ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.934— 2017

Государственная система обеспечения единства измерений

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ. СТАНДАРТНЫЕ СПРАВОЧНЫЕ ДАННЫЕ. ТИТАНАТЫ СТРОНЦИЯ И БАРИЯ

Параметры кристаллической решетки в диапазоне концентраций от 0 % ат. до 50 % ат. Ba

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Главным научным метрологическим центром «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов» (ГНМЦ «ССД»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 180 «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 декабря 2017 г. № 2071-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие положения 1
4 Основная часть 2
4.1 Подготовка образцов 2
4.2 Экспериментальная аппаратура 3
4.3 Особенности процедуры измерений 4
4.4 Определение параметров решетки 6
4.5 Экспериментальные данные 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ. СТАНДАРТНЫЕ СПРАВОЧНЫЕ ДАННЫЕ. ТИТАНАТЫ СТРОНЦИЯ И БАРИЯ

Параметры кристаллической решетки в диапазоне концентраций от 0 % ат. до 50 % ат. Ba

State system for ensuring the uniformity of measurements. National standard. Standard reference data. Titanates of strontium and barium. Lattice parameters within the concentration range from 0 at. % to 50 % at. Ba

Дата введения — 2018—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стандартные справочные данные титаната стронция и твердых растворов с барием на его основе и устанавливает параметры кристаллической решетки (размеры элементарной ячейки) титанатов стронция и бария в диапазоне концентраций $(Sr_{1-x}Ba_x)TiO_3$ до $x = 0,5$.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 34100.3/ISO/IEC Guide 983:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

ГОСТ Р 8.614 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная служба стандартных справочных данных. Основные положения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

В настоящем стандарте приведены результаты определения структурных характеристик материалов на основе соединений титаната стронция ($SrTiO_3$) и его твердых растворов с соединением титаната бария ($BaTiO_3$), принадлежащих к окислам со структурой типа перовскита (формула ABX_3), в которых при определенных температурах возникают структурные искажения, сопровождаемые сегнетоэлектрическим переходом.

Многие из этого класса окислов обладают важными электрическими свойствами [сегнетоэлектрики (СЭ), антисегнетоэлектрики (АСЭ), пироэлектрики, полупроводники-сегнетоэлектрики, сверхпроводники], магнитными свойствами (ферромагнетики и др.), а иногда одновременно и электрическими, и магнитны-

Издание официальное

ми свойствами (сегнето- и антисегнетомагнетики) и пр. Эти свойства, а также простота технологии получения, химическая устойчивость, инертность, негигроскопичность, высокая температура плавления, целенаправленное изменение основных электрофизических параметров в широких диапазонах с изменением размеров и формы кристаллитов обеспечивают широкое применение титанатов стронция в электронике, гидроакустике, лазерной и ракетной технике и в других областях.

Разработка технологических принципов получения рассматриваемых материалов требует понимания взаимосвязи между технологическими параметрами их осаждения и характеристиками структурного состояния. Для расчета этих характеристик необходимо знание основного состояния атомов в элементарной ячейке (экспериментальные данные о параметрах кристаллической решетки и объеме элементарной ячейки). При работе в экстремальных условиях большое значение имеют сведения о тепловом расширении [в том числе значение линейного коэффициента теплового расширения (ЛКТР)] в интервале структурных фазовых переходов. Эти данные наиболее последовательно, особенно для низкотемпературных сегнетоэлектрических фаз, определяют по данным об изменении параметров кристаллической решетки (размере элементарной ячейки).

4 Основная часть

В настоящем стандарте по результатам высокоточных измерений с применением рентгеновских дифрактометрических систем для анализа моно- и поликристаллов приведены стандартные справочные данные значений параметров кристаллической решетки (размеров элементарной ячейки) для титаната стронция и для твердых растворов на его основе при последовательном замещении атомов стронция на барий.

Экспериментальные данные с высокой степенью достоверности получены за счет использования государственных стандартных образцов (ГСО) дифракционных свойств (характеристики которых были определены на той же установке) и сравнительного анализа с данными повышенной точности, полученными в других научных организациях. Обработка стандартных справочных данных титаната стронция осуществлена в соответствии с ГОСТ Р 8.614 и ГОСТ 34100.3.

4.1 Подготовка образцов

Измерения монокристаллов в настоящем стандарте проведены на образцах, изготовленных из выращенных кристаллов в Институте физики Ростовского университета (г. Ростов-на-Дону), и на порошках, приготовленных в организации «ВНИИРЕАКТИВ-ЭЛЕКТРОН» (г. Донецк). Для прецизионного рентгенографирования монокристаллов использован сферический образец. Такая форма образца позволяет наиболее точно учитывать влияние поглощения рентгеновских лучей при обработке дифракционной картины. Диаметр сферы подбирали так, чтобы пучок, выходящий из коллиматора, полностью омывал образец. Допускается установление и юстировка образцов для анализа на дифрактометре. Объем и условия рентгеновского эксперимента устанавливали для каждого конкретного образца.

Для обкатки образцов в сферы использовали специальные устройства. Они представляют собой камеры, имеющие форму плоского цилиндра. В таком устройстве заготовки (кубики, изготовленные с максимально минимальным отклонением от среднего размера порядка 10 мк, которое возникает в ходе электроискровой резки) под воздействием потока воздуха быстро перемещаются по кругу и стачивают свои выступающие углы о приклеенную абразивную шкурку. Постепенно уменьшая зернистость шкурки в камерах (от 100 до 5 мк), получили образцы правильной формы и с высокой гладкостью поверхности. Преимущество имеют шкурки с алмазным или с твердым эльборовым покрытием. Источником воздуха служит настольный компрессор, например для аэрографа.

Для подготовки образцов и установки на дифрактометрическую систему использовали оптический микроскоп типа МБС, который позволял определить предварительно качество формы образца и проводить монтаж образца. Приготавливали несколько образцов, проверяли их качество и выбирали монокристаллы с наилучшим строением (по результатам предварительных измерений дифракционной картины на дифрактометре). Для очистки держателей образцов использовали спирт, для устранения поверхностных искажений после обкатки подбирали смесь кислот, для монтажа малых монокристаллических сфер использовали клей-гель, например типа «Момент».

Образец приклеивали на специальный держатель со стеклянной нитью (она и используемый клей обеспечивали отсутствие дополнительных дифракционных рефлексов) и устанавливали на гониометрическую головку дифрактометра. Гониометрическую головку фиксировали в посадочном гнезде гониометра и проводили юстировку так, чтобы образец попадал максимально точно в центр (пересечение осей) гониометра.

4.2 Экспериментальная аппаратура

Определение параметров решетки проводили с использованием устройств дифрактометров, позволяющих фиксировать и анализировать дифракционную картину монокристаллов и поликристаллов. Основная шкала большого гониометра на дифрактометре для монокристаллов обеспечивала диапазон возможных поворотов детектора до 120°. Повороты образца осуществляли с использованием других гониометрических головок, установленных на этом гониометре таким образом, чтобы при эксперименте заполнить всю сферу измеряемого «обратного» пространства (заполнить анализируемыми атомными плоскостями максимально возможный объем элементарной ячейки). Конструкция дифрактометра позволяла получать для перовскитов от 1000 до 18 000 брэгговских отражений (для различных фаз) при комнатной температуре, которые использовали для расчета параметров кристаллической решетки (размеров элементарной ячейки).

Дифрактометрические системы для определения углового распределения интенсивности, максимумов и интегральных интенсивностей брэгговских отражений и последующего расчета параметров кристаллической решетки состоят из нескольких основных и дополнительных устройств, которые используют разные единицы измерений. Среди основных устройств — источник излучения, гониометрическое устройство, детектор отраженного излучения, компьютеры с комплексами программ для управления системой и для расчета структурных характеристик вещества.

Источником излучения в лабораторных дифрактометрах является рентгеновская трубка, в которой катод представляет собой вольфрамовую спираль, разогреваемую электрическим током. В качестве анода на монокристальном дифрактометре использован анод из молибдена (длина волны — 0,07093 нм), на порошковом дифрактометре — анод из меди (длина волны — 0,154056 нм). Интенсивность излучения зависит от напряжения и тока, которые варьируются в зависимости от типа и задачи рентгенографирования (стартовой измерительной модели).

Для прецизионных рентгеновских измерений размеров элементарной ячейки фиксируют большое число высокоугловых брэгговских рефлексов (они соответствуют более высоким порядкам отражений от семейства кристаллографических плоскостей), для которых погрешности (неопределенности) минимальны. Интенсивность таких брэгговских отражений на порядки слабее, чем для отражений с малыми индексами Миллера, поэтому используют максимально возможные значения тока и напряжений или более длительное время измерений (в каждой точке «обратного» импульсного пространства, в координатах которого происходит процесс измерения). Общее время для каждого эксперимента при комнатной температуре для монокристаллов перовскитов составляет от 60 до 150 ч непрерывно. Для поликристаллических образцов при анализе дифракционной картины порошков и поликристаллических пластин используют данные, полученные на дифрактометрической системе типа «ДРОН» (НПО «Буревестник», Санкт-Петербург).

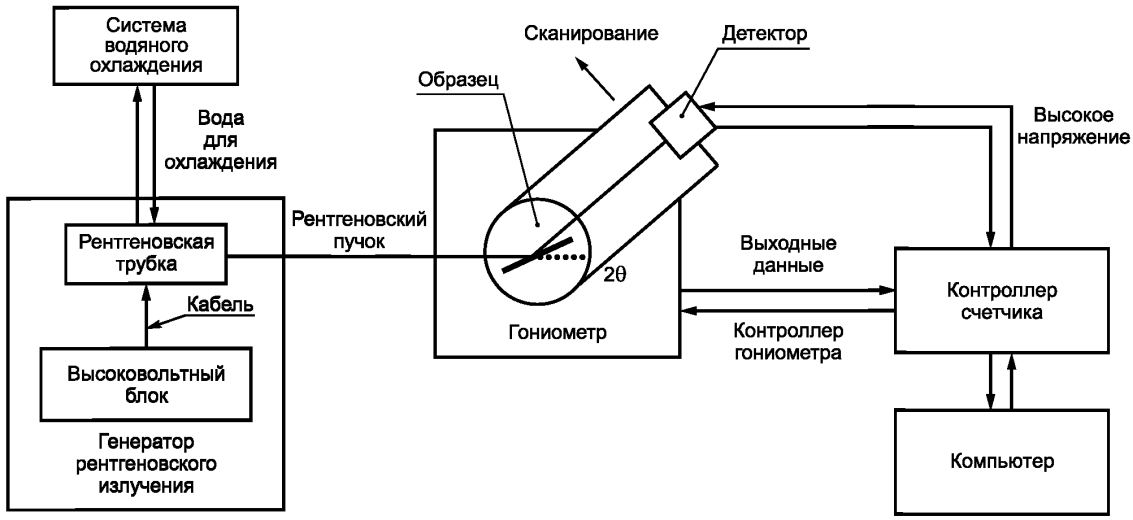


Рисунок 1 — Блок-схема установки — дифрактометрической системы с использованием коротковолнового излучения

Оптическая система в дифрактометрической системе для анализа монокристаллов включает графитовые монохроматоры и коллиматоры с внутренним отражением, что увеличивает параллельность

пучка. Двумерный детектор работает за счет использования характеристик рентгеночувствительного экрана для измерения дифракционной картины монокристаллов (в современных конструкциях дифрактометров), основанного на CCD-технологиях. Вся система регистрации сигналов обладает относительно низким уровнем шумов и позволяет проводить исследования образцов малого объема.

Дифрактометрическая система с молибденовым анодом позволяет проводить анализ атомно-кристаллической структуры материалов с разрешением до 0,045 нм. При этом допустимые размеры областей когерентного рассеяния (блоков мозаики) в анализируемом веществе составляют значения от 2 параметров кристаллической решетки, чувствительность — от 10^{16} электронов в образце.

Для проведения измерений, обработки данных экспериментов и последующего определения структурных характеристик, удовлетворяющих стабильным параметрам кристаллической решетки, использовали аттестованную методику измерений [№ 702/06-09 (ФР.1.31.2009.06707)] с существенными дополнениями к ней, проведенными во ФГУП «ВНИИМС». Для повышения достоверности измеряемых величин предварительно на тех же установках измеряли эталонные средства измерений — стандартные образцы дифракционных свойств монокристаллов и поликристаллов, например государственные стандартные образцы: ГСО ПРФ-4 (ПРФ-3), кремний; ГСО ПРФ-9 (ПР-1), силицид ванадия; ГСО ПРИ-7а, оксид алюминия; ГСО ПРФ-23, купрат иттрия-бария; ГСО ПРФ-12, гексаборид лантана. Результаты измерений и определения структурных характеристик сравнивали с аттестованными значениями характеристик этих ГСО.

4.3 Особенности процедуры измерений

4.3.1 Измерения углового распределения

Измерения углового распределения интенсивностей всех возможных дифракционных (бреговских) отражений проведены внутри сферы ограничения, радиус которой определяют волновым вектором используемого рентгеновского излучения. Наиболее точные результаты измерений были получены при использовании монокристаллических образцов, результаты которых преобразовывали для измерений поликристаллических образцов: проецирование в этих экспериментах интенсивностей дифракционных максимумов только на одномерное *k*-пространство (*k* — значение переданного импульса каждой атомной плоскости) существенно снижает количество независимых отражений, которые могут быть разрешены и измерены на порошковом дифрактометре.

Для регистрации дифракционной картины монокристаллов устанавливали расстояние кристалл — детектор не менее 41,5 мм. Использовали коллиматор диаметром не более 0,5 мм. Устанавливали «бункеровку» (объединение пикселей или разбиение матрицы на субблоки) «binning мода» 2 × 2, т. е. с разрешением 1024 × 1024 пикселей. Устанавливали типовые значения для молибденового источника излучения, например 50 кВ и 40 мА или 33 кВ и 40 мА, когда требовалось устранить на дифракционной картине отражения, соответствующие второй гармонике $\lambda/2$.

4.3.2 Юстировка образца

Специальной командой гониометр дифрактометра переводили в положение, предназначенное для юстировки образца. При этом гониометр переходил в режим ручного управления. Гониометрическую головку с кристаллом закрепляли на посадочном гнезде гониометра. Положение кристалла контролировали на мониторе, куда передавали изображение с микроскопа. Микроскоп, установленный на дифрактометре, имеет шкалы, цена деления которых равна 0,01 мм. Регулируя микрометрические винты гониометрической головки, перемещали центр образца в перекрестие шкал микроскопа. Затем командой с ручного пульта управления гониометром кристалл поворачивали на 180° вокруг оси гониометрической головки. Операцию перемещения образца повторяли. Те же самые действия повторяли для углов поворота образца 90° и 270°. При этом регулировали перемещение образца в направлении, перпендикулярном первоначальному. Для регулировки образца по высоте использовали команду с ручного пульта управления, которая поворачивала образец на 180° вокруг оси (верхнее положение образца), перпендикулярной оси гониометрической головки. При регулировке образца по высоте использовали третий микрометрический винт гониометрической головки. Кристалл считали съюстированным, если при движении по любой из осей центр тяжести образца совпадал с перекрестием шкал микроскопа в пределах 10 мк.

4.3.3 Условия измерений

При проведении измерений при комнатной температуре обычно соблюдали следующие условия:

- температура воздуха — в диапазоне 297—300 К (24—27 °С);
- атмосферное давление — 84—106,7 кПа (690—800 мм рт. ст.);

- относительная влажность воздуха — не более 80 % при температуре 25 °С;
- напряжение питания электросети для однофазного тока — 200—240 В.

С использованием программного обеспечения образец поворачивали последовательно со всеми возможными поворотами, чтобы зафиксировать на детекторе интенсивность отраженных дифрагированных лучей с как можно более полным изображением сферы обратного пространства (сферы Эвальда). При повороте образца различные отражающие атомные плоскости проходили через положение, при котором выполняется условие, соответствующее закону Брэгга — Вульфа.

Для проверки образца на соответствие исследуемой фазе и для оценки уровня совершенства кристаллической структуры вещества проводили первое типовое предварительное рентгенографирование с общим временем 5—10 мин для пробного определения параметров решетки кристалла конкретного образца. По окончании первого предварительного рентгенографирования оценивали отличие параметров решетки кристалла от ожидаемых, а также процентное отношение числа отражений на дифракционной картине, удовлетворяющих выбранной ячейке. Затем оценивали качество дифракционной картины в целом, включая остроту дифракционных максимумов. На основании анализа результатов измерений принимали решение о дальнейшей работе с данным образцом.

Для образца, выбранного из партии, проводили второе предварительное рентгенографирование с общим временем 30—120 мин. Для оценки параметров основного эксперимента и постановки измерительной задачи оценивали доступное разрешение и время экспозиции для разных положений детектора по углу скольжения для обеспечения требуемого уровня статистики измерения интегральных интенсивностей за доступное время проведения всего эксперимента (от 60 до 120 ч для перовскитов с кубической симметрией элементарной ячейки).

По окончании всего эксперимента проводили обработку полученных данных с выдачей файлов, необходимых для дальнейшего структурного анализа.

4.3.4 Первичная обработка дифракционной картины

Результатом измерений являлись обширные наборы данных [раны (runs)] двумерных дифракционных картин (фреймов), получаемых при разных установочных углах гониометра.

Система контроля установки проводила запись параметров работы установки в ходе длительного эксперимента, способных повлиять на результаты, и проводила запись контрольных (референтных) дифракционных картин с несколькими брэгговскими отражениями за все время проведения измерений.

Обработку данных измерений проводили с применением программного пакета (ПО) CrysAlis. Определение параметров кристаллической решетки (размеров элементарной ячейки) проводили последовательно. С использованием программы CrysAlis осуществляли поиск всех брэгговских отражений на каждом фрейме. Определяли элементарную ячейку, размеры которой удовлетворяли не менее 90 % зафиксированных рефлексов. Уточняли инструментальную модель, соответствующую параметрам решетки кристалла, со значениями, уточненными по всему набору дифракционных отражений. Затем с использованием ПО проводили профильный анализ каждого отражения, состоящий из двух этапов:

1) определение фона и границ пиков;

2) получение интегральных интенсивностей.

Завершение обработки состояло из нескольких действий. Вносились все значимые поправки в интенсивности для того, чтобы измеренные величины приблизились к кинематической шкале. Поправки на эффект Лоренца и на поляризацию осуществляли программой CrysAlis. Другие поправки требовали тщательного анализа массива данных и включали:

- отбраковку «дефектных» брэгговских рефлексов, возникающих из-за инструментальных особенностей дифрактометрической измерительной системы, например из-за частичного перекрытия пучка элементами гониометрической системы или в результате попадания пятна от брэгговского отражения на край фрейма;
- отбраковку рефлексов, запрещенных по симметрии элементарной ячейки;
- учет двойникования (с информацией о перекрытии рефлексов).

Далее проводили усреднение интенсивностей эквивалентных рефлексов и анализ причин их отклонения от этого среднего. Сближение интенсивностей эквивалентных и повторных рефлексов выбирали как критерий при поиске инструментальной модели шкалирования [при переводе значений интенсивности в значения зарядовой (электронной) плотности]. Для дифрактометров фирмы «Oxford Diffraction» (дифрактометр «XCalibur») использовали программу AbsPack. Учитывали для некоторых кристаллов расхождение между интенсивностями эквивалентных рефлексов, которое могло быть вызвано реально существующей анизотропией свойств анализируемых кристаллов.

По окончании обработки данных получали файлы трех типов:

1) основной файл экспериментальных данных, который содержал для каждого рефлекса следующие характеристики: индексы Миллера, интегральные интенсивности, стандартное отклонение, номер рана, направляющие косинусы;

2) файл с расширением «sum» с описанием обработки измерений;

3) файл CIF для опубликования полученных результатов (CIF — Crystal Information File — стандарт, рекомендованный Международным союзом кристаллографов).

При исследовании каждого образца сохраняли все данные: дифракционные картины и спектры, что позволяло вернуться к повторному анализу эксперимента в случае выявления случайных ошибок. Систематические погрешности можно обнаружить только на втором этапе уточнения структурной модели.

4.4 Определение параметров решетки

В идеальной перовскитной ячейке с кубической симметрией элементарной ячейки все атомы находятся в частных положениях и характеризуются координатами атомов A[1/2 1/2 1/2]; B[0 0 0]; O[1/2 0 0, 0 1/2 0, 0 0 1/2]. Пространственная группа элементарной ячейки — Pm3m.

Типичная дифракционная картина, получаемая на дифрактометре ДРОН-4 (ФГУП «ВНИИМС»), для анализа порошков от исходного состава — титаната стронция, представлена в [1].

Для расчета параметров решетки используют значения углов, соответствующих максимумам брегговских отражений, и соотношение, связывающее значения межплоскостных расстояний с этими углами. В простой форме оно было выведено Брэггом и независимо Вульфом. Без учета дисперсионных поправок, которые могут оказывать влияние на значения в шестом и последующем знаках, соотношение записывают следующим образом:

$$2d \sin \theta = n\lambda, \qquad (1)$$

где d — межплоскостное расстояние, нм (в ранних, уже опубликованных работах, также использовали единицу измерений ангстрем, которая точно в 10 раз больше, чем 1 нм);

θ — угол отражения (падения) лучей;

n — порядок отражения (1, 2, 3...) (возможность фиксировать значительное число отражений с более высоким порядком, которые обеспечивают повышение точности определения параметров, зависит от длины волны используемого излучения);

λ — длина волны используемого излучения.

Для определения размеров элементарной ячейки проводят индицирование анализируемых отражений от атомных плоскостей; индексы определяют пространственное расположение этих плоскостей в элементарной ячейке относительно выбранных в ней координатных осей (индексы Миллера — *H, K, L*). Индексы Миллера определяют величину расстояния атома Fi, принадлежащего ячейке, от начала координат принятой системы координатных осей в единицах, кратных параметрам элементарной ячейки H = a/Fi, K = b/Fi, L = c/Fi. Межплоскостное расстояние $d_{(HKL)}$ по определению равно длине перпендикуляра, опущенного из начала координат на плоскость, пересекающую оси *x, y, z* в точках a/*H*, b/*K*, c/*L*.

Для расчета размеров элементарной ячейки симметрии (квадратичные формы) используют формулу симметрии этой ячейки на основе соотношения (1)

$$1/d^2_{(HKL)} = (1/a^2)(H^2 + K^2 + L^2). \qquad (2)$$

Для наиболее симметричной кубической формы кристаллической элементарной ячейки перовскитов a = b = c (все углы по 90°).

Графическое представление использования экстраполяционной функции Нельсона — Райли Φ. при определении параметра решетки для порошковых образцов отражено в [1].

Значение параметра решетки (экстраполяция на 90°) $SrNiO_3$ (ФГУП «ВНИИМС») в графическом представлении принимается равным 0,39049 нм, значение функции определяют по формуле

$$\Phi(\theta) = \frac{1}{2}\left(\frac{(\cos\theta)^2}{\theta} + \frac{(\cos\theta)^2}{\sin\theta}\right). \qquad (3)$$

Поддержание требуемой температуры или заданного температурного режима исследуемых образцов на дифрактометре, например типа «XCalibur» фирмы «Oxford Diffraction» — Ригаку, осуществляют за счет использования специального устройства с точностью стабилизации температур 0,5°. На дифрактометрах типа «XCalibur» измерения выполняют в диапазоне температуры от 297 до 300 К. Температуру и влажность среды, окружающей образец, измеряют поверенным измерителем влажности и температуры, например ИВТМ-7, размещаемым в непосредственной близости от образца. Доверительная погрешность измерения температуры этим средством измерения составляет ±0,7 К.

4.5 Экспериментальные данные

В таблице 1 приведены экспериментальные данные, полученные на дифрактометрах различного типа, и данные других научных организаций [1].

Таблица 1

Концентрация, % ат. Ba	a, нм (исходное значение)	a, нм (среднее значение)
0[1)]	0,39048 (2) 0,39050 (2)	0,39049
0[2)]	0,39043 (2) 0,39045 (2)	0,39044
0[3)] [1]	0,39103 (8) 0,3908 (3) 0,3907 (3) 0,3907 (3)	0,39081
0[3)] [1]	0,38996 (5) 0,39010 (10)	0,39003
0[3)] [1]	—	0,39050
0[3)] [1]	—	0,390527 (9)
0[3)] [1]	—	0,3905
Среднее значение по всем данным для исходного $SrTiO_3$	—	0,39047
10—12[2)]	0,391615 (12)	—
20—22[2)]	0,39207 (7)	—
40[1)]	0,39430 (10)	—
49[2)]	0,39536 (6)	—
55[1)]	0,39570 (5)	—
77—79[1)]	0,39545 (5)	—

[1)] Данные получены на порошковом дифрактометре ДРОН-4, ФГУП «ВНИИМС».
[2)] Данные получены на монокристальном дифрактометре «Xcalibur», ФГУП «ВНИИМС».
[3)] Данные получены на монокристальном дифрактометре CAD-4, Nonius(ИОНХ).

Примечания

1 Данные получены на основании комплексного анализа результатов исследований, проведенных в других научных организациях [1].

2 В круглых скобках приведены числовые значения погрешностей каждой серии измерений.

Из таблицы 1 видно, что для стартового состава $SrTiO_3$ были согласованы экспериментальные данные по определению параметров кристаллической решетки с экспериментальными данными, полученными разными авторами.

Графическое представление данных таблицы 1 о концентрационной зависимости параметра кристаллической решетки от рентгеновских данных при температуре 300 К отражено в [1], где приведены значения параметра кристаллической решетки, полученные для порошков концентрацией 40 % ат. — 78 % ат. Ba. Эти данные, несмотря на двухфазность состава с 78 % ат. Ba, также важны, так как допол-

нительно подтверждают, что граница области гомогенности фазы с кубической элементарной ячейкой на основе $SrTiO_3$ находится вблизи 50—55 % ат. Ba. Это следует из того, что значения размеров элементарной ячейки при более высоких концентрациях Ba, чем 50 %, остаются практически неизменными.

Оценку достоверности данных осуществляют совместной обработкой серий измерений на образце каждого состава и сравнением рекомендуемых данных с (наиболее надежными) данными, полученными в других научных организациях [1]. Дополнительное повышение достоверности осуществляют за счет использования ГСО дифракционных свойств (для этих образцов аттестованы значения параметров решетки), измерения структурных характеристик которых проводят на тех же установках.

Библиография

[1] Таблицы стандартных справочных данных ГСССД 330—2017. Титанаты стронция и бария. Параметры кристаллической решетки в диапазоне концентраций 0 % — 50 % ат. Ba. — ФГУП «ВНИИМС». — М., 2017. — 29 с.

УДК 537.32.323:006.354 ОКС 17.020

Ключевые слова: государственная система обеспечения средств измерения, стандартные справочные данные, структурные характеристики веществ, дифракционные свойства, параметры кристаллической решетки, перовскитные материалы, титанаты стронция и бария, монокристаллы, стандартные образцы дифракционных свойств, высокая точность, воспроизводимость и достоверность результатов

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 12.03.2019 Подписано в печать 26.03.2019 Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru