment koji se može koristiti u kriostatu (Slika 9). Na slici vidimo uzorak koji je u kontaktu s kućištem, dok je ostatak kućišta izoliran od ionske tekućine. Na kućište se postavi pozitivan napon  $+V$ , što izazove skupljanje pozitivnih iona na uzorku. To naravno onda uzrokuje skupljanje elektrona u uzorku, čime ukoliko su u uzorku elektroni većinski nosioci povećavamo njihovu koncentraciju, tj. podižemo  $E_F$ . U suprotnom, ako su šupljine većinski nosioci smanjujemo njihovu koncentraciju. Koncentraciju nosioca pratimo mjereći struju koja teče uzorkom. Eksperiment se još nije stigao provesti, no bit će proveden do dana usmene prezentacije seminara.

## 4 Rezultati

Za uzorke  $BSTSe$  i  $BSTS$  provedena je Rengenska difrakcija na prahu (Slika 10 a)). Iz mjerenja se vidi da se radi o heksagonskoj strukturi, te se usporedbom s literaturom (Difrakcijski uzorak od  $Bi_2Se_3$ ) zaključilo da su se sintezom doista dobile očekivane strukture (Slika 10 b)).

Rezultati transportnih mjerenja prikazani su za  $BSTSe$  (Slika 11) i  $BSTS$  (Slika 12). Za  $BSTSe$  vidimo da su prikazani uzorci homogeni. Skokovi u grafu događaju se zbog napuknuća uzorka prilikom mjerenja u hlađenju jer je on zalijepljen za safir radi termalnog kontakta. Pa kako oni imaju različite linearne koeficijente rastezanja može doći do sitnih ruptura zbog mehaničkog stresa. Vidimo povećanje otpora za oko jedan red veličine od sobne temperature do 20 K. U literaturi se uspješno postići do oko dva reda veličine do 20 K. Među uzorcima postoji i evidentna međusobna razlika. To je normalno jer su uzimani iz različitih dijelova materijala dobivenog sintezom. Prikazani su samo najbolji (najviše izolatorski) izmjereni uzorci. Drugi mjereni uzorci pokazivali su slabije izolatorsko ponašanje, a neki su





Slika 10: a) Rezultati rentgenske difrakcije za *BSTSe* zeleno (gore), *BSTs* crveno (sredina) i izračunat uzorak za *Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub>* (dolje). Krivulje su međusobno translahirane po y-osi radi preglednosti. b) Kristalna struktura, *c* kristalografska os je označena na slici, za *BSTSe* (*A* = *Se*, *B* = *Bi*, *C* = *Te*, *D* = *Sb*), *BSTs* (*A* = *Te*, *B* = *Bi*, *C* = *S*, *D* = *Sb*), *Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub>* (*A* = *C Se*, *B* = *D Bi*). Određene su i kristalne udaljenosti u heksagonskoj strukturi za *BSTSe*  $a = b = 0.417$  nm,  $c = 2.961$  nm, a za *BSTs*  $a = b = 0.421$  nm,  $c = 2.983$  nm prilagodbom rezultata difrakcije heksagonskoj strukturi. iz toga smo i odredili kristalografske ravnine od kojih dolaze vrhovi u difrakciji.

se pokazali i kao nehomogeni, te su zato zanemareni u ovoj diskusiji. Linearnom prilagodbom na graf s inverznom temperaturom (Slika 11 b)) se može odrediti aktivacijska energija poluvodiča tj. izolatora. Za intrinzični poluvodič ona je jednaka polovici energijskog procjepa između vodljive i valentne vrpce. U našem slučaju će to odgovarati energijskom procjepu između nivoa u procjepu koji dolaze od nečistoća i vodljive vrpce. Za *BSTSe* je jedna prilagodba prikazane na slici (Slika 11 b)). Prilagodba je provedena samo za ocjenu reda veličine aktivacijske energije. Za aktivacijsku energiju za uzorak 6 dobiveno je  $E_a(BSTSe) = 10,32 \pm 0.06$  meV. Aktivacijska energija je vrlo malena što je i očekivano s obzirom na malu pokazanu otpornost na sobnoj temperaturi.

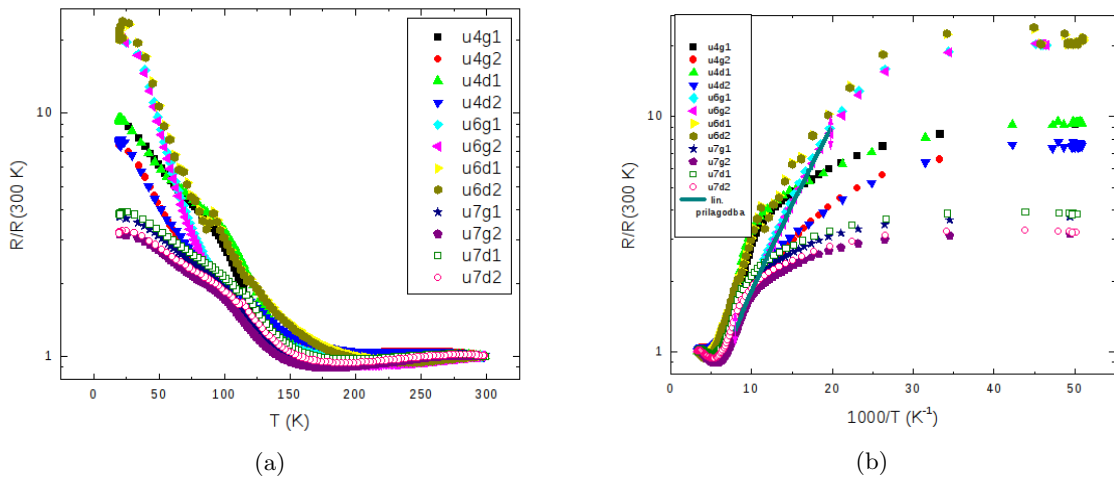
Za *BSTs* također vidimo da su prikazani uzorci homogeni. Vidimo povećanje otpora za dva reda veličine od sobne temperature do 20 K. To je usporedivo s rezultatima iz literature. Prikazani su samo najbolji (najviše izolatorski) izmjereni uzorci. Linearnom prilagodbom na graf s inverznom temperaturom (Slika 12 b)) određena je aktivacijska energija  $E_a(BSTs) = 66,8 \pm 0,4$  meV. U literaturi su izmjerene aktivacijske energije oko 300 meV, no one su dobivene ARPES mjerenjima, gdje se gleda razlika između valentne i vodljive vrpce. Mi u transportnim mjerenjima vidimo razliku između nivoa u procjepu koji dolaze od nečistoća i dna vodljive vrpce, te je zbog toga došlo do neslaganja s literaturom. Posebno zanimljiv rezultat vidimo ako pogledamo sliku (Slika 12 a)) i primjetimo da oko 150 K otpor počne stagnirati, a zatim i padati sa smanjenjem temperature. Najvjerojatnije je to zbog toga što postaje relevantan doprinos vodljive površine koja na nižim temperaturama i dominira nad unutrašnjosti. To je vrlo zanimljiv i dobar rezultat, jer je upravo to onaj dio koji je zanimljiv za proučavanje. Ako se može doprinos vodljivosti površine izolirati od doprinosa unutrašnjosti, onda je takav topološki izolator zanimljiv za daljnje istraživanje.

Mjerenjem Hallvog efekta utvrđen je predznak i koncentracija nosioca naboja u *BSTs* (Slika 13). Nosioци su elektroni dok je koncentracija nosioca  $n = (4.8 \pm 0.1) \cdot 10^{17}$  cm<sup>-3</sup>. Rezultat je usporediv sa danas korištenim poluvodičkim elementima, npr. n-tip dopiranim silicijem.

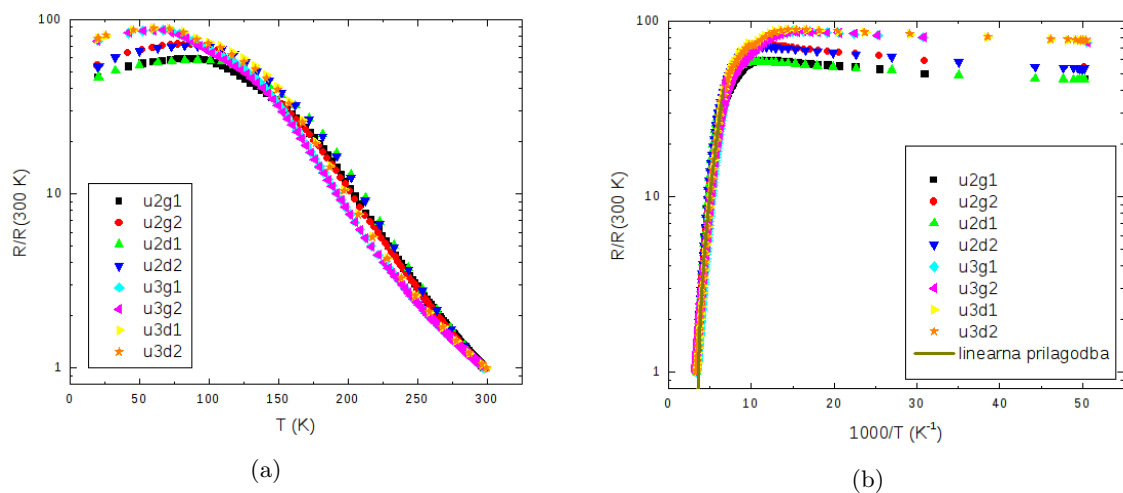
## 5 Zaključak

Uspješno su sintetizirani dovoljno veliki kristali topoloških izolatora *BiSbTeSe<sub>2</sub>*, skraćeno *BSTSe* i *BiSbTe<sub>2</sub>S*, skraćeno *BSTs* modificiranom Bridgman metodom. Rengenskom difrakcijom im je utvrđena struktura i ustanovilo se poklapanje s očekivanjem i literaturom. Transportnim mjerenjima je utvrđeno

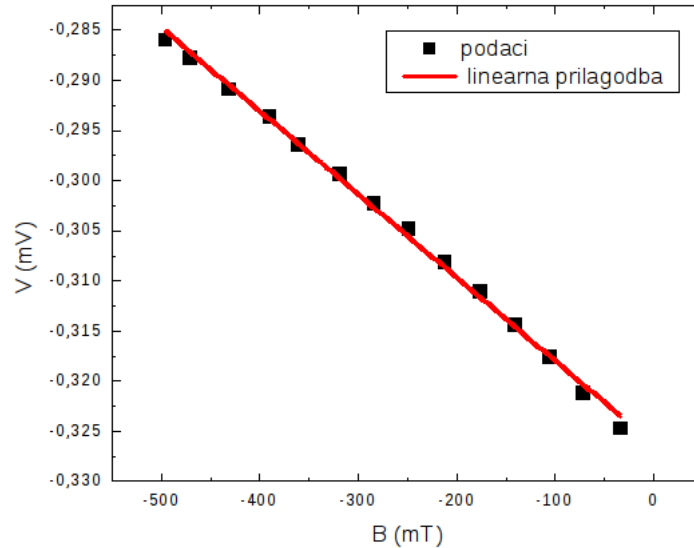




Slika 11: Prikaz otpora  $R$  uzoraka 4, 6 i 7 *BSTSe* u ovisnosti o temperaturi mjereno u grjanju i u hlađenju (oznaka  $g$  za grijanje, a  $d$  za hlađenje). Brojevi 1 ili 2 iza  $g$  ili  $d$  označavaju na kojem se paru kontakata mjerilo, 1 - gore, 2 - dolje. a) sa linearnom skalom teperature, b) s inverznom skalom temperature i linearnom prilagodbom za određivanje aktivacijske energije.



Slika 12: Prikaz otpora  $R$  uzoraka 2 i 3 *BSTs* u ovisnosti o temperaturi mjereno u grjanju i u hlađenju (oznaka  $g$  za grijanje, a  $d$  za hlađenje). Brojevi 1 ili 2 iza  $g$  ili  $d$  označavaju na kojem se paru kontakata mjerilo, 1 - gore, 2 - dolje. a) s linearnom skalom temperature, b) s inverznom skalom temperature i linearnom prilagodbom za određivanje aktivacijske energije.



Slika 13: Mjerenje Hallvog efekta u *BSTSe*. Na y osi je iznos Hallvog napona, a na x osi magnetsko polje.

da materijali postaju manje vodljivi sa smanjenjem temperature. Za *BSTSe* je porast otpora bio otprilike jedan red veličine od sobne temperature do 20 K, dok je za *BSTS* ta promjena bila za dva reda veličine. Kod uzoraka *BSTS* uočen je i doprinos vodljive površine na temperaturama nižim od 120 K. Ovo je najznačajniji rezultat jer predstavlja potencijalnu mogućnost detaljnijeg proučavanja površinskih stanja bez utjecaja unutrašnjosti. Mjerenjem Hallova efekta za *BSTS* utvrđen je negativan predznak većinskih nosioca naboja i njihova koncentracija reda veličine  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Chemical vapour transport (CVT) metodom su sintetizirani monokristali *ZrSiS* nedovoljno veliki za transportna mjerenja, te su stavljeni na rekristalizaciju kako bi se pokušalo povećati monokristalna zrna. Izrađen je i nosač za ion-liquid gating (ILG) mjerenja koji se može koristiti sa kriostatom, no nisu izvršena mjerenja.

## 6 Zahvale

Posebno se zahvaljujem mentoru doc. Mariju Novaku na savjetima i pomoći pri izradi ovog seminara. Još bih se htio zahvaliti doktorskom studentu Filipu Orbančiću za pomoć oko tehničkih detalja.

## 7 Literatura

- [1] Y. Ando *Topological insulators*, arXiv:1304.5693v3, (2013)
- [2] M. Z. Hasan, C. L. Kane *Topological insulators*, arXiv:1002.3895v2, (2010)
- [3] N. W. Ashcroft, N. D. Mermin *Solid state physics*, SCP (1976)
- [4] I.R. Fisher et al. *Principles of crystal growth of intermetallic...* Philosophical Magazine, 92:19-21, 2401-2435 (2012)
- [5] Binnewies et al. *Chemical Vapour Transport Reactions*, de Gruyter (2012)
- [6] Schmidt et al. *Chemical Vapor Transport Reactions—Methods, Materials, Modeling*, <http://dx.doi.org/10.5772/55547>
- [7] Z. Ren et al. *Optimizing the  $Bi_{2-x}Sn_xTe_3 - ySe_y$  solid solutions...*, arXiv:1110.1788v1, (2011)
- [8] S. K. Kushwaha et al. *Sn-doped  $Bi_{1.1}Sb_{0.9}Te_2S$ , a bulk topological insulator with ideal properties* (2015)

- [9] L. M. Schoop et al. *Dirac Cone Protected by Non-Symmorphic Symmetry and 3D Dirac Line Node in ZrSiS*, arXiv:1509.00861v1, (2015)