

非线性光学晶体 4-(4-二甲基氨基苯乙烯基)甲基吡啶对甲基苯磺酸盐的制备与性能研究*

牛睿祺^{1,2)} 董慧茹^{1)†} 王云平²⁾

1) 北京化工大学理学院, 北京 100029)

2) 中国科学院物理研究所, 北京 100080)

(2006 年 8 月 17 日收到, 2006 年 12 月 6 日收到修改稿)

采用籽晶法制备了大体积高质量的 4-(4-二甲基氨基苯乙烯基)甲基吡啶对甲基苯磺酸盐(DAST)晶体, 对制备条件进行了优化, 对 DAST 晶体 X 射线衍射谱图中的主要峰进行了指标化. 另外, 还对所制备的 DAST 晶体的透光性、热稳定性进行了研究, 并对 265°C 的焙烧产物进行了 X 射线衍射(XRD)和傅里叶变换红外光谱(FT-IR)测试, 证明了 260°C 是 DAST 晶体的熔化相变温度, 说明采用熔融法制备 DAST 晶体是可行的, 同时还对 DAST 晶体的热失重过程进行了初步探讨.

关键词: 4-(4-二甲基氨基苯乙烯基)甲基吡啶对甲基苯磺酸盐, 晶体生长, X 射线衍射, 热稳定性

PACC: 8110D, 6110M, 7830

1. 引 言

自上世纪 60 年代激光器发明以来, 非线性光学材料得到了长足的发展, 其在无线电通讯, 光学计算, 光数据存储和光信息处理等方面均有着潜在的应用价值^[1]. 尤其是近年来, THz 技术在工业、生物、军事、科研等领域所显示的重要作用^[2-4], 促使人们去寻找新的具有较高非线性系数的材料来实现 THz 辐射^[5, 6]. 有机非线性晶体因其高非线性系数和光电系数, 低色散, 低介电常数, 响应速度快, 应用波段宽, 易于剪裁, 成本低廉而备受重视^[7]. 在有机非线性晶体中 4-(4-二甲基氨基苯乙烯基)甲基吡啶对甲基苯磺酸盐(trans-4-[4-(Dimethylamino)styryl]-1-methylpyridium p-toluenesulfonate, DAST)是目前研究较多的一种, 它是通过强库仑力形成的一种有机盐晶体^[8]. Mori 等人^[9]采用斜板法制备了 DAST 晶体, Haja 等人^[10]采用双区段法制备了 DAST 晶体. DAST 的阳离子是一种具有共轭大 π 键的有机分子, 一般说来, 具有不对称中心的超共轭离子(或分子)物质都具有强的二阶非线性光学性能, 其倍频效应为尿素的 1000 倍. DAST 的二阶非线性效应很大^[11, 12],

也可以产生 THz 波^[13]. 本文采用籽晶法制备了大体积高质量的 DAST 晶体, 对制备条件进行了优化, 并对其透光性和热稳定性等进行了研究, 研究结果可为 DAST 晶体的制备和应用提供依据.

2. DAST 晶体制备方法的改进

2.1. 晶体制备方法的选择

在实验过程中分别采用斜板法^[9]和籽晶法制备 DAST 晶体, 并将两种方法进行了比较. 在实验中均采用 DAST-甲醇体系生长晶体. 实验发现, 斜板法的优点是在体系达到过饱和时自发成核, 晶核落在斜板上, 当长到一定大小时沿斜板下滑进入槽内被槽卡住, 从而可以控制晶体的生长姿态; 不足之处是在成核过程中很难控制成核数量, 另外当晶体长到 1mm 以上时, 板上的槽就不能卡住晶体, 晶体沿斜板下滑至斜板底部并聚集, 相互连接成簇状生长, 形成多晶, 故斜板法不适用于制备大尺寸的 DAST 晶体.

经比较, 发现籽晶法更适于制备高质量、大尺寸的 DAST 晶体. 籽晶法是在溶液为饱和但是又没有

* 国家自然科学基金(批准号: 30574152)资助的课题.

† E-mail: donghr@mail.buct.edu.cn

自发成核的亚稳状态下加入籽晶,然后缓慢降温使籽晶在亚稳状态下生长.籽晶法的优点是溶液的过饱和度可以控制,另外可以避免溶液自发成核沾在籽晶上影响籽晶生长,容易得到高质量大尺寸的晶体.故本文选择籽晶法制备 DAST 晶体.

2.2. 籽晶法制备 DAST 晶体的条件优化

参照 Mohan 等人^[1]报道的 DAST 在甲醇中的溶解度和析出浓度与温度曲线,采用籽晶法制备了 DAST 晶体.首先取 DAST 粉末(德国 Sigma-Aldrich 公司)和无水甲醇(分析纯,北京化工厂)配制 DAST 的甲醇饱和溶液.缓慢降温,使之过饱和,DAST 晶体析出,将析出的结晶取出,挑选晶型完整,各个晶面发育完全的晶体作为籽晶.取 DAST 粉末与无水甲醇混合配成溶液,在恒温水浴与磁子搅拌下,使之完全溶解.缓慢降温.当温度降至亚稳区时将籽晶放入溶液中,在缓慢降温过程中,DAST 籽晶在亚稳态中慢慢成长,在 DAST 溶液析出晶体前将长大的 DAST 晶体取出,若在 DAST 溶液析出晶体后再取出,则晶体表面容易附着细小晶体,影响 DAST 晶体的质量.

本实验采用 42℃ 饱和 DAST-甲醇溶液体系来考察 DAST 晶体的生长条件.在没放入籽晶的情况下,42℃ 饱和 DAST-甲醇溶液自发结晶的温度为 39—36℃.

2.2.1. 籽晶加入时的温度对晶体生长的影响

用 42℃ 饱和 DAST-甲醇溶液制备 DAST 晶体,考察了在 41.8℃、41.0℃ 和 40.0℃ 三种不同温度下加入籽晶的情况.在体系温度为 41.8℃ 时放入籽晶,发现在 41.8—41.0℃ 的降温过程中晶体基本没有生长,可能是因为在在此温度区间溶液的过饱和度太小,晶体生长效率低.在 40.0℃ 时放入籽晶,因为此时溶液的过饱和度大,体系不稳定,加入籽晶时引起体系扰动,很容易诱导自发成核,影响籽晶生长.实验发现在 41.0℃ 时加入籽晶,体系不容易自发成核,晶体生长效率较高.故选择在 41.0℃ 时于体系中加入籽晶.

2.2.2. 降温速度对晶体质量的影响

实验发现体系的降温速度和温度波动对晶体质量的影响最大,本实验控制水浴的温度波动小于 0.05℃.考察了 2℃/day、1℃/day 和 0.1℃/day 降温速度对晶体生长的影响.当采用 2℃/day 的降温速度时,体系在 39℃ 左右自发成核,可能是因为降温过快导致 DAST-甲醇体系内存在较大的温度梯度,对

体系产生扰动促进自发成核.另外,晶体因生长速度快,其表面产生肉眼可见的层状细纹,晶体边缘不平滑,如图 1(a)所示.当以 1℃/day 速度降温时,体系自发成核的温度为 38℃ 左右,长出的晶体表面有肉眼可见的细小纹路,晶面较为平整,晶面夹角清晰,如图 1(b)所示.当以 0.1℃/day 速度降温时,体系自发成核温度为 37.5—36.5℃,生成的晶体无肉眼可见的缺陷,晶面平整光滑,晶面间夹角清晰,如图 1(c)所示.图 1 为不同降温速度下制备的晶体照片.

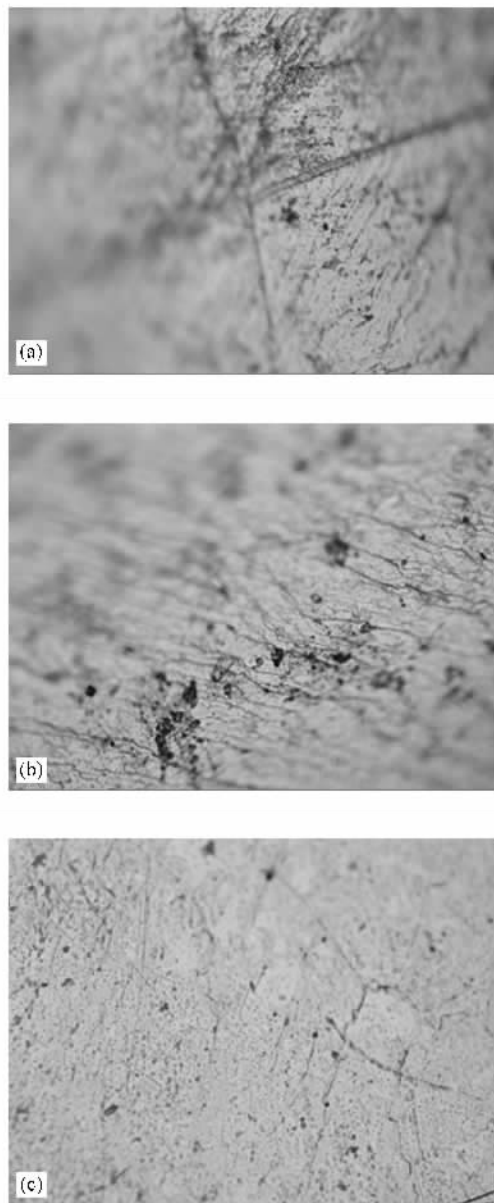


图 1 不同降温速度下制备的晶体照片(均为放大 100 倍的显微镜照片)(a) 2℃/day (b) 1℃/day (c) 0.1℃/day

不同降温速度对 DAST 晶体沿 a 、 b 和 c 晶轴方向生长速度的影响,如表 1 所示.

表 1 不同降温速度下 DAST 晶体沿晶轴生长速度

降温速度/(°C/day)	生长速度/(mm/day)		
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
0.1	0.13	0.12	0.02
1.0	0.52	0.50	0.15
2.0	0.88	0.82	0.34

本实验采用 0.1°C/day 降温速度经过多次生长, 制备出尺寸为 6.5 mm × 4.5 mm × 1 mm 的晶体, 晶体的(001)面光滑, 晶面之间夹角清晰, 晶型完整, 如图 2 所示。

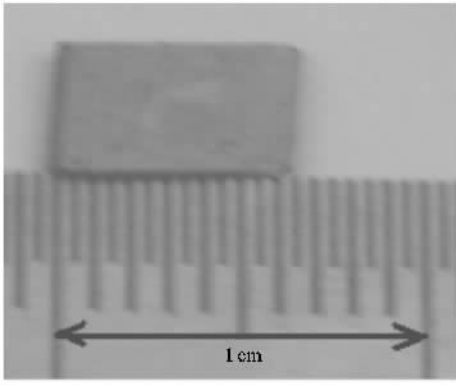


图 2 DAST 晶体照片

制备的 DAST 晶体呈红色, 表面反射出绿色的金属光泽, 若将 DAST 晶体研成粉末其颜色为红色。

3. DAST 晶体 X 射线粉末衍射和热稳定性

X 射线衍射法(XRD)是研究晶体结构的重要手段之一。Oikawa 等人^[11]报道了 DAST 晶体(001)和 DAST 晶体粉末的 XRD 图, Komatsu 等人^[14]报道了 DAST 微晶的 XRD 图。他们只是报道了 DAST 晶体的 XRD 谱图, 并没有给出谱图中各主要峰所代表的晶面及晶面参数。为了便于更好的了解 DAST 的晶体结构, 本文将制备的 DAST 晶体研成粉末, 进行 XRD 分析, 并计算出各个峰所对应的晶面指数和面间距。实验条件为: MXP18A-HF 型 X 射线衍射仪(日本 MAC Science 公司), Cu 靶, X 射线波长 1.54050 Å, 室温下从 10°连续扫描至 60°, 得 XRD 图(图 3)。

图 3(a)为 DAST 晶体粉末 XRD 图, 试验中发现 在 2θ 大于 30°时基本上没有较大峰出现。DAST 属于单斜晶系; C_c 空间群; $a = 10.365 \text{ \AA}$, $b = 11.322 \text{ \AA}$,

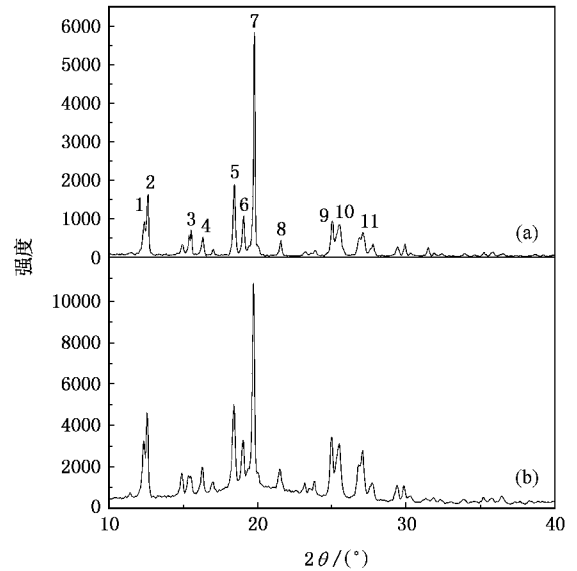


图 3 (a)DAST 晶体粉末 XRD 图 (b)DAST 晶体粉末 265°C 焙烧产物 XRD 图

$c = 17.893 \text{ \AA}$; $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 92.24^\circ$, $\gamma = 90^\circ$ ^[11], 再利用下述公式, 对图中的主要峰进行指标化。

先计算出 DAST 晶体单个正点阵晶胞体积 Ω , 计算公式为

$$\Omega = abc \sqrt{1 - (\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma) + 2\cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}, \quad (1)$$

然后由正点阵中晶胞长度 a , b 和 c , 按下式计算出所对应的倒易点阵中的晶胞长度 a^* , b^* 和 c^* 。

$$a^* = \frac{bc \sin \alpha}{\Omega}, \quad (2)$$

$$b^* = \frac{ca \sin \beta}{\Omega}, \quad (3)$$

$$c^* = \frac{ab \sin \gamma}{\Omega}. \quad (4)$$

将 h , k 和 l 分别设定为 0 和任意正整数, 按下式计算出设定的 h , k 和 l 面在倒易阵中的倒易矢 g_{hkl} 及在正点阵中所对应的面间距 d_{hkl} 。

$$g_{hkl} = ha^* + kb^* + lc^*, \quad (5)$$

$$d_{hkl} = \frac{1}{|g_{hkl}|}. \quad (6)$$

最后利用布拉格公式

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (7)$$

计算出对应的 θ 值, 并与 XRD 谱图中的 θ 对比, 当计算值与测定值相同时, 可认为在 θ 处的 XRD 峰为所设定的 h , k 和 l 对应的晶面。DAST 晶体粉末 XRD 图中主要峰的位置、强度及计算出的面指数, 如表 2

所示.

表 2 DAST 粉末 XRD 主要峰的参数及指标化

峰标号	2θ 值/ $^\circ$	峰强/cps	面间距/ \AA	面指数
1	12.38	916	7.1434	$\bar{1}11$
2	12.64	1619	6.9970	111
3	15.54	689	5.6974	020
4	16.32	516	5.4266	021
5	18.45	1885	4.8047	022
6	19.07	1054	4.6499	113
7	19.97	5839	4.4823	004
8	21.56	395	4.1182	023
9	25.03	929	3.5546	$\bar{2}22$
10	25.48	837	3.4928	$\bar{1}31$
11	27.09	636	3.2888	132

DAST 作为一种非线性光学晶体,如果用做光学器件的话,它的热稳定性是很重要的,热稳定性的好坏将直接影响晶体的使用效果. Komatsu 等人^[14]报道 DAST 的熔点为 256°C ,而吴棱等人^[15]报道 DAST 的熔点为 358°C ,Manetta 等人^[16]则报道 DAST 于 256°C 分解,为了找出 DAST 晶体的适用温度范围,也为了对上述观点给出一个更可信的说法,本文对 DAST 晶体的热稳定性进行了研究.

对所制备的 DAST 晶体进行了差热(DTA)和热重(TG)分析.实验条件为:ZRY-2P 型综合热分析仪(上海精科天平公司),静态空气气氛,升温速度 $10^\circ\text{C}/\text{min}$,从 37°C 升至 800°C .图 4 为 DAST 的 TG-DTA 曲线.

由图 4 的 TG 曲线可见,DAST 晶体粉末的失重分为两个阶段,一个在 $300\text{--}430^\circ\text{C}$ 区间,失重 54.3% ;另一个在 $470\text{--}650^\circ\text{C}$ 区间,失重 45.6% .从 DTA 曲线可见,DAST 在 260°C 有一吸热峰, 302°C 有一放热峰,从 $353\text{--}650^\circ\text{C}$ 为一个持续的放热过程,放热峰的峰值为 536°C ,在 429°C 有一小的放热峰.

DTA 曲线在 260°C 处有一个吸热峰,但是在所对应的 TG 曲线中重量没有明显变化,这说明在 260°C 附近 DAST 没有产生易挥发物质.据此还不能判断 260°C 处的吸热峰是由 DAST 熔融引起,还是晶格转变引起.为了判断 DAST 在 260°C 产生吸热峰的原因进行了以下试验.

将制备的 DAST 晶体研成粉末放在磁坩锅中,用 PID 控温管式炉焙烧,在空气气氛中以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度从室温升至 265°C ,焙烧结束将坩锅取出.焙

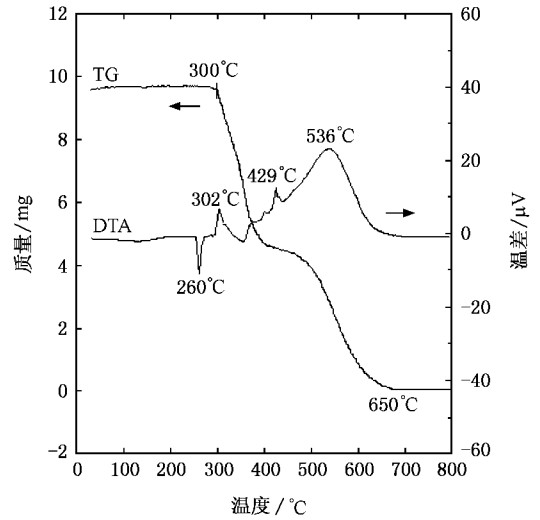


图 4 DAST 的 TG-DTA 曲线

烧前样品为红色粉末,焙烧后样品变为绿色坚硬的整块固体,并且在坩锅底部成流淌状.从试验现象看可能在焙烧过程中发生熔融.

为了判断 265°C 焙烧产物的晶体结构,对 DAST 晶体 265°C 焙烧产物进行粉末 XRD 分析.图 3(b)为 DAST 265°C 焙烧产物粉末 XRD 图,与焙烧前 DAST 晶体粉末 XRD 图(图 3(a))相比,两者完全一致.从 XRD 的实验结果,我们发现可以用熔融法(265°C)制备 DAST 晶体,因为熔融产物与籽晶法(即溶液法)培养出的 DAST 晶体的 XRD 图完全相同,这说明两种方法制备出的 DAST 晶体具有同样的晶体结构,晶胞参数也相同.

目前制备 DAST 晶体常用方法为溶液法,溶液法相对于熔融法来说存在晶体生长条件较难控制,生长速度慢,周期长等缺点.上述实验结果表明,采用熔融法制备 DAST 晶体是可行的.

还对焙烧后的产物进行了红外光谱测定(AVATAR 370 傅里叶变换红外光谱仪,美国 Nicolet 公司).图 5(a)为 DAST 晶体粉末 265°C 焙烧产物的红外光谱.图 5(b)为 DAST 晶体粉末焙烧前的红外光谱.

从图 5(a)与图 5(b)的比较可以看出,DAST 265°C 焙烧产物的红外光谱与焙烧前的红外光谱,其峰的位置,数目以及相对强度基本一致,这也可判断经过 265°C 焙烧,DAST 样品中官能团没有发生变化.

本文还对 DAST 晶体的热失重过程进行了初步探讨.DAST 晶体在 $37\text{--}800^\circ\text{C}$ 区间发生了两次热失

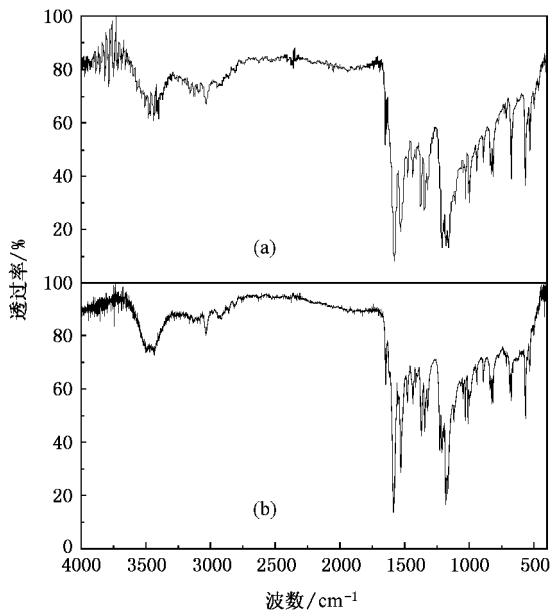


图 5 (a)DAST 晶体粉末 265℃ 焙烧产物的红外光谱 (b)DAST 晶体粉末焙烧前的红外光谱

重,并且从 DTA 曲线可以看出在失重过程中伴随着放热现象.这是因为在加热情况下样品中的 C, H, N, S 元素与空气中的氧气发生分步的氧化反应,变成气态物质跑掉引起失重,同时放出热量. DTA 曲线第一个放热峰的峰值为 302℃,此温度下的 TG 曲线开始失重.为了确定第一次热失重的产物,又将制备的 DAST 晶体粉末以 10℃/min 的速度升温至 430℃,得深棕色黏稠油状物,测其红外光谱(AVATAR 370 傅里叶变换红外光谱仪,美国 Nicolet 公司),如图 6 所示.

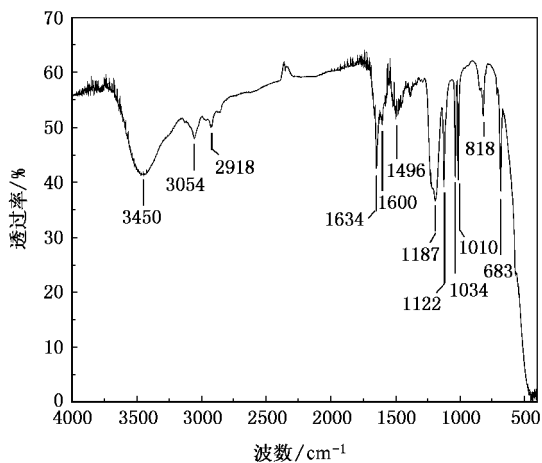


图 6 DAST 晶体粉末 430℃ 焙烧产物的红外光谱

图 6 中的 3450 cm^{-1} 和 1634 cm^{-1} 峰是 H_2O 峰,可能是样品在测试过程中从空气中吸附的水分. 3054 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} 和 1495 cm^{-1} 为苯环的特征吸收峰, 818 cm^{-1} 处峰表示苯环为对位二取代. 1187 cm^{-1} 和 1122 cm^{-1} 为磺酸根的特征峰. 与萨特勒红外标准谱图对照,发现图 6 与对甲基苯磺酸钠的标准谱图基本相符,据此可初步确定第一次热失重产物为对甲基苯磺酸盐.若在第一次失重过程中,4-(4-二甲基氨基苯乙烯基)甲基吡啶部分全部失去,则理论失重为 58.3%,这与实验测得的第一次热失重 54.3% 基本接近;实验测得的第二次热失重为 45.6%,两次热失重为 99.9%;实验结束时,观察到坩埚中无任何残余物,其余的 0.1% 可能由实验误差引起,这说明在第二次热失重过程中,对甲基苯磺酸盐完全转化为 CO_2 , H_2O 和 SO_2 跑掉.

经上述实验结果分析可知, DAST 晶体在 37—800℃ 的加热过程中共发生了两次失重,第一次为 DAST 失去 4-(4-二甲基氨基苯乙烯基)甲基吡啶,残余物为对甲基苯磺酸盐,第二次为对甲基苯磺酸盐完全转化成气体.

4. DAST 晶体的光学性能

DAST 晶体是一种有较大非线性系数的光学晶体,能够实现差频,倍频等光学效应,可用于制作激光器件.在实际应用中可根据 DAST 晶体对不同波长光的透过及吸收情况来选择 DAST 晶体器件的使用条件,也可以通过透过率来计算满足光学实验要求的激光器件尺寸. Swamy 等人^[17]报道了 DAST 单晶薄膜在 250—950 nm 区间的透光情况, Haja 等人^[18]报道了 DAST 晶体对 600—1900 nm 范围光的透过率, Chen-Yang 等人^[19]报道了 DAST 单晶薄膜和多晶薄膜在 2500—4000 nm 范围内的透过率.

已发表的这些对 DAST 晶体透光性的研究远远满足不了实际应用的需求,故本文对 0.3 mm 厚的 DAST 晶体在更宽的波段范围内(600—25000 nm)的透光性进行了研究(FTS-60v 傅里叶变换红外光谱仪用于近红外区,美国 Biorad 公司;FTS-6000 傅里叶变换红外光谱仪,用于中红外区,美国 Biorad 公司),测定结果见图 7.

由图 7 可见,在 600—2000 nm 区间透过率较高, 2300 nm 处有一强峰, 3300 nm 处有一个较强的宽峰, 3500—6000 nm 范围内有较多透过率较低的窄

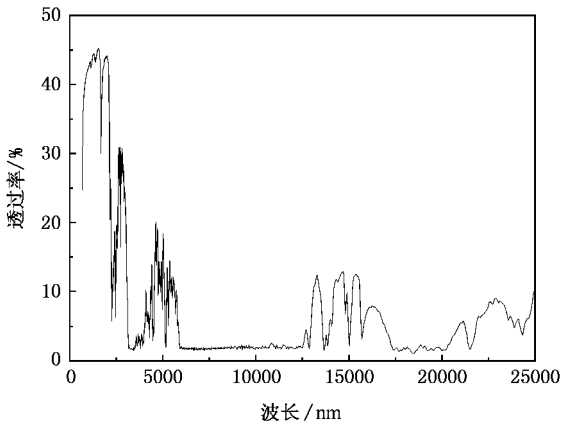


图7 DAST晶体在600—25000 nm范围内的透光情况(0.3 mm厚,光从垂直于晶体(001)面的方向入射)

峰在6000—12500 nm和17400—20000 nm区间红外透过率低于2%,在12500—17400 nm与20000—25000 nm区间有几个清晰可见的强吸收峰。可据此选择DAST晶体的使用范围。

5. 结 论

1. 本文采用籽晶法在甲醇溶液中制备了大体积高质量的DAST晶体,并对制备条件进行了优化。

2. 对制备的DAST晶体做了粉末XRD测试,并通过计算对XRD谱图中的主要峰进行了指标化。另外,还对制备的DAST晶体的热稳定性进行了研究,并对265℃的焙烧产物进行了XRD和红外表征,XRD证明了265℃焙烧产物的晶体结构与焙烧前相同。提出了采用熔融法制备DAST晶体是可行的,同时还对DAST晶体的热失重过程进行了初步探讨。

3. 本文还对DAST晶体在600—25000 nm范围内的透光情况进行了研究。

本文在完成过程中得到了中国科学院物理研究所陈红老师、刘玉龙老师、朱恪老师、左军卫同学和北京化工大学曹建平老师以及毕鹏禹同学的大力帮助,在此表示衷心的感谢。

- [1] Mohan K R, Rajan B D, Ravi G, Jayavel R 2003 *J. Crystal Growth* **250** 113
- [2] Nagel M, Haring B P, Brucherseifer M, Kurz H, Bosserhoff A, Büttner R 2002 *Appl. Phys. Lett.* **80** 154
- [3] O'Shea P G, Freund H P 2001 *Science* **292** 1853
- [4] Xiao X B, Zhou G H, Yang M, Li Y, Xu Z F 2004 *Chin. Phys.* **13** 1531
- [5] Liu R, Gu C M, He L R, Wu S, Shen W Z, Ogawa H, Guo Q X 2004 *Acta Phys. Sin.* **53** 1217 (in Chinese) [刘锐、顾春明、贺莉蓉、吴森、沈文忠、小川博司、郭其新 2004 物理学报 **53** 1217]
- [6] Shi W, Ding Y J 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 1635
- [7] Meng F Q, Xu D 2000 *Func. Mater.* **3** 341 (in Chinese) [孟凡青、许东 2000 功能材料 **3** 341]
- [8] Dittrich P, Bartlome R, Montemezzani G, Günter P 2003 *Appl. Surf. Sci.* **230** 88
- [9] Mori Y, Takahashi YI, Iwai T, Yoshimura M 2000 *Jpn. J. Appl. Phys.* **39** 1006
- [10] Haja H A S, Yu W C, Chen Z B, Tai C Y, Lan C W 2005 *J. Crystal Growth* **282** 117
- [11] Oikawa H, Fujita S, Kasai H, Okada S 2000 *Colloids & Surf. A* **169** 251
- [12] Tsunesada F, Iwai T, Watanabe T, Adachi H, Yoshimura M, Mori Y 2002 *J. Crystal Growth* **237**–**239** 2104
- [13] Taniuchi T, Okanda S, Nakanishi H 2004 *Electronics Letters* **40** 60
- [14] Komatsu K, Nanjo H, Yamagishim Y, Kaino T 2001 *Thin Solid Films* **393** 1
- [15] Wu L, Huang B R, Li Z J, Kang Y, Tan Y Y, Yao Y G 1999 *J. Sanmen University (Natural Science Edition)* **38** (Supplement) 407 (in Chinese) [吴棱、黄炳荣、李兆基、康遥、覃业燕、姚元根 1999 厦门大学学报(自然科学版) **38** (增刊) 407]
- [16] Manetta S, Ehrensperger M, Bosshard C, Günter P 2002 *C. R. Physique* **3** 449
- [17] Swamy R K, Kutty S P, Titus J, Khatavkar S, Thaku M 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 4025
- [18] Haja Hameed A S, Yu W C, Chen Z B, Tai C Y, Lan C W 2005 *J. Crystal Growth* **282** 117
- [19] Chen-Yang Y W, Sheu T J, Lin S S, Tu Y K 2002 *Current Appl. Phys.* **2** 349



Preparation and properties of the organic nonlinear optical crystal trans-4-[4-(dimethylamino)styryl]-1-methylpyridium p-toluenesulfonate^{*}

Niu Rui-Qi^{1,2)} Dong Hui-Ru^{1)†} Wang Yun-Ping²⁾

¹⁾ College of Science, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

²⁾ Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China)

(Received 17 August 2006; revised manuscript received 6 December 2006)

Abstract

The organic ionic salt of trans-4-[4-(dimethylamino)styryl]-1-methylpyridium p-toluenesulfonate (DAST) is a kind of nonlinear optical crystal. Large and high-quality DAST crystals were grown in a saturated DAST-methanol solution from seed crystals by controlling the temperature. The effects of preparation method, temperature and cooling speed on the growth of DAST crystals were investigated in detail. The light transmittance and thermal stability of prepared DAST crystals were studied. The sample of DAST crystal heated at 265°C was characterized by X-ray diffraction (XRD) and Fourier transformation infra-Red spectroscopy (FT-IR), and it was proved that the phase transition temperature of DAST crystal is 260°C, and it is feasible to prepare DAST crystal from the melt. At the same time, the process of weight loss of DAST crystal at 37—800°C was discussed preliminarily.

Keywords: trans-4-[4-(dimethylamino)styryl]-1-methylpyridium p-toluenesulfonate, crystal growth, X-ray diffraction, thermal stability

PACC: 8110D, 6110M, 7830

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 10574152).

[†] E-mail: donghr@mail.buct.edu.cn