

# L 沸石晶体骨架及晶胞参数的测定\*\*

陈宜良 张循良 郭士岭 秦建昭 程爱珠

(郑州工学院化工系)

**摘 要:** 本文通过X射线衍射光谱测定合成的L沸石的晶胞参数,并用红外光谱测定沸石骨架结构,经与日本标准的L沸石及文献对照,结果基本一致。确证本实验室合成的沸石为L型沸石。

**关键词:** L沸石,晶胞参数,X射线衍射,红外光谱。

**中国图书分类号:** O766

L沸石是一种人工合成沸石,它的孔道结构为交替的六方柱笼与钙霞石笼在C轴方向重叠组成,再接六重轴旋转产生十二员环的大孔道。其空间群为六方晶系 $P_6/m.m.m.$ 。其典型的晶胞组成 $[M_8(Al_{19} Si_{27} O_{72})2H_2O](M=K^+ \text{ 或 } Na^+)$ 。L沸石的骨架结构及C轴方向投影图见图1、图2。

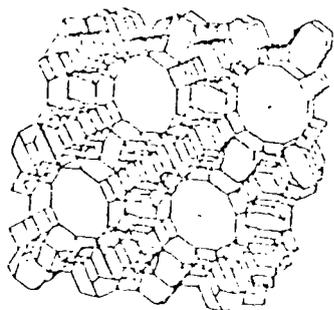


图1 L沸石的骨架结构图

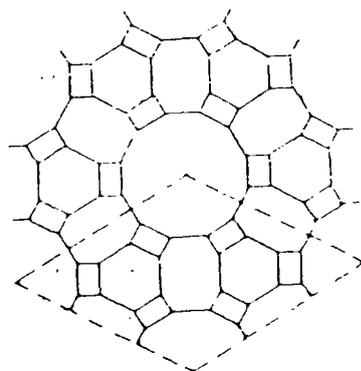


图2 L沸石的C轴方向投影图

本文利用X射线衍射光谱测定本实验室合成的L沸石<sup>(1)</sup>晶胞参数 $a=18.37\text{\AA}$ ,  $c=7.56\text{\AA}$ ;日本合成的L沸石晶胞参数为 $a=18.36\text{\AA}$ ,  $c=7.54\text{\AA}$ 。文献值为 $a=18.40\text{\AA}$ ,  $c=7.5\text{\AA}$ ,结果基本一致。

本文还利用红外光谱测定L沸石的骨架结构,本实验室合成的L沸石与日本合成的

\* 收稿日期: 1992-03-25

\*\* 本课题为石化总公司资助项目。

本文还利用红外光谱测定 L 沸石的骨架结构, 本实验室合成的 L 沸石与日本合成的 L 沸石及标准谱图的特征峰基本吻合。

## 1 实验方法:

### 1.1 样品:

1<sup>#</sup>样品: 本实验室用水玻璃作为硅源水热法合成的 L 沸石。

2<sup>#</sup>样品: 日本 L 沸石标准样品。

### 1.2 样品的预处理:

(1) XRD 图: 样品烘干后, 在饱和的  $\text{NH}_4\text{Cl}-\text{H}_2\text{O}$  溶液恒湿器中饱和 48hr 然后压片, 测 X 光谱图。

(2) IR 图: 样品在 120℃ 烘箱干燥 4hr, 与  $\text{KBr}$  以质量 1:200 比例混合压片, 在红外光谱仪上扫描。

### 1.3 仪器:

(1) 日本理学  $\text{D}_{\text{Max-3}}$  X 射线衍射仪

(2) 美国 Analco RTX-65 红外光谱仪。

microline-192 打印机。

### 1.4 操作条件:

(1) XRD 谱图: 管压: 40KV; 管流: 100mA; 靶: Cu 靶; 狭缝: 1: 1: 0.15

(2) IR 谱图: 扫描速度 10 次/秒。

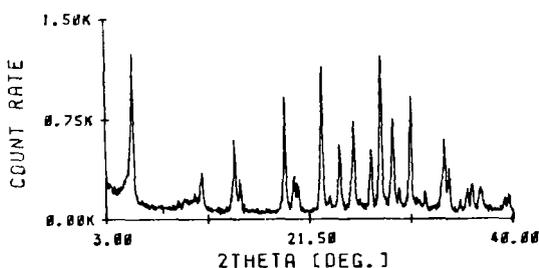


图 3 1<sup>#</sup>样品衍射图

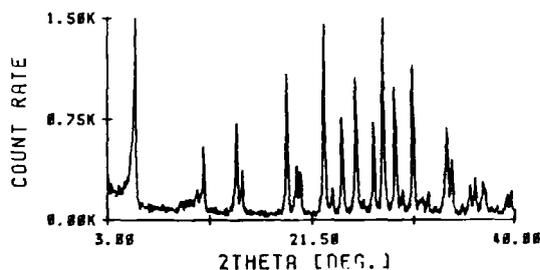


图 4 2<sup>#</sup>样品衍射图

## 2 实验结果:

### 2.1 晶胞参数的测定

在上述条件下, X 衍射仪扫描 1<sup>#</sup>、2<sup>#</sup>样品, 得到衍射图 3、图 4。

将实验所得晶面间距  $d$  值与 L 型沸石晶面间距表<sup>(2)</sup>中的  $d$  值相对照, 得到每个衍射峰的  $\{hkl\}$  指数. 利用六方晶系公式<sup>(3)</sup>  $(d_{hkl})^{-2} = \frac{4}{3}(h^2 + hk + k^2)a^2 + l^2c^{-2}$  公式计算出晶胞参数  $a, c$ . 1# 样品, 2# 样品衍射数据分别列于表 1、表 2.

表 1: 1# 样品衍射数据

$d_{hkl}$	$\{hkl\}$	$d_{hkl}$	$\{hkl\}$	$d_{hkl}$	$\{hkl\}$
16.007	100	4.334	301	3.010	420
7.563	001	3.927	221	2.913	222
6.039	210	3.813	311	2.656	600
5.830	111	3.669	320	2.618	430
4.608	220	3.289	321		
4.429	310	3.071	302		

计算得  $\bar{a} = 18.37 \text{ \AA}$ ,  $c = 7.56 \text{ \AA}$

表 2: 2# 样品衍射数据

$d_{hkl}$	$\{hkl\}$	$d_{hkl}$	$\{hkl\}$	$d_{hkl}$	$\{hkl\}$
16.004	100	4.418	310	3.005	420
7.541	001	4.325	301	2.909	222
6.022	210	3.805	311	2.616	600
5.822	111	3.662	320	2.546	430
4.598	220	3.283	321		
3.921	221	3.067	302		

计算得  $\bar{a} = 18.36 \text{ \AA}$ ,  $\bar{c} = 7.54 \text{ \AA}$ .

## 2.2 骨架结构的测定:

红外扫描 A#, 2# 样品如图 5、图 6 所示, L 沸石的标准红外谱图见图 7. 根据 F.K.S 对硅铝分子筛红外光谱带的基本归属, 1# 样品、2# 样品的特征吸收峰与标准谱图基本一致. 波数为 1025, 1103 为骨架 T—O 对称伸缩和反对称伸缩, 735, 780 为对称伸缩振动峰, 491 为 T—O 弯曲振动峰, 619 为双环振动峰.

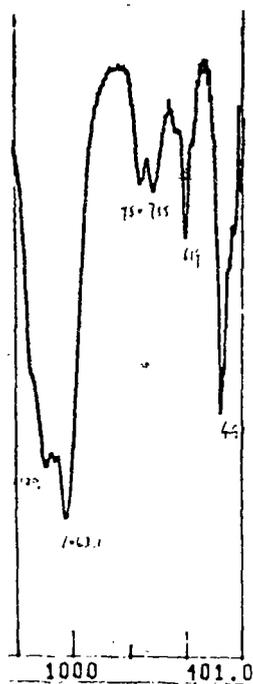


图 5 1#样品图

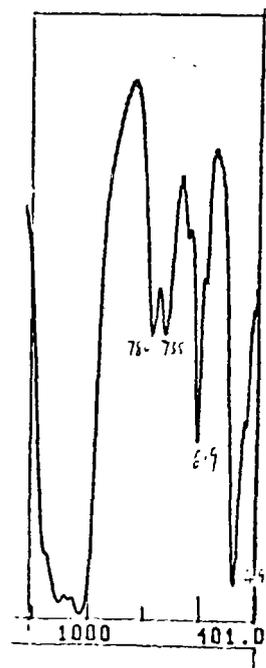


图 6 2#样品 IR 图

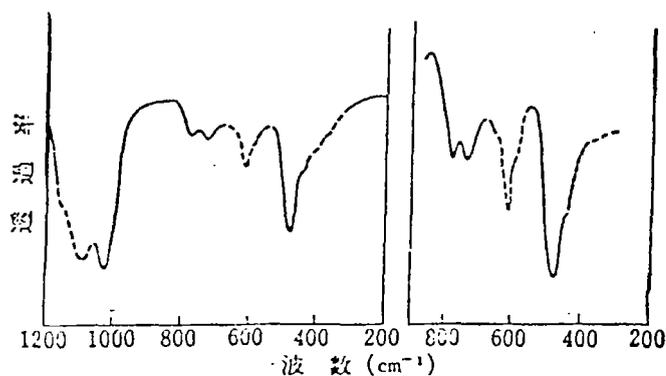


图 7 L 沸石的标准红外谱图

### 3 结果讨论

3.1 由 XRD 测得 L 沸石的晶胞参数可见本实验室用水玻璃作为硅源水热法合成的沸石与日本 L 沸石及文献值基本一致。

3.2 由 IR 测得的沸石的骨架结构振动特征峰与日本 L 沸石的骨架结构振动特征峰及标准谱图基本吻合。

确证该实验室合成的沸石确系 L 型沸石。

## 参 考 文 献

- (1) 程爱珠等. 郑州工学院学报. 1, 1992
- (2) 大连化物所. 沸石分子筛. 科学出版社
- (3) 周公度. 晶体结构测定. 科学出版社
- (4) 徐如人, 庞文琴, 屠昆岗等著. 沸石分子筛的结构与合成. 吉林大学出版社

## Determination of Framework Structure and Unit Cell Parameter of Zeolite-L

Chen Yiliang, Zhang Xunliang, Guo Shiling, Qing Jianzhao, Cheng Aizhu

(Zhengzhou Institute of Technology)

**Abstract:** The unit cell parameter of zeolites-L by our laboratory synthetic was determined through X-ray diffraction, and framework structure was determined by means of IR spectroscopy. We compared with zeolite by Japan Synthetic these results obtained were identical with theory numericatr values, confirm this zeolites by our laboratory synthetic was zeolites-L.

**Keywords:** Zeolites-L, Unit cell parameter, X-ray diffraction, Infrared optical spectra.