



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108358872 A

(43)申请公布日 2018.08.03

(21)申请号 201810233053.6

(22)申请日 2018.03.21

(71)申请人 天津市职业大学

地址 300410 天津市北辰区洛河道2号

(72)发明人 田晶 王韬 张青

(51)Int.Cl.

C07D 301/03(2006.01)

C07D 303/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法

(57)摘要

本发明公开一种室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法,其中包括,在室温条件下,将钨酸铵按一定比例与四氢呋喃混合后,逐滴加入柠檬烯与四氢呋喃混合液。搅拌,待滴加结束后,蒸馏,制得1,2-环氧柠檬烯。该方法操作简便,目标产物收率高,为后续的化学合成及聚合反应实验提供了高纯度的试剂。

1. 一种室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法,其特征在于:在20-40℃条件下,将钨酸铵按一定比例与四氢呋喃混合后,逐滴加入到柠檬烯与四氢呋喃的混合液中,搅拌,待滴加结束后,蒸馏,即可得目标产物——1,2-环氧柠檬烯。

2. 根据权利要求1所述室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法,其特征在于:所述钨酸铵在四氢呋喃中的浓度为0.01-0.1g/ml。

3. 根据权利要求1所述室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法,其特征在于:所述柠檬烯与四氢呋喃的体积比为1:10-1:25。

4. 根据权利要求1所述室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法,其特征在于:控制钨酸铵与四氢呋喃混合溶液的滴加时间为2-6小时。

一种室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法,特别是以四氢呋喃为溶剂,以钨酸铵为主催化剂,在20-40℃条件下,合成1,2-柠檬烯环氧化物的方法,属于化合物制备领域。

背景技术

[0002] 柠檬烯是天然精油中除蒎烯外最重要和分布最广泛的单萜烯,它存在于300种以上的精油中,其中在柠檬油、甜橙油、香柠檬油、葛缕子油以及茴茴油等中含量高达90%以上,柠檬烯能大量地从柑桔果皮、果肉的水蒸气蒸馏中得到,而这些果皮、果肉均是生产果汁和冷榨油之后所余下未被利用的废渣。

[0003] 柠檬烯经深加工可以合成许多化合物,特别是柠檬烯可选择性环氧化合成1,2-环氧柠檬烯,而此环氧化物为有机合成中用途极广的中间体之一,可与多种亲核试剂进行开环反应获得一系列化合物。

[0004] 目前,在柠檬烯环氧化合成1,2-环氧柠檬烯(结构如下式中化合物a所示)这一过程中,多采用环氧化试剂进行催化,但反应过程中通常会生成副产物8,9-环氧柠檬烯以及双氧化环氧柠檬烯。

[0005] 近年来,在诸多环氧化试剂中,间氯过氧化苯甲酸因其对1,2-环氧柠檬烯催化选择性较好而被广泛使用,但在该催化过程中,反应通常会释放大量反应热,从而致使1,2-环氧柠檬烯收率下降,因此,该反应必须在0℃以下进行,这也使得探寻一种更简便的1,2-环氧柠檬烯合成方法成为了亟需解决的难题。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种室温下利用钨酸铵合成柠檬烯氧化物的方法,本发明的目的是通过以下技术方案实现的,步骤如下:在20-40℃室温条件下,将钨酸铵按一定比例与四氢呋喃混合后,逐滴加入至柠檬烯与四氢呋喃混合液,搅拌,待滴加结束后,无需进一步处理,蒸馏,即可得目标产物——1,2-环氧柠檬烯。

[0007] 所述钨酸铵在四氢呋喃溶液中的浓度为0.01-0.1g/ml,所述柠檬烯与四氢呋喃混合液的体积比为1:10-1:25。

[0008] 本发明的优点和积极效果是:

[0009] 1、在室温(20-40℃)条件下,通过调节溶剂四氢呋喃加入量,利用钨酸铵催化合成1,2-环氧柠檬烯,大大降低合成成本。

[0010] 2、本发明简化了后处理过程,直接选择蒸馏方式制备1,2-环氧柠檬烯,缩短了合成时间。

具体实施方式

[0011] 下面结合实施例,对本发明进一步说明,下述实施例是说明性的,不是限定性的,

不能以下述实施例来限定本发明的保护范围。

[0012] 实施例1

[0013] 在20-25℃条件下,称取2g钨酸铵(纯度为75%)溶于60ml四氢呋喃中,搅拌;待完全溶解后,逐滴加入到80ml柠檬烯的四氢呋喃溶液(其加入量体积之比为柠檬烯:四氢呋喃为1:20),控制滴加速度于3小时内滴加完毕,搅拌;待滴加结束后,无需进一步处理,蒸馏,即可得1,2-环氧柠檬烯,其产率约为96%。

[0014] 实施例2

[0015] 在25-30℃条件下,称取2g钨酸铵(纯度为75%)溶于30ml四氢呋喃中,搅拌;待完全溶解后,逐滴加入到80ml柠檬烯的四氢呋喃溶液(其加入量体积之比为柠檬烯:四氢呋喃为1:20),控制滴加速度于5小时内滴加完毕;搅拌,待滴加结束后,无需进一步处理,蒸馏,即可得1,2-环氧柠檬烯,其产率约为92%。

[0016] 实施例3

[0017] 在30-35℃条件下,称取5g钨酸铵(纯度为75%)溶于60ml四氢呋喃中,搅拌;待完全溶解后,逐滴加入到80ml柠檬烯的四氢呋喃溶液(其加入量体积之比为柠檬烯:四氢呋喃为1:20),控制滴加速度于2小时内滴加完毕;搅拌,待滴加结束后,无需进一步处理,蒸馏,即可得1,2-环氧柠檬烯,其产率约为89%。

[0018] 实施例4

[0019] 在35-40℃条件下,称取2g钨酸铵(纯度为75%)溶于60ml四氢呋喃中,搅拌;待完全溶解后,逐滴加入到80ml柠檬烯的四氢呋喃溶液(其加入量体积之比为柠檬烯:四氢呋喃为1:10),控制滴加速度于6小时内滴加完毕;搅拌,待滴加结束后,无需进一步处理,蒸馏,即可得1,2-环氧柠檬烯,其产率约为95%。