

ÖZET**1,4-Naftakinon Sentezinde Yüksek Etkinliğe Sahip Sürdürülebilir Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizör**

5 Buluş, Materyal bilimi, Nanoteknoloji, Tıp alanında Değerli Kimyasalların üretiminde kullanılmak üzere geliştirilen Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizör hazırlanması ve uygulaması ile ilgilidir. Buluş, sürdürülebilir Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizör hazırlanması ve özellikle 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle elde edilmesi için en uygun şartların belirlenmesi ile ilgilidir

İSTEMLER

1. 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle sentezlenmesinde kullanılacak Çinko Ftalosiyanın Bazlı mezogözenekli Fotokatalizörün (Pc1@MCM-41) elde edilmesi için bir yöntem **olup, özelliği;**
 - i. MCM-41 aşağıda işlemler ile elde edilmesini,
 - a. Ultra saf su içerisinde Setiltrimetilamonyum bromür (CTAB) ilave edilerek karıştırılması,
 - b. Çözeltiye NaOH eklenerek sıcaklığın 80° C yükseltilmesi ve ardından TEOS eklenerek karıştırılması,
 - c. Çözeltinin oda sıcaklığına soğutulularak süzülmesi,
 - d. Elde edilen katının su ile yıkanması, kurutulması ve yakılmasıyla MCM-41 elde edilmesi,
 - ii. Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyanın (Pc1) aşağıdaki işlemler ile elde edilmesi
 - a. 4-nitroftalonitril ve 4-merkaptopiridin bir kaba alınması ve N,N-dimetilformamit (DMF) ilave edilerek karıştırılması,
 - b. Karışıma Potasyum karbonat eklenmesi sıcaklığın 50 ° C yükseltilerek karıştırılması,
 - c. Ardından karışımın 0-5 °C sıcaklıkta buzlu su içerisine eklenmesiyle oluşan çökeltinin buzun erimesinden sonra süzülmesi,
 - d. Elde edilen katının su ile karıştırılarak tekrar süzülmesi, ardından su ve etanol ile yıkanarak kurutulmasıyla ftalonitril türevi elde edilmesi,
 - e. Elde edilen ftalonitril türevi ve çinko asetat $[Zn(CH_3CO_2)_2]$ bir kaba alınması ve dimetilaminoetanol (DMAE) ilave edilerek 140 °C sıcaklıkta karıştırılması,
 - f. Karışımın oda sıcaklığına soğutulması ardından metanol/su karışımı ilave edilmesiyle çökelti oluşması,
 - g. Oluşan çökeltinin filtre edilerek metanol ve aseton ile yıkanması ve ardından kurutulmasıyla Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyanın elde edilmesi
 - iii. MCM-41 gözeneklerinde yerleşmiş çözücü molekülleri uzaklaştırmak için argon atmosferi altında vakumda bekletilmesi,

- iv. kuru DMF içerisinde çözündürmüş Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin (Pc1) çözeltisinin hazırlanması ve hazırlanan çözeltinin damla damla MCM-41 üzerine ilave edilmesi,
- v. Karışımın argon atmosferi altında karıştırılması ve ardından süzülerek katının elde edilmesi,
- vi. Elde edilen katının sırasıyla DMF ve etanol ile yıkanması ve ardından kurutulmasıyla Pc1@MCM-41 elde edilmesi
- İşlem adımlarını içermesidir.
2. İstem 1'e uygun bir yöntem **olup, özelliği**; i) işlem son adımında kurutulan katının Kül fırınında 550 °C'de 6 saat süresince yakılmasını içermesidir.
3. İstem 1'e uygun bir yöntem **olup, özelliği**; iii) işlem adımında MCM-41'in argon atmosferi altında 10-30 mbar vakumda 100-110 °C' °C de 2-3 saat süresince bekletilmesidir.
4. İstem 1'e uygun bir yöntem **olup, özelliği**; kurutma işleminin etüvde gerçekleştirilmesidir
5. İstem 1'e uygun bir yöntem **olup, özelliği**; iv) işlem adımında kuru DMF içerisinde Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin (Pc1) çözündürülmesiyle hazırlanan çözeltinin damla damla MCM-41 üzerine 1 saat süresince ilave edilmesini içermesidir.
6. İstem 1'e uygun bir yöntem **olup, özelliği**; v) işlem adımında Karışımın argon atmosferi altında oda sıcaklığında 6-8 saat süresince karıştırılmasıdır.
7. İstem 1'e uygun bir yöntem **olup, özelliği**; vi) işlem adımında yıkanan ürünün 80 °C sıcaklıkta kurutulmasını içermesidir.
8. Yukarıdaki istemlerden herhangi birine göre elde edilen Çinko Ftalosiyenin Bazlı mezogözenekli Fotokatalizörün, Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin ile modifiye edilmiş MCM-41 olmasıdır.
9. İstem 8'e uygun bir Fotokatalizör **olup, özelliği**; 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle sentezlenmesinde kullanılmasıdır.

TARİFNAME

1,4-Naftakinon Sentezinde Yüksek Etkinliğe Sahip Sürdürülebilir Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizör

Teknik Alan

- 5 Buluş, Materyal bilimi, Nanoteknoloji, Tıp alanında Değerli Kimyasalların üretiminde kullanılmak üzere geliştirilen Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizör (Pc1@MCM-41) hazırlanması ve bunun 1,4-Naftakinon bileşiğinin hızlı, verimli ve ekonomik şekilde elde edilmesi ile ilgilidir.

- 10 Buluş özellikle 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle elde edilmesi için geliştirilmiş geri kazanılarak tekrar kullanılabilir, sürdürülebilir özellikte Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizör ile ilgilidir

Tekniğin Bilinen Durumu

- 15 Organik bileşiklerin en önemli sınıflarından birini oluşturan kinon bileşikler boyacılıkta yaygın olarak kullanılmaktadır. Renkli olan kinonlar boyacılıkta ara bileşen olarak da kullanılmaktadır. Özellikle naftakinonlar boyacılıkta kullanılan kinonların büyük bir kısmını oluşturmaktadır. Buna ilaveten kinon bileşiklerinin herbisit, fungusit, insektisit gibi özellikleri de bilinmektedir.
- 20 1,4-naftakinon türevleri ticari olarak önemi olan antibakteriyel ve antifungal aktiviteleri bilinen organik bileşiklerdir. Ayrıca, K vitamini gibi kanın pıhtılaşmasını sağlayan etkin vitamin aktivitesine sahip oldukları bilinmektedir. K3 vitamini 1,4-naftakinon türevidir. 1,4-naftakinon kısmı, anti mikrobiyal, antiinflamantuar ve antikanser gibi belirgin biyolojik aktiviteleri içeren molekülün ana iskeletinde bulunmaktadır. Belirtilen sebeplerden dolayı
- 25 naftakinonlar canlıların yaşamında farklı etkilere sahiptir. Bu amaçla teknikte naftakinonların elde edilmesine yönelik farklı sentez yöntemleri geliştirilmektedir. Ticari değere sahip naftakinonların sentezinde genellikle yükseltgenme yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntemin yanı sıra elektrofilik ve siklo katılma reaksiyonları da kullanılmaktadır. En çok bilinen sentez yöntemlerinin başında 1-naftol bileşiğinin 1,4-naftakinona yükseltgenmesidir. Bu
- 30 yükseltgenme yöntemi; başlangıç bileşiklerine kolay ulaşılabilmesi ve CrO₃-asetik asit, H₂O₂-asetik asit gibi yükseltgenler varlığında gerçekleşmesine rağmen düşük verimle

sonuçlanması nedeniyle dezavantajlıdır. Bu nedenle naftakinon türevlerinin kolay ve yüksek verimle sentezi günümüzde araştırma alanlarından biridir.

Mezogözenekli fotokatalizör (mesoporous photocatalyst), poroziteyi (gözenek büyüklüğünü) 2 ile 50 nanometre arasında değişen, ışık enerjisini kullanarak kimyasal reaksiyonları hızlandırabilen bir malzemedir. "Mezogözenekli" terimi, porozitelerin mikroskobik boyutta olduğunu ama nanometre boyutundaki pörslerden daha büyük olduğunu ifade eder. Bu tür materyaller, genellikle fotokatalitik reaksiyonları iyileştirmek için kullanılmaktadır. Fotokataliz, bir fotokatalizör (çoğunlukla titanyum dioksit gibi bir malzeme) tarafından ışık enerjisinin kullanılarak kimyasal reaksiyonların hızlandırılması sürecidir. Bu süreç, suyun hidrojen ve oksijene ayrılması, organik kirleticilerin oksitlenmesi ya da havadaki toksik gazların temizlenmesi gibi uygulamalarda kullanılabilmektedir.

Mevcut teknikte Titanyum Dioksit (TiO_2) en yaygın kullanılan fotokatalizördür. TiO_2 , 1,4-naftokinon sentezi gibi oksidasyon süreçlerinde kullanılabilmektedir. Bu malzeme, oksijenin radikal formasyonunu teşvik ederek organik bileşiklerin oksitlenmesini sağlamaktadır. TiO_2 , sadece UV ışığının etkisiyle etkinlik göstermektedir. Güneş ışığı veya görünür ışık altında TiO_2 'nin etkinliği sınırlı olup, bu durum, fotokataliz işleminin verimliliğini azaltabilmektedir. Ayrıca fotokatalitik süreçlerde, TiO_2 'nin reaksiyona girmesiyle bazı istenmeyen yan ürünler veya ara ürünler oluşabilmekte ve bu yan ürünler, reaksiyonun saflığını ve verimliliğini etkileyebilmektedir. TiO_2 'nin nanometre boyutlarındaki partikülleri, çevre ve insan sağlığı için potansiyel riskler taşıyabilmektedir. Özellikle TiO_2 'nin toz formu veya nano şekli, solunması durumunda toksik olabilmektedir.

Literatürde yapılan araştırmada tekniğin bilinen durumuna bir örnek olarak EP2100927B1 numaralı başvuru gösterilebilir. Bahsi geçen başvuru Karbon içerikli titanyum dioksit fotokatalizör ve bunun üretilmesi için işlem ile ilgilidir. Burada Titanyum dioksit bazlı, $\lambda > 400$ nm aralığında ışık Emilimi gösteren, BET'e göre 100 ila 250 m^2/g spesifik yüzey alanına sahip titanyum dioksit partikülleri içeren ve ağırlıkça %0,05 ila 4 aralığında karbon içeriğine sahip, karbon içeriğinin sadece titanyum dioksit partiküllerinin bir yüzey tabakasında bulunduğu TiO_2 'ye atıfta bulunulan karbon içeren fotokatalizör açıklanmaktadır. Ancak söz konusu başvuruda mezogözenekli silika nanomalzeme fotokatalizörü ve bunun 1,4-naftokinon sentezinde kullanımından bahsedilmemektedir.

Sonuç olarak yukarıda anlatılan olumsuzluklardan dolayı ve mevcut çözümlerin konu hakkındaki yetersizliği nedeniyle ilgili teknik alanda bir geliştirme yapılması gerekli kılınmıştır.

5 Buluşun Amacı

Mevcut buluş, yukarıda bahsedilen gereksinimleri karşılayan, tüm dezavantajları ortadan kaldıran ve ilave bazı avantajlar getiren, Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizörün (Pc1@MCM-41) hazırlanması ve 1-4-Naftakinon bileşiğinin elde edilmesindeki etkinliği ile ilgilidir.

Buluş, mevcut durumlardan esinlenerek oluşturulup yukarıda belirtilen olumsuzlukları çözmeyi amaçlamaktadır.

Buluşun ana amacı 1,4-Naftakinon sentezinin yüksek verimle gerçekleşmesini sağlamak üzere Çinko Ftalosiyanın Bazlı Mezogözenekli Fotokatalizör elde etmektir.

Buluşun bir amacı, geri kazanılarak sürdürülebilir fotokatalizör sağlamaktır.

Buluş ışık altında 1,4-naftakinon çevreye duyarlı bir şekilde yüksek bir verimle sentezlenmesi için fiziksel karıştırma ile hazırlanan ftalosiyanın ile fiziksel tutturulmuş mezogözenekli silika nanomalzeme fotokatalizörü (Pc1@MCM-41) sunmaktadır.

Buluşla geri kazanılarak tekrar kullanılabilir ve bu sayede sürdürülebilir Pc1@MCM-41 fotokatalizörü elde edilmektedir.

Yukarıda anlatılan amaçların yerine getirilmesi için buluş, 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle sentezlenmesinde kullanılacak Çinko Ftalosiyanın Bazlı mezogözenekli Fotokatalizörün (Pc1@MCM-41) elde edilmesi için bir yöntem olup,

i. MCM-41 aşağıda işlemler ile elde edilmesini,

a. Ultra saf su içerisinde Setiltrimetilamonyum bromür (CTAB) ilave edilerek karıştırılması,

b. Çözeltiye NaOH eklenerek sıcaklığın 80° C yükseltilmesi ve ardından TEOS eklenerek karıştırılması,

c. Çözeltinin oda sıcaklığına soğutulularak süzülmesi,

- d. Elde edilen katının su ile yıkanması, kurutulması ve yakılmasıyla MCM-41 elde edilmesi,
- 5 ii. Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin (Pc1) aşağıdaki işlemler ile elde edilmesi
- a) 4-nitroftalonitril ve 4-merkaptopiridin bir kaba alınması ve N,N-dimetilformamit (DMF) ilave edilerek karıştırılması,
- b) Karışıma Potasyum karbonat eklenmesi sıcaklığın 50 ° C yükseltilerek karıştırılması,
- 10 c) Ardından karışımın 0-5 °C sıcaklıkta buzlu su içerisine eklenmesiyle oluşan çökeltinin süzülmesi,
- d) Elde edilen katının su ile karıştırılarak tekrar süzülmesi, ardından su ve etanol ile yıkanarak kurutulmasıyla ftalonitril türevi elde edilmesi,
- e) Elde edilen ftalonitril türevi ve çinko asetat $[Zn(CH_3CO_2)_2]$ bir kaba alınması ve dimetilaminoetanol (DMAE) ilave edilerek 140 °C sıcaklıkta karıştırılması,
- 15 f) Karışımın oda sıcaklığına soğutulması ardından metanol/su karışımı ilave edilmesiyle çökelti oluşması,
- g) Oluşan çökeltinin filtre edilerek metanol ve aseton ile yıkanması ve ardından kurutulmasıyla Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin elde edilmesi
- 20 iii. MCM-41 gözeneklerinde yerleşmiş çözücü molekülleri uzaklaştırmak için argon atmosferi altında vakumda bekletilmesi,
- iv. kuru DMF içerisinde çözündürmüş Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin (Pc1) çözeltisinin hazırlanması ve hazırlanan çözeltinin damla damla MCM-41 üzerine ilave edilmesi,
- 25 v. Karışımın argon atmosferi altında karıştırılması ve ardında süzülerek katının elde edilmesi,
- 30 vi. Elde edilen katının sırasıyla DMF ve etanol ile yıkanması ve ardından kurutulmasıyla Pc1@MCM-41 elde edilmesi

İşlem adımlarını ihtiva etmektedir.

Buluşun yapısal ve karakteristik özellikleri ve tüm avantajları aşağıda verilen detaylı açıklama sayesinde daha net olarak anlaşılacaktır ve bu nedenle değerlendirmenin de bu detaylı açıklama göz önüne alınarak yapılması gerekmektedir.

5

Buluşun Detaylı Açıklaması

Bu detaylı açıklamada buluş konusu sadece konunun daha iyi anlaşılmasına yönelik olarak ve hiçbir sınırlayıcı etki oluşturmayacak şekilde açıklanmaktadır.

10

Buluş 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle sentezlenmesinde kullanılacak Çinko Ftalosiyanın Bazlı mezogözenekli Fotokatalizörün (Pc1@MCM-41) elde edilmesi için bir yöntem ile ilgilidir. Buluş konusu yöntem aşağıdaki işlem adımlarını içermektedir;

15

- i. MCM-41 aşağıda işlemler ile elde edilmesini,
 - a. Ultra saf su içerisinde Setiltrimetilamonyum bromür (CTAB) ilave edilerek karıştırılması,
 - b. Çözeltiye NaOH eklenerek sıcaklığın 80° C yükseltilmesi ve ardından TEOS eklenerek karıştırılması,
 - c. Çözeltinin oda sıcaklığına (20°C ile 25°C) soğutularak süzülmesi,
 - d. Elde edilen katının su ile yıkanması, kurutulması ve yakılmasıyla MCM-41 elde edilmesi,

20

25

- ii. Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyanın (Pc1) aşağıdaki işlemler ile elde edilmesi

30

35

- a. 4-nitroftalonitril ve 4-merkaptopiridin bir kaba alınması ve N,N-dimetilformamit (DMF) ilave edilerek karıştırılması,
- b. Karışıma Potasyum karbonat eklenmesi sıcaklığın 50 ° C yükseltilerek karıştırılması,
- c. Ardından karışımın 0-5 °C sıcaklıkta buzlu su içerisinde eklenmesiyle oluşan çökeltinin buzun erimesinden sonra süzülmesi,
- d. Elde edilen katının su ile karıştırılarak tekrar süzülmesi, ardından su ve etanol ile yıkanarak kurutulmasıyla ftalonitril türevi elde edilmesi,
- e. Elde edilen ftalonitril türevi ve çinko asetat $[Zn(CH_3CO_2)_2]$ bir kaba alınması ve dimetilaminoetanol (DMAE) ilave edilerek 140 °C sıcaklıkta karıştırılması,

f. Karışımın oda sıcaklığına soğutulması ardından metanol/su karışımı ilave edilmesiyle çökelti oluşması,

g. Oluşan çökeltinin filtre edilerek metanol ve aseton ile yıkanması ve ardından kurutulmasıyla Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin elde edilmesi

5

iii. MCM-41 gözeneklerinde yerleşmiş çözücü molekülleri uzaklaştırmak için argon atmosferi altında vakumda bekletilmesi,

iv. kuru DMF içerisinde çözündürülmüş Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin (Pc1) çözeltisinin hazırlanması ve hazırlanan çözeltinin damla damla MCM-41 üzerine ilave edilmesi,

10

v. Karışımın argon atmosferi altında karıştırılması ve ardında süzülerek katının elde edilmesi,

15

vi. Elde edilen katının sırasıyla DMF ve etanol ile yıkanması ve ardından kurutulmasıyla Pc1@MCM-41 elde edilmesi

Buluş konusu yöntem; i) işlem son adımında (d adımı) kurutulan katı tercihen Kül fırınında 550 °C'de 6 saat süresince yakılmasını içermektedir.

20

Buluş konusu yöntem; iii) işlem adımında MCM-41'in argon atmosferi altında 10-30 mbar vakumda tercihen 100-110 °C de 2-3 saat süresince bekletilmesini içermektedir.

Buluş konusu yöntem;iv) işlem adımında kuru DMF içerisinde Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin (Pc1) çözündürülmesiyle hazırlanan çözeltinin damla damla MCM-41 üzerine tercihen 1 saat süresince ilave edilmesini içermektedir

25

Buluş konusu yöntem; v) işlem adımında Karışımın argon atmosferi altında tercihen oda sıcaklığında 6-8 saat süresince karıştırılmasını içermektedir.

Buluş konusu yöntemde kurutma işlemleri tercihen etüvde gerçekleştirilmektedir.

Buluş konusu yöntem; vi) işlem adımında yıkanan ürünün tercihen etüvde 80 °C sıcaklıkta kurutulmasını içermektedir

30

Bahsedilen oda sıcaklığı 20°C ile 25°C arasındadır.

Buluş konusu yöntemle 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle sentezlenmesinde kullanılmak üzere Çinko Ftalosiyanın Bazlı mezogözenekli Fotokatalizörü elde edilmektedir.

5 Buluş Çinko Ftalosiyanın Bazlı mezogözenekli Fotokatalizör ile ilgili olup, bahsedilen fotokatalizör Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyanın ile katkılanırılmış MCM-41'dir.

Buluş konusu Fotokatalizör; tercihen ağırlıkça %96-97 MCM-41, % 3-4 Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyanın (Pc1) içermektedir.

10 Buluş konusu Fotokatalizör; tercihen ağırlıkça %96.14 MCM-41, % 3.86 Tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyanın (Pc1) içermektedir.

Buluş konusu Fotokatalizör 1,4-naftakinon bileşiğinin, ışık ve hava altında, başlangıç bileşiği ve reaktifler olmadan, sadece çözücüler varlığında yüksek verimle sentezlenmesinde kullanılmaktadır.

Buluş için yapılan deneysel bir çalışma aşağıda açıklanmaktadır.

15 İlk adımda MCM-41 aşağıdaki şekilde hazırlandı;

720 mL ultra saf su bulunan çift boyunlu balona 1.5 g CTAB ilave edildi ve 40 °C'de çözelti berrak oluncaya kadar karıştırıldı. Çözelti berraklaştıktan sonra üzerine 5.25 mL 2M NaOH eklendi ve sıcaklık 80 °C ye çıkarıldı ve damlatma haznesiyle, 7.5 mL TEOS eklendi. Damlatma bittikten sonra 3 saat karışmaya bırakıldı. 3 saat sonunda sıcaklık kapatıldı ve soğumaya bırakıldı. Oda sıcaklığına gelen karışım süzöldü ve elde edilen beyaz katı saf su ile yıkandı. Elde edilen katı bir gece etüvde kurutuldu. Kül fırınında 550 °C'de 6 saat yakılarak 1.5 g MCM-41 elde edildi.

2. adım: tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyanın (Pc1) aşağıdaki şekilde hazırlandı

25 Çift boyunlu balona 4-nitroftalonitril (10 g; 58 mmol) ve 4-merkaptopiridin (7.75 g; 70 mmol) katıldı. Üzerine 50 mL N,N-dimetilformamit (DMF) ilave edildi. Karışım inert atmosfer altında oda sıcaklığında 10 dak karıştırıldı. Potasyum karbonat (K_2CO_3) (10.57 g; 76.5 mmol) karışıma ilave edilerek reaksiyon sıcaklığı 50 °C 'ye çıkarıldı. Bu sıcaklıkta 5 s karıştırıldıktan sonra reaksiyon karışımı 600 mL buzlu su içerisine döküldü. Oluşan çökelti 30 süzöldü. Elde edilen katı tekrar su ile 70 °C de 4 s karıştırıldı. Son olarak katı süzöldü, sıcak su ile ve etanol ile yıkandıktan sonra vakumda kurutuldu. 7.45 g (%54) ftalonitril türevi elde edildi.

Elde edilen ftalonitril türevi (1 g; 4.21 mmol) ve $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2$ (0.7 g; 3.79 mmol) Schlenk tüpüne katıldı ve 4 mL dimetilaminoetanol (DMAE) ilave edildi. Reaksiyon karışımı inert atmosfer altında 140 °C de 15 s karıştırıldı. Süre sonunda ısıtma kapatılarak reaksiyonun oda sıcaklığına gelmesi beklendi ve 50 mL metanol/su (9:1) karışımı ilave edildi. Çökelti 5 filtre edilerek metanol ve aseton ile berrak oluncaya kadar yıkandı ve etüvde kurumaya bırakılarak 1.21 g (%96) yeşil katı (tetra-4-merkaptopiridin substitue çinko ftalosiyenin) elde edildi.

Son adımda: Pc1 içeren Fotokatalizör nanomalzeme (Pc1@MCM-41) aşağıdaki şekilde hazırlandı:

10 MCM-41 gözeneklerinde yerleşmiş çözücü molekülleri uzaklaştırmak için iki boyunlu balonda bulunan 4 g MCM-41 argon atmosferi altında vakumda 110 °C de 2 saat bırakıldı.

Reaksiyon balonunun oda sıcaklığına gelmesinden sonra 120 mL kuru DMF içerisinde çözülmüş Pc1 (4 g; 0.395 mmol) MCM-41 üzerine damla damla yaklaşık 1 saat sürede ilave edildi.

15 Damlatma işlemi tamamlanınca reaksiyon karışımı argon atmosferi altında oda sıcaklığında 6 saat karıştırıldı.

Süre sonunda reaksiyon içeriği süzüldü ele geçen katı önce DMF sonra etanol ile yıkandı. 80 °C etüvde kurutulan Pc1@MCM-41 4.16 g olarak elde edildi.

20 1-naftol bileşiğinin fotooksidasyonu ile değerli kimyasal olan 1,4-naftakinon bileşiği yüksek verim ve seçicilikte sentezlenmiştir. En iyi sonuca ulaşabilmek için optimizasyon çalışması yapılmıştır. Bu kapsamda substrat/fotokatalizör oranı, süre ve çözücü çalışmaları yapılmıştır. Yapılan fotokatalitik reaksiyonlar çerçevesinde belirlenen en iyi şartlar şu şekildedir. Pc1@MCM-41 (8 mg), substrat/katalizör oranı 100/1 ve asetonitril çözücüsü ile 25 200W LED lamba (630-660 nm) kullanılarak 15 dakikada havaya açık bir şekilde yüksek seçicilik ve verimde 1,4-naftakinon elde edilmiştir. Çözücü olarak su kullanıldığında da yüksek sonuçlar alınmıştır. Dikkate değer diğer nokta ise Pc1@MCM-41 geri kazanılarak tekrar kullanıldığında etkinliği değişmemektedir. En az 5 defa tekrar kazanılarak kullanılabilir. Buluş konusu fotokatalizör için yapılan çalışma sonucu aşağıdaki tablo 30 1 de verilmektedir. Bu kapsamda buluş konusu Pc1@MCM-41 fotokatalizörü ile daha düşük enerji kullanılarak ve havaya açık bir ortamda (diğer katalizörler oksijen basıncı altında ve yüksek enerjide) yüksek seçicilik ve dönüşüm elde edildiği görülmektedir.

Tablo 1

Katalizör	Zaman (s)	S/C	Çözücü	Oksidant	Işık	Dönüşüm (%)	Seçimlilik (%)
Pc1@MCM-41	5	2000/1	ACN	Havaya açık	200 W kırmızı LED (630-660 nm)	87.7	>99
Pc1@MCM-41	0.5	100/1	ACN	Havaya açık	200 W kırmızı LED (630-660 nm)	96	>99

Değerli bir kimyasal olan 1,4-naftakinon bileşiği, mevcutta en sık kullanılan yöntemler ile başlangıç bileşiğinin yanı sıra çeşitli reaktifler kullanılarak düşük verimde elde edilirken buluş konusu Pc1@MCM-41'nin fotokatalizör olarak kullanılması ile ışık ve hava altında başlangıç bileşiğinden başka reaktif olmadan sadece çözücü (su- asetonitril vb.) varlığında yüksek verim ile hazırlanabilmektedir. İstenildiği takdirde çözücü değiştirilerek yüksek verim korunabilmektedir. Ayrıca geri kazanılarak tekrar kullanılabilirliği ile sürdürülebilir bir nitelik taşıması mevcutta kullanılan yöntemler arasında önceliğini belirlemektedir.