



ATP005 多晶 X 射线衍射技术 考核及培训大纲

CSTM 合格评定 试验人员能力专业委员会
全国分析检测人员能力培训委员会 (NTC)

文件编号：ATP005/A：2024-1

发布日期：2024 年 5 月 1 日

1 总则

1.1 目标

了解多晶 X 射线衍射分析技术基本概念及基础理论知识；熟悉多晶 X 射线衍射仪组成结构及工作原理；具备多晶 X 射线衍射仪的实际操作能力；掌握多晶 X 射线衍射分析技术在相关领域的应用。

1.2 适用范围

本大纲适用于以粉末（多晶）样品的 X 衍射常规分析技术的考核与培训。

1.3 应具备通用基础知识

1.3.1 通用基础

具备所从事的学科（或行业）（如材料、物理、地质、化学、化工等）的基础知识；了解“X 射线多晶衍射技术”的基本知识。

1.3.2 分析测试基本操作和相关知识

具备实验室一般仪器和设备的操作能力。具备高电压的基本知识。

1.3.3 数据处理基础知识

具备数据统计处理和误差理论的基础知识。

1.3.4 射线防护基础知识

具备射线的穿透、辐照及防护的基础知识。

2 技术要求

2.1 ATP 005-1 XRD 技术基础与通则

2.1.1 术语及概念

掌握多晶 XRD 分析技术基本概念和相关的技术用语

(1) X 射线的产生及基本性质

X 射线的产生，连续谱、特征谱。

(2) 晶体学基础常识

晶系、晶胞、晶向、晶向指数、晶面、晶面指数、点阵参数等。

基本了解空间群的概念。

(3) X 射线与物质的相互作用的基本知识

吸收、质量吸收系数、线吸收系数、化合物与混合物的吸收系数、
X 射线荧光、相干散射与非相干散射。

- (4) 衍射的概念，多晶体的衍射
- (5) 布拉格方程
- (6) 点阵消光及其条件；结构消光及其条件

2.1.2 基本原理

掌握多晶 X 射线衍射仪分析技术和基本原理

2.1.2.1 多晶 X 射线衍射分析基本原理

- (1) 布拉格方程
- (2) “理想粉末”（理想多晶体：晶粒尺寸小、结晶完整、随机取向分布）的多个衍射锥的产生原理
- (3) 如何利用衍射仪测量各衍射锥的角度和强度
- (4) 多个物相（化合物或单质）的衍射锥的组成
- (5) 光子接收计数（强度）的统计误差规律
- (6) 非“理想多晶体”的衍射与“理想多晶体”的差异
晶粒粗大的效应，晶粒取向择优分布的效应，结晶不完美的效应，纳米晶粒度的效应
- (7) 多晶衍射的衍射理论（积分）强度
理论强度公式
结构因子、洛伦兹—偏振因子、吸收因子、德拜—瓦洛因子
符合理论强度公式对样品的要求

2.1.2.2 多晶 X 射线衍射图谱的基本信息

衍射峰的位置（布拉格角 2θ ），包括角度的准确性和精确度
衍射峰强度；强度的定义，积分强度、峰高强度、相对强度
衍射峰的峰形；半高宽，积分宽度，样品线形、仪器线形。

2.1.2.3 衍射峰的误差来源及其影响因素

衍射峰测量误差的主要来源，包括仪器固有误差、仪器调整误差、衍射几何误差、样品制备误差、计数统计误差等。

衍射峰（角度、强度、线形）测量误差的影响因素。

2.1.2.4 粉末（多晶）衍射数据库的应用

PDF 卡片的基本信息

PDF 数据库的内容和基本应用

2.1.3 样品制备的基本要求

XRD 多晶衍射分析样品制备的基本要求及其注意事项

粉末样品的制备要求, 块体样品的制备要求, 样品制备对测量结果正确性的影响。

样品尺寸及其安装。

样品制备对衍射峰参数 (峰位, 强度, 线形) 测量误差的影响。

2.1.4 考核方式

书面考核

2.2 ATP 005-2 多晶 XRD 仪器设备与操作

2.2.1 仪器的基本构成

掌握多晶 X 射线衍射仪的基本构成、其各个系统和部件的主要用途及特点:

(1) 多晶 X 射线衍射仪的基本构成

(2) 发生器的参数和类型

X 射线管与旋转靶发生器

基本稳定度

(3) 测角仪的类型 (立式和卧式, $\theta-\theta$ 和 $\theta-2\theta$) 及其特点

角度分度的重复性

角度分度的准确度

(4) 测角仪的衍射几何参数及其对衍射谱的作用

发散度, 轴向发散度, 防散射部件、接收宽度

(5) X 射线探测系统的基本构成 (射线探测器, 放大器, 能量甄别器)

(6) 探测器的主要种类及其特性

气体正比探测器, 闪烁探测器, 其它所用探测器 (如 Li 漂移 Si 探测器,

Si 阵列探测器, 二维探测器等)

所用探测器的基本特性: 噪声及其影响因素, 能量分辨率, 计数率线性范围

(7) 衍射光路中单色器的作用及其特性

(8) 多晶衍射仪的所用功能附件及其特点

织构功能附件

高低温功能附件

其它随机附件

(10) 衍射仪测量扫描方式及其作用

(11) 所用衍射仪计算机系统随机分析软件系统特点

2.2.2 仪器操作技术

多晶衍射仪的一般操作步骤

掌握所用仪器设备的操作技术；包括开机和关机，仪器软件使用，仪器操作条件优化，质量控制（保证测试结果重复性和准确度），操作安全规范及注意事项，所用各个部件安装和更换等。

2.2.3 仪器校准与检定

了解所用仪器的校准与检定规程、定期核查等项要求，掌握所用仪器的日常校准方法

2.2.4 仪器的维护

掌握仪器各个系统和部件的日常维护，常见故障的初步判断与分析

2.2.5 安全操作

掌握实验室安全操作规范，了解射线防护的基本知识

2.2.6 考核方式

2.2.6.1 书面考核

2.2.6.2 实际操作考核

2.3 ATP 005-3 标准方法与常规应用技术

2.3.1 物相定性分析

(1) 物相定性分析的基本原理和一般步骤

(2) 粉末（多晶）衍射数据库

PDF 数据库的内容和应用

(3) 物相定性分析中必须注意的事项

固溶体的分析、样品具有织构（或强择优取向）的分析

(4) 物相定性

基本分析方法及其发展

2.3.2 物相定量分析

(1) 物相定量分析的基本原理

多相化合物的吸收系数，微吸收效应

(2) 物相定量分析的基本方法

内标法的基本原理；外标法的基本原理

K 值法和基于 K 值的多种方法

任意样品的分析方法

所在行业的行业标准分析方法

大体了解：全谱结构优化拟合法的的基本原理

大体了解：ICSD 结构数据库

(3) 物相定量分析的一些注意事项

样品制备的要求，微吸收的校正要求

(4) 物相定量分析方法的发展

2.3.3 点阵参数的测定

(1) 衍射线峰位的定义及其特点

峰顶法，半高宽中点法，重心法

(2) 衍射峰峰位的误差和偏差来源

仪器固有误差和调整误差

衍射几何偏差

样品制作误差

(3) 精确测定点阵参数的基本原理

2.3.4 晶粒（嵌镶块）尺寸及微观应力的分析测定

(1) 衍射峰线形的构成

衍射峰宽化的产生

谢乐公式

仪器线形和样品物理线形的卷积

(2) 仪器线形的获得

标准（近完美）样品实验线形分解拟合法

基本衍射几何参数计算法

(3) 仪器宽化的扣除。两种宽化效应的分离

(4) 傅立叶变换法退卷积求物理宽化

2.4 ATP 005-4 多晶 X 射线衍射的数据处理

2.4.1 计算参数及定义

见 2.1.2.2

2.4.2 测定结果的数据处理及计算方法

衍射谱的平滑和排除本底的方法

重叠峰分离方法

见 2.3.1 及 2.3.2

2.4.3 测量误差及其影响因素

掌握衍射峰（峰位，强度，线形）测量误差的影响因素

掌握仪器固有误差，衍射几何误差，仪器调整误差，样品制备误差，计数统计误差对测量结果的不确定度的影响

2.4.4 考核方式

2.4.4.1 书面考核

3 考核实施说明

3.1 考核试题范围包括本大纲规定的 2.1 和 2.2 项下所有内容。对于 2.3，一般只考核 2.3.1 和 2.3.2 的内容。对于只从事某行业的特定分析的人员，如果有该特定分析的行业标准，应该考核该行业标准的内容。

3.2 考核包括书面考核和实际操作考核两部分，并且分为 A、B 两种。A 种专注于正确了解和使用衍射仪，获得正确的实验数据；B 种则要求还能正确的进行数据分析。

3.3 书面考核

3.3.1 书面考核内容

- (1) 技术基础
- (2) 仪器设备与操作
- (3) 标准方法与应用
- (4) 分析结果的数据处理

3.3.2 书面考核试题类型

书面考核试题的类型包括选择题、填空题和问答题。

3.3.3 书面考核为开卷考试

3.3.4 书面考核总分 100 分制，85 分为及格分数

3.4 实际操作考核

3.4.1 实际操作考核包括仪器设备实际操作考核和实际样品考核两部分

实际操作考核，包括仪器的校准与检定

3.4.2 仪器设备实际操作考核

(1) 仪器设备实际操作考核由考核教师根据相关细则考核评定

(2) 仪器设备实际操作考核评分等级：通过，不通过

3.4.3 实际样品考核

实际样品考核采取盲样测试考核或利用能力验证结果的办法

(1) 盲样测试考核的样品由考核中心发放

(2) 考生在实验室独立测试，填写完整的原始记录和报告单，报出结果

(3) 实际样品考核成绩的等级：通过，不通过

1) 考核的样品如为有指定值的样品，将报出结果与指定值比较，由考核教师
根据要求判定

2) 其他样品由考核教师根据要求判定

3.4.4 实际操作考核的综合成绩由考核教师根据仪器设备实际操作考核和实际样品

考核综合判定：两项均通过的为通过，其中任何一项未通过则为不通过。

3.5 所有考生应遵守《检测人员考核管理程序》中规定的《考场规则》，违反者将 取消考核资格和成绩。