Письма в ЖЭТФ, том 113, вып. 7, с. 450 – 456 © 2021 г. 10 апреля

Изменение критической температуры халькогенидов железа под влиянием примесных фаз и сверхстехиометрического железа

И. И. Гимазов[+], *А. Г. Киямов*[*], *Н. М. Лядов*[+], *А. Н. Васильев*[×○], *Д. А. Чареев*[*∇], *Ю. И. Таланов*[+1)]

[+]*Казанский физико-технический институт им. Е. К. Завойского РАН, 420029 Казань, Россия*

[*]*Казанский федеральный университет, 420008 Казань, Россия*

[×]*Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, 119991 Москва, Россия*

[○]*Уральский федеральный университет, 620002 Екатеринбург, Россия*

[∇]*Институт экспериментальной минералогии РАН, 142432 Черноголовка, Россия*

Поступила в редакцию 22 декабря 2020 г.
После переработки 2 марта 2020 г.
Принята к публикации 2 марта 2020 г.

Результаты измерения транспортных и магнитных параметров кристаллов халькогенидов железа $\mathrm{Fe_{1+y}Se_xTe_{1-x}}$ проанализированы с учетом данных о химическом составе и наличии примесных фаз, полученных с помощью рентгеновской дифрактометрии. Установлено, что ионы избыточного (сверхстехиометрического) железа, так же как и примесные фазы, вызывают напряжения в кристаллической решетке, и это приводит к повышеню температуры перехода в сверхпроводящее состояние. Количество примесных включений в результате спинодального распада растет со временем, что также способствует повышению критической температуры.

DOI: 10.31857/S1234567821070053

1. Введение. Ранее было установлено [1], что повышение критической температуры T_c при замене части селена в соединении FeSe на теллур происходит из-за возникновения напряжений в кристаллической решетке $\mathrm{FeTe_{1-x}Se_x}$. Эти напряжения действуют аналогично внешнему гидростатическому давлению, которое, как известно [2], вызывает рост T_c в FeSe. В таких случаях принято говорить о возникновении внутреннего (или химического) давления в материалах [3]. Снятие внутрикристаллических напряжений путем отжига и медленного охлаждения кристаллов $\mathrm{FeTe_{1-x}Se_x}$ приводит к уменьшению доли сверхпроводящей фазы вплоть до 0 [1].

Еще одним фактором, существенно влияющим на сверхпроводящие свойства соединений $\mathrm{FeTe_{1-x}Se_x}$, является избыточное (сверхстехиометрическое) железо $\mathrm{Fe_{exc}}$, которое практически всегда возникает при синтезе и выращивании кристаллов комплексных (содержащих и Se и Te) халькогенидов железа. Поэтому корректная химическая формула этих соединений записывается как $\mathrm{Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x}$ ($x = 0 \div 1$; $y = 0 \div 0.2$). Эффекты избыточного железа разнообразны и неоднозначны по своей направленности. С одной стороны, дополнительные ионы железа повышают концентрацию свободных электронов и, тем самым, должны улучшать проводимость материала. С другой стороны, их магнитные моменты, не встроенные в регулярную антиферромагнитную решетку, служат дополнительными центрами рассеяния носителей тока, ухудшая проводящие и сверхпроводящие свойства материала [4]. Внедряемые в междоузлье решетки атомы $\mathrm{Fe_{exc}}$ создают в ней напряжения, что, как известно [3, 5], должно вызывать повышение T_c. Поэтому избыточное железо неоднозначно воздействует на транспортные характеристики кристаллов $\mathrm{Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x}$, что нашло свое отражение в противоречивости выводов о его роли, опубликованных в периодической научной литературе (см., например, [6–9]).

Задача настоящей работы заключается в прояснении влияния избыточного железа и примесных фаз на транспортные и сверхпроводящие свойства кристаллов $\mathrm{Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x}$. Для решения этой задачи мы использовали резистивные, магнитные и спектроскопические методы исследования. Химический состав исследованных образцов определялся с помощью энергодисперсионной спектроскопии, а для структурного и фазового анализа применялась порошковая рентгеновская дифрактометрия.

1)e-mail: gimazov@kfti.knc.ru

Таблица 1. Номинальный и реальный состав исследованных образцов (свежеприготовленных и после двухлетнего хранения в сухой атмосфере)

Номинальный химический состав образцов	Реальный состав свежеприготовленных образцов	Реальный состав образцов после двухлетнего хранения
FeSe	$Fe_{0.99}Se_{1.01}$	$Fe_{1.12}Se_{1.00}$
$FeTe_{0.4}Se_{0.6}$	$Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}$	$Fe_{1.19}Te_{0.46}Se_{0.54}$
$FeTe_{0.5}Se_{0.5}$	$Fe_{1.04}Te_{0.49}Se_{0.51}$	$Fe_{1.22}Te_{0.52}Se_{0.48}$
$FeTe_{0.7}Se_{0.3}$	$Fe_{1.01}Te_{0.67}Se_{0.33}$	$Fe_{1.20}Te_{0.70}Se_{0.30}$
$FeTe_{0.9}Se_{0.1}$	$Fe_{1.19}Te_{0.91}Se_{0.09}$	–

2. Экспериментальная техника и методы измерений. В данной работе исследовались монокристаллы $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ с различным содержанием железа ($y = 0 \div 0.27$); соотношение содержания теллура и селена варьировалось от 0 до 0.9. В таблице 1 приведен список исследованных образцов, их номинальный и реальный состав, определенный сразу после приготовления и после длительного (примерно 2 года) хранения в эксикаторе с сухим воздухом. Монокристаллы выращивались методом кристаллизации из раствора в расплаве. Процедура выращивания подробно изложена в работе [10]. Точный химический состав образцов определялся с помощью блока энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX), встроенного в сканирующий электронный микроскоп Carl Zeiss EVO 50 XVP. EDX анализ показал, что кристалл без теллура имеет состав, близкий к стехиометрическому: $Fe_{0.99}Se_{1.01}$. Образцы с теллуром имели значительный избыток железа сверх стехиометрии (см. табл. 1). Доля избыточного железа Fe_{exc} становится значительно больше после двухгодичного хранения образцов. Кроме того, после хранения спектры EDX обнаруживают присутствие кислорода в образцах, что свидетельствует о химическом взаимодействии поверхностных слоев кристаллов $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ с атмосферным кислородом.

Для определения температуры перехода образцов в сверхпроводящее состояние использовались измерения высокочастотной магнитной восприимчивости с помощью системы из трех катушек: возбуждающей, приемной (с образцом) и компенсирующей [11]. Измерения проводились на частоте 1.37 кГц. Температурная зависимость магнитной восприимчивости двух исследованных образцов показана на рис. 1. Согласно этим данным, объемная доля сверхпроводящей фазы в кристалле FeSe близка к 100 %. При добавлении теллура эта доля значительно уменьшается. Этот факт согласуется с данными мюонных исследований [12], а также с транспортными и магнитными измерениями [13], которые показали, что в соединениях $FeTe_{1-x}Se_x$ с $x \le 0.5$ сверхпроводимость имеет необъемный характер. В то же время

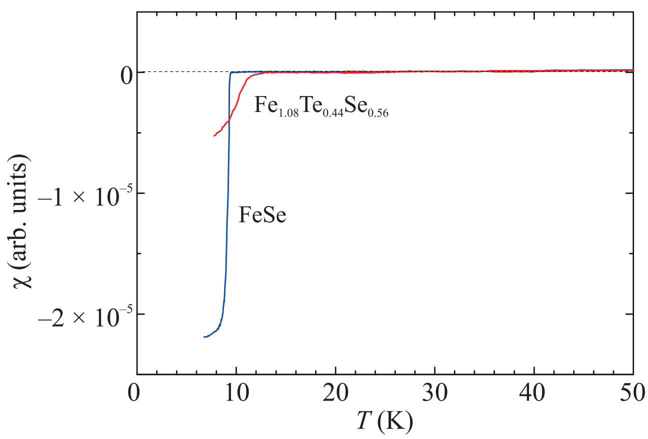

Рис. 1. (Цветной онлайн) Температурная зависимость высокочастотной магнитной восприимчивости свежеприготовленных образцов FeSe и $Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}$. Переход в сверхпроводящее состояние, выраженный возникновением и ростом диамагнитной восприимчивости, в образце $Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}$ намного шире и меньше по величине по сравнению с таковым в FeSe. Измерения сделаны в постоянном магнитном поле $H_a = 25$ Ое, направленном перпендикулярно плоскости ab кристалла, на частоте 1.37 кГц

температура начала перехода в сверхпроводящее состояние T_c^{on} в этих кристаллах достаточно высокая ($T_c^{\text{on}} = 12.5$ K у $Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}$).

Проводящие свойства кристаллов оценивались по величине и температурной зависимости электросопротивления в интервале от 4 до 300 K. Измерение сопротивления проводилось стандартным четырехконтактным способом на постоянном токе величиной 3.6 мА. Токовые и потенциальные контакты крепились с помощью серебряной проводящей пасты на плоскости ab кристалла. Таким образом измерялась продольная составляющая сопротивления R_{ab}, которая потом пересчитывалась в удельное сопротивление ρ с учетом размеров кристалла.

3. Результаты и обсуждение. Чтобы решить поставленную задачу – определение роли избыточного железа и примесных фаз на транспортные и сверхпроводящие свойства халькогенидов железа

$Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$, мы анализировали данные о структуре, химическом составе и наличии примесных фаз вместе с результатами измерения сопротивления и высокочастотной магнитной восприимчивости серии кристаллов с изменяющимся в широких пределах соотношением Te/Se. Также осуществлялся контроль содержания железа, его соответствие стехиометрическому составу соединения либо превышение такового. Как оказалось, такие характеристики объектов исследования претерпевают значительные изменения со временем их длительного хранения в атмосфере сухого воздуха. Поэтому анализ этих изменений и соответствующих изменений транспортных и сверхпроводящих параметров дает дополнительные сведения об исследованных эффектах.

На рисунке 2 приведены температурные зависимости удельного сопротивления ρ трех исследованных кристаллов $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$. Измерения проводились в нулевом магнитном поле. Для удобства сравнения величины $\rho(T)$ пронормированы на величину удельного сопротивления при температуре 250 K. Видно, что сопротивление кристалла FeSe имеет металлический характер во всем интервале температур от сверхпроводящего перехода до 250 K, причем средний наклон $\rho(T)$ – довольно значительный и характеризуется отношением $\rho(300\,\mathrm{K})/\rho(10\,\mathrm{K}) = 19$. На зависимости $\rho(T)$ при температуре около 90 K отчетливо наблюдается излом, обусловленный переходом от тетрагональной структуры к орторомбической. Все эти факты, так же как узкий переход в сверхпроводящее состояние при $T = 9$ K, свидетельствуют о высоком качестве данного кристалла FeSe и его хорошей однородности.

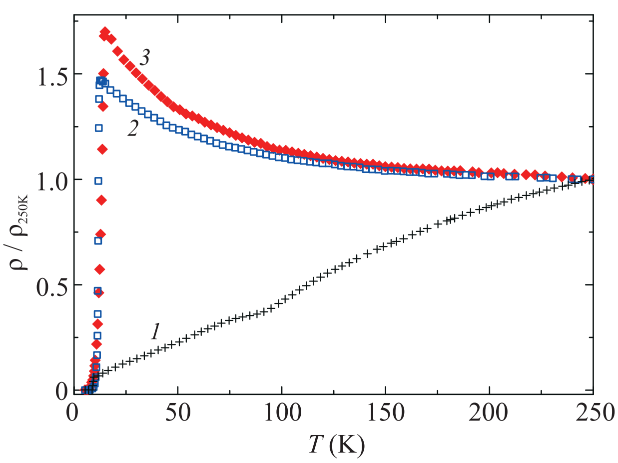

Рис. 2. (Цветной онлайн) Температурная зависимость нормированного удельного сопротивления $\rho(T)/\rho(250\,\mathrm{K})$ трех исследованных образцов: *1* – FeSe; *2* – $Fe_{1.19}Te_{0.91}Se_{0.09}$; *3* – $Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}$

Совсем иная картина наблюдается на кристаллах, содержащих теллур. Зависимость $\rho(T)$ этих образцов имеет прыжковый (полупроводниковый) характер (рис. 2, зависимости *2* и *3*). Это связано с наличием избыточного железа Fe_{exc}, которое значительно усиливает рассеяние носителей тока и приводит к их слабой локализации [4]. Как было установлено в ходе рентгеноструктурных исследований [6], ионы сверхстехиометрического железа локализуются в плоскости халькогенов. Такое расположение приводит к тому, что ионы Fe_{exc} действуют не только как поставщики дополнительных электронов в зону проводимости, но и как эффективные центры рассеяния носителей тока, которые при достаточно большой концентрации создают эффект слабой локализации. Этот эффект проявляет себя в форме температурной зависимости сопротивления активационного типа в образцах $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$, содержащих большое количество Fe_{exc} (см. рис. 2).

Широкий переход в сверхпроводящее состояние ($5\div6$ K) также свидетельствует о значительной неоднородности кристаллов $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$. В то же время температура начала сверхпроводящего перехода T_c^{on} оказалась достаточно высокой: 14.6 K в кристалле $Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}$ и 12.5 K в $Fe_{1.19}Te_{0.91}Se_{0.09}$. Очевидно, что неоднородность образцов оказывает двоякое действие на их свойства. С одной стороны, она ухудшает их проводимость, а с другой – возникающие в кристаллах механические напряжения (так называемое "химическое давление") приводят к повышению критической температуры T_c [1].

Чтобы определить, с какими посторонними фазами связаны неоднородность кристаллической структуры и внутренние напряжения, возникающие в ней, были выполнены рентгеноструктурный и фазовый анализы кристаллов, проявляющих неоднородность в виде широкого сверхпроводящего перехода и сопротивления активационного типа. Пример рентгеновской дифрактограммы одного из таких образцов ($Fe_{1.19}Te_{0.46}Se_{0.54}$) показан на рис. 3. Как можно видеть на этом графике, в кристалле присутствует несколько посторонних фаз: Fe_3O_4, Fe_7Se_8 и $Fe_3Se_{2.1}Te_{1.8}$. Такие фазы были обнаружены ранее и другими авторами, изучавшими свойства кристаллов $Fe_{1+y}Se_xTe_{1-x}$ [1, 14–17]. Магнетит Fe_3O_4 образуется на поверхности халькогенидов железа при контактах с кислородом атмосферы [18]. Линия кислорода появляется в спектрах EDX после длительного хранения кристаллов в эксикаторе с сухой атмосферой. Присутствие фазы Fe_3O_4 подтверждается измерениями магнитной восприимчивости в зависимости от температуры. На рисунке 4 приведена

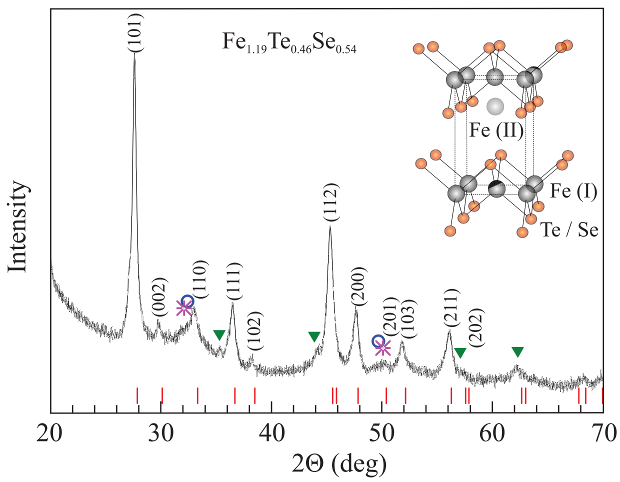

Рис. 3. (Цветной онлайн) Рентгеновская дифрактограмма монокристалла $Fe_{1.19}Te_{0.46}Se_{0.54}$, растертого в порошок (черная кривая). Излучение Cu-K_α. Красными вертикальными штрихами в нижней части графика отмечены рассчитанные для этого соединения позиции брегговских пиков. Положения пиков возможных примесных фаз обозначены значками: треугольники (▼) – Fe_3O_4; кружки (○) – Fe_7Se_8; звездочки (∗) – $Fe_3Se_{2.1}Te_{1.8}$. На вставке изображена структура кристаллической решетки соединения $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$, рассчитанная с помощью программы Diamond (ver. 3.2k) по данным рентгеноструктурного анализа (табл. 2). Положение ионов стехиометрического Fe(I) и избыточного Fe(II) железа обозначено темными и светлыми серыми сферами соответственно

Таблица 2. Параметры кристаллической структуры размолотого в порошок кристалла $Fe_{1.19}Te_{0.46}Se_{0.54}$, полученные с помощью полнопрофильного анализа дифрактограммы по методу Ритвельда с использованием программы FullProf [22]

Группа симметрии: P4/nmm					
Параметры решетки (Å, градусы)					
a	b	c	α	β	γ
3.7989	3.7989	5.9272	90.0	90.0	90.0
Положение ионов в элементарной ячейке					
	S*	x	y	z	K′
Fe(I)	2a	0.75	0.25	0.00000	1.000
Fe(II)	2c	0.25	0.25	0.76984	0.136
Se	2c	0.25	0.25	0.26858	0.550
Te	2c	0.25	0.25	0.26858	0.450

S* – позиция, K′ – коэффициент заполнения.

соответствующая зависимость для одного из образцов, $Fe_{1.22}Te_{0.52}Se_{0.48}$. На высокотемпературной части графика ($T > T_c$) отчетливо виден излом при $T \simeq 120$ K, характерный для магнитных фазовых переходов. В работах [14, 19] было предложено объяснение этой особенности кривой $\chi(T)$ наличием в

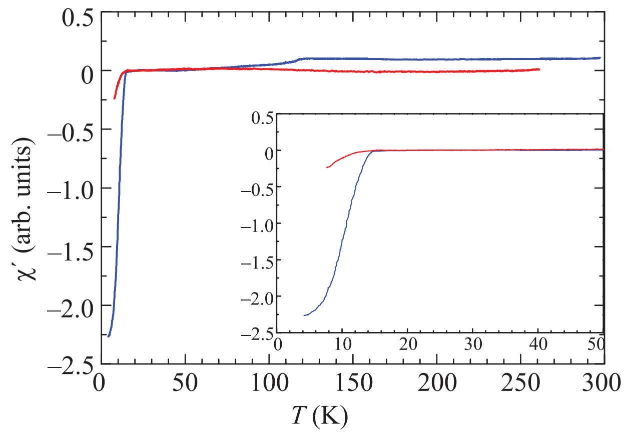

Рис. 4. (Цветной онлайн) Температурная зависимость высокочастотной магнитной восприимчивости монокристалла с номинальным составом $FeTe_{0.5}Se_{0.5}$ (свежеприготовленный – красные линии; после длительного хранения – синие). Ступенька при температуре около 120 K обусловлена антиферромагнитным упорядочением примесной фазы Fe_3O_4. На вставке показан сверхпроводящий переход в увеличенном масштабе

образце примесной фазы магнетита Fe_3O_4, который претерпевает фазовый переход от кубической к низкотемпературной моноклинной структуре, существующей ниже $T_v = 120 \div 125$ K (переход Вервея) [20, 21].

Помимо наличия примесных фаз, рентгеноструктурный анализ позволил выявить и определить положение ионов избыточного железа (табл. 2). Расчеты показали, что ионы Fe_{exc} располагаются в плоскости халькогенов (см. вставку на рис. 3). Эта позиция обозначается символом Fe(II) в отличие от позиции стехиометрического железа Fe(I). Оценки степени занятости позиций Fe(II) в кристаллах после двухгодичного хранения дают величину $0.14 \div 0.20$, что хорошо согласуется со значениями процентного содержания железа, полученными с помощью фотоэлектронной спектроскопии EDX (табл. 1).

Важную информацию о влиянии примесных фаз можно получить из долговременных наблюдений за составом и транспортными характеристиками образцов. (Отметим, что кристаллы хранятся в атмосфере сухого воздуха.) EDX анализ химического состава образцов, сделанный с интервалом в два года, показал, что соотношение элементов заметно изменяется с течением времени. Существеннее всего меняется процентный состав железа: в некоторых образцах он возрастает на ∽10 ат.%. Кроме того, незначительно меняется соотношение Te/Se в пользу теллура, в пределах 2 ат. %. Как такие изменения отражаются на свойствах кристаллов $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$, можно видеть на рис. 4 и 5.

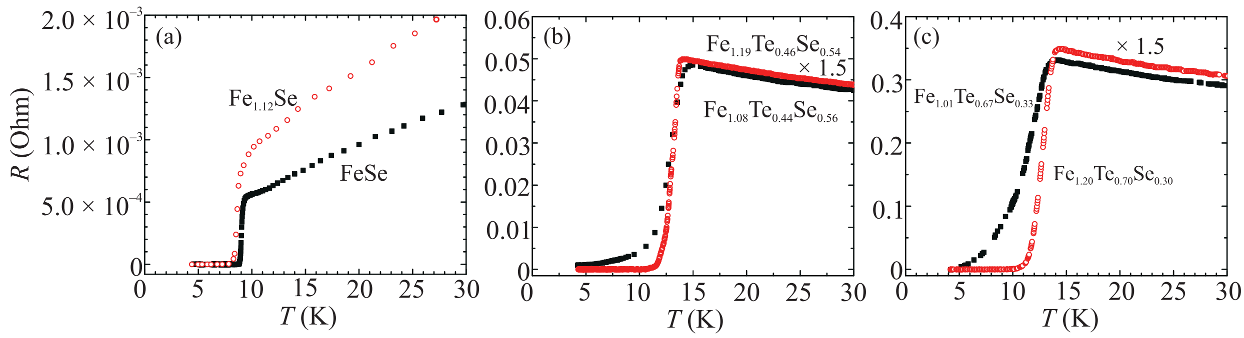

Рис. 5. (Цветной онлайн) Температурная зависимость сопротивления трех образцов $Fe_{1+y}Se_xTe_{1-x}$, демонстрирует, как изменяется их химический состав и переход в сверхпроводящее состояние при длительном хранении в сухой кислородной атмосфере. Черные точки – $R(T)$ свежеприготовленного кристалла, красные точки получены по прошествии двух лет

Изменение сверхпроводящего перехода кристалла FeSe с ростом доли Fe_{exc} показано на рис. 5a. Переход становится более широким, T_c слегка понижается. Такое поведение критической температуры вполне согласуется с результатами других ранее опубликованных работ (см., например, [23]). Однако в кристаллах с теллуром все происходит по-другому: T_c не только не снижается, но даже взрастает в некоторых случаях (см. рис. 5b, c). Кроме того, переход становится значительно уже, а объемная доля сверхпроводящей фазы существенно возрастает, как это видно по результатам измерений магнитной восприимчивости до и после хранения образцов (см. вставку рис. 4).

Объяснение такого поведения можно сделать на основе предположения о спинодальном распаде соединений $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$, выдвинутом в работе [1]. Этот распад приводит к образованию с течением времени примесных фаз, таких как Fe_7Se_8, $Fe_3Se_{2.1}Te_{1.8}$ и др. Микроскопические включения этих соединений приводят к искажению кристаллической решетки исходного материала, вызывают в ней напряжения и тем самым способствуют повышению температуры перехода в сверхпроводящее состояние.

Сделать оценку искажения кристаллической решетки под действием напряжений можно по уширению брегговских пиков в рентгеновской дифрактограмме и зависимости уширения от угла Θ [24]. Однако использовать для этой цели дифрактограммы, полученные после размалывания кристаллов в порошок, невозможно, так как в процессе размалывания в структуру материала вносится большое количество дефектов. Их наличие приводит к существенно большему уширению пиков по сравнению с уширением, обусловленным примесными фазами и избыточным железом. Поэтому для оценки влияния последнего фактора нами были зарегистрированы дифрактограммы кристаллов, не подвергавшихся размалыванию в порошок. Такие дифрактограммы не позволяют зафиксировать некогерентные посторонние фазы, но дают возможность обнаружить эффекты дефектов кристаллической структуры, образовавшихся в процессе роста и хранения кристаллов. Анализ зависимости ширины дифрактограммы на полувысоте пика FWHM от угла Θ (точнее – от $\tan\Theta$) (рис. 6) показал, что наклон прямой линии FWHM ($4\tan\Theta$), который характеризует величину относительного изменения среднего межплоскостного расстояния (FWHM $= 4\frac{\Delta d}{d}\tan\Theta$, [24]), меняется от значения 0.038 в свежеприготовленных кристаллах до 0.093 в состаренных. Кроме уширения пиков, было также зафиксировано их расщепление на несколько компонент (см. левую вставку рис. 6). Такое расщепление может свидетельствовать о фазовом расслоении материала образцов на несколько компонент, близких по составу, но с определенным, а не плавно меняющимся отношением Te/Se. Эти факты подтверждают предположение о спинодальном распаде и росте внутренних искажений со временем.

Чтобы убедиться в том, что описанные выше эффекты носят объемный, а не поверхностный характер, мы исследовали с помощью энергодисперсионной спектроскопии химический состав состаренного кристалла $Fe_{1.22}Te_{0.52}Se_{0.48}$ на его торцевом срезе, выполненном непосредственно перед измерениями EDX. Микрофотография среза, сделанная с помощью сканирующего электронного микроскопа, показана на верхней панели рис. 7. Результаты анализа элементного состава в зависимости от расстояния z от левой плоской поверхности приведены на нижней панели рисунка. (Масштаб по оси z на верхней и нижней панелях – одинаковый.) Можно видеть, что распределение элементов по мере углубления остает-

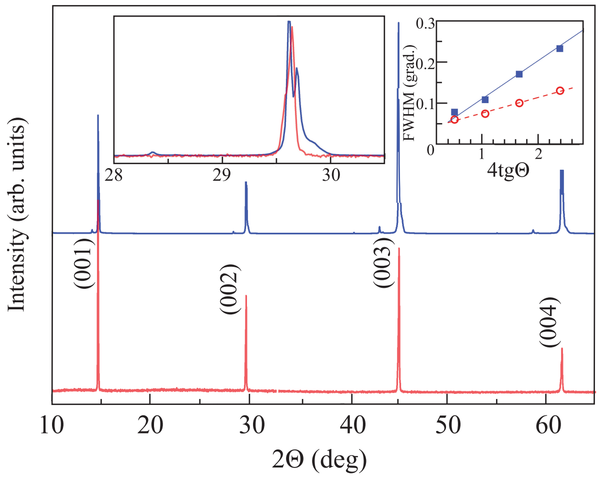

Рис. 6. (Цветной онлайн) Дифрактограммы свежеприготовленного кристалла $Fe_{1.04}Te_{0.56}Se_{0.44}$ (красные линии) и кристалла $Fe_{1.22}Te_{0.52}Se_{0.48}$ после двухгодичного хранения (синие линии). На левой вставке показаны изменения формы и ширины одного из брегговских пиков (002) в малом угловом диапазоне. На правой вставке – зависимость ширины пиков на их полувысоте FWHM от тангенса угла наклона рентгеновского луча Θ. (Излучение Cu-K_α)

ся практически неизменным. Прямая линия, проведенная по точкам, которые характеризуют содержание железа, имеет очень малый отрицательный наклон (−0.001). Такая зависимость лежит в пределах экспериментальных ошибок. Проведенная проверка позволяет сделать заключение о том, что эффекты, обусловленные избыточным железом и спинодальным распадом, происходят во всем объеме кристалла, а не привязаны к его поверхности.

4. Заключение. В результате исследований монокристаллов халькогенидов железа $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$, проведенных с помощью рентгеноструктурного анализа, измерений электрического сопротивления и магнитной восприимчивости, установлено, что избыточное (сверхстехиометрическое) железо оказывает влияние на свойства этих материалов двояко: с одной стороны, избыточные ионы Fe приводят к дополнительному рассеянию, увеличивая сопротивление и создавая эффект слабой локализации; с другой стороны, они вызывают напряжения в кристаллической решетке (внутреннее давление), которые способствуют повышению температуры перехода в сверхпроводящее состояние. Второй вывод, который можно сделать на основе полученных результатов, заключается в том, что со временем в кристаллах $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ происходит спинодальный распад с образованием примесных фаз. Эти фазы также создают внутренние напряжения, повышают критическую температуру и увеличивают объемную долю сверхпроводящей фазы.

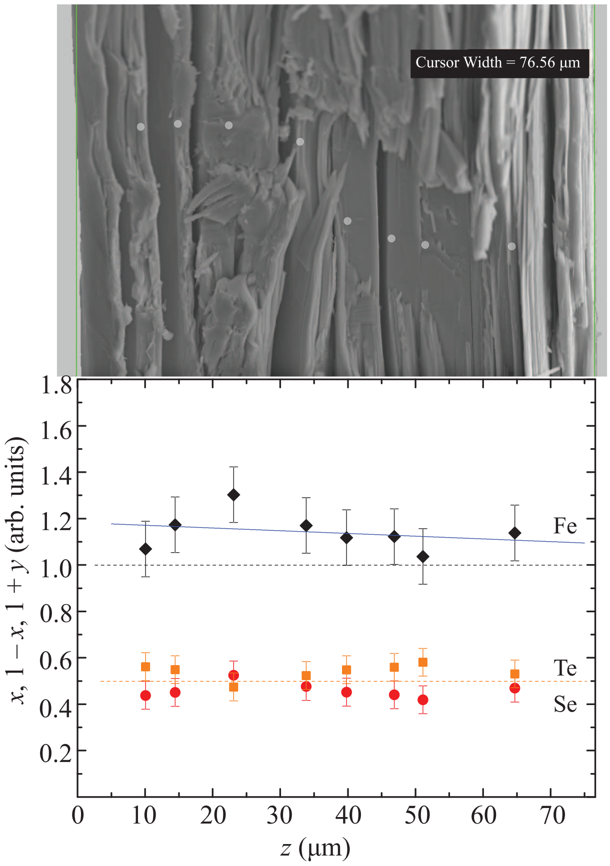

Рис. 7. (Цветной онлайн) Нижняя панель – распределение элементов по толщине состаренного образца $Fe_{1.22}Te_{0.52}Se_{0.48}$, полученное с помощью энергодисперсионной спектроскопии: красные кружки соответствуют содержанию селена, оранжевые квадраты – Te, черные ромбы – Fe. Прямая синяя линия проведена по точкам содержания железа методом наименьших квадратов. Верхняя панель – микрофотография торцевого среза кристалла. Зелеными линиями отмечены края кристалла (плоскости ab). Точки, в которых регистрировались спектры EDX, отмечены серыми кружками

Исследования, проводимые И. И. Гимазовым, были поддержаны Российским фондом фундаментальных исследований (грант # 20-32-90063). Выращивание кристаллов выполнялось Д. А. Чареевым и А. Н. Васильевым при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, гранты # 20-02-00561 и 17-29-10007, Правительства Российской Федерации (Постановление # 211, контракт # 02.A03.21.0006) и государственной поддержке Казанского федерального университета. Рентгеноструктурный анализ был выполнен А. Г. Киямовым при финансовой поддержке субсидии, выделенной

Казанскому федеральному университету для государственного задания в сфере научной деятельности (проект 0671-2020-0050).

1. S. Hartwig, N. Schäfer, M. Schulze, S. Landsgesell, D. Abou-Ras, Ch. G. F. Blum, S. Wurmehl, A. Sokolowski, B. Büchnerb, and K. Prokes, Physica B: Condensed Matter **531**, 102 (2018).
2. J. P. Sun, K. Matsuura, G. Z. Ye, Y. Mizukami, M. Shimozawa, K. Matsubayashi, M. Yamashita, T. Watashige, S. Kasahara, Y. Matsuda, J.-Q. Yan, B. C. Sales, Y. Uwatoko, J.-G. Cheng, and T. Shibauchi, Nat. Commun. **7**, 12146 (2016).
3. Y. Mizuguchi, A. Miura, J. Kajitani, T. Hiroi, O. Miura, K. Tadanaga, N. Kumada, E. Magome, C. Moriyoshi, and Y. Kuroiwa, Sci. Rep. **5**, 14968 (2015).
4. T. J. Liu, X. Ke, B. Qian, J. Hu, D. Fobes, E. K. Vehstedt, H. Pham, J. H. Yang, M. H. Fang, L. Spinu, P. Schiffer, Y. Liu, and Z. Q. Mao, Phys. Rev. B **80**, 174509 (2009).
5. L. Li, Z. R. Yang, Z. T. Zhang, L. Pi, S. Tan, and Y. H. Zhang, New J. Phys. **12**, 063019 (2010).
6. M. Bendele, P. Babkevich, S. Katrych, S. N. Gvasaliya, E. Pomjakushina, K. Conder, B. Roessli, A. T. Boothroyd, R. Khasanov, and H. Keller, Phys. Rev. B **82**, 212504 (2010).
7. Sh. Cao, Sh. Shen, L. Chen, Sh. Yuan, B. Kang, and J. Zhang, J. Appl. Phys. **110**, 033914 (2011).
8. A. Kumar, A. Pal, R. P. Tandon, and V. P. S. Awana, Solid State Commun. **151**, 1767 (2011).
9. K. E. Ingle, K. R. Priolkar, A. Pal, R. A. Zargar, V. P. S. Awana, and S. Emura, Supercond. Sci. Technol. **28**, 015015 (2015).
10. D. Chareev, E. Osadchii, T. Kuzmicheva, J.-Y. Lin, S. Kuzmichev, O. Volkovad, and A. Vasiliev, Cryst. Eng. Commun. **15**, 1989 (2013).
11. M. Nikolo, Am. J. Phys. **63**, 57 (1995).
12. R. Khasanov, M. Bendele, A. Amato, P. Babkevich, A. T. Boothroyd, A. Cervellino, K. Conder, S. N. Gvasaliya, H. Keller, H.-H. Klauss, H. Luetkens, V. Pomjakushin, E. Pomjakushina, and B. Roessli, Phys. Rev. B **80**, 140511(R) (2009).
13. T. J. Liu, J. Hu, B. Qian et al. (Collaboration), Nature Mater. **9**, 716 (2010).
14. M. G. Rodriguez, G. Polla, C. P. Ramos, and C. Acha, J. Alloys Compd. **649**, 1031 (2015).
15. N. Zhang, Ch. Liu, J.-L. Zhao, T. Lei, J.-O. Wang, H.-J. Qian, R. Wu, L. Yan, H.-Zh. Guo, and K. Ibrahim, Chin. Phys. B **25**, 097402 (2016).
16. S. B. Harris and R. P. Camata, Data in Brief **27**, 104778 (2019).
17. R. Kumar and G. D. Varma, Phys. Status Solidi B **257**, 1900952 (2020).
18. N. Zhang, Ch. Liu, J.-L. Zhao, T. Lei, J.-O. Wang, H.-J. Qian, R. Wu, L. Yan, H.-Zh. Guo, and K. Ibrahim, Chin. Phys. B **25**, 097402 (2016).
19. E. H. H. Lim, K. Y. Tan, J. Y. C. Liew, M. M. A. Kechik, S. A. Halim, S. K. Chen, K. B. Tan, and X. Qi, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism **28**, 2839 (2015).
20. E. J. W. Verwey and P. W. Haayman, Physica **8**, 979 (1941).
21. F. Watz, Journal of Physics: Condensed Matter **14**, R285 (2002).
22. J. Rodriguez-Carvajal, Physica B: Condensed Matter **192**, 55 (1993).
23. T. M. McQueen, Q. Huang, V. Ksenofontov, C. Felser, Q. Xu, H. Zandbergen, Y. S. Hor, J. Allred, A. J. Williams, D. Qu, J. Checkelsky, N. P. Ong, and R. J. Cava, Phys. Rev. B **79**, 014522 (2009).
24. D. Balzar and S. Popović, J. Appl. Crystallogr. **29**, 16 (1996).