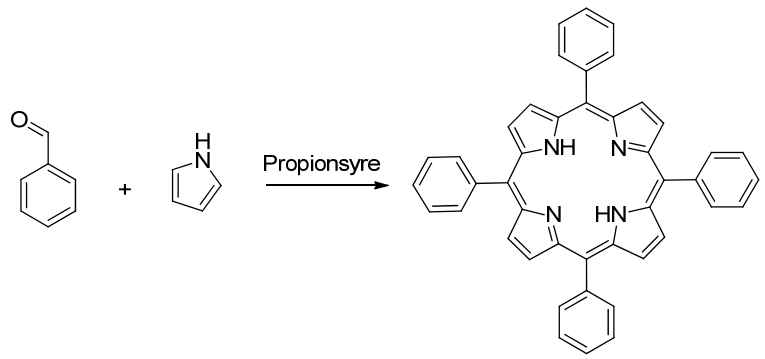
Syntese af meso-tetraphenylporphyrin



Kemikalier:

Pyrrol (2.8 ml), benzaldehyd (4 ml), propionsyre (150 ml), methanol (50 ml).

Udstyr:

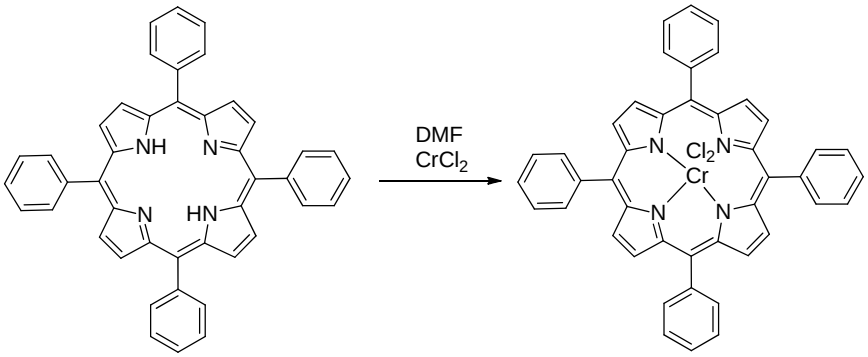
Rundbundet kolbe (500 ml), magnet, svaler, varmekappe, magnetomrør, Büchnertragt, rundfilter, sugekolbe, urglas.

Fremgangsmåde:

Frisk distilleret pyrrol (2.8 ml, 0.04 mol) og benzaldehyd (4 ml, 0.04 mol) blandes sammen i en rundbundet kolbe (500 ml) og propionsyre tilsættes (150 ml). Reaktionsblandingen koges med tilbagesvaling i 30 minutter. Reaktionsblandingen nedkøles til stuetemperatur og filtreres. Filterkagen vaskes grundigt med metanol. Efter vask med varmt vand (50 ml), lufttørres de røde krystaller natten over i stinkskabet.

Analyser stoffet v.hj.a. ^{1}H-NMR (solvent formentlig $CDCl_3$), smeltepunktbestemmelse og TLC analyse (eluent formentlig 1:1 heptan:ethylacetat).

Syntese af Krom-*meso*-tetraphenylporphyrin chlorid



Kemikalier:

Tetraphenylporphyrin, $CrCl_2$, DMF.

Udstyr:

Rundbundet kolbe, magnet, svaler, varmekappe, magnetomrør, Büchnertragt, rundfilter, sugekolbe.

Fremgangsmåde:

Til tilbagesvalende (ca. 150 °C) DMF (100 ml) i en 250 ml rundbundet blev tilsat TPP (1 gram). Når dette er gået i opløsning tilsættes $CrCl_2$ (0.2 g) og reaktionen får lov at forløbe til ende (ca. 20 minutter, vurderes ved hjælp af TLC analyse). Her kan eventuelt tilsættes en til portion $CrCl_2$. Reaktionsblandingen nedkøles til stuetemperatur og køles herefter på et isbad. Isvand (100 ml) tilsættes og produktet filtrers fra på en Büchnertragt. Filterkagen vaskes grundigt med kold vand og produktet lufttørres natten over i stinkskabet. Produktet kan renses yderligere ved at opløse stoffet i $CHCl_3$ og filtrer opløsningen gennem en kort søjle med Al_2O_3. Inddamp opløsningsmidlet på rotationsfordamper og lad stoffet lufttørre. Stoffet kan formentlig krystalliseres fra en lille mængde $CHCl_3$.

Analyser stoffet v.hj.a. UV/Vis (benzen), smeltepunktbestemmelse, elementaranalyse og TLC analyse.