教育行业标准《多晶体X射线衍射方法通则》（征求意见稿）

编制说明

1 工作简要过程

受国家计量认证高校评审组、高校分析测试中心研究会委托进行修订编写《多晶体X射线衍射方法通则》建议稿。

标准建议稿没有参考其他国外标准，但与国外现行标准做了比较。在原《JY/T 009-1996 转靶多晶体X射线衍射方法通则》的基础上，参考了国内相关的标准，主要标准如下：[1]JJG629-2014 多晶X射线衍射仪检定规程，[2]GB 18871-2002电离辐射防护与辐射源安全基本标准。

《多晶体X射线衍射方法通则》由吉林大学作为主持修订单位，北京大学、浙江大学、东北大学作为辅助修订单位，华东理工大学、福州大学、华南理工大学、南京师范大学、昆明理工大学、南京大学、山东理工大学、苏州大学、上海交通大学、东华大学、中国矿业大学、北京化工大学作为参与单位一起完成。在修订稿编写的过程中，各位老师认真负责，查阅了大量的文献资料，进行了充分的调查研究和讨论，并严格按照GB/T1.1《标准化工作导则第一部分：标准的结构和编写规则》和其它有关规定执行。在标准修订过程中，还得到了国内很多X射线衍射专家们的大力支持。

**2015.6.1，**成立修订单位的工作组，组长高忠民，副组长孙俊良、胡秀荣、贺彤，组员王邵雷、黄清明、吴冰、李钢、王春建、俞慧强、王永在、王文宝、饶群力、陈晓、廖复辉、王超、魏婷婷，评审专家孙伟、王颖霞、麦振洪、吕光烈、石磊、金文仁；组建了X射线衍射国家标准修订工作QQ群（277304774）。

**2015.6.24**，高校通则标准修订培训班开班，各成员参加标准制订和修订规范化培训。会后X射线衍射国家标准工作组召开第一次会议，根据培训内容对X射线衍射国家标准修订中面临的问题进行讨论，制定初步标准修改计划方案。组内成员分工，共同开始修订工作。

**2015.6.1—7.10**，组长多次组织网上讨论和发邮件，进行先期的沟通和交流，并查阅相关标准和书籍、文献资料，提出通则修改意见和建议。

**2015.7.1—8.21**，明确制定标准修订计划和方案。分工如下：

第一组胡秀荣老师负责：

成员：王邵雷、黄清明、吴冰

负责内容：分析方法通则第1~3、5~6、9、10部分。

第二组孙俊良老师负责：

成员：廖复辉、王超、魏婷婷

负责内容：分析方法通则第4部分。

第三组高忠民老师负责：

成员：饶群力、陈晓、李钢、王永在

负责内容：分析方法通则第7、8部分。

第四组贺彤老师负责：

成员：王春建、俞慧强、王文宝

负责内容：分析方法通则附录部分。

工作组严格按照GB/T1.1《标准化工作导则第一部分：标准的结构和编写规则》，在调查研究和组内意见与分工的基础上，对“JY/T 009-1996 转靶多晶体X射线衍射方法通则”进行仔细修订，形成修订初稿。

**2015年8月21日-9月14日**，工作组以邮件和qq方式对《多晶体X射线衍射方法通则》修订初稿进行了多次的讨论和修改。

**2015年9月15日，**由组长汇总修改意见，按照标准编写格式完成《多晶体X射线衍射方法通则》的送审讨论稿和编制说明。

2 确定标准名称及主要技术内容的依据

本通则依据“JJG629-2014 多晶X射线衍射仪检定规程”和“JY/T 009-1996转靶多晶体X射线衍射方法通则”进行修编。在修编过程中查阅大量的国内外相关文献和相关现行标准，请教了国内很多X射线衍射专家进行指导。

3 新旧标准水平的对比及主要区别

新通则与原通则相比内容做了必要的更新，体现出更为先进的特点，指导操作的可行性更强。新通则的定义更准确，参数更具体，条目编写更清晰，文字语言更科学、严谨，格式更规范。二者的具体区别如下：

新标准扩充了适用范围：增加了结晶度分析、微结构分析、从头多晶体衍射数据解晶体结构或结构修正，扩充了二维探测器衍射仪。

增加了规范性引用文件：6.2节对仪器性能增加了规范性引用文件JJG629-2014；附录D对参考文献部分也增加了引用文件。

修改了与本通则相关的术语和定义：增加了3.11晶面指数、3.12晶体结构、3.13空间群的定义；删除了原标准中3.12高温衍射、3.13低温衍射、3.17累积强度等术语；并对其他术语做了重新定义或合理的修改。

增加了分析方法的内容：4.2.1部分增加了Rietveld精修定量分析方法；增加了4.2.2结晶度分析方法；4.3.1部分增加了纤维材料的谢乐公式计算方法；增加了4.5从头多晶体衍射数据解晶体结构方法；增加了8.3.3.3用全谱拟合方法求物相定量分析等内容。

修改了仪器的结构图。对衍射仪的结构示意图做了彻底修改，修改后的衍射仪结构更加清晰明了，也更符合现代衍射仪的构造布局。

修改了试验准备的相应内容：增加了5.1.3 仪器宽化测定用标准物质；7.1.2.1节中增加了对被测粉末样品粒度的具体要求；删除了目前已不再使用的制样方法，如原标准中7.2.2侧装法；8.1.2试样准备部分与原标准相比做了精简，避免了重复啰嗦。

修改并完善了分析步骤：在8.分析步骤一节中做了诸多修改，使该条目更符合当前新型衍射仪器的操作步骤和数据处理方式，新标准的实际可操作大为提高。

更新了谱图的数据库：在PDF说明中，引入了PDF-2，PDF-4以及2015年的PDF卡数据库，比原标准进步20年。增加了英国剑桥晶体学数据中心的CCDC数据库和[开放晶体结构数据库](http://www.crystalstar.org/resource/ShowArticle.asp?ArticleID=199)（COD），提供更丰富的数据库资源。

更新了附录的相关内容：对附录C做了大幅修改和调整，对附录D的参考文献也做了更新。

修改了分析结果的表述：附录F新的实验数据记录表涵盖样品信息更丰富，侧重于分析过程记录的完整性，使得试验完全能够按照该结果记录表进行重复验证。

总之，新标准有更广泛的适用范围和通用性；与原通则相比有了显著的进步。

与国内外同类标准水平的对比：

新通则吸收了国际上衍射分析的新理论和新技术，比如增加了结晶度分析、Rietveld结构精修、从头多晶体衍射数据解晶体结构等新分析方法，引入了二维探测器新技术。相比现有的国际同类标准，比如德国（标准号：DIN EN 13925-1-2003）、法国（标准号：NF A09-280-1-2003）和欧洲（标准号：EN 13925-1-2003）现行的“Non-destructive testing. X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials. General principles”（2003年颁布），领先十多年。

4 与现行的法令、法规和国家标准及其他行业标准的关系

目前，我国与多晶X-射线衍射方法相关的现行国家标准有：

1. GB/T 30793-2014 X-射线衍射法测定二氧化钛颜料中锐钛型与金红石型比率；
2. GB/T 30904-2014 无机化工产品晶型结构分析 X射线衍射法；
3. GB/T 23413-2009 纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定 X射线衍射线宽化法；
4. GB/T 6609.32-2009 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法第32部分：a-三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法；
5. GB 16355-1996 X射线衍射仪和荧光分析仪放射卫生防护标准。

与多晶X-射线衍射方法相关的现行行业标准有：

1. SN/T 3975-2014 矾土矿的鉴别方法X射线衍射法（国家质量监督检验检疫总局）；
2. YS/T 976-2014 煅烧α型氧化铝中α-Al2O3含量的测定 X-射线衍射法（工业和信息化部）；
3. SN/T 3797-2014 建筑用耐火材料中氧化锆纤维的筛选方法 X-射线衍射法（国家质量监督检验检疫总局）；
4. SN/T 4008-2013 滑石粉快速定性筛选粉末X射线衍射法（国家质量监督检验检疫总局）；
5. YS/T 438.5-2013 砂状氧化铝物理性能测定方法第5部分：X-射线衍射法测定α-氧化铝含量（工业和信息化部）；
6. YS/T 785-2012 NaA型沸石相对结晶度测定方法 X衍射法（工业和信息化部）；
7. DL/T 1151.22-2012 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法第22部分：X-射线荧光光谱和X-射线衍射分析（国家能源局）；
8. SN/T 3131-2012 自行车车闸闸皮中石棉含量的测定偏光显微镜-X射线衍射光谱法（国家质量监督检验检疫总局）；
9. SN/T 3011.1-2011 X射线衍射法鉴别金属矿产类进口固体废物物相第1部分：通则（国家质量监督检验检疫总局）；
10. JB/T 11144-2011 X射线衍射仪（工业和信息化部）；
11. SY/T 5163-2010 沉积岩中粘土矿物和常见非粘土矿物X衍射分析方法（国家能源局）；
12. SN/T 2649.1-2010 进出口化妆品中石棉的测定第1部分：X射线衍射-扫描电子显微镜法（国家质量监督检验检疫总局）；
13. SN/T 2649.2-2010 进出口化妆品中石棉的测定第2部分：X射线衍射-偏光显微镜法（国家质量监督检验检疫总局）；
14. SN/T 2731-2010 非金属矿中石棉的定性方法 X射线衍射-显微镜观察法（国家质量监督检验检疫总局）。

以上现行国家标准和行业标准的内容，仅涉及应用多晶X-射线衍射方法解决某种或某类产品或物质的物相定性定量分析、结晶度测定和晶粒尺寸等具体内容，标准的应用范围较窄。

修订的多晶X-射线衍射方法通则，内容涵盖物相定性定量分析、结晶度测定、晶格畸变测定、晶粒尺寸和晶格参数分析等，对于各种多晶样品的分析均具有普适性，完全可以应用于上述国标或行标涉及的分析对象。

修订的多晶X-射线衍射方法通则，应用于某种或某类产品即可以成为该产品的相关国标和行标。因此，本通则具有宏观性、指导性和普适性，而现行国标和行标通则是针对某种或某类产品的具体应用，具有从属性和专属性。

5 废除有关标准的建议或其它应说明的事项

本通则废除了“（1）JJG（教委）009-1996转靶X射线多晶体衍射仪检定规程（2）GB/T 5225-1985 金属材料定量相分析——X射线衍射K值法（3）YB/T 5336-2006高速钢中碳化物相的定量分析——X射线衍射法（4）YB/T 5338-2006 钢中残余奥氏体定量测定 X射线衍射仪法（5）YB/T 172-2000 硅砖定量相分析 X射线衍射仪法（6）SY/T 5163-2010 沉积岩中黏土矿物和常见非黏土矿物X射线衍射分析方法（7）GB8703-88 辐射防护规定”，采用了最新的“（1）JJG 629-2014 多晶X射线衍射仪检定规程（2）GB 18871-2002电离辐射防护与辐射源安全基本标准”。原通则中引用的这些标准多数已经更新了版本，这些标准对某种或某类产品适用。而本通则具有普适性，因此不对这些标准进行引用。

废除了原通则中的“转靶”的约束，扩大了新通则的应用范围。

废除了原通则中”定量相分析方法中的外标法、参考强度比法、参量法和无标法的内容”，目前物相定量分析方法主要用计算机软件进行模拟计算，主流软件的编写原理多采用Rietveld方法，主要采用Rietveld精修粉末衍射全谱拟合方法来进行物相定量分析。

废除了 “侧装法”，这种制样方法在实际应用中不实用。

废除了“8.1.2.5 脉高分析器的调整”，现代X射线衍射仪无需用户调整。

6 重要内容的解释

增加了“4.2.2结晶度分析方法”，

增加了“4.5 从头多晶体衍射数据解晶体结构”。

更新了测试用标准样品。

更新了X射线衍射仪结构示意图。

更新了“6.2 仪器性能”指标

更新了“8 分析步骤”，删除了部分繁琐的实验步骤和分析步骤，加入了最新的“Rietveld精修粉末衍射全谱拟合”方法进行物相定量分析，加入了“8.6 从头多晶体衍射数据解晶体结构”小结。

更新了“9 分析结果的表述”，使得给出的分析结果更全面合理。

更新了“10 安全注意事项”，引用了最新的国家标准“GB 18871-2002”

更新了“附录 C”，列出了目前最新的分析数据库。

更新了“附录 D”，删减了部分文献，新增了最新的参考文献。

更新了“附录 E”，参考NIST标准样品，给出了国际最新的标准物质及数据信息。

更新了“附录 F”，提供了更详细的X射线物相定性分析的实验数据与分析的记录表格。

更新了“附录 G”，给出新的防电离辐射标准，更直观、醒目。