

# 活性炭负载磷钨酸催化剂的表征及其催化性能

刘晓娣, 刘士荣<sup>1)</sup>

(江南大学 化学与材料工程学院, 江苏 无锡 214122)

**摘要:**研究了活性炭负载磷钨酸催化剂的表征及在丁基多苷合成中的催化性能. 活性炭负载磷钨酸催化剂采用浸渍法制备, 并用 FT-IR 光谱、XRD 光谱、SEM 等手段进行了表征. 结果表明, 磷钨酸负载到活性炭后保持了原有的 Keggin 结构, 它在载体上的吸附过程可以分为单分子吸附、多分子吸附和体相堆积三个阶段. 在丁基多苷合成反应中, 催化剂负载量、磷钨酸溶脱量、葡萄糖转化率之间有较复杂的关系. 杂多酸溶脱量随负载量增大而增大, 转化率与杂多酸溶脱量之间没有直接联系. 催化剂负载量在 5% 到 60% 之间变化时, 控制催化活性的主要因素分别是催化剂酸量、比表面积、游离的杂多酸量. 最佳负载量为 20%.

**关键词:** 活性炭, 磷钨酸, 负载催化剂, 表征, 丁基多苷

**中图分类号:** O643.3 TQ426.9 **文献标识码:**

近年来, 利用杂多酸催化有机反应得到迅速发展<sup>[1,2]</sup>. 但体相杂多酸价格昂贵且较难回收, 将其固载在高比表面积的载体上是提高非均相反应催化效果的一种有效方法<sup>[3,4]</sup>. 活性炭有高的比表面积和宽范围的 pH 值稳定性<sup>[5]</sup>, 而且杂多酸和活性炭之间存在很强的吸引力, 负载后不易脱落<sup>[6]</sup>. 活性炭的这些优良特性使它具有广阔的工业化应用前景. 但是由于活性炭具有极为复杂的表面结构, 杂多酸与活性炭之间的吸附过程受到多种因素的影响, 吸附机理尚不清楚, 给这种催化剂的应用带来困难. 另外, 尽管杂多酸与活性炭之间的吸附较为牢固, 但在液相反应中, 杂多酸的溶脱是难以避免的. 如何在提高催化活性的同时减少活性成分的流失, 是目前此类催化剂在应用中面临的一个关键问题<sup>[7]</sup>.

烷基多苷 (APG) 是一种新型的非离子绿色全天然表面活性剂<sup>[8]</sup>. 它的生产多采用二步法, 即由葡萄糖和低级醇 (一般是丁醇) 反应生成短链烷基多苷, 生成的短链烷基多苷再和高级醇进行苷交换反应生成长链烷基多苷. 第一步反应, 即丁基多苷的合成需在酸催化剂的存在下进行, 是合成 APG 的关键. 传统工艺多使用浓硫酸, 存在环境污染、设备腐蚀等问题. 从表面活性剂的发展趋势来看, 其研究和生产向绿色化学发展, 表现在原料、产品

和反应过程的绿色化. 我们的目的是研究磷钨酸和活性炭之间的作用方式, 以及催化剂微观结构对宏观性能的影响. 将活性炭负载的杂多酸催化剂应用于苷化反应国内尚未见报道, 我们旨在对该催化剂在丁基多苷合成中的应用做初步研究, 着重研究了不同负载量催化剂的催化活性和溶脱量之间的关系, 为今后进一步改善其工艺条件提供理论基础, 最终目标是开发新的催化体系, 实现 APG 生产的绿色化.

## 1 实验部分

### 1.1 试剂

贝壳颗粒活性炭 (溧阳竹溪活性炭有限公司), 过孔径 0.450 ~ 0.900 mm 筛; 磷钨酸 (TPA); 无水葡萄糖; 正丁醇; 3,5-二硝基水杨酸试剂 (按文献配制<sup>[9]</sup>).

以上试剂均为分析纯. 除活性炭外, 所有试剂均由国药集团化学试剂有限公司提供.

### 1.2 实验方法

1.2.1. 负载催化剂的制备 活性炭在使用前用硝酸进行预处理. 负载催化剂的制备采用浸渍法<sup>[10]</sup>.

1.2.2 吸附等温线 称取 TPA 5 g, 用去离子水溶解并移至 50 mL 容量瓶定容, 得到浓度为 100 mg/

收稿日期: 2006-12-11; 修回日期: 2007-04-02.

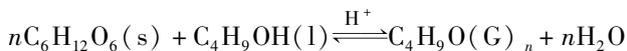
作者简介: 刘晓娣, 女, 生于 1982 年, 硕士研究生. Tel: 13921145907; E-mail: lxdjj122@yahoo.com.cn.

1) 通讯联系人: 电话: 13218799962, E-mail: liushirong1@yahoo.com.cn.

mL 的原液. 分别吸取原液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 于 6 个锥形瓶中, 加入去离子水至总体积为 10 mL. 平行称取 6 份活性炭, 每份质量在 0.5 g 左右, 分别加入到 6 个锥形瓶中, 在 298 K 下振荡 8 h 后取样, 用 UV-1800 可见-紫外分光光度计在 250 nm 处测定吸光度并计算 TPA 的平衡浓度和吸附量, 绘制吸附量与平衡浓度的关系曲线.

1.2.3 催化剂表征 比表面积和孔特征用 ST-2000 型比表面积与孔径测定仪(北京市北分仪器技术公司生产), 载气为  $H_2$ , 吸附气体为  $N_2$ , 测定温度为液氮温度. FT-IR 光谱用 FTLA2000 傅立叶变换红外光谱仪(ABB Inc CANADA), KBr 压片, 累积扫描 30 次. X-射线衍射光谱(XRD 用 Rigaku D/max 2550 VB/PC 转靶 X-射线衍射仪, Cu  $K\alpha$  辐射, 管电压 40 kV, 管电流 100 mA. 扫描电镜(SEM)用 Quanta-200 扫描电子显微镜.

1.2.4 负载催化剂对丁苷化反应的催化活性 丁基多苷是葡萄糖和正丁醇在酸催化剂的存在下经缩合反应得到的, 反应简式如下:



式中 G 代表葡萄糖单元,  $n$  代表糖单元的个数,  $n = 1, 2, 3, \dots$  时, 分别称为单糖苷、二糖苷、三糖苷..., 产品是聚合度不同的丁基糖苷的混合物, 副产物主要是二糖和多糖.

在 250 mL 三口烧瓶中依次加入 0.2 mol 无水葡萄糖、1.2 mol 正丁醇和一定量负载催化剂(TPA 含量为葡萄糖质量的 3%), 油浴加热搅拌回流, 待反应液澄清后于 108 °C 下继续反应 1.5 h. 反应结束后用 3,5-二硝基水杨酸比色法测定葡萄糖转化率. 同时取样测催化剂的溶脱量. 催化剂从反应体系中滤出, 洗涤烘干后重复使用.

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸附等温线

图 1 是活性炭在水溶液中对 TPA 的吸附等温线, 其中接近直线的部分可认为是单分子吸附, 曲线部分是多分子吸附. 从图中可以看出, 单分子吸附的饱和吸附量约为 80 mg/g 左右, 此时 TPA 负载量为 8%.

为得到载体对 TPA 的饱和吸附量, 将吸附等温线进行数学处理, 发现符合 Langmuir 吸附方程. 由 Langmuir 方程:

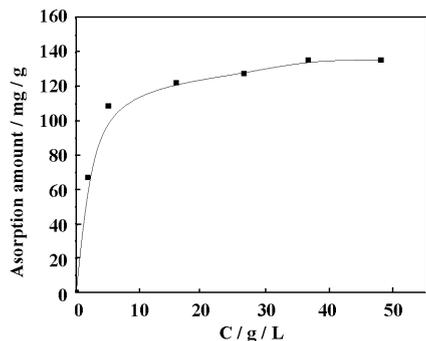


图 1 活性炭在水溶液中对 TPA 的吸附等温线  
Fig. 1 The adsorption isotherm for activated carbon in aqueous solution of TPA

$$X = -K(X/C) + X_m$$

式中  $C$  为溶液的平衡浓度,  $X$  为相应平衡浓度下的吸附量,  $K$  为吸附平衡常数,  $X_m$  为饱和吸附量. 以  $X$  为纵坐标对  $X/C$  作图, 得到一条直线, 见图 2, 可知  $X_m = 140.5$ , 即饱和吸附量为 140.5 mg/g, 此时 TPA 负载量为 14.05%.

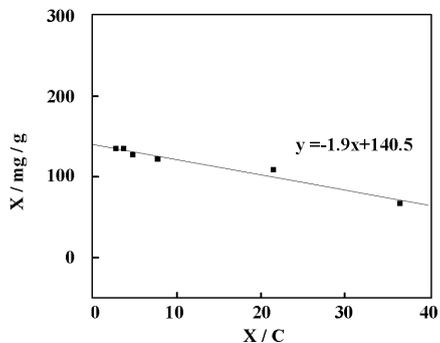


图 2 吸附等温线的 Langmuir 处理  
Fig. 2 Langmuir treatment for the adsorption isotherm

### 2.2 催化剂表征

2.2.1 比表面积及孔特征 表 1 是活性炭载体及不同负载量催化剂的比表面积和孔容值. 负载量用每 100 克活性炭负载的 TPA 质量表示, 单位为 g/g. 用  $C$  表示活性炭载体,  $C-14.9$  表示负载量为 14.9% 的催化剂样品, 依次类推. 结果显示, 比表面积和孔容值随负载量的增大而迅速减小. 极大孔径也随负载量的增大而减小, 其中 1.9 nm 的微孔和 3.5 nm 的中孔消失, 说明 TPA 在吸附扩散的过程中, 填充了活性炭的微孔和部分中孔, 导致比表面积和总孔容减小.

表1 载体及负载催化剂样品的比表面积和孔特征

Table1 Specific surface area and pore characteristics of the support and samples of catalysts

Samples	Surface area ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Maximum pore diameter (nm)	Pore volume ( $\text{mL}/\text{g}$ )
C	735	1.9, 3.5, 5.0	0.56
C-14.9	470	5.0	0.38
C-21.0	346	5.0	0.12
C-25.2	311	5.0	0.11
C-35.3	307	4.7	0.08
C-60.0	272	4.1	0.08

2.2.2 FT-IR 光谱 图3 是不同负载量催化剂及体相催化剂的红外光谱, 表2 列出了图3 中各特征峰的峰值, 并与体相 TPA 进行比较。

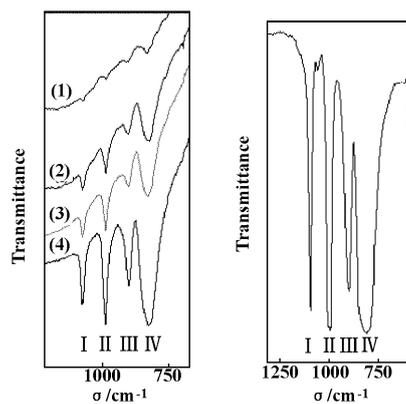


图3 不同负载量催化剂样品的红外光谱和体相 TPA 的红外光谱

Fig.3 FT-IR spectra of catalysts samples with (a) different TPA loadings: (1) C-14.9; (2) C-25.2; (3) C-35.3; (4) C-60.0 (b) Bulk TPA

表2 TPA 及不同负载量催化剂样品的红外特征峰

Table FT-IR spectra datas of bulk TPA and catalysts samples with different TPA loadings

Samples	I ( $\text{cm}^{-1}$ )	II ( $\text{cm}^{-1}$ )	III ( $\text{cm}^{-1}$ )	IV ( $\text{cm}^{-1}$ )
Bulk TPA	1080.9	983.1	892.1	800.9
C-14.9	1080.4	979.9	893.1	816.3
C-25.2	1083.8	982.9	895.7	815.1
C-35.3	1083.4	983.5	895.3	808.7
C-60.0	1083.6	983.2	889.9	808.9

Comment I. Tetrahedral oxygen P-Oa, II. Terminal oxygen W = Od, III. Bridge oxygen W-Ob-W, IV. Bridge oxygen W-Oc-W

由图1 和表2 可知, TPA 负载到活性炭后仍出现 Keggin 杂多酸的特征峰, 且出峰强度与负载量成正比, 这表明与活性炭作用后, TPA 的 Keggin 结构未发生改变, 但部分特征峰发生了偏移, 即桥氧 W-Oc-W 振动紫移, 端氧 W = Od 振动红移, 而且偏移量随负载量的增加而减小. 这说明 TPA 与活性炭表面含氧基团如羧基、羟基和羰基等发生了键合作用. 端氧 W = Od 和桥氧 W-Oc-W 处于 Keggin 阴离子外部, 直接与含氧基团键合, 导致 IR 特征峰发生偏移. 四面体氧 P-Oa 和桥氧 W-Ob-W 处于 Keggin 阴离子内部, 不与含氧基团直接作用, 因此不发生明显偏移<sup>[11]</sup>. 负载量较高时偏移量减小的原因主要是, 活性炭表面出现 TPA 颗粒, 其红外特征峰接近体相 TPA.

2.2.3 X-射线衍射光谱(XRD) 图4 a-e 是不同负载量催化剂样品的 XRD 谱图, 图4f 是体相 TPA 的 XRD 谱图. 负载量较低时, 催化剂的 XRD 光谱

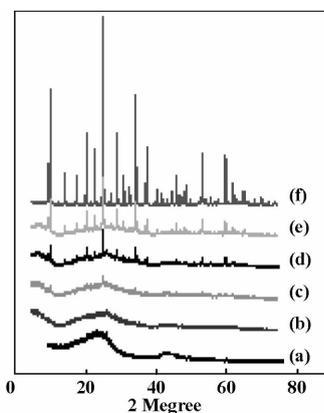


图4 不同负载量催化剂样品的 XRD 光谱

Fig.4 XRD patterns of catalysts samples with different TPA loadings

(a) C, (b) C-14.9, (c) C-25.2, (d) C-35.3, (e) C-60.0, (f) TPA

与载体相似; 随着负载量的增大, 开始出现部分 TPA 的特征峰, 且出峰强度与负载量成正比. 这表

明负载 TPA 保持了原有的 Keggin 结构, 且负载量由小到大变化时, TPA 在载体上的分散程度和吸附形式也发生变化. 在低负载量下, TPA 在载体上高度分散, 并与载体表面含氧基团缔合, 失去了部分晶相结构, 出峰不明显. 负载量增大时, TPA 在载体表面形成体相堆积, 随之出现 TPA 的体相峰.

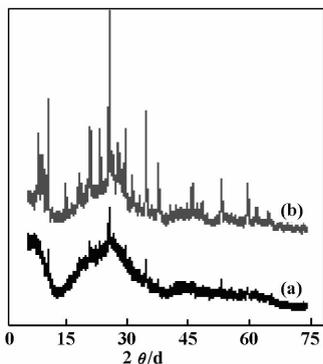


图5 负载催化剂样品与机械混合样品的 XRD 光谱

Fig. 5 XRD patterns of supported catalysts samples and mechanically mixed samples

(a) C-25.2, (b) mechanically mixed,  
m(TPA): m(C) = 25.2 : 100

图5 a 是 C-25.2 的 XRD 谱图, 图5 b 是 TPA 与活性炭按照质量比 25.2 : 100 机械混合后的 XRD 谱图. 虽然两种样品中 TPA 与活性炭的比例相同, 但后者出现了非常明显的 TPA 特征峰. 这个结果确证了在负载催化剂中, TPA 与活性炭间存在

强烈的相互作用.

2.2.4 扫描电镜(SEM) 图6 是不同负载量催化剂样品的 SEM 照片. 结果表明负载量不同时, TPA 在载体表面的吸附形态不同. 与载体(图6 a)相比, 几种负载样品均可在表面观察到 TPA 颗粒(图6b-e). 当负载量增大时, 颗粒数目增加, 粒径增大, 分布不再均匀. 当负载量增大到 60.0% 时, 载体表面出现 TPA 的大晶簇. Kozhevnikov 等人曾用透射电镜研究过二氧化硅负载的杂多酸催化剂, 观察到固载在  $\text{SiO}_2$  载体上的杂多酸的各种晶型: 单个分子、5.0 nm 分子簇和 50.0 nm 大型微晶<sup>[12]</sup>. 此处观察到的现象与 Kozhevnikov 的结论相似.

根据以上表征结果, 可以认为 TPA 在活性炭载体上的吸附过程分为 3 个阶段: 单分子吸附、多分子吸附、TPA 体相堆积. 3.1 的吸附研究表明, 负载量在 <8% 和 8% ~ 14% 之间时, TPA 分别以单分子吸附和多分子吸附的形式存在于载体上. Makoto 通过溶剂萃取实验证明了能够强烈吸附在活性炭上的杂多酸量为 7% ~ 14%<sup>[13]</sup>. 本实验中, 负载量低于 14% 的样品其各项表征均与体相 TPA 有所不同, 此时 TPA 在载体上高度分散, 与载体之间存在强烈的相互作用. 当负载量超过 14% 时, 各项表征开始出现明显的体相 TPA 的特征, 此时多分子吸附已达到饱和, TPA 在载体上的分散不再均匀, 出现了体相 TPA 的堆积.

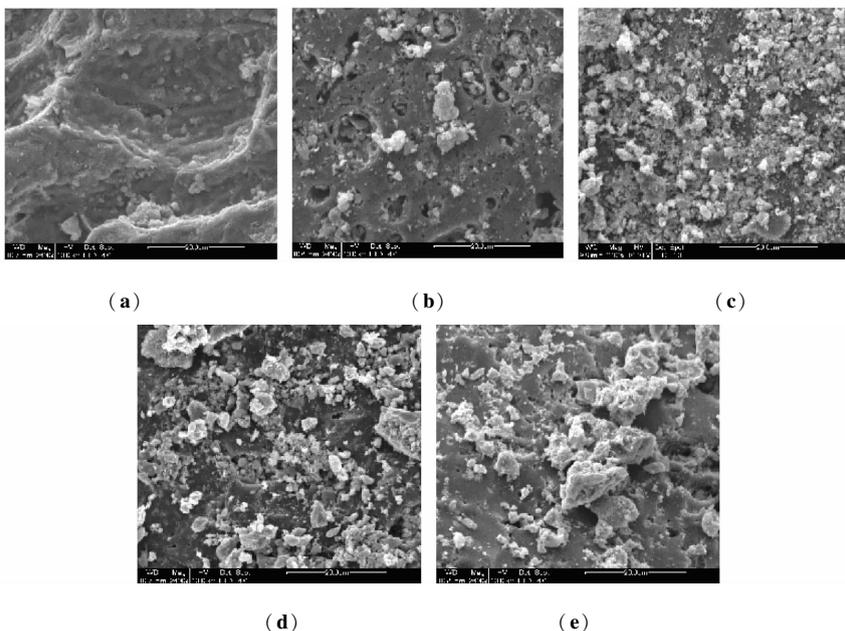


图6 不同负载量催化剂的 SEM 照片

Fig. 6 SEM pictures of catalysts samples with different TPA loadings

(a) C, (b) C-14.9, (c) C-25.2, (d) C-35.3, (e) C-60.0

### 2.3 负载催化剂对丁苷化反应的催化活性

负载杂多酸催化剂应用于液相反应时, 杂多酸的溶脱是不可避免的. 这种溶脱作用使催化过程变成非均相催化和均相催化的混合体系. 性能良好的负载催化剂应具有较高的催化活性和较少的溶脱量, 以有利于负载催化剂的重复使用. 在丁基多苷的合成反应中, 为弄清溶脱作用对催化过程的影响, 重点研究了催化剂负载量、TPA 溶脱与葡萄糖转化率之间的关系.

图 7 是使用不同负载量催化剂时, TPA 溶脱及葡萄糖转化率的变化情况, 表 3 列出了具体的数据. 由图 7 可知, 葡萄糖转化率的变化可按负载量分成三个阶段: I. 负载量在 <20% 时, 转化率随负载量的增大而增大; II. 负载量在 20~35% 时, 转

化率随负载量的增加而减少; III. 负载量在 35% 以上时, 转化率又随负载量的增大而增大.

TPA 溶脱百分率随负载量的增大而增大. 比较两条曲线可以看出, 葡萄糖转化率并非随着 TPA 溶脱量的增加而增加, 这说明游离的 TPA 量不是控制催化剂活性的主要因素.

葡萄糖转化率与 TPA 溶脱百分率的关系也可按负载量分为三个阶段: I. 负载量在 <20% 时, 转化率随 TPA 溶脱量的增大而增加; II. 负载量在 20~35% 时, 随着溶脱量的增加, 转化率反而下降; III. 负载量在 35% 以上时, 转化率又和溶脱量成正比.

为了衡量溶脱的 TPA 对反应的贡献, 建立指数 L, 定义如下:

$$L = \frac{\eta_1 \times \eta_3 \times 100}{\eta_2}$$

$\eta_1$ : glucose conversion of loaded TPA

$\eta_2$ : glucose conversion of TPA

$\eta_3$ : TPA leaching percent

L 的取值范围在 0~100 之间. 当 L=0 时, 不存在 TPA 溶脱, 即溶脱对反应的贡献为零; 当 L=100 时, TPA 全部溶脱, 溶脱对反应的贡献为 100%, 这是均相 TPA 催化时的情况. L 的值越大, 溶脱对反应的贡献也越大. 需要说明的是 L 没有单位, 它是实际转化率与理想转化率的一种比较, 并不是溶脱对反应的实际贡献率. 表 3 列出了负载量不同时各反应的 L 值. 分析发现, L 值基本上随负载量的增大而增大, 即负载量增大时, TPA 溶脱对反应的贡献也增大.

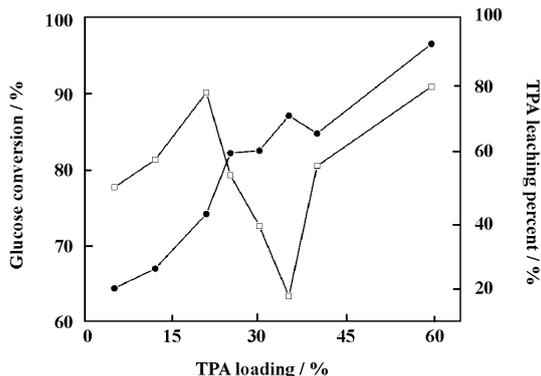


图 7 丁苷化过程中葡萄糖转化率及 TPA 溶脱百分比随负载量的变化

Fig. 7 Glucose conversion and the leaching percent of TPA as a function of the catalysts loadings during butylglycosidation (-□-) Glucose conversion, (-●-) TPA leaching percent

表 3 体相 TPA 与负载型 TPA 催化剂的催化效果比较

Table 3 Comparison of catalytic performance between bulk TPA and supported TPA catalysts

TPA loading (%)	Glucose conversion (%)	TPA leaching percent (%)	L value
5.1	77.7	20.0	16
12.2	81.3	25.8	22
21.0	90.1	41.9	40
25.2	79.3	59.9	50
30.2	72.6	60.6	46
35.3	63.4	70.9	47
40.2	80.5	65.7	56
60.0	90.9	92.2	88
Bulk TPA	94.9	100	100

通过对负载量、葡萄糖转化率、TPA 溶脱百分率三者关系的分析, 有下面的推论: I. 负载量 < 20% 时, 控制催化剂活性的主要因素是催化剂酸量. 负载于活性炭表面的杂多酸, 其酸强度与被吸附强度有关, 吸附越牢固, 酸性越弱. 当负载量较低时, 杂多酸与载体之间强烈的相互作用导致可自由移动的质子数减少, 此时不存在体相杂多酸, 其“假液相”催化功能减弱. 当负载量增加时, 这一情况得到改观, 因此催化活性随负载量的增大而增大<sup>[14]</sup>; II. 负载量为 20% ~ 35% 时, 催化剂的比表面积是控制催化活性的主要因素. 由表 1 可知, 催化剂的比表面积和总孔容随负载量的增大而迅速减少, 当负载量达到 35% 时, 总孔容降低到最低值. 过低的比表面积和孔容值不能给催化反应提供有效的接触空间, 因此负载量增大时, 催化活性反而下降; III. 负载量在 35% 以上时, 游离的杂多酸量成为控制催化活性的主要因素. 这时杂多酸在载体表面出现体相堆积, 吸附不牢固, 很容易脱附并游离到反应体系中. 当游离的杂多酸较多时, 催化反应以均相催化为主. 负载量增大时, 杂多酸溶脱的比例增加, 催化活性相应提高. 值得注意的是, 负载量为 21.0% 和 60.0% 的催化剂拥有相似的葡萄糖转化率(前者为 90.1%, 后者为 90.9%), 从后者的 L 来看, 此时已接近均相催化体系. 综合考虑, 最佳负载量应为 20% 左右. 此时既有较高的催化活性, 又有较低的杂多酸溶脱量.

另外, 对催化剂的重复性进行了初步研究, 图 8 和表 4 是负载量为 20% 的催化剂重复使用时葡萄糖转化率的变化及活性降低的百分率. 使用 1 次后, 催化剂的活性下降最明显, 使用 2~4 次后, 催化剂活性的降低速度减缓. 9 次重复使用后, 催化剂仍保持一定的活性.

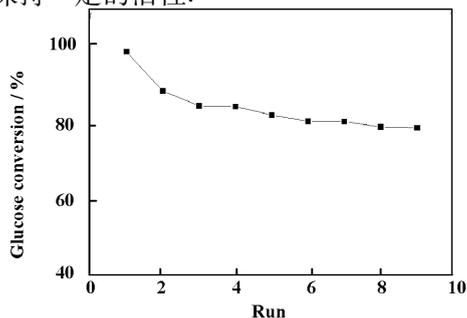


图 8 催化剂重复使用时葡萄糖转化率的变化情况

Fig. 8 Glucose conversion as a function of runs of recycling of catalysts

表 4 每次使用后葡萄糖转化率的降低百分率

Table 4 Glucose conversion and decreasing level of glucose conversion after every run of recycling

Run	Glucose conversion (%)	Decreasing level of conversion (%)
1	97.0	-
2	87.7	9.6
3	84.2	4.0
4	84.0	0.2
5	82.0	2.4
6	80.5	1.8
7	80.4	0.1
8	79.2	1.5
9	79.0	0.2

### 3 结 论

**3.1** TPA 负载到活性炭后保持了原有的 Keggin 结构, 负载量由小到大变化时, TPA 在载体上的吸附形态也发生变化. 负载量在 0~8% 和 8%~14% 之间时, TPA 分别以单分子吸附和多分子吸附的形式存在, 当负载量超过 14% 时, 吸附达饱和, 载体表面出现体相 TPA 堆积.

**3.2** 活性炭负载的 TPA 催化剂在丁基多苷合成反应中表现出了较高的催化活性(转化率达 90.1%). 在反应过程中, TPA 溶脱量与转化率之间没有直接联系, 负载量在 0~25% 范围时, 反应以非均相催化为主. 最佳负载量为 20%, 此时既有较高的催化活性, 又有较低的杂多酸溶脱量. 催化剂重复使用 8 次后, 转化率仍在 79% 以上, 每次使用后转化率的降低幅度不超过 9.6%. 本研究表明, 将该催化剂应用到烷基多苷的合成中是可行的, 今后的研究方向是丁基多苷合成工艺的优化以及通过丁基多苷制备绿色表面活性剂——长链烷基多苷 (APG).

#### 参考文献:

- [1] Li Gui-sian, Wang Bo, Wang Jian-ming, *et al.* *J. Mol. Catal. (China)* [J], 2005, **19**(2): 90~93
- [2] Zhang Wei-hua(张卫华), Xu Yang-zi(徐扬宇), Zhou Li-qun(周立群), *et al.* *J. Mol. Catal. (China)* (分子催化) [J], 2003, **17**(4): 306~309
- [3] Zhang Zhao-liang(张昭良), Ma Jun(马 骏), Zhu Li-

- li(朱丽荔), *et al. J. Mol. Catal. (China)* (分子催化) [J], 2000, **14**(4): 281 ~ 284
- [4] Zhang Long(张 龙), Zhang Ji-yan(张继炎), Teng Lihua(滕丽华), *et al. J. Mol. Catal. (China)* (分子催化) [J], 2003, **17**(1): 56 ~ 60
- [5] Liu-Cai F X, Sahut B, Faydi E, *et al. Appl. Catal. A: General* [J], 1999, **185**: 75 ~ 83
- [6] Sepúlveda J H, Yori J C, Vera C R. *Appl. Catal. A: General* [J], 2005, **288**: 18 ~ 24
- [7] Makoto Misono. *Chem. Commun.* [J], 2001, 1 141 ~ 1 152
- [8] Yang Shui-bin(杨水彬), Zou Gui-mei(邹桂梅), Fu He-qing(傅和青). *Chem. Indus. Engineer.* (化学工业与工程) [J], 2005, **22**(7): 296 ~ 299
- [9] College of Dalian Light Industry (大连轻工学院等合编). Beijing(北京): *Press of Chinese Light Industry* (中国轻工业出版社) [M], 1994. 161
- [10] Wu Yue(吴 越), Ye Xing-kai(叶兴凯), Yang Xiang-guang(杨向光), *et al. J. Mol. Catal. (China)* (分子催化) [J], 1996, **10**(4): 299 ~ 319
- [11] Zhang Yan-hong(张艳红), Zhong Shun-he(钟顺和), *J. Mol. Catal. (China)* (分子催化) [J], 2005, **19**(4): 246 ~ 250
- [12] Kozhevnikov I V. *Catal. Rev. Sci. Eng.* [J], 1995, **37**: 311 ~ 352
- [13] Makoto Misono. *Chem. Commun.* [J], 2001, 1 141 ~ 1 152
- [14] Bachiller-Baeza B, Anderson J A. *J. Catal.* [J], 2004, **228**: 225 ~ 233

## Characterization and Catalytic Performance of Tungstophosphoric Acid Catalysts Supported on Activated Carbon

LIU Xiao-di, LIU Shi-rong

(Southern Yangtze University, School of Chemical and Material Engineering, Wuxi 214122, China)

**Abstract:** The characterization of tungstophosphoric acid(TPA) catalysts supported on activated carbon and catalytic performance in synthesis of butylglycosides were studied. The supported catalysts were prepared by impregnation technique and characterized by FT-IR, XRD and SEM. The characterization results show that the Keggin structure of TPA remains unaltered after being supported on activated carbon. The adsorption process of TPA on activated carbon could be divided into three stages, which are monomolecular adsorption, multimolecular adsorption and packing of crystalline phase. There are complex relationship with the leaching amount of TPA, the TPA loading amount and the glucose conversion during the butylglycosidation. With the increase of TPA loading amounts the leaching amount of TPA increased, while there's no direct relation between the loading amount and the glucose conversion. When TPA loading amount increases from 5% to 60% the key factor controlling the catalytic activity changes is acidity, specific surface area of the catalysts and amount of the leached TPA respectively. The optimal TPA loading amount on the activated carbon is 20%.

**Key words:** Activated carbon; Tungstophosphoric acid(TPA); Supported catalysts; Characterization; Butylglycosides