

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

ДЕРИВАТОГРАФИЯ (от лат. derivatus - отведенный, отклоненный и греч. grapho - пишу), комплексный метод исследования химических и физико-химических процессов, происходящих в веществе в условиях программированного изменения температуры. Основана на сочетании дифференциально термического анализа (ДТА) с одним или несколькими физическими или физико-химическими методами: с термогравиметрией, термомеханическим анализом (дилатометрия), масс-спектрометрией.

Во всех случаях наряду с превращениями в веществе, происходящими с тепловым эффектом, регистрируют изменение массы образца (жидкого или твердого). Это позволяет сразу однозначно определить характер процессов в веществе, что невозможно сделать по данным только ДТА или др. термического метода. В частности, показателем фазового превращения служит тепловой эффект, не сопровождающийся изменением массы образца. Прибор, регистрирующий одновременно термические и термогравиметрические изменения, называется дериватографом. В дериватографе, действие которого основано на сочетании ДТА с термогравиметрией, держатель с исследуемым веществом помещают на термопару, свободно подвешенную на коромысле весов.

Такая конструкция позволяет записывать сразу 4 зависимости (рис. 5): разности температур исследуемого образца и эталона, который не претерпевает превращений, от времени t (кривая ДТА), изменения массы Δm от температуры (термогравиметрич. кривая), скорости изменения массы, т.е. производной dm/dt , от температуры (дифференц. термогравиметрич. кривая) и температуры от времени (скорость нагрева $10^\circ\text{C}/\text{мин}$). При этом удастся установить последовательность превращений вещества и определить количество и состав промежуточных продуктов. Чувствительность дериватографии зависит от скорости изменения температуры, массы исследуемого образца, размеров частиц в нем, формы держателя, от атмосферы, в которой находится образец. Дериватографически можно измерять тепловые эффекты с точностью до 0,05-0,1 Дж/моль и изменения массы с точностью до 0,2-0,3%. Объектами исследования м. б. сплавы, минералы, керамика, древесина, полимерные и др. материалы. Дериватографию широко используют для изучения фазовых превращений, термич. разложения, окисления, горения, внутримол. перегруппировок и др. процессов. По дериватографич. данным можно определять кинетич. параметры дегидратации и диссоциации, изучать механизмы реакций. Дериватография позволяет исследовать поведение материалов в разл. атмосфере, определять состав смесей, анализировать примеси в веществе. Первый дериватограф сконструирован Ф. Пауликом, И. Пауликом и Л. Эрдеи в 1954.

ТЕРМОГРАВИМЕТРИЯ - метод исследования и анализа, основанный на регистрации изменения массы образца в зависимости от его температуры. Установка для термогравиметрии состоит из весов непрерывного взвешивания (термовесов); печи, в которую помещают образец; приборов, регистрирующих температуру (термопары с самописцами); программного регулятора температуры. Возможны два способа проведения термогравиметрического эксперимента: квазиизотермический, т.е. при постоянной температуре печи, и наиболее распространенный – динамический, т.е. при изменении температуры печи во времени (обычно при постоянной скорости нагрева). В результате получают кривые зависимости изменения массы Δm образца (термогравиметрич. кривая) либо скорости изменения массы (дифференц. термогравиметрич. кривая от времени или от температуры. Воспроизводимость термогравиметрических кривых плохая, т.к. на их вид влияют много факторов - скорость нагрева, форма печи, природа материала контейнера для образца, размер частиц исследуемого образца (а иногда и их форма), его масса, плотность, теплопроводность, растворимость в нем выделяющихся газов, атмосфера в печи, место расположения термопары и т.д. Тем не менее различные участки кривой позволяют определить термическую устойчивость исходного образца, промежуточных соединений и конечного продукта. Зная состав исходного образца, можно рассчитать состав соединений на разных стадиях термического разложения.



Рис. 1. Фотография дериватографа модели Q -1000

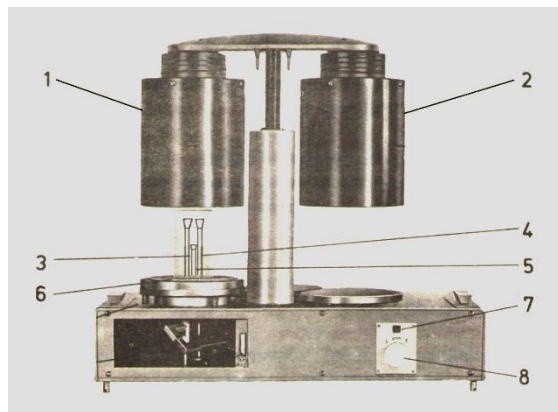


Рис. 2 . Размещение тиглей на термопарах
 1, 2 – печи; 3 – термопара исследуемого вещества; 4 – термопара инертного вещества; 5 – термопара терморегулятора (соединена с терморегулятором для регулирования температуры в печи); 6 – основание печи; 7 – сигнальная лампа; 8 – ручка для опускания и поднимания печей

Термогравиметрический метод используется при изучении гетерогенных процессов, происходящих с выделением или поглощением газообразных веществ; в целях установления состава сложных смесей; определения чистоты и термической устойчивости реагентов; изучения поведения материалов в вакууме и атмосфере разложившихся газов совместно с дифференциальным термическим анализом (для изучения кинетики разложения твердых веществ).

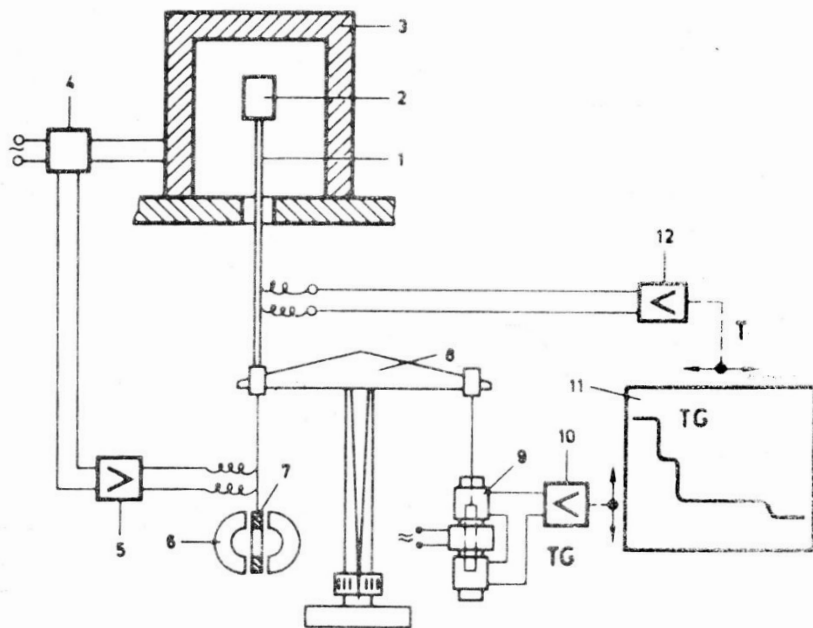


Рис. 3. Принципиальная схема дериватографа Q - 1000
 1 – керамическая трубка; 2 – держатель образца; 3 – печь;
 4 – переключатель регулятора нагрева;
 5, 10, 12– усилители; 6 – магнит; 7 – катушка; 8 – весы;
 9 – дифференциальный трансформатор;
 11 – регистрирующее устройство (ЭКОГРАФ)

Для регистрации изменения массы образца используются равноплечные аналитические весы 1, на одном плече которых жестко укреплены керамическая трубка 2 с расположенной внутри нее термопарой. На спай термопары помещается тигель с образцом. Конец трубки с тиглем введен в печь сопротивления 3. Датчиком изменения массы служит дифференциальный трансформатор 4, который преобразует перемещение плеча весов в соответствующий электрический сигнал. Индуцируемое в катушке 5 при движении в однородном магнитном поле электромагнита 6 напряжение используется для регистрации скорости изменения массы образца. Запись кривых ТГ, ДТГ производится на четырехканальном универсальном регистраторе в зависимости от времени или от температуры. Прибор может работать в динамическом или в квазиизотермическом режимах. В динамическом режиме осуществляется равномерный нагрев пробы с заданной, постоянной скоростью. В квазиизотермическом режиме нагрев пробы ведется с большой скоростью до начала изменения массы.

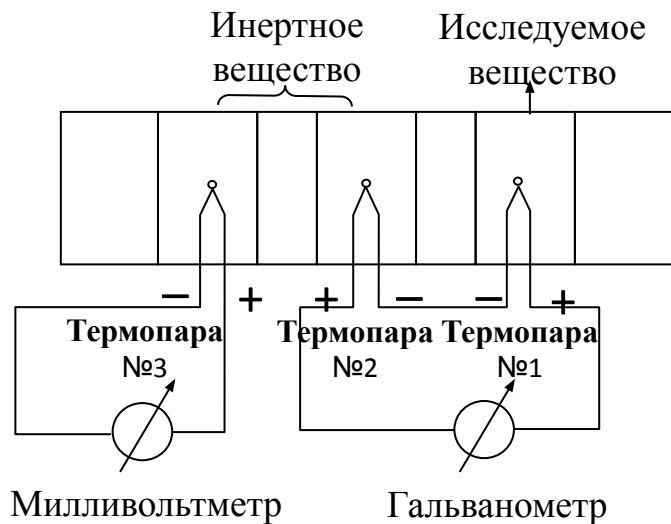


Рис. 4. Принципиальная схема дифференциального термического анализа

Схема установки для исследований ДТА состоит из двух термопар, составляющих единое целое – дифференциальную термопару (рис.4). Одной из термопар измеряется температура печи, а двумя термопарами, включенными навстречу друг другу, т.е. дифференциальной термопарой, измеряется разность температур между инертным и испытуемым веществом при помощи чувствительного гальванометра. Испытуемое вещество помещается в тигель, который устанавливается на спай первой термопары (рис.4). На спай второй термопары устанавливается тигель с инертным веществом (эта термопара применяется для имитации, с точки зрения теплоотдачи, почти тождественных испытуемому веществу условий). Если при нагревании вещества никаких изменений происходить не будет, то разность потенциалов между 1 и 2 термопарой будет отсутствовать. В случае экзотермических превращений в веществе потенциал 1 термопары будет больше, чем 2, при эндотермических – наоборот. Разность потенциалов будет фиксироваться при помощи гальванометра. Тигли с исследуемой пробой и инертным веществом помещаются в печь и нагреваются с постоянной скоростью линейно. При нагреве повышается температура пробы и инертного вещества в одинаковой степени, если соблюдены условия их теплофизической идентичности. Инертное вещество не должно претерпевать никаких превращений в изучаемом температурном интервале. В исследуемом веществе при достижении температуры начала превращения линейность роста температуры нарушается. Одновременно нарушается и равенство температур пробы и инертного вещества. Если реакция эндотермическая, то температура пробы будет ниже температуры вещества, что повлечет за собой появление разности Э.Д.С. на концах дифференциальной термопары. Если реакция экзотермическая, то температура пробы будет выше температуры инертного вещества, что также приведет к появлению Э.Д.С. на концах дифференциальной термопары.

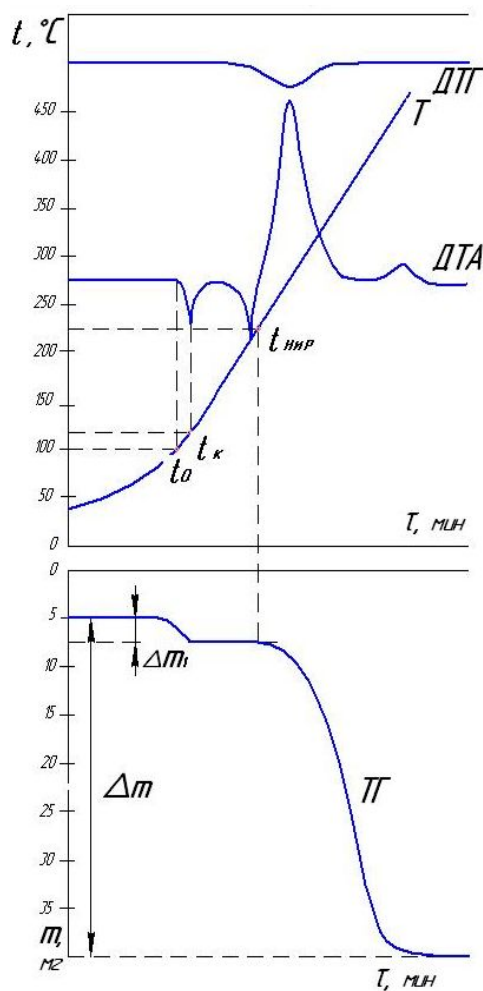


Рис. 5. Образец дериватограммы

Однако направление этой Э.Д.С. будет противоположным относительно эндотермического превращения. Гальванометр, подсоединенный к концам этой термопары, зарегистрирует как величину, так и направление возникшей Э.Д.С. Если проба в результате нагрева в заданном температурном интервале не претерпела никаких изменений, то самописец вычерчивает горизонтальную линию. Эндотермическое превращение регистрируется в виде пика, направленного вниз от базовой линии. Экзотермическое превращение, сопровождающееся выделением тепла, регистрируется в виде пика, направленного вверх от базовой линии. Минимумом на кривой ДТА считается наиболее приближенная к базовой линии точка между двумя эндо- или экзотермическими пиками (процессами), температурные интервалы протекания которых частично или полностью перекрываются. Если реакции почти полностью перекрываются, то вместо минимума может проявиться только точка перегиба.

Термические превращения обычно характеризуют, прежде всего, температурами пиков. Считается, что при этой температуре скорость превращения максимальна. Иногда кривые ДТА характеризуют температурой начала и конца превращения. Градуировка кривой ДТА производится по температурной сетке, нанесенной на бумагу перед началом исследования с помощью штрихованного шаблона. Количественной оценкой кривой ДТА служит величина площади под этой кривой до базовой линии (отклонением от горизонтали при повышении температуры), точность такой оценки не превышает 5 %.

Определение электросопротивления углей

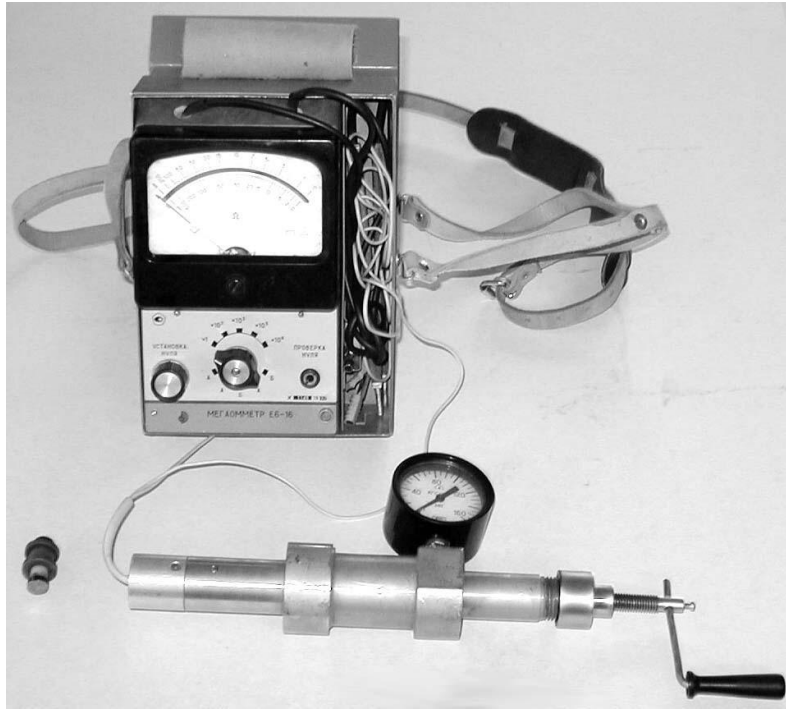


Рис. 6. Оборудование для измерения удельного электросопротивления обугленных остатков древесины (мегаомметр Е6-16, пресс, пресс-форма)

Электросопротивление проб углей определяется под давлением 3500-5000 кг/см². Для этого существует специальный гидравлический пресс конструкции (рис. 6.).

Предварительно высушенную пробу угля засыпают в пресс-форму, сжимают с заданным усилием и измеряют в момент сжатия ее электросопротивление. Для измерений может быть использован любой электроизмерительный прибор, определяющий величину электрического сопротивления постоянному току в пределах от 1-10 до 108 – 109 Ом. В частности, могут использоваться мегаомметры (Е6-16 и др.) (рис. 6.), измерительные мосты.

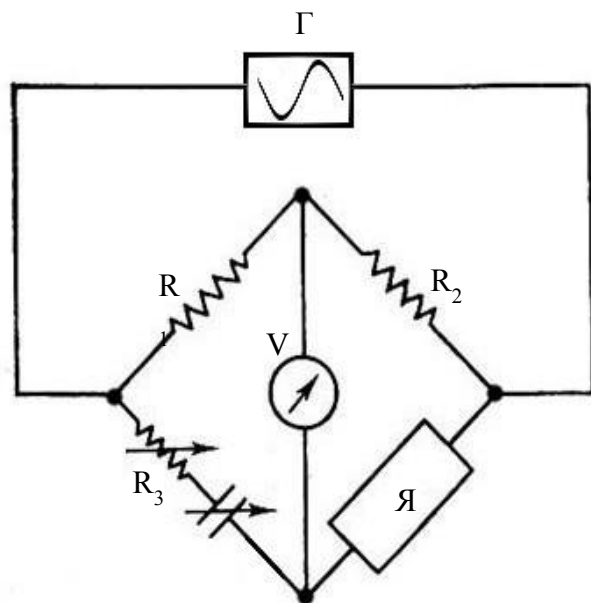


Рис. 7. Принципиальная схема моста переменного тока: Γ – генератор прямоугольных импульсов; Я – измерительная ячейка; V – вольтметр; R_1 , R_2 – постоянные сопротивления; R_3 – переменное сопротивление для компенсации омического падения напряжения

Самое широкое распространение в кондуктометрии для измерения электрического сопротивления получили различные варианты четырехплечих мостов. Эти мосты просты по своему устройству и позволяют измерять сопротивление в широких пределах. Чаще всего используются уравниваемые мосты (рис. 7), которые в результате регулировки приводятся к состоянию равновесия, когда ток в измерительной диагонали равен нулю.

Условие равновесия моста определяется уравнением:

$$R_1 R_2 = R_3 R_x$$

Численное значение измеряемого сопротивления R_x может быть рассчитано из соотношения:

$$R_x = \frac{R_1 R_2}{R_3}$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad \rho = R_x \frac{S}{L}$$

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left(-\frac{\Delta E}{RT}\right)$$

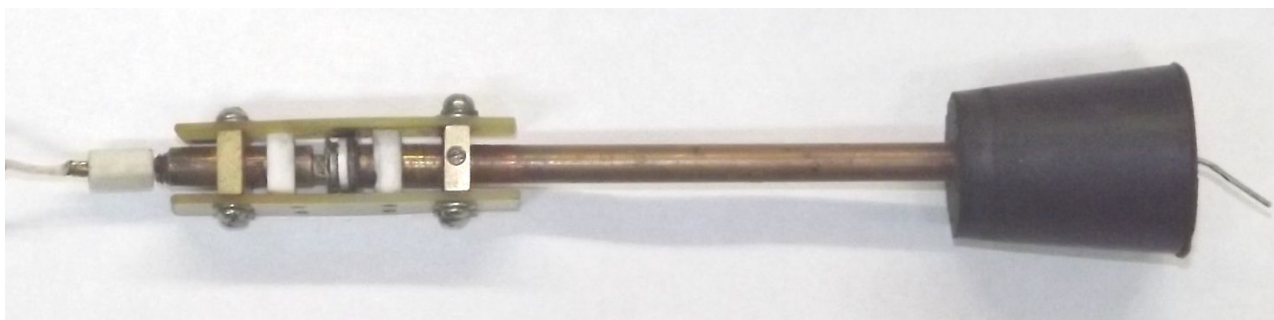
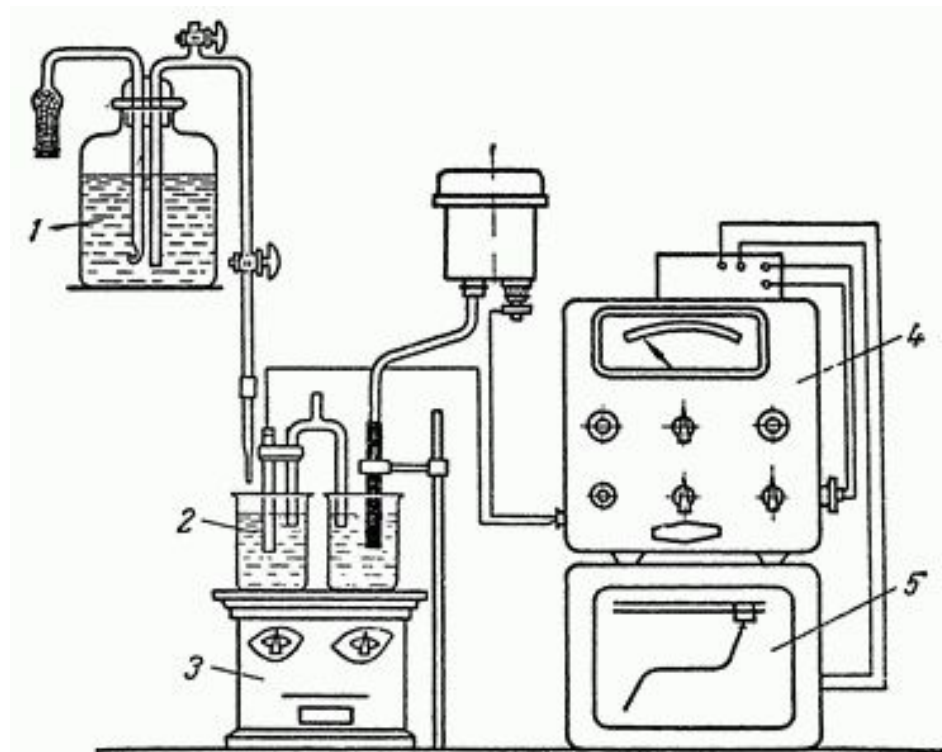


Рис. 8. Электрохимическая измерительная ячейка

Ячейка для измерения электропроводящих свойств ТОО представляет собой медные трубки с токоподводящими проводами и прижимными металлическими контактами диаметром 10 мм (рис. 8). Электрохимическая ячейка герметизируется резиновыми пробками, в которые помещаются токоподводящие провода и термометр. Предварительно на поверхность (верхнюю и нижнюю) цилиндрического образца наносят проводящий графитовый слой, после чего электролит помещают между электродами. В собранном виде ячейка помещается в печь и удерживается в ней с помощью держателя в вертикальном положении. Температура в измерительной ячейке устанавливается при помощи выпрямителя В-24.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Потенциометрия — метод определения различных физико-химических величин, основанный на измерении электродвижущих сил (ЭДС) обратимых гальванических элементов. Иначе говоря, зависимость равновесного потенциала электрода от активности концентраций определяемого иона, описываемая уравнением Нернста. Широко применяют потенциометрию в аналитической химии для определения концентрации веществ в растворах (потенциометрическое титрование), для измерения рН.



1 — дозатор титранта;
2 — аналитическая ячейка;
3 — магнитная мешалка;
4 — рН-метр ЛПУ-01; 5 — автоматический потенциометр ЭПП-09.

При соприкосновении двух различных несмешивающихся фаз может происходить взаимное перераспределение компонентов. В результате состав фаз изменяется, они обогащаются одними и обедняются другими компонентами. При этом возможны два случая:

а) компоненты второй фазы переходят в объем первой фазы – абсорбция (объемное поглощение).

б) компоненты второй фазы не переходят в объем первой фазы, а удерживаются на межфазной границе раздела – адсорбция.

Фазу, поглощающую компонент, называют сорбентом. Сорбируемое же вещество называют сорбатом. Различают два типа сорбции: физическую сорбцию и хемосорбцию. Хемосорбцией называют поглощение с образованием химических соединений при участии химических сил и в результате химической реакции. Физическая сорбция объясняется воздействием сил межмолекулярного взаимодействия.

При наличии на поверхности или в объеме сорбента заряженных сорбционных мест (зарядов), образовавшихся в результате частичной диссоциации сорбента при взаимодействии со средой, на них происходит сорбция противоположно заряженных частиц – ионов – это явление и называется ионным обменом. В самом общем смысле под ионным обменом понимают реакции обмена ионами между различными веществами – электролитами. В более узком смысле под ионным обменом подразумевают обмен образующимися при диссоциации электролитов ионами между фазами гетерогенной системы, по крайней мере, одна из которых обладает особыми свойствами и называется «***ионит***».

Ионит – это вещество или совокупность веществ, обладающих следующими свойствами:

- он образует отдельную фазу гетерогенной (неоднородной) системы;
- по крайней мере, одно из образующих эту фазу веществ способно диссоциировать на ионы и является электролитом;
- по крайней мере, одна из разновидностей ионов в ионите по различным причинам содержится только в фазе ионита, не может ее покинуть и перейти границу раздела.

Эти ионы называются фиксированными ионами. Фиксированными ионами могут быть катионы, анионы и вместе и те и другие. Фаза ионита макроскопически электронейтральна и в условиях равновесия не содержит свободного электрического заряда.

Наряду с фиксированными ионами ионит содержит эквивалентное им по заряду количество ионов противоположного знака – противоионов, или обменных ионов. Противоионы свободно переходят из ионита в другие фазы через межфазовую границу в обмен на эквивалентное количество других ионов того же знака, поступающих из внешней среды.

В зависимости от того, какие ионы способны обменивать иониты с внешней средой, последние можно разделить на:

Катиониты – иониты с закрепленными анионами, обменивающиеся с внешней средой катионами.

Аниониты – иониты с закрепленными катионами, обменивающиеся с внешней средой анионами.

Амфолиты – иониты, содержащие закрепленные катионогенные и анионогенные группы и в определенных условиях выступающие либо как катиониты, либо как аниониты.

Емкость обмена – количественная характеристика ионитов, характеризующая суммарное количество противоионов, приходящихся на единицу массы сухого ионита. Для катионитов под емкостью обмена понимается емкость по катионам, для анионитов – по анионам. Чаще всего емкость обмена выражается в мг-экв на грамм сухого ионита.

Электрическая схема разбита на блоки: блок усилителя, блок измерения, блок преобразователя, блок генератора управляющих импульсов и блок стабилизации.

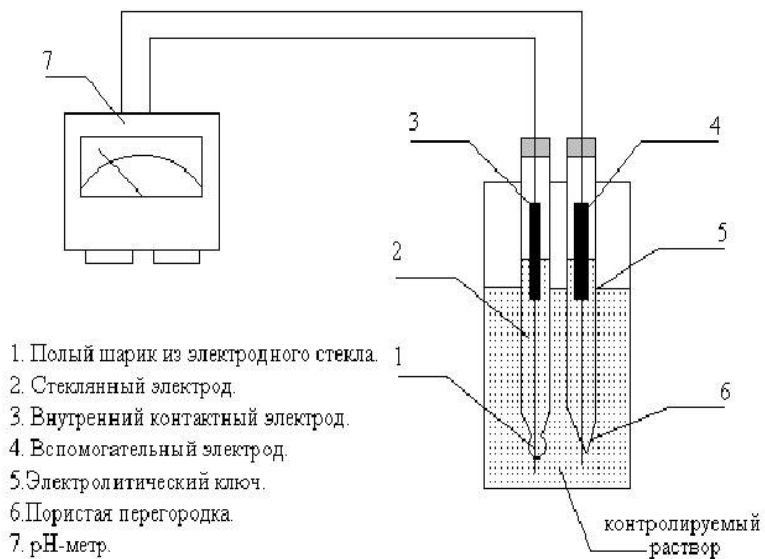


Рис. 5. Схема измерений рН-метром-милливольтметром.

Штатив предназначен для крепления электродов и установки сосуда с контролируемым раствором при измерении. На штативе закрепляются два кронштейна, высота установки может регулироваться в зависимости от вида измерений. На стойке штатива закреплён держатель электродов, в отверстия держателя установлены два электрода: стеклянный электрод, который подключается к гнезду ИЗМ2. В качестве электрода сравнения используется вспомогательный электрод ЭВЛ-13М, который подключается к гнезду ВСП прибора. Электроды погружены в стакан с дистиллированной водой таким образом, чтобы электроды при погружении не доходили до дна стакана на 4-6 мм. На подставке вместо столика установлена мешалка. Мешалка предназначена для перемешивания раствора и представляет собой помещённый в корпус электродвигатель, на оси которого установлен магнит.

Вращающееся магнитное поле, которое возникает при работе двигателя, увлекает за собой магнитную вертушку, помещенную в сосуд с раствором, при этом происходит перемешивание. С изменением скорости вращения электродвигателя меняется интенсивность перемешивания раствора.

Концентрацию определенного компонента раствора можно контролировать потенциометрически, если подобрать электрод, потенциал которого определяется реакцией на этот компонент. Проводя титрование анализируемого компонента, потенциометрически определяют конечную точку титрования по резкому изменению потенциала электрода в точке эквивалентности. Зависимость потенциала индикаторного электрода E , относительно электрода сравнения, от объема титранта, представляет собой интегральную кривую титрования. Дифференциальную кривую титрования, позволяющую более точно определить точку эквивалентности, получают, строя зависимость отношения изменения потенциала ΔE к объёму добавленного титранта ΔV , его количество уменьшают по мере приближения к точке эквивалентности. Дифференциальная кривая более точно определяет точку эквивалентности.

Основной характеристикой электродной системы является зависимость ее ЭДС от pH и температуры раствора.

Ионообменная емкость определяется по точке насыщения ионита, определяемой из изотермы ионного обмена. Изотерма ионного обмена представляет собой зависимость концентрации обмениваемых ионов в ионите от их концентрации в окружающем растворе.

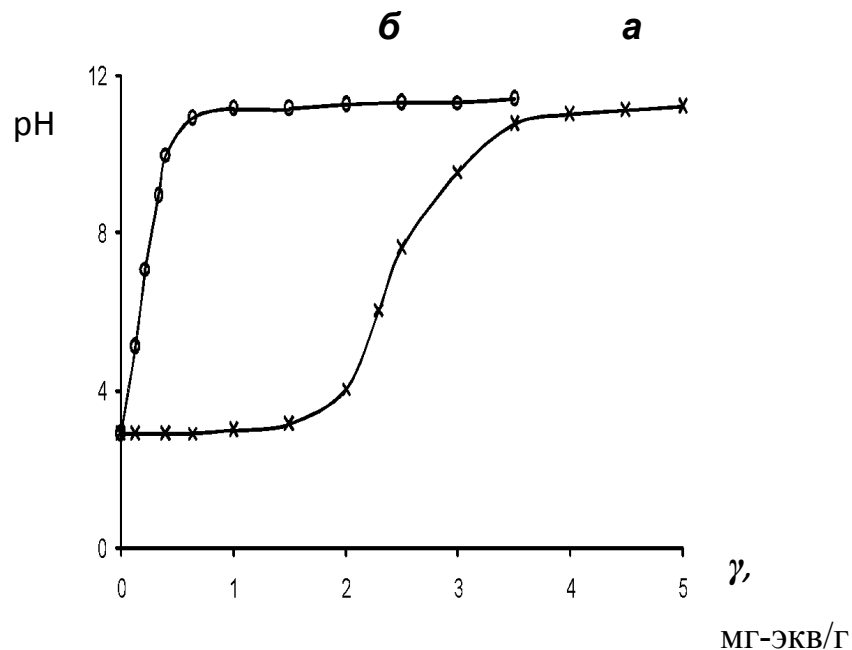


Рис. 9. Кривая титрования суспензии ПСКК водным раствором NH_4OH (а) и кривая холостого хода (б)

Метод потенциометрического титрования заключается в постепенном изменении концентрации анализируемого компонента в растворе с одновременным контролем потенциала индикаторного электрода.

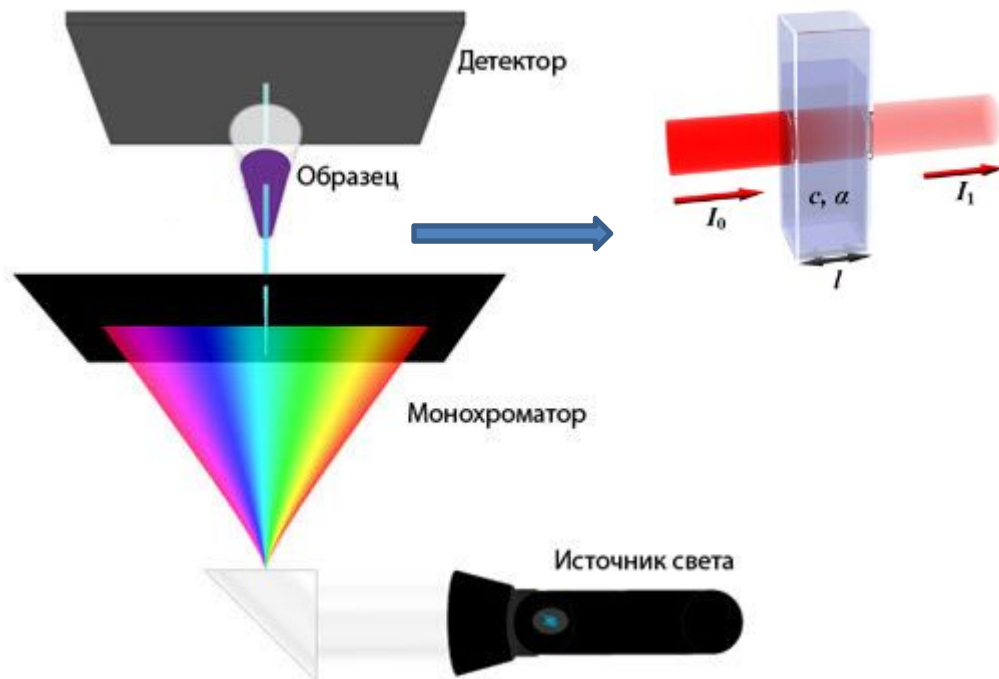
Концентрацию некоторого компонента в растворе можно определить потенциометрически, т.е. измеряя потенциал индикаторного электрода, который определяется реакцией с этим компонентом. В случае ионитов, в которых роль противоионов, т.е., замещаемых ионов, играют протонсодержащие группировки (H^+ , H_3O^+ , OH^-), используют электроды, обратимые по этим ионам, такой метод потенциометрического титрования называется рН-метрия.

По результатам потенциометрического титрования строится кривая титрования, — т.е., зависимость потенциала индикаторного электрода от количества титранта, добавленного в раствор (рис. 9). Для построения изотермы ионного обмена кривую титрования суспензии ионита раствором соответствующего электролита сравнивают с кривой холостого хода — кривой титрования раствора с рН, равным рН исходной суспензии. Построение изотермы ионного обмена производится следующим образом. Количество ионов, остающихся в растворе определяется по кривой холостого хода: для данной точки на кривой титрования берется значение рН, затем на кривой холостого хода для данного значения рН измеряется количество щелочных ионов в растворе — это и есть искомое количество ионов, остающихся в растворе при титровании. Количество ионов, перешедших в твердую фазу (ионит), равно разности количества ионов добавленных в раствор и ионов, оставшихся в нем при достижении равновесия.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ

Спектрофотометрия - метод исследования и анализа веществ, основанный на измерении спектров поглощения в оптической области электромагнитного излучения.

На практике спектрофотометрию часто отождествляют с оптической спектроскопией. По типам изучаемых систем спектрофотометрию обычно делят на молекулярную и атомную. Различают спектрофотометрию в ИК, видимой и УФ областях спектра.



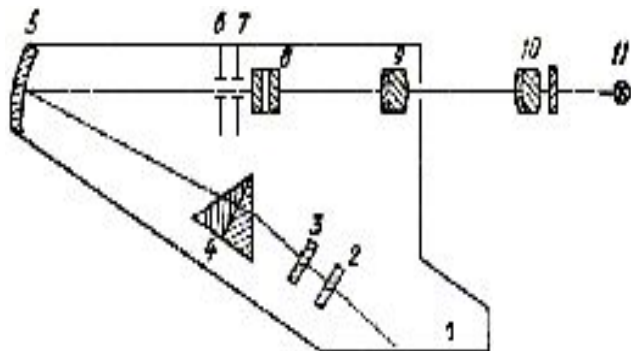


Рис. 11. Схематическое изображение оптического спектрофотометра: 1 – плоскость приемника фотоэлемента, на которую проектируется спектр; 2, 3 – линзы объектива камеры; 4 – диспергирующая призма; 5 – зеркальный объектив коллиматора; 6 – диафрагма; 7 – щель; 8, 9, 10 – трехлинзовый конденсатор; 11 – источник света

Оптическая схема спектрофотометра приведена на рис.11. Прибор оснащен двумя источниками излучения. Дейтериевая лампа излучает непрерывный спектр в ультрафиолетовой области в пределах от 54000см^{-1} до 28000см^{-1} . Лампа накаливания мощностью 30 Вт излучает непрерывный спектр в видимой области в диапазоне от 30500см^{-1} до 12500см^{-1} .

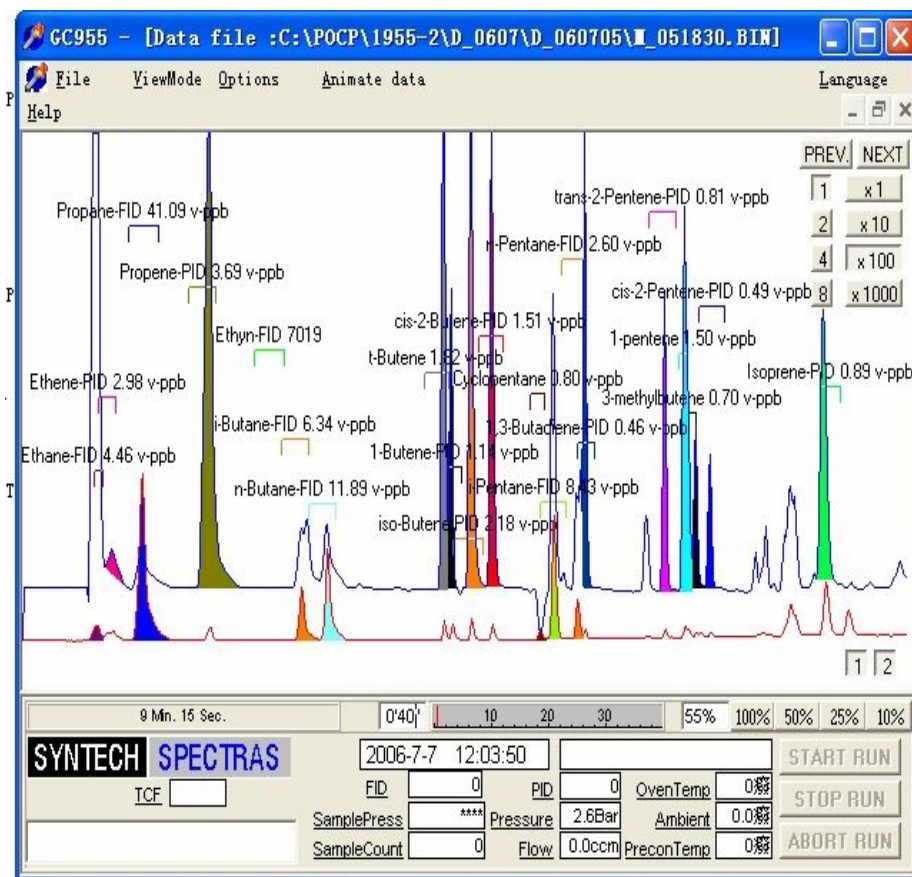
Смена ламп происходит автоматически путем включения плоского зеркала. Свет от лампы проходит через призму из синтетического кварца, на которой происходит его разложение в спектр, и попадает на зеркало Литтрова, поворотом которого выделяется необходимый участок спектра.

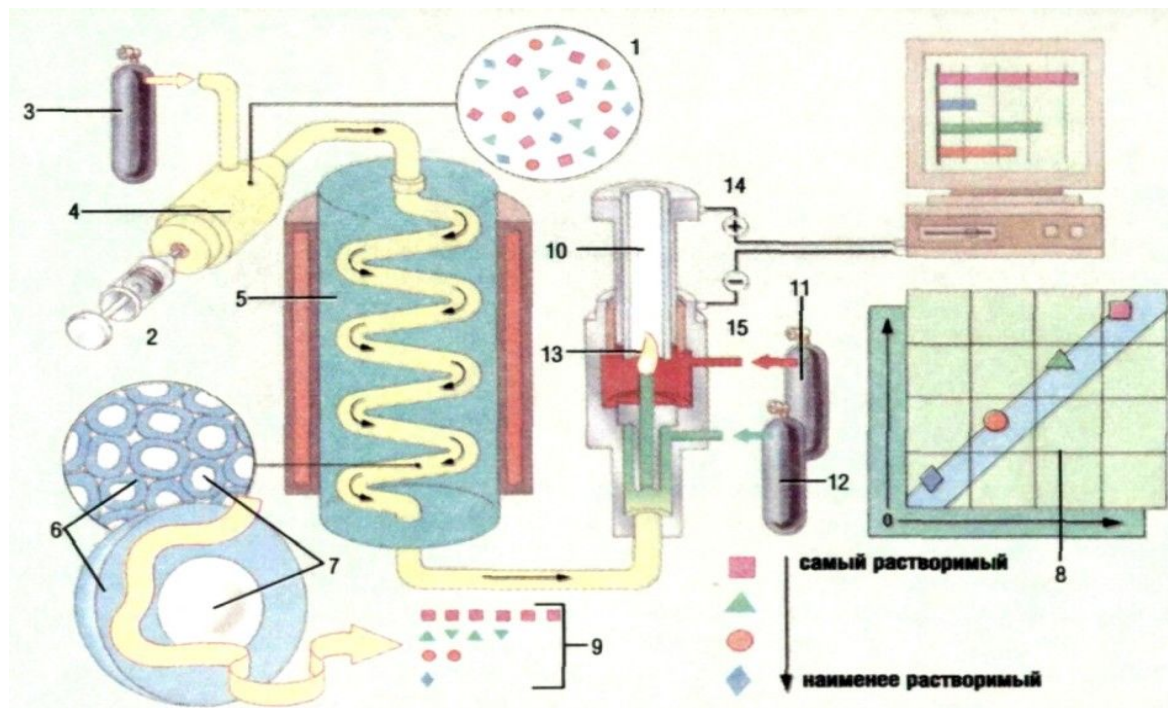
Свет, отраженный от зеркала, попадает на вращающийся диск модулятора, который преобразует непрерывный световой поток в прерывистый с частотой 400 Гц. Этот прерывистый поток попеременно направляется с помощью вращающегося секторного зеркала в каналы измерения и сравнения (на эталон). На приемник (фотоумножитель) попеременно попадает свет, прошедший через эталон и через исследуемый образец. Сигналы с фотоумножителя подаются на систему усиления, модуляции–демодуляции, на выходе которой получается сигнал, соответствующий частному сигналов измерения и сравнения, который после необходимого усиления регистрируется листовым самописцем.

ХРОМАТОГРАФИЯ

Хроматография, обобщающее название ряда методов химического АНАЛИЗА, при котором происходит разделение, идентификация и измерение веществ. Хроматография была изобретена (в 1906 г.) русским ботаником Михаилом Цветом (1872-1920). Имеется несколько различных вариантов, но во всех из них имеется подвижная фаза (смесь жидкостей или газов, подлежащих разделению) и неподвижная - материал, который по-разному поглощает вещества, содержащиеся в смеси.

Газовая хроматография (ГХ) - хроматография, в которой подвижная фаза находится в состоянии газа или пара - инертный газ (газ-носитель). Неподвижной фазой является высокомолекулярная жидкость, закрепленная на пористый носитель или на стенки длинной капиллярной трубки, или только твердое пористое вещество, заполняющее колонку, в следствии чего газовая хроматография подразделяется на газо-жидкостную и газо-твёрдофазную.





В газовой-жидкостных хроматографах можно разделять компоненты даже самых малых количеств смесей неизвестного состава. Образец смеси (1) вводится (2) в поток гелия (3) или иного инертного газа. Нагрев обеспечивает полное смешение испаряющегося газа с гелием. После удаления примесей (4) газовая смесь проходит в трубку (5), набитую зернами силикагеля (6). Жидкость с очень высокой температурой кипения (7) покрывает эти зерна (размером 4 мм). У компонентов испарившейся смеси разные показатели растворимости (В), поэтому они проходят сквозь жидкость, омывающую зерна, и через всю трубку, с разной скоростью. В трубке поддерживается высокая температура, чтобы испарившийся газ не сконденсировался. Когда уже разделившиеся компоненты смеси выходят из трубки (9), они поступают на детектор (10). К ним добавляют водород (11) и кислород (12), а затем поток газа поджигают (13). При горении каждый компонент выделяет ионы, которые приобретают заряд, проходя между анодом (14) и катодом (15). Этот заряд измеряют, после чего его можно сопоставить с уже известными данными и так определить состав неизвестной смеси.

Рентгенодифракционный анализ

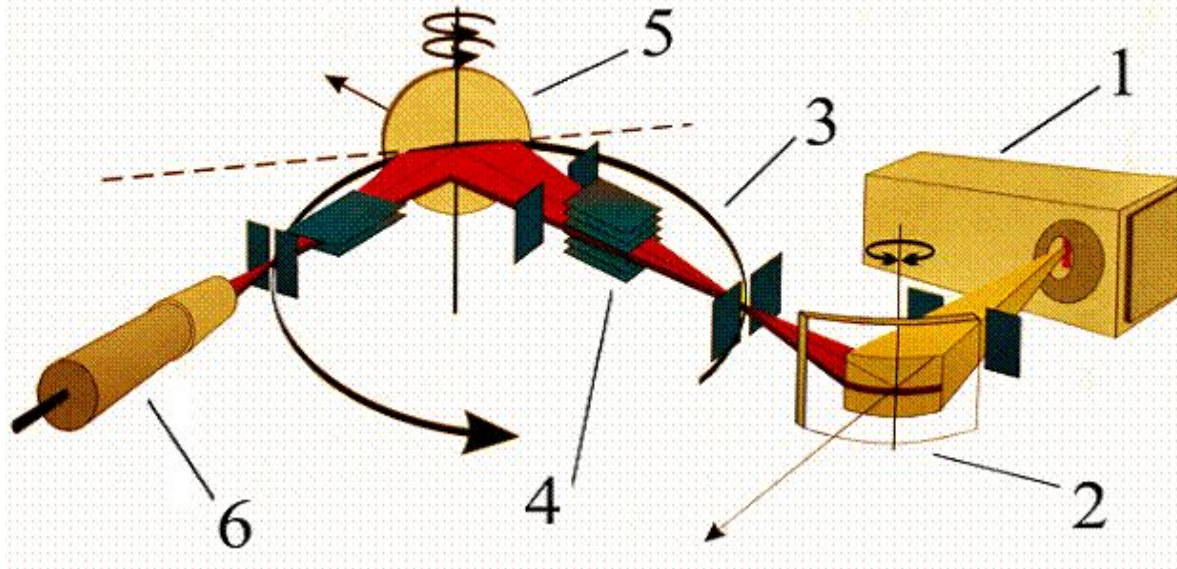


Рис. 11. Рентгеновская схема дифрактометра с фокусировкой по Брэггу-Брентано.

Схема съёмки:

- 1. – рентгеновская трубка;
- 2. – монокроматор;
- 3. – гониометр;
- 4. – щели Соллера;
- 5. – образец;
- 6. – детектор.

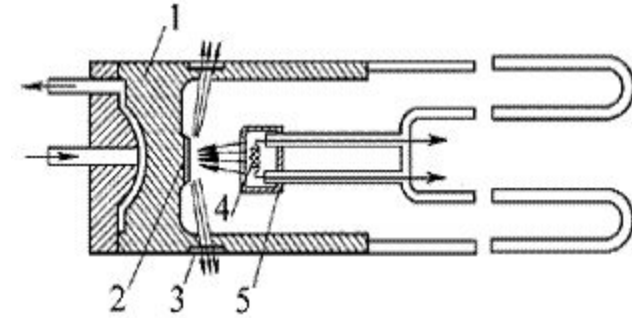


Рис. 10. Запаянная электронная трубка состоит из стеклянного цилиндра, воздух из которого откачен до $10^{-5} - 10^{-6}$ мм рт. ст., и электродов – анода 2 и катода 4. Катод представляет собой вольфрамовую спираль 4, электрически соединённую с катодным фокусирующим колпачком 5. Заземлённый анод представляет собой металлическую пластинку, питаемую на массивное медное основание 1.

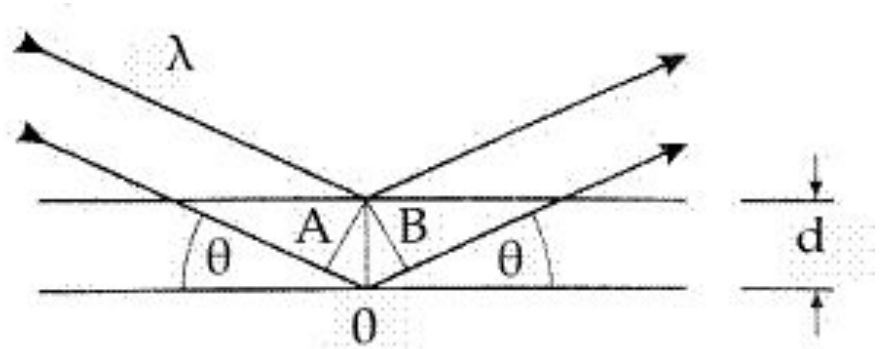


Рис. 12. Схема рассеяния рентгеновских лучей

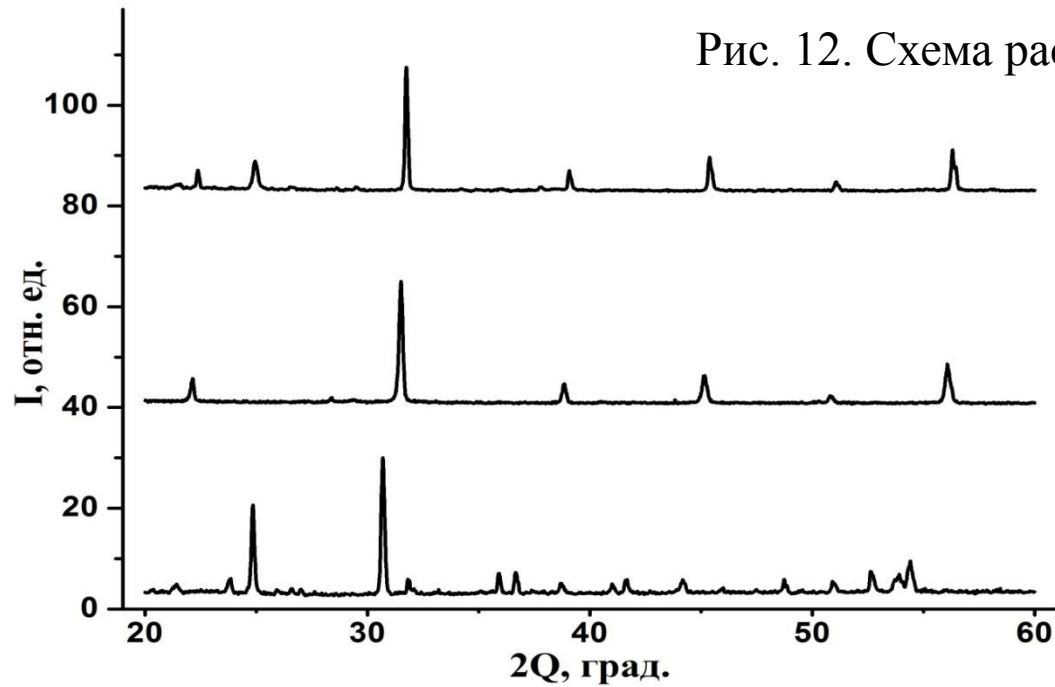
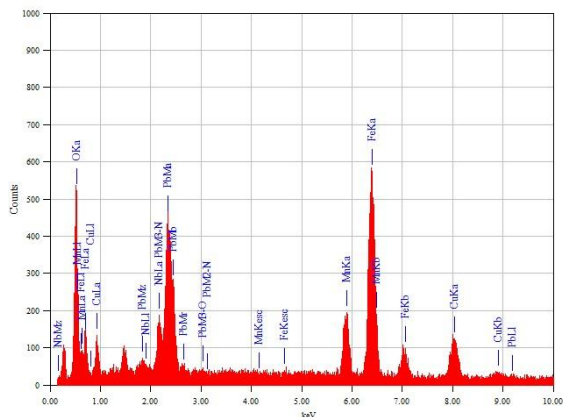


Рис. 13. Рентгенограмма кристаллического вещества

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) — один из современных спектроскопических методов исследования вещества с целью получения его элементного состава, то есть его элементного анализа. С помощью него могут анализироваться различные элементы от бериллия (Be) до урана (U). Метод РФА основан на сборе и последующем анализе спектра, полученного путём воздействия на исследуемый материал рентгеновским излучением. При облучении атом переходит в возбуждённое состояние, заключающееся в переходе электронов на более высокие энергетические уровни. В возбуждённом состоянии атом пребывает крайне малое время, порядка одной микросекунды, после чего возвращается в спокойное положение (основное состояние). При этом электроны с внешних оболочек либо заполняют образовавшиеся вакантные места, а излишек энергии испускается в виде фотона, либо энергия передается другому электрону из внешних оболочек (оже-электрон). При этом каждый атом испускает фотон с энергией строго определённого значения, например железо при облучении рентгеновскими лучами испускает фотоны $K\alpha = 6,4$ кэВ. Далее соответственно по энергии и количеству квантов судят о строении вещества.



Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия

Метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (англ. Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDX, EDRS или EDS) — аналитическая методика элементного анализа твёрдого вещества, базирующийся на анализе энергии эмиссии её рентгеновского спектра, вариант рентгеноспектрального анализа.

Рентгеноспектральный микроанализ

Рентгеноспектральный микроанализ (микрорентгеноспектральный анализ, электронно-зондовый рентгеноспектральный анализ, электронно-зондовый микроанализ) — методика, позволяющая с помощью электронного микроскопа или специального электронно-зондового микроанализатора ("микрозонд") получить информацию о химическом составе образца в произвольно выбранном участке микроскопических размеров.

