

ÖZET**KOBALT FTALOSİYANİN İLE TÜREVLENDİRİLMİŞ MEZOGÖZENEKLİ SİLİKA
NANOMALZEME VE ÜRETİM YÖNTEMİ**

- 5 Buluş özellikle; benzaldehit veya benzoik asit üretimi için benzil alkol oksidasyonunda kullanıma yönelik kobalt ftalosiyanın içeren mezogözenekli silika ve organosilika heterojen katalizör nanomalzeme olup, MCM-41, CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanın (CoPc) içermektedir. Buluş konusu yöntem MCM-41 hazırlanması; MCM-41-Cl hazırlanması; tetra hidrobenzoin substitue
- 10 kobalt (II) ftalosiyanın (CoPc) hazırlanması; CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme hazırlanması işlemlerini içermektedir.

İSTEMLER

1. Kobalt Ftalosiyanin ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme olup, özelliği; MCM-41, CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanin (CoPc) içermesidir.

5

2. İstem 1'e uygun nanomalzeme olup , özelliği; ağırlıkça %85-90 MCM-41, %8-12 CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), %1-2 Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanin (CoPc) içermesidir.

10

3. İstem 1'e uygun nanomalzeme olup , özelliği; ağırlıkça %88,60 MCM-41, %10 CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), %1,40 Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanin (CoPc) içermesidir.

15

4. Kobalt Ftalosiyanin ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme üretim yöntemi olup, özelliği; aşağıdaki işlem adımlarını içermesidir:

- i. MCM-41 hazırlanması,
- ii. MCM-41-Cl hazırlanması,
- iii. tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyanin (CoPc) hazırlanması,
- iv. CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme hazırlanması.

20

5. İstem 4'e uygun yöntem olup özelliği; (i) işlem adımı CTAB (Setiltrimetilamonyum-bromür), NaOH (Sodyum hidroksit), TEOS (Tetraetil ortosilikat) varlığında ısıl işleme MCM-41 sentezlenmesini içermesidir.

25

6. İstem 5'e uygun yöntem olup özelliği; (i) işlem adımı

- 3g CTAB tartılır ve 2L'lik çift boyunlu balona aktarılır, üzerine 1440mL ultra saf su eklenerek 40 °C'de karışmaya bırakılır;

- Çözelti berraklaştıktan sonra üzerine 10,5mL 2M NaOH eklenir ve sıcaklık 80 °C ye çıkarılır ve damlatma haznesiyle, 15mL TEOS eklenmeye bırakılır ve Damlatma bittikten sonra 2 saat karışmaya bırakılır;
 - 5 - Daha sonra ısıtıcı kapatılır, sıcaklık 50 °C ye indirildikten sonra karıştırıcı durdurulur;
 - Daha sonra çözelti pompa yardımı ile krozedden süzülür ve Krozede kalan katı madde etüvde kurutulur;
 - 10 - Ardından 10 dakikalık aralıklarla sıcaklık 150-250-350-450-550 °C'ye çıkarılacak şekilde kül fırınında yakılır ve sıcaklık 550°C iken 6 saat yanmaya bırakılır;
 - MCM-41 elde edilir.
7. İstem 4'e uygun yöntem olup özelliği; (ii) işlem adımında MCM-41, Hekzan, CPTES(3-kloropropiltrietoksisilan) varlığında MCM-41-Cl sentezlenmesini içermesidir.
- 15
8. İstem 7'ye uygun yöntem olup özelliği; (ii) işlem adımında
- MCM-41 250mL'lik çift boyunlu balona eklenir; Çift boyunlu balon için kurutma düzeneği hazırlanır ve Kurutma vakumda gerçekleştirilir;
 - 20 - 110 °C sıcaklıkta 2-3 saat karışmaya bırakılır;
 - Kuruma gerçekleştikten sonra sistem dikkatlice vakumdan argon gazına geçirilir; Daha sonra 120mL Hekzan – 5mL CPTES karışımı damlatma hazneleriyle kuru MCM-41'in üzerine eklenir;
 - Damlatma bittikten sonra reaksiyon 24 saat karışmaya bırakılır;
 - 25 - Reaksiyon karışımı vakum altında krozedden süzülür;
 - Krozede kalan katı madde Hekzan ile yıkanır, vakumda kurutulur ve krozedden kazınarak temiz bir balona aktarılır;
 - MCM-41-Cl elde edilir.
- 30 9. İstem 4'e uygun yöntem olup özelliği; (iii) işlem adımında 4-((1R,2R)-2-hidroksi-1',2'-difeniletoksi)ftalonitril, CoCl₂ (Kobalt (II) Klorür), n-pentanol, DBU (1,8-Diazabisiklo[5.4.0]undek-7-en) varlığında tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyanın (CoPc) sentezlenmesini içermesidir.

10. İstem 9'a uygun yöntem olup özelliği; (iii) işlem adımı

- 4-((1R,2R)-2-hidroksi-1',2'-difeniletoksi)ftalonitril (0.4 g; 1.18 mmol) ve CoCl₂ (0.075 g; 0.58 mmol) bir Schlenk tüpü içerisine yerleştirilir;
- Daha sonra üzerine 2-2.5 mL n-pentanol ve 3-4 damla DBU ilave edilerek 140°C'de 24 saat süreyle karıştırılır;
- Reaksiyon süresi sonrası, reaksiyon çözücüsü kuruluğa kadar buharlaştırılır ve kalan ürün silikajel kolondan sırasıyla hekzan/dietil eter (3:7) ve kloroform/metanol (99:1) çözücü sistemleri kullanılarak flash kromatografi ile saflaştırılır;
- Mavi renkli katı tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyanın (CoPc) elde edilir.

11. İstem 4'e uygun yöntem olup özelliği; (iv) işlem adımı MCM-41-Cl, toluen, tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyanın (CoPc), K₂CO₃ (Potasyum Karbonat) varlığında CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme sentezlenmesini içermesidir.

12. İstem 11'e uygun yöntem olup özelliği; (iv) işlem adımı

- 1g MCM-41-Cl tartılıp iki boyunlu balona aktararak vakuma altında 100-110 °C tercihen 110 °C'de kurutulur ve üzerine 25- 50 mL tercihen 25 ml kuru toluen eklenir;
- Daha sonra 15mL kuru toluende çözünmüş 100-120 mg tercihen 100mg CoPc damlatma hunisiyle eklenir;
- Damlatma sonrası reaksiyon ortamına ~10mg K₂CO₃ ilave edilir;
- 20-26 saat tercihen 24 saat karıştıktan sonra sıcaklık kapatılır ve karışım oda sıcaklığına geldikten sonra vakum altında krozedden süzülür;
- Süzme sonrası kalan katı toluen, etanol, saf su ve tekrar etanol ile yıkanır.
- Krozede kalan madde 55 °C sıcaklığına ayarlı etüvde kurutulur;
- CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme elde edilir.

TARİFNAME

KOBALT FTALOSİYANİN İLE TÜREVLENDİRİLMİŞ MEZOGÖZENEKLİ SİLİKA NANOMALZEME VE ÜRETİM YÖNTEMİ

5

Teknik Alan

Buluş gıda, kozmetik ve ilaç alanlarında sık kullanılan benzaldehit veya benzoik asit gibi değerli bileşiklerin üretiminde kullanıma yönelik bir nanomalzeme ile ilgilidir.

10 Buluş özellikle; benzaldehit veya benzoik asit üretiminde, benzil alkol oksidasyonunda kullanıma yönelik kobalt ftalosiyanın içeren mezogözenekli silika ve organosilika heterojen katalizör nanomalzeme ve üretim yöntemi ile ilgilidir.

Tekniğin Bilinen Durumu

15 Benzil alkol (BA), organik bileşikler arasında en basit ve en temel alkol bileşiklerinden biridir. Oksidasyon işlemleri sonucunda tıpta, boyalarda, parfümde ve diğer uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılan değerli kimyasal ürünler olan benzaldehitler ve benzoik asitlere dönüşebilmektedir. Benzaldehit hazırlama yöntemleri esas olarak benzil alkolün oksidasyonunu, toluenin oksidasyonunu ve benzil klorürün hidrolizini içermektedir. Bunlar arasında benzil alkol oksidasyonu düşük maliyeti nedeniyle daha
20 çok tercih edilmektedir. Benzil alkolün oksidasyonu için yaygın olarak kullanılan oksidanlar veya katalizörler arasında kromik asit, dikromat, permanganat ve değerli metal katalizörleri bulunur. Ancak bu stratejilerin çoğu genellikle atık oluşumu, yüksek maliyeti, yüksek enerji tüketimi içermesi ve sürdürülebilirliği olmamasından dolayı benzil alkolün oksidasyonu için daha ekonomik açıdan rekabetçi bir süreç devam
25 etmektedir.

Örneğin TR2019/05518 numaralı ulusal patent yüksek seçimlilikte benzil alkol üretimi ile ilgilidir. Doğal zeolit klinoptilolit destekli paladyum katalizör ve moleküler hidrojenin kullanıldığı bir fotohidrojenasyon reaksiyonu ile kısa sürede ve ılımlı koşullar altında benzaldehitten benzil alkol elde edilmesi için bir yöntem sağlanmıştır.

TR2014/11180 numaralı ulusal patent ise fotokatalitik yöntemle yüksek seçicilikte benzaldehit üretimi ile ilgilidir. Yöntem, $TiCl_4$ kullanılarak hazırlanan TiO_2 katalizörüne hazırlama aşamasında zirkonyum propoksit katılarak ZrO_2-TiO_2 katalizörünün hazırlanması, elde edilen solüsyonun manyetik karıştırma altında tutulması, solüsyona zirkonyum propoksit eklenmesi, zirkonyum propoksit eklenen solüsyonun karıştırılması, elde edilen kıvamlı malzemenin kurutulması ve kalsine edilmesini içermektedir.

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

10 Buluşun Amacı

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

Buluşun amacı, hazırlanan ftalosiyanın ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme ile istenilen değerli kimyasallardan benzaldehit veya benzoik asit seçimli olarak belirlenen şartlarda hazırlanabildiği gibi geri kazanılarak tekrar kullanılabilirliği ile sürdürülebilir bir ürün sağlamaktır. Mevcutta yapılan benzil alkol oksidasyon yöntemleri ürün seçiciliği sağlamamakta olup, buluş konusu ftalosiyanın ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme ile yapılan benzil alkol oksidasyonunda istenilen değerli kimyasallardan benzaldehit yüksek seçicilik ile hazırlanabilmektedir. İstenildiği takdirde reaksiyon şartları değiştirilerek benzoik asit seçiciliği de yapılabilmektedir. Ayrıca geri kazanılarak tekrar kullanılabilirliği ile sürdürülebilir bir nitelik taşıması mevcutta kullanılanlar arasındaki önceliğini belirlemektedir.

Yukarıda anlatılan amaçları yerine getirmek üzere buluş, Kobalt Ftalosiyanın ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme olup, MCM-41, CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanın (CoPc) içermektedir.

Yukarıda anlatılan amaçları yerine getirmek üzere buluş, Kobalt Ftalosiyanın ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme üretim yöntemi olup, aşağıdaki işlem adımlarını içermektedir:

- 30 i. MCM-41 hazırlanması,

- ii. MCM-41-Cl hazırlanması,
- iii. tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyanin (CoPc) hazırlanması,
- iv. CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme hazırlanması.

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

Buluşun Detaylı Açıklaması

Bu detaylı açıklamada, buluşa konu olan nanomalzeme ve tercih edilen yapılanmaları, sadece konunun daha iyi anlaşılmasına yönelik olarak açıklanmaktadır.

Buluş, benzaldehit veya benzoik asit üretiminde, benzil alkol oksidasyonunda kullanıma yönelik kobalt ftalosiyanin içeren mezogözenekli silika ve organosilika heterojen katalizör nanomalzeme ve üretim yöntemini kapsamaktadır.

Buluş, Kobalt Ftalosiyanin ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme olup, en temel halinde MCM-41, CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanin (CoPc) içermektedir .

Buluş kapsamında kalan nanomalzemeler; ağırlıkça %85-90 MCM-41, %8-12 CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), %1-2 Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanin (CoPc) içermektedir.

Buluşun tercih edilen bir örneği; ağırlıkça %88,60 MCM-41, %10 CPTES (3-kloropropiltrietoksisilan), %1,40 Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyanin (CoPc) içermesidir.

Buluş konusu ftalosiyanin nanomalzeme reçetesi spesifik olup detaylı olarak aşağıda tabloda verilmiştir. Alternatif oranların kullanılması nanomalzemenin yapısını değiştirecek ve uygulama alanında farklı sonuçları verecektir.

Tablo 1.Buluş konusu nanomalzeme içeriği

İçerik	Ağırlıkça Tercih edilen miktar (%)	Ağırlıkça Kullanılabilir miktar (%)
MCM-41	88.60	85-90
CPTES(3-kloropropiltrioksasilan)	10.00	8-12
Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyenin (CoPc)	1.40	1-2

MCM-41 (Mobil Composition of Matter No. 41): Mobil Kristal Materyalleri ilk olarak katalizör veya katalizör destekleri olarak kullanılabilen bir silikat ve alümosilikat katı ailesinden hiyerarşik hegzogonal yapıya sahip mezogözenekli bir malzemedir. Buluş konusu nanomalzemede hazırlanan MCM-41 hazırlanması nanomalzemenin mezogözenekli Silika iskeletini oluşturmaktadır.

CPTES ((3-Kloropropil)trioksasilan): $C_9H_{21}ClO_3Si$ kimyasal formülüne sahip bir silan bileşiğidir. Metal olmayan yüzey işlemleri, polimerler, diğer organosilikon malzemeler, büyük ölçekli ve ince kimyasallar, kauçuk ve plastik ürünler, metalik olmayan mineral ürünler yapımında ve bilimsel araştırma ve geliştirmede kullanılır. Buluş konusu nanomalzemede CPTES nanomalzeme ile ftalosiyenin arasındaki etkileşimi sağlamaktadır.

Tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II)ftalosiyenin (CoPc): Kobalt(II) ftalosiyenin geniş bir uygulama alanına sahip organometalik bir komplekstir. Boyalar ve pigmentler, Işığa duyarlılaştırıcı, Fotosel, Biyosensör alanlarında kullanıldığı gibi kimyasal katalizör olarak da kullanılmaktadır. Buluş konusu nanomalzemede Tetra hidrobenzoin substitue kobalt(II) ftalosiyenin (CoPc) nanomalzemenin katalizör özelliğini sağlamaktadır.

Buluş konusu ftalosiyanin nanomalzeme özgün olup, üretim yöntemi detaylı olarak aşağıda verilmiştir. Alternatif çözücü, silika vb. bileşenlerin kullanılması yapısını değiştirecek ve uygulama alanında farklı sonuçları verecektir.

5 Buluş ayrıca Kobalt Ftalosiyanin ile türevlendirilmiş mezogözenekli silika nanomalzeme üretim yöntemini kapsamakta olup, aşağıdaki işlem adımlarını içermektedir:

- i. MCM-41 hazırlanması,
- ii. MCM-41-Cl hazırlanması,
- 10 iii. tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyanin (CoPc) hazırlanması,
- iv. CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme hazırlanması.

Buluş konusu yöntem (i) işlem adımı, CTAB (Setiltrimetilamonyum-bromür), NaOH (Sodyum hidroksit), TEOS (Tetraetil ortosilikat) varlığında ısı ile işlemle MCM-41 sentezlenmesini içermektedir. (i) işlem adımı Silika iskeletin hazırlanması için gereklidir.

Buluşun bir uygulamasında (i) işlem adımı :

- 3g CTAB tartılır ve 2L'lik çift boyunlu balona aktarılır, üzerine 1440mL ultra saf su eklenerek 40 °C'de karışmaya bırakılır;
- 20 - Çözelti berraklaştıktan sonra üzerine 10,5mL 2M NaOH eklenir ve sıcaklık 80 °C ye çıkarılır ve damlatma haznesiyle, 15mL TEOS eklenmeye bırakılır ve Damlatma bittikten sonra 2 saat karışmaya bırakılır;
- 25 - Daha sonra ısıtıcı kapatılır, sıcaklık 50 °C ye indirildikten sonra karıştırıcı durdurulur;
- Daha sonra çözelti pompa yardımı ile krozeden süzülür ve Krozede kalan katı madde etüvde kurutulur;

- Ardından 10 dakikalık aralıklarla sıcaklık 150-250-350-450-550 °C'ye çıkarılacak şekilde kül fırınında yakılır ve sıcaklık 550°C iken 6 saat yanmaya bırakılır;
- MCM-41 elde edilir.

5

Buluş konusu yöntem (ii) işlem adımı MCM-41, Hekzan, CPTES(3-kloropropiltrietoksisilan) varlığında MCM-41-Cl sentezlenmesini içermektedir. (ii) işlem adımı Ftalosiyanın bileşiğinin destek malzemesinin tutturulması için gereklidir.

10 Buluşun bir uygulamasında (ii) işlem adımı:

- MCM-41 250mL'lik çift boyunlu balona eklenir; Çift boyunlu balon için kurutma düzeneği hazırlanır ve Kurutma vakumda gerçekleştirilir;
- 110 °C sıcaklıkta 2-3 saat karışmaya bırakılır;
- Kuruma gerçekleştikten sonra sistem dikkatlice vakumdan argon gazına geçirilir; Daha sonra 120mL Hekzan – 5mL CPTES karışımı damlatma hazneleriyle kuru MCM-41'in üzerine eklenir;
- Damlatma bittikten sonra reaksiyon 24 saat karışmaya bırakılır;
- Reaksiyon karışımı vakum altında krozeden süzülür;
- Krozede kalan katı madde Hekzan ile yıkanır, vakumda kurutulur ve
- krozeden kazınarak temiz bir balona aktarılır;
- MCM-41-Cl elde edilir.

15

20

25

Buluş konusu yöntem (iii) işlem adımı 4-((1R,2R)-2-hidroksi-1',2'-difeniletoksi)ftalonitril, CoCl₂ (Kobalt (II) Klorür), n-pentanol, DBU (1,8-Diazabisiklo[5.4.0]undek-7-en) varlığında tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyanın (CoPc) sentezlenmesini içermektedir. (iii) Nanomalzemenin ftalosiyanın kısmı için gereklidir.

Buluşun bir uygulamasında (iii) işlem adımı:

30

- 4-((1R,2R)-2-hidroksi-1',2'-difeniletoksi)ftalonitril (0.4 g; 1.18 mmol) ve CoCl₂ (0.075 g; 0.58 mmol) bir Schlenk tüpü içerisine yerleştirilir;

- Daha sonra üzerine 2-2.5 mL n-pentanol ve 3-4 damla DBU ilave edilerek 140°C'de 24 saat süreyle karıştırılır;
- Reaksiyon süresi sonrası, reaksiyon çözücüsü kuruluğa kadar buharlaştırılır ve kalan ürün silikajel kolondan sırasıyla hekzan/dietil eter (3:7) ve kloroform/metanol (99:1) çözücü sistemleri kullanılarak flash kromatografi ile saflaştırılır;
- Mavi renkli katı tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyenin (CoPc) elde edilir.

10 Buluş konusu yöntemde (iv) işlem adımı MCM-41-Cl, toluen, tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyenin (CoPc), K₂CO₃ (Potasyum Karbonat) varlığında CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme sentezlenmesini içermektedir. (iv) işlem adımı Benzaldehit ve benzoik asit üretimi için gereklidir.

Buluşun bir uygulamasında (iv) işlem adımı:

- 15 - 1g MCM-41-Cl tartılıp iki boyunlu balona aktararak vakuma altında 100-110 °C tercihen 110 °C'de kurutulur ve üzerine 25- 50 mL tercihen 25 ml kuru toluen eklenir;
- Daha sonra 15mL kuru toluende çözünmüş 100-120 mg tercihen 100mg CoPc damlatma hunisiyle eklenir;
- 20 - Damlatma sonrası reaksiyon ortamına ~10mg K₂CO₃ ilave edilir;
- 20-26 saat tercihen 24 saat karıştıktan sonra sıcaklık kapatılır ve karışım oda sıcaklığına geldikten sonra vakum altında krozeden süzülür;
- Süzme sonrası kalan katı toluen, etanol, saf su ve tekrar etanol ile yıkanır.
- 25 - Krozede kalan madde 55 °C sıcaklığına ayarlı etüvde kurutulur;
- CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme elde edilir.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

30 1. adım: MCM-41 hazırlanması

3g CTAB tartıldı ve 2L'lik çift boyunlu balona aktarıldı, üzerine 1440mL ultra saf su eklenerek 40 °C'de karışmaya bırakıldı. Çözelti berraklaştıktan sonra üzerine 10,5mL 2M NaOH eklendi ve sıcaklık 80 °C ye çıkarıldı ve damlatma haznesiyle, 15mL TEOS eklenmeye bırakıldı. Damlatma bittikten sonra 2 saat karışmaya bırakıldı. Daha sonra ısıtıcı kapatıldı, sıcaklık 50 °C ye indikten sonra karıştırıcı durduruldu. Daha sonra çözelti pompa yardımı ile krozeden süzüldü. Krozede kalan katı madde etüvde kurutuldu. Ardından 10 dakikalık aralıklarla sıcaklık 150-250-350-450-550 °C'ye çıkarılacak şekilde kül fırınında yakıldı ve sıcaklık 550 °C iken 6 saat yanmaya bırakıldı. Böylece MCM-41 hazırlandı.

10 2. adım: MCM-41-Cl hazırlanması

MCM-41 250mL'lik çift boyunlu balona eklendi. Çift boyunlu balon için kurutma düzeneği hazırlandı. Kurutma vakumda gerçekleştirildi. 110 °C sıcaklıkta 2-3 saat karışmaya bırakıldı. Kuruma gerçekleşikten sonra sistem dikkatlice vakumdan argon gazına geçirildi. Daha sonra 120mL Hekzan – 5mL CPTES(3-kloropropiltrietoksisilan) karışımı damlatma hazneleriyle kuru MCM-41'in üzerine eklendi. Damlatma bittikten sonra reaksiyon 24 saat karışmaya bırakıldı. Reaksiyon karışımı vakum altında krozeden süzüldü. Krozede kalan katı madde Hekzan ile yıkandı, vakumda kurutuldu ve krozeden kazınarak temiz bir balona aktarıldı. Böylece MCM-41-Cl hazırlandı.

3. adım: tetra hidrobenzoin substitue kobalt (II) ftalosiyenin (CoPc) hazırlanması

4-((1R,2R)-2-hidroksi-1',2'-difeniletoksi)ftalonitril (0.4 g; 1.18 mmol) ve CoCl₂ (0.075 g; 0.58 mmol) bir Schlenk tüpü içerisine yerleştirildi. Daha sonra üzerine 2-2.5 mL n-pentanol ve 3-4 damla DBU ilave edilerek 140°C'de 24 saat süreyle karıştırıldı. Reaksiyon süresi sonrası, reaksiyon çözücüsü kuruluğa kadar buharlaştırıldı ve kalan ürün silikajel kolondan sırasıyla hekzan/dietil eter (3:7) ve kloroform/metanol (99:1) çözücü sistemleri kullanılarak flash kromatografi ile saflaştırıldı. Mavi renkli katı elde edildi. Verim: 0.093 (%22).

4. adım: CoPc ile fonksiyonelleştirilmiş nanomalzeme hazırlanması

1g MCM-41-Cl tartılıp iki boyunlu balona aktararak vakuma altında 110 °C'de kurutuldu ve üzerine 25 ml kuru toluen eklendi. Daha sonra 15mL kuru toluende çözülmüş 100mg CoPc damlatma hunisiyle eklendi. Damlatma sonrası reaksiyon ortamına ~10mg K₂CO₃ ilave edildi. 24 saat karıştıktan sonra sıcaklık kapatıldı ve

karışım oda sıcaklığına geldikten sonra vakum altında krozeden süzöldü. Süzme sonrası kalan katı toluen, etanol, saf su ve tekrar etanol ile yıkandı. Krozede kalan madde 55 °C sıcaklığına ayarlı etüvde kurutuldu.

Kullanım alanı çok fazla olan değerli kimyasallar içerisinde yer alan benzaldehit ve benzoik asit üretiminde kullanılmak üzere hazırlanan ftalosiyanın nanomalzemenin etkinliği farklı parametreler dikkate alınarak çalışılmış ve değerli sonuçlar alınmıştır.

Elde edilen buluş konusu nanomalzemenin katalizör olarak kullanılmasına yönelik bir uygulamada; Benzil alkol oksidasyonu ile üretimi yapılan değerli kimyasallardan benzaldehit benzoik asite göre seçimli bir şekilde sentezlenebilmiştir. Belirlenen şartlar şu şekildedir: 80 °C sıcaklıkta asetonitril çözücüsü, TBHP oksidantı varlığında substrat/katalizör (300/1) oksidant/katalizör /8000/1) oranları ile 6 saat içerisinde iyi bir dönüşüm ile %97 seçimlilikle benzaldehit elde edilmiştir. Sürenin uzatılması ile benzaldehit benzoik asite dönüştürülerek sadece benzoik asit elde edilebilmektedir. Dikkate değer diğer nokta ise buluş konusu ftalosiyanın nanomalzeme geri kazanılarak tekrar kullanılabilirliğinde etkinliği değişmemektedir. 4 defa tekrar kazanılarak kullanılabilir. 20