

# 软 X 射线分光晶体马来酸氢十八酯

关 铁 堂

(福州大学化学系, 福州 350002)

## 提 要

马来酸氢十八酯(OHM)是一种大晶面间距( $2d=63.5 \text{ \AA}$ ) X 射线分光晶体, 在适用的波长范围内, 其 X 射线衍射性能优于硬酯酸铅皂膜假晶体(STE), 晶体的物理化学性能稳定、机械强度高、易于加工。业已证明 OHM 晶体是一种软 X 射线理想的单色器。

关键词: 软 X 射线单色器, 有机晶体。

## 一、引 言

在软 X 射线光谱分析中, 一般是采用脂肪酸盐皂膜假晶体或衍射光栅做单色器, 但它们只有中等的衍射强度, 分辨率也不高, 同时假晶体镀膜不易均匀且衍射强度易衰减, 衍射光栅对于软 X 射线的吸收随着波长的变短急剧增加, 所以在使用中受到很大的限制。为此, 1965 年 Ruderman 和 Ness 等人<sup>[1~3]</sup>提出一类新的软 X 射线分光晶体—长碳链的脂肪酸酯单晶体, 这类晶体的晶面间距可随组成酯的酸或醇的碳链增长加大, 其对 X 射线不但有强的衍射能力, 而且有很高的分辨率, 同时机械强度高、易于加工, 可望成为较为理想的软 X 射线分光晶体。马来酸氢十八酯就是这类有机晶体, 但是由于它的溶液自发成核倾向很大, 极难培养出有使用价值的晶体。作者所在实验室对长碳链酯单晶体的生长做了较为深入的研究, 现已能培养出尺寸达到  $90 \times 70 \times 2 \text{ mm}^3$  的马来酸氢十八酯(OHM)优质大晶体, 如图 1 所示。该晶体具有很好的 X 射线分光性能, 在实际应用中已获得满意的结果。

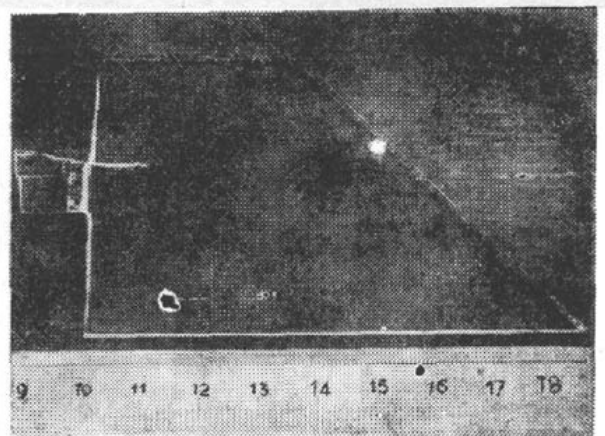


Fig. 1 OHM single crystal

## 二、晶体性能测试和应用

### 1. 本征参数的测量

采用 XYS-II X 射线双晶衍射仪测量 OHM 晶体的本征参数。实验条件为 X 射线管高压为 30 kV, 管流为 10 mA, 辐射线是  $\text{CuK}\alpha$ , 以  $(n_1 - n)$ ,  $(n_1 + n)$  双晶几何排列方法, 衍

射面为(001)新鲜解理面,测得结果如下:晶面间距  $2d=63.54(5)\text{\AA}$ , 衍射效率  $P=64.1\%$ , 半高宽  $\omega=148.4''$ 。上列数据说明,OHM 晶体实用的分析波长可达  $60\text{\AA}$ , 并有满意的衍射强度和分辨率。

## 2. OHM 晶体的衍射性能

采用 JOXA-733 型电子探针谱仪,用 OHM 晶体代替脂肪酸盐皂膜假晶体 STE 和 TAP 晶体在相同的条件下,对标准样品 C 和 F 测试使用性能,其结果如表 1 和图 2 所示。JOXA-733 型电子探针谱仪是直进式谱仪,OHM 晶体测 C 时,晶体与样品的距离为 196 mm,大大超过 STE 与样品的距离 124 mm,所以 OHM 晶体接收信号的立体角显然小于 STE 接收信号的立体角。即使这样,两者测 C 的峰值强度已经相近,但峰背比 OHM 是 STE 的 4 倍,分辨率也较高,所以 OHM 晶体的分光综合指标明显比 STE 好,上列数据更能说明 OHM 晶体测 F,其衍射性能大大优于 TAP 晶体。

Table 1 Determination of C, F, normal sample

analysis crystal	spectra	normal sample	$P(\text{cps}/\mu\text{A})$	$P/B$	/
AHM	CK	SiC	105000	394	0.024
OHM	FK	LiF	271000	362	0.0098
STE*	CK	C	125000	92	0.03
TAP*	FK	LiF	26400	264	---

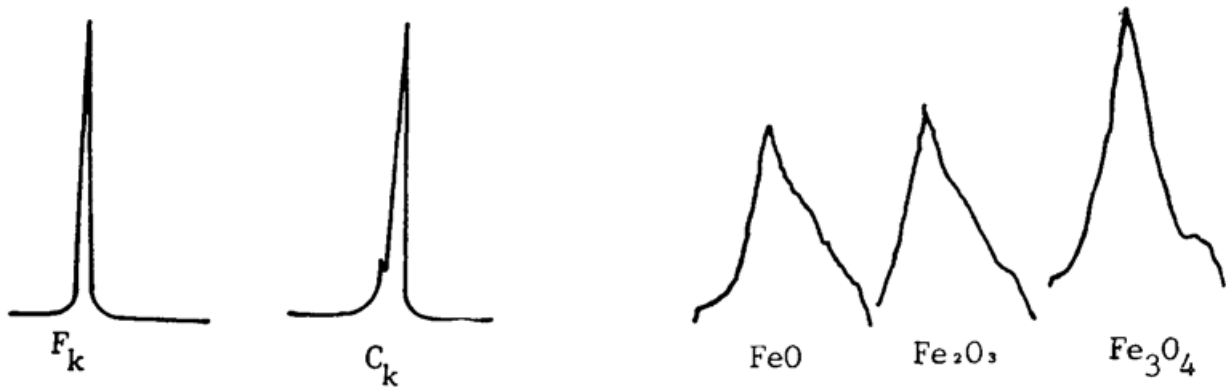


Fig. 2 C and F diffraction spectrum curves Fig. 3 The pattern of secondary diffraction of  $O_{K\alpha}$

## 3. 元素价态分析

用 JOXA-733 型电子探针谱仪,在相同的条件下分别对  $\text{FeO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$  等样品做  $O_{K\alpha}$  二级衍射测试,获得了不同波形的二级衍射波,如图 3 所示,通过 X 射线光谱精细结构分析可以达到元素价态分析的目的。OHM 晶体能够获得不同波形的  $O_{K\alpha}$  二级衍射曲线,说明晶体具有很好的结构完整性和高的分辨率。

## 4. 在高温等离子体光谱研究上的应用

实验在中国科学院上海光学精密机械研究所“六路”大功率钕玻璃激光器上进行。最大输出能量 10 J,脉宽为 100 ps 的钕玻璃激光器口径为  $\phi 60\text{ mm}$ , 焦距 90 mm 的非球面透镜聚焦在各种平面靶上,靶面功率密度为  $5 \times 10^{14}\text{ W/cm}^2$ 。实验时激光室气压为  $10^{-2}\text{ Torr}$ ,采用 OHM 平晶谱仪记录 Al、Se、Cu、O 和 Si 等元素的激光等离子体 X 射线光谱。实验发

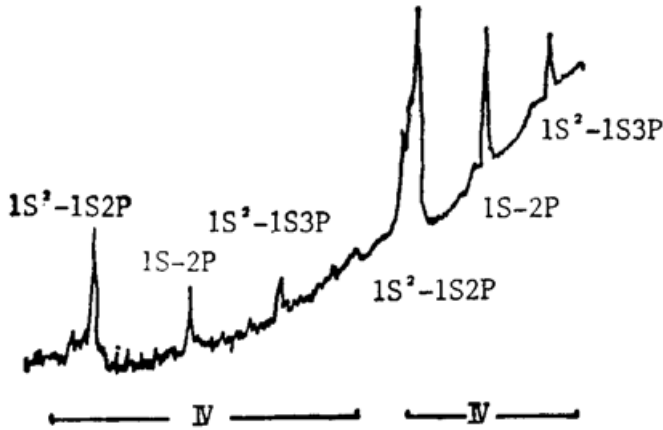


Fig. 4 The emission spectra of laser-produced Al plasma

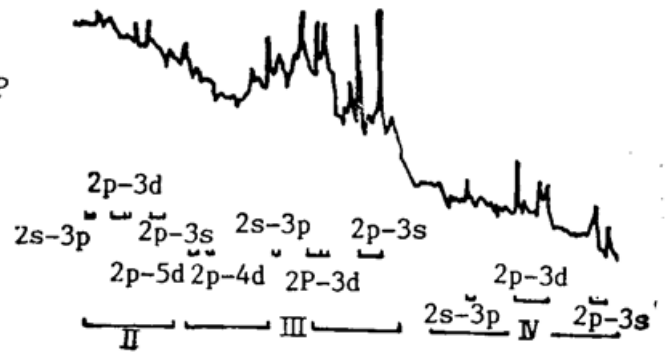


Fig. 5 The emission spectra of laser-produced Se plasma

现在  $15 \sim 40 \text{ \AA}$  区域存在着多级衍射, 对铝、硒元素的激光等离子体 X 射线, 主要有类氦、类氟和类氧离子的二到四级衍射谱。对于低  $Z$  系列的激光等离子体 X 射线谱, 有钠离子的二级谱, 氧离子的一级谱及铝、硅离子的三、四级衍射谱, 它们主要由类氢离子的  $1s-2p$ , 类氦离子的  $1s^2-1s2p$ ,  $1s^2-1s3p$ ,  $1s^2-1s4p$  及伴线和类锂离子的  $1s^22p-1s2p3p$  能级间电子跃迁产生, 若用 STE 假晶体谱仪, 就很难获得这些谱线, 因为 STE 的衍射强度和分辨率不如 OHM 晶体, 图 4、图 5 和图 6 分别表示铝、硒、铜的激光等离子体 X 射线光谱。

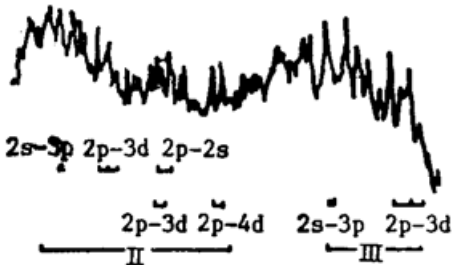


Fig. 6 The emission spectra of laser-produced Cu plasma

### 三、结 论

马来酸氢十八酯(OHM)是一种优良的长碳链大晶面间距( $2d = 63.5 \text{ \AA}$ ) X 射线分光有机晶体, 不但衍射强度大, 而且有很高的分辨率, 它在电子探针谱仪上的应用, 在实用的波长范围内其衍射线分光综合指标优于硬脂肪酸铅皂膜假晶体 STE, 在高功率激光辐照实验中能够摄得 STE 难于获得的高阶离子发射的 X 射线谱线, 波长介于  $15 \sim 40 \text{ \AA}$  之间, 它是一种理想的软 X 射线单色器。

中国科学院福建物构所赵庆兰、黄依森, 上海宝山钢铁总厂陈家光、中国科学院上海光学精密机械研究所范品忠、冯贤平、张正泉、工程物理研究院激光研究室顾援等同志协助完成晶体性能和应用的测试实验工作, 谨致以衷心的感谢。

### 参 考 文 献

- [1] I. W. Ruderman, K. J. Ness; *Appl. Phys. Lett.*, 1965, 7, No. 1 (Jul), 17~19.
- [2] G. Bohn, K. Ulmer; *J. Crystal Growth*, 1971, 10, 175~178.
- [3] J. M. Arber et al.; *J. Crystal Growth*, 1987, 84, 145~180.
- [4] 冯贤平等;《光学学报》, 1989, 9, No. 8 (Aug), 680~684.

# Soft X-ray analyzer crystal—octadecyl hydrogen maleate (OHM)

GUAN TIETANG

(Department of Chemistry, Fuzhou University, Fuzhou 350002)

(Received 17 August 1990; revised 29 October 1990)

## Abstract

Octadecyl hydrogen maleate (OHM) is a kind of dispersing X-ray organic crystal with large  $2d$ -spacing ( $2d=63.5 \text{ \AA}$ ). OHM crystal has a stable physical-chemical property and good mechanical performance. It is easily processed. The IHM crystal has been proved to be a ideal dispersing element in the analysis of soft X-ray spectroscopy.

**Key words:** organic crystal, soft X-ray dispersing element.

勘 误

《光学学报》，1990,10, No.11 (Nov), 1047~1051 作者任占祥等；题为“二维声光互作用理论及实验分析”的图有误，其正确的应为，并补表 1。并对作者表示歉意。

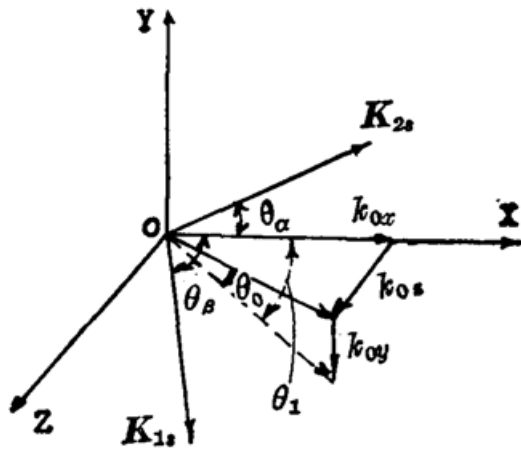


Fig. 1 Schematic diagram of acousto-optic interaction

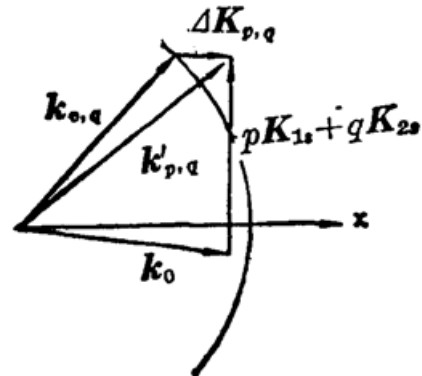


Fig. 2 Illustration of momentum mismatching

Table 1

$\begin{matrix} p, q \\ \xi \end{matrix}$	$\begin{matrix} p, q \\ \eta \end{matrix}$	0, 0	0, +1	0, +2	+1, 0	+1, +1	+1, +2	+2, 0	+2, +1	+2, +2	Notes
$\xi_1=0$ $\xi_2=0$		1	0	0	0	0	0	0	0	0	Fig. 4.a
$\xi_1=2$ $\xi_2=0$		5.0%	0	0	33.3%	0	0	12.9%	0	0	Fig. 4.b
$\xi_1=3$ $\xi_2=0$		6.25%	0	0	12.5%	0	0	23.3%	0	0	Fig. 4.c
$\xi_1=2$ $\xi_2=2$		0.25%	1.87%	0.63%	1.5%	10.4%	4.08%	0.67%	3.96%	1.58%	Fig. 4.d
$\xi_1=3$ $\xi_2=2$		0.33%	2.33%	0.87%	0.63%	3.75%	1.25%	1.08%	7.5%	3.0%	Fig. 4.e