



## تهیه، مطالعات اسپکتروسکوپی و بررسی عملکرد کاتالیزوری نانو گرافن اکسید عامل دار شده GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd در واکنش هک

زهرا حسینی، ابوالقاسم داودنیا\*، مهدی پردل  
گروه شیمی، واحد مشهد، دانشگاه آزاد اسلامی، مشهد، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۴۰۲/۰۶/۰۳، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۴۰۲/۰۸/۱۹، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۴۰۲/۰۹/۰۵

### چکیده

در این پروژه تحقیقاتی با استفاده از واکنش گرافن اکسید با ۳-آمینوپروپیل تری اتوکسی سیلان و سپس برهمکنش با ۲-هیدرکسی بنزالدهید و در نهایت واکنش با پالادیوم استات  $Pd(OAc)_2$ ، نانوگرافن اکسید عامل دار شده جدید GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd تولید می شود. ساختار نانو کاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd با چندین تکنیک اسپکتروسکوپی شامل FT-IR، SEM، TEM و ICP تایید و اثبات شد. کاربرد این نانو کاتالیست جدید در واکنش هک مورد بررسی قرار گرفت. نتایج، کارایی خوب کاتالیزور را در محیط آبی نشان داد و محصولات با راندمان بالا و در زمان مناسب به دست آمدند. به علاوه، نانو کاتالیست به سادگی از مخلوط واکنش بازیابی شد و بدون از دست دادن فعالیتش چندین بار استفاده مجدد گردید.

واژه های کلیدی: نانوگرافن اکسید عامل دار شده، اسپکتروسکوپی، واکنش هک.

### ۱. مقدمه

از دیرباز تاکنون واکنش های تشکیل پیوند کربن-کربن نقش بزرگ و مهمی در شکل دهی سنتزهای شیمیایی داشته اند. واکنش های آلدول، گرینارد، دیلز آلدو و فرایندهای پری سیکلیک مربوطه، ویتیک و واکنش های مربوط به آن از جمله چنین فرایندهایی هستند که باعث سنتز ده ها هزار ترکیب آلی شدند و به طور فزاینده ای پیشرفت در چارچوب کمپلکس کربن را حاصل کردند. در همین ارتباط شیمی آلی فلزی نیز نقش کلیدی در این واکنش ها ایفا می کند و روش های جدید مهمی را برای تشکیل پیوند کربن-کربن و کربن-هترواتم به وجود آورده است. در حالی که عناصر گروه I و II مانند لیتیم و منیزیم اولین فلزاتی بودند که در سنتزهای آلی مورد استفاده قرار گرفتند اما تعدادی از فلزات واسطه نیز در این زمینه پرکاربرد هستند. بر

\*عهده دار مکاتبات: ابوالقاسم داودنیا

نشانی: گروه شیمی، واحد مشهد، دانشگاه آزاد اسلامی، مشهد، ایران

پست الکترونیک: E-mail: adavoodnia@yahoo.com

تلفن: ۰۵۱۳۸۴۳۵۰۰۰

خلاف واکنش‌هایی که با لیتیم و منیزیم انجام می‌شوند و ترکیبات آلی فلزی در مقادیر استوکیومتری مورد استفاده قرار می‌گیرند، بسیاری از واکنش‌های فلزات واسطه (که با تغییر در حالت اکسیداسیون اتم فلزی همراه است) بصورت کاتالیتیکی انجام می‌شوند. امروزه واکنش جفت شدن متقاطع بین یک معرف آلی فلزی و یک هالید یا تریفلات آلی، کاتالیز شده با یک فلز واسطه معمولترین روش برای تشکیل پیوند کربن-کربن می‌باشد. در میان گروه بزرگی از فلزات واسطه، کمپلکس‌های پالادیوم با لیگاندهای فسفری مشهورترین سیستم کاتالیزوری می‌باشد [۶-۱].

از واکنش‌های جفت شدن کربن-کربن می‌توان به آلکنیلاسیون مستقیم مشتقات بنزن با آلکن‌ها اشاره کرد که اولین بار در سال ۱۹۶۷ توسط فوجی وارا گزارش شد [۷]. هک در سال ۱۹۶۸ این واکنش را با استفاده از مقادیر استوکیومتری نمک‌های Pd(II) در کنار جیوه انجام داد [۸]. پس از شناسایی مرحله افزایش اکسایشی توسط فیتون در سال ۱۹۶۸ که منجر به تولید I-Pd-Ph از واکنش یدو بنزن و Pd(PPh)<sub>3</sub> گردید [۹]، میزوروکی و هک موفق شدند، آلکنیلاسیون مشتقات بنزن را با استفاده از آریل یدیدها و آلکن‌هایی نظیر آکریلات و استایرن با استفاده از پالادیوم بر روی بستر کربنی و یا با استفاده از پالادیوم استات به عنوان کاتالیزور بدون نیاز به استفاده از لیگاندهای فسفری در حضور بازهای متفاوت انجام دهند [۱۰]. امروزه واکنش هک به عنوان یکی از بهترین راه‌های تشکیل پیوند کربن-کربن مطرح می‌باشد. هم‌چنین یکی از آسان‌ترین روش‌ها برای تهیه الفین‌های استخلاف شده، دی‌ان‌ها و دیگر ترکیبات به حساب می‌آید.

## ۲. بخش تجربی

### ۲-۱. تکنیک‌های عمومی و اطلاعات دستگاه‌ها

طیف FT-IR با دستگاه طیف سنج مدل Tensor 27 Bruker و طیف‌های <sup>1</sup>H NMR با دستگاه اسپکترومتر Bruker 300 FT تهیه شده‌اند. تمام حلال‌ها و مواد شیمیایی که در آزمایشات مورد استفاده قرار گرفت، از شرکت‌های مرک، آلدریچ و فلوکا تهیه شده‌اند. همه نقاط ذوب و راندمان‌های گزارش شده مربوط به محصولات خالص سازی شده و برحسب درجه سانتیگراد می‌باشند. از دستگاه امواج صوتی با فرکانس ۴۰ kHz و با قدرت ۲۶۰ وات استفاده گردیده است. آنالیز FESEM با دستگاه TESCAN BRNO-MIRA3 LMU انجام شد. آنالیز TEM با میکروسکوپ Leo 912 AB در ولتاژ 120 kv انجام شد. مقدار پالادیوم در کاتالیست با استفاده از تکنیک ICP-OES انجام گردید.

### ۲-۲. تهیه نانوصفحات گرافن اکسید (GO)

نانوصفحات گرافن اکسید با استفاده از روش موجود در مقالات تهیه شدند [۱۱].

### ۲-۳. تهیه GO-SiC<sub>3</sub>-NH<sub>2</sub>

محلول یک گرم از گرافن اکسید و ۳۰ میلی لیتر تولوئن خشک به مدت ۳۰ دقیقه در حمام التراسونیک قرار داده شد. سپس به محلول حاصل ۳-آمینو پروپیل تری اتوکسی سیلان (۳/۰ میلی مول، ۰/۶۶ گرم) اضافه شد. مخلوط تحت گاز نیتروژن و دمای ۱۱۰

درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت رفلاکس گردید. سپس مخلوط واکنش صاف و با تولوئن خشک سه مرتبه شستشو داده شد. GO-NH<sub>2</sub> حاصل در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت در آون خلأ خشک گردید [۱۲-۱۳].

#### ۲-۴. تهیه نانو گرافن اکسید عامل دار شده پالادیوم GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd

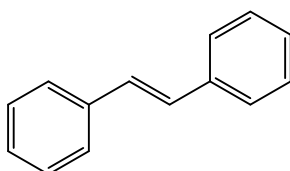
نیم گرم از GO-SiC<sub>3</sub>-NH<sub>2</sub> تهیه شده را به همراه ۲- هیدروکسی بنزالدهید (۲ میلی لیتر)، اتانول مطلق (۱۵ میلی لیتر) و سه قطره استیک اسید مدت ۱۲ ساعت رفلاکس گردید سپس جامد بدست آمده صاف گردید و توسط اتانول شستشو داده شد و در دمای ۴۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت در آون خلأ خشک گردید. سپس حدود ۰/۴ گرم از جامد بدست آمده را به همراه ۰/۲ گرم پالادیوم استات در اتانول (۲۰ میلی لیتر)، به مدت ۲۰ ساعت در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد رفلاکس گردید. در پایان بعد از سرد شدن در دمای اتاق، رسوب حاصل صاف و با اتانول مطلق شستشو داده شد و در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۲ ساعت در آون خلأ خشک گردید.

#### ۲-۵. انجام واکنش هک با کاتالیست GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd

مخلوطی از ۱ میلی مول مشتقات آریل هالید ۱ و ۱/۵ میلی مول مشتقات آلکن ۲ و ۰/۰۷ گرم از نانو کاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd در ۱۰ میلی لیتر حلال آب و محلول آبی K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (۲mmol در ۱mL آب) به یک بالن اضافه گردید و به مدت ۳-۱۰ ساعت رفلاکس شد، مخلوط واکنش با استفاده از همزن مغناطیسی هم زده شد، پیشرفت واکنش توسط TLC (کلروفرم) دنبال گردید. پس از اتمام واکنش، مخلوط به منظور جداسازی کاتالیزور صاف گردید، کاتالیزور دو مرتبه با اتانول داغ شستشو داده شد و در واکنش مشابه مجدداً استفاده گردید. محتویات مواد آلی محلول زیر صافی به وسیله دی اتیل اتر (۳\*۱۵ میلی لیتر) استخراج گردید، فاز اتری جدا شده به وسیله آب (۱۵ میلی لیتر) شستشو داده شد و به وسیله سدیم سولفات آبگیری گردید تا محصولات ۳a-e به دست آیند.

#### ۲-۵-۱. مشخصات طیفی محصولات واکنش هک ۳a-e

##### ۲-۵-۱-۱. مشخصات طیفی (E) - استیلبن



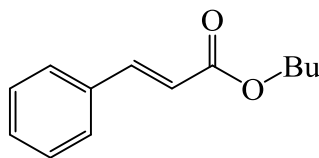
(E)-Stilben (3a)

**IR spectrum (KBr, disc),  $\nu_{\max}$ , cm<sup>-1</sup>:** 2923 and 2866 (CH), 1598 and 1513 (C=C).

**<sup>1</sup>H NMR spectrum (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>),  $\delta$ , ppm:** 7.45 (d,  $J = 7.55$  Hz, 4H, H<sub>arom</sub>), 7.29 (t,  $J = 7.1$  Hz, 4H, H<sub>arom</sub>), 7.19 (t,  $J = 7.9$  Hz, 2H, H<sub>arom</sub>), 7.04 (s, 1H).

**MS (EI) m/z:** 180 [M<sup>+</sup>], 165, 152, 102, 89, 76, 63, 51, 39.

## ۲-۱-۵-۲. مشخصات طیفی (E) - بوتیل - سینامات

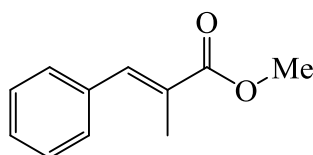


(E)-Butyl-cinnamate (3b)

IR spectrum (KBr, disc),  $\nu_{\max}$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 2929 and 2864 (CH), 1730 (C=O), 1565 and 1460 (C=C).

MS (EI) m/z: 204 [M<sup>+</sup>], 148, 131, 103, 91, 77, 51, 41, 29.

## ۲-۱-۵-۳. مشخصات طیفی (E) - متیل - ۲ - متیل - ۳ - فنیل آکریلات

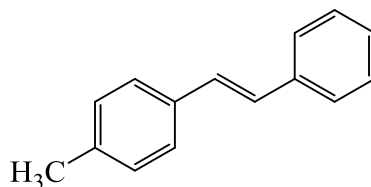


(E)-Methyl-2-methyl-3-phenylacrylate (3c)

IR spectrum (KBr, disc),  $\nu_{\max}$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 2931 and 2867 (CH), 1727 (C=O), 1568 and 1459 (C=C).

MS (EI) m/z: 176 [M<sup>+</sup>], 161, 145, 131, 116, 91, 77, 65, 59, 51, 39.

## ۲-۱-۵-۴. مشخصات طیفی (E) - متیل - ۴ - استیریل بنزن

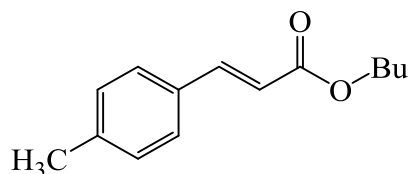


(E)-Methyl-4-styrylbenzene (3d)

IR spectrum (KBr, disc),  $\nu_{\max}$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 3027 and 2926 (CH), 1499 and 1450 (C=H).

MS (EI) m/z: 194 [M<sup>+</sup>], 189, 179, 165, 115, 96, 89, 76, 63.

## ۲-۱-۵-۵. مشخصات طیفی (E) - بوتیل - ۳ - (p-تولیل) آکریلات



(E)-Butyl-3-(p-tolyl)acrylate (3e)

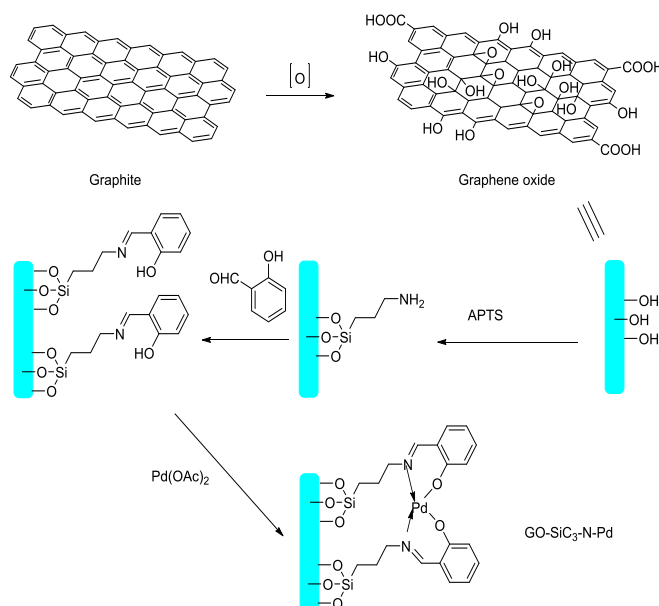
IR spectrum (KBr, disc),  $\nu_{\max}$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 2929 and 2864 (CH), 1730 (C=O), 1565 and 1460 (C=C).

MS (EI) m/z: 204 [M<sup>+</sup>], 148, 131, 103, 91, 77, 51, 41, 29.

## ۳. نتایج و بحث

۳-۱. سنتز نانوکاتالیزور گرافن اکسید عامل دار شده GO- SiC<sub>3</sub>- N- Pd

در این سنتز ابتدا گرافن اکسید تهیه می شود. واکنش گرافن اکسید با ۳-آمینوپروپیل تری اتوکسی سیلان منجر به اتصال گروه های آمینوپروپیل به سطح گرافن اکسید می شود. سپس با اضافه کردن ۲- هیدرکسی بنزآلدهید منجر به اتصال گروه های فنول به سطح GO- SiC<sub>3</sub>- N می شود، در نهایت واکنش با پالادیوم استات Pd(OAc)<sub>2</sub>، نانوکاتالیزور اکسید عامل دار شده جدید GO- SiC<sub>3</sub>- N- Pd را تولید خواهد نمود (شکل ۱). نانوکاتالیزور تهیه شده در مرحله بعد در واکنش هک استفاده گردید.

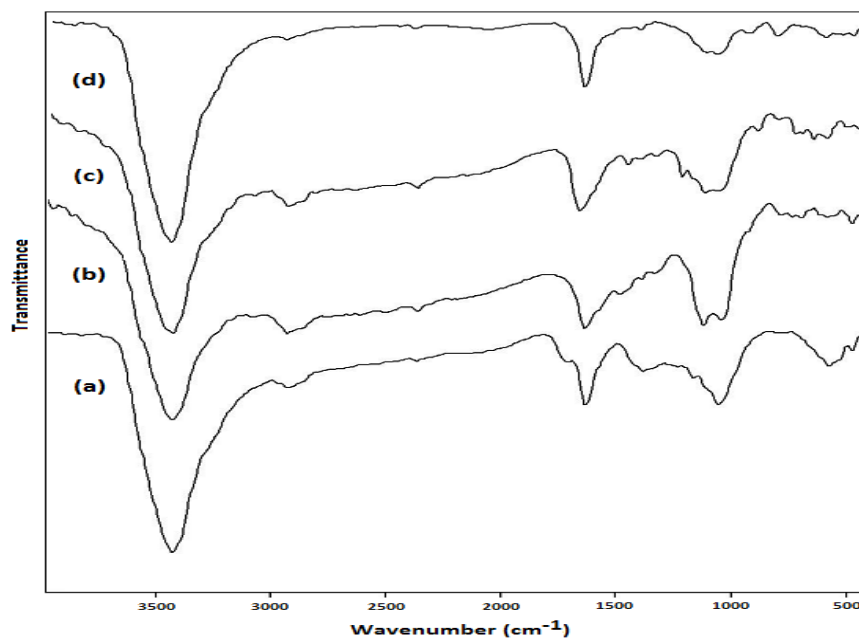
شکل ۱. تهیه نانوکاتالیست GO- SiC<sub>3</sub>- N- Pd۳-۲. شناسایی نانوکاتالیزور GO- SiC<sub>3</sub>- N- Pd

ساختار نانوکاتالیزور GO- SiC<sub>3</sub>- N- Pd با چندین تکنیک، شامل FT-IR، SEM، TEM، ICP تایید و اثبات شد.

## ۳-۲-۱. آنالیز FT-IR

به منظور اطمینان از سنتز نانوکاتالیزور، از مراحل سنتز نانوکاتالیزور، طیف FT-IR گرفته شد. تغییرات ایجاد شده در هر مرحله را می توان چنین تفسیر کرد: طیف (a): مربوط به GO، پیک های شاخص در ۳۴۰۰ cm<sup>-1</sup> مربوط به ارتعاش های پیوند OH می باشد. طیف (b): مربوط به GO-NH<sub>2</sub> و طیف (c): مربوط به GO- SiC<sub>3</sub>- N-(2-OHC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>) می باشد. پیک های ناحیه ۱۲۰۰-۱۰۵۰ cm<sup>-1</sup> مربوط به ارتعاش های کششی Si-O-Si است و پیک پهن در ناحیه ۳۴۰۰ cm<sup>-1</sup> مربوط به ارتعاش های کششی گروه OH تاییدی بر تثبیت کامل و مؤثر سیلیکا است. طیف (d): مربوط به نانوکاتالیزور GO- SiC<sub>3</sub>- N- Pd می باشد. همه ی پیک های مشخص شده در

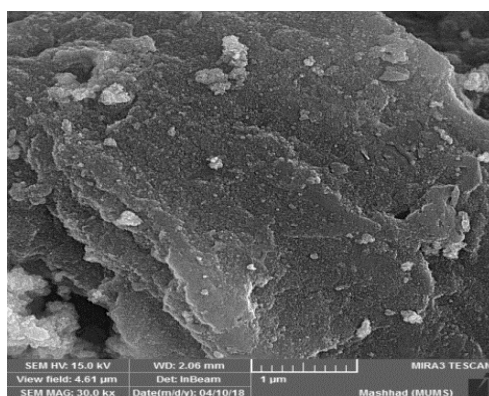
مراحل قبل و ارتعاشات کششی  $\text{SiO}_2$  که با Pd و Si-O-Si حدود  $1200 - 1050 \text{ cm}^{-1}$  همپوشانی دارد، ایجاد نانوکاتالیزور موردنظر را اثبات می‌کند (شکل ۲).



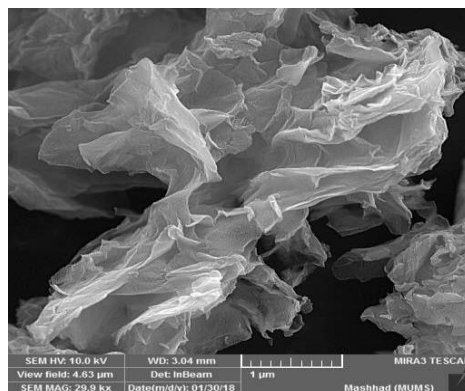
شکل ۲. طیف FT-IR (a) GO, (b) GO-NH<sub>2</sub>, (c) GO-SiC<sub>3</sub>-N-(2-OHC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>), and (d) GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd

### ۳-۲-۲. آنالیز SEM

با استفاده از اسکن میکروسکوپ الکترونی MIRA<sub>3</sub> TESCAN در ولتاژ ۳۰KV انجام شد. همان‌طور که در شکل ۳ مشاهده می‌شود این نانوذرات از نوع کروی با قطر متوسط در حدود  $1 \mu\text{m}$  بوده که نشان می‌دهد نانوکاتالیزور دارای سطح بسیار بزرگی می‌باشد. همچنین انباشتگی ضعیفی در این نانوذرات مشاهده می‌شود. تصویر SEM نانوگرافن اکسید، در مقایسه با نانوکاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd را شکل ۳ نشان می‌دهد.



GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd (b)

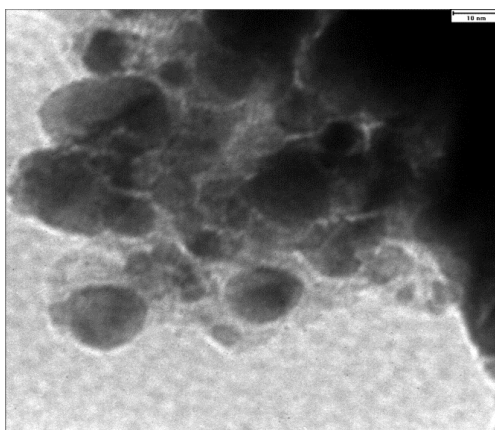


(a) نانوگرافن اکسید

شکل ۳. تصاویر SEM

### ۳-۲-۳. آنالیز TEM

آنالیز مربوط به نانوکاتالیزور نشان می‌دهد که اندازه ذرات کم تر از ۱۰ نانومتر می‌باشد (شکل ۴).



شکل ۴. TEM (تصویر ذرات) نانوکاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd

### ۳-۲-۴. طیف‌سنجی پلاسما جفت‌شده القایی ICP

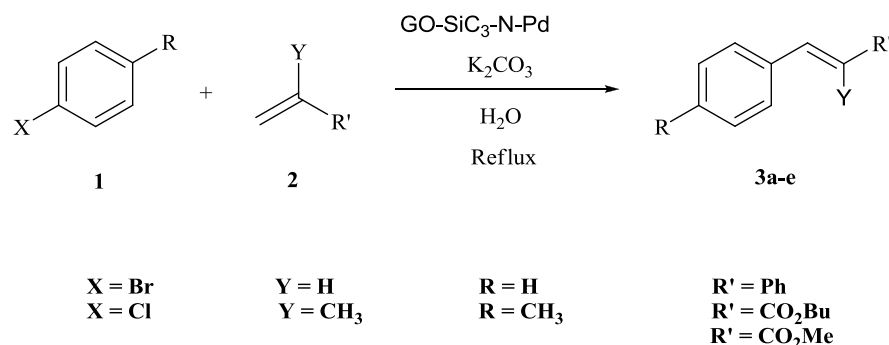
بر طبق آنالیز ICP وجود حدود ۱۸ درصد عنصر Pd در ساختار نانوکاتالیزور تایید شد که نشان‌دهنده سنتز موفق نانوکاتالیزور می‌باشد.

باشد.

### ۳-۳. واکنش هک در حضور نانوکاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd

با استفاده از نانوکاتالیزور تهیه شده GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd انجام واکنش هک از واکنش آلکن‌های مختلف، آریل‌هالیدهای مختلف و پتاسیم کربنات در حضور آب مطالعه گردید. به منظور یافتن شرایط بهینه، واکنش سنتز استیلبن Va به عنوان مدل انتخاب شد. مخلوط استایرن، برموبنزن و پتاسیم کربنات در حضور نانوکاتالیزور در شرایط مختلف دما، حلال و باز مورد بررسی قرار گرفت. با بررسی نتایج بدست آمده، بهترین نتیجه با استفاده از ۰/۰۷ گرم کاتالیزور در حضور آب و شرایط رفلاکس می‌باشد.

با توجه به نتایج به دست آمده از شرایط بهینه برای واکنش مدل به منظور نشان دادن کارایی و مؤثر بودن روش معرفی شده سنتز دیگر مشتقات واکنش هک مورد مطالعه قرار گرفت. مخلوطی از پتاسیم کربنات، آلکن‌های مختلف و آریل هالیدهای مختلف استفاده شد (شکل ۵) نتایج در جدول ۱ آمده است.



شکل ۵. انجام واکنش هک در حضور نانو کاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd

### ۳-۴. بازیابی کاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd

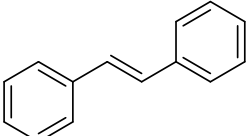
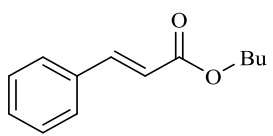
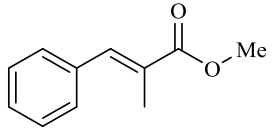
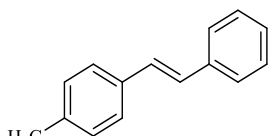
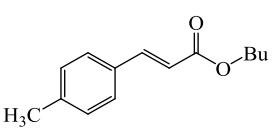
بازیابی کاتالیزور به این صورت است که پس از اتمام واکنش، محصول واکنش را صاف کرده و کاتالیزور روی صافی را چند بار با اتانول داغ شسته تا محصول کاملاً از آن جدا شود. برای اطمینان، از کاتالیزور TLC می‌گیریم. کاتالیزور نباید هیچ لکی نشان دهد. پس از اینکه اطمینان حاصل شد، کاتالیزور بازیافت شده برای واکنش بعدی مورد استفاده قرار گرفت. نتایج بازیابی GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd حاکی از آن است که در این واکنش و شرایط بررسی شده، زمان و بازده محصول نسبتاً ثابت می‌ماند.

### ۴. نتیجه گیری

نانوگرافن اکسید عامل دار شده جدید GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd با موفقیت با استفاده از واکنش گرافن اکسید با ۳-آمینوپروپیل تری-اتوکسی سیلان و سپس برهمکنش با ۲-هیدروکسی بنزالدهید و در نهایت واکنش با پالادیوم استات Pd(OAc)<sub>2</sub> سنتز گردید. ساختار نانو کاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd با چندین تکنیک، شامل FT-IR، SEM، TEM، ICP تایید و اثبات شد. کاربرد این نانو کاتالیست جدید در واکنش هک مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که این کاتالیزور بخوبی قادر به انجام واکنش هک است و محصولات با راندمان خوب به دست آمدند.



جدول ۱. مشتقات واکنش هک از واکنش آلکنها (۱/۵ میلی مول)، آریل هالیدها (۱ میلی مول)، پتاسیم کربنات (۲ میلی مول)، کاتالیزور GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd (۰.۰۷ گرم)، در آب (۱۰ میلی لیتر) و تحت شرایط رفلکس

Entry	X	Y	R	R'	Product	Time (h)	Isolated Yield (%)	M.P. (°C)	
								Find	Reported
1	Br	H	H	Ph	<p>3a</p> 	3	90	120-122	<b>120-122</b> [14]
2	Br	H	H	CO <sub>2</sub> Bu	<p>3b</p> 	4	89	Oil	<b>Oil</b> [15]
3	Br	H	Me	CO <sub>2</sub> Me	<p>3c</p> 	5	83	Oil	<b>Oil</b> [16]
4	Cl	CH <sub>3</sub>	H	Ph	<p>3d</p> 	3	82	114-117	<b>114-117</b> [14]
5	Cl	CH <sub>3</sub>	H	CO <sub>2</sub> Bu	<p>3e</p> 	5	80	Oil	<b>Oil</b> [16]

## ۵. مراجع

- [1] Meijere, A. D., Diederich, F. *Weinheim*. (2004). Metal-Catalyzed Cross-Coupling Reactions, 2nd Edition, Wiley-VCH, Weinheim 3, 12.
- [2] Negishi, E. (1980). General Discussions and Organometallics of Main Group Metals in Organic Synthesis. *Organometallics in Organic Synthesis, 1*.
- [3] Crisp, G. T. (1998). Variations on a theme-recent developments on the mechanism of the Heck reaction and their implications for synthesis. *Chemical Society Review, 27*, 427-436.
- [4] Miyaura, N., Suzuki, A. (1995). Palladium-Catalyzed Cross-Coupling Reactions of Organoboron Compounds. *Chemical Review, 95*, 2457-2483.
- [5] Pignolet, L. H. (1983). *Homogeneous Catalysis with Metal Phosphine Complexes*, Plenum: New York.
- [6] Wilkes, J. S. (2002). A short history of ionic liquids-from molten salts to neoteric solvents. *Green Chemistry, 4*, 73-80.
- [7] Moritani, I., Fujiwara, Y. (1967). Aromatic substitution of styrene-palladium chloride complex. *Tetrahedron Letters, 8*, 1119-1122.
- [8] Heck, R. F. (1968). Acylation, methylation, and carboxyalkylation of olefins by Group VIII metal derivatives. *Journal of the American Chemical Society, 90*, 5518-5526.
- [9] Fitton, P., Johnson, M. P., McKeon, J. E. (1968). Oxidative additions to palladium (0). *Journal Chemical Society Chemical Communications, 6-7*.
- [10] Mizoroki, T., Mori, K., Ozaki, A. (1971). Arylation of Olefin with Aryl Iodide Catalyzed by Palladium. *Bulletin of the Chemical Society of Japan, 44*, 581.
- [11] Hummers, W. S., Offeman, R. E. (1958). Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society, 80*, 1339-1339.
- [12] Verma, S., Aila, M., Kaul, S., Jain, S. L. (2014). Immobilized oxo-vanadium Schiff base on graphene oxide as an efficient and recyclable catalyst for the epoxidation of fatty acids and esters. *RSC Advances, 4*, 30598-30604.
- [13] Su, H., Li, Z., Huo, Q., Guan, J., Kan, Q. (2014). Immobilization of transition metal ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{VO}^{2+}$  or  $\text{Cu}^{2+}$ ) Schiff base complexes onto graphene oxide as efficient and recyclable catalysts for epoxidation of styrene. *RSC Advances, 4*, 9990-9996.
- [14] Jiang, W. Q.; An, L. T.; Zou, J. P. (2008). Molybdophosphoric Acid: An Efficient Keggin-type Heteropolooacid Catalyst for the One-pot Three-Component Synthesis of 1-Amidoalkyl-2-naphthols. *Chinese Journal of Chemistry, 26*, 1697-1701.
- [15] Geim, A. K.; Novoselov, K. S. (2007). The rise of graphene. *Nature Materials, 6*, 183-191.
- [16] Geim, A. K., Kim, P. (2008). Carbon Wonderland. *Scientific American, 298*, 90-97.

## Preparation, spectroscopic studies, and catalytic evaluation of functionalized graphene oxide nanosheets (GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd) in the Heck reaction

Zahra Hoseini<sup>1</sup>, Abolghasem Davoodnia<sup>1\*</sup>, Mehdi Pordel<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Chemistry, Mashhad Branch, Islamic Azad University, Mashhad, Iran

Submitted: 25 August 2023, Revised: 10 November 2023, Accepted: 26 November 2023

### Abstract

In this research, new functionalized graphene oxide (GO) nanosheets (GO-SiC<sub>3</sub>-N-Pd) was prepared by grafting of 3-aminopropyltriethoxysilane (APTS) on GO nanosheets followed by condensation with 2-hydroxybenzaldehyde and finally reaction with palladium acetate (Pd(OAc)<sub>2</sub>) and characterized using several spectroscopic techniques including Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy, field emission scanning electron microscopy (FESEM), transmission electron microscopy (TEM), and inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES). The activity of the prepared nanomaterial was evaluated in Heck cross-coupling reaction. The results demonstrated a significant catalytic performance of the catalyst for this reaction in water, giving high yields of the products over good reaction times. In addition, the nanocatalyst could be easily recovered from the reaction mixture and reused many times with no significant loss of its catalytic activity.

**Keywords:** Functionalized graphene oxide nanosheets, spectroscopy, Heck reaction.

\*Corresponding author : Abolghasem Davoodnia

Address: Department of Chemistry, Mashhad Branch, Islamic Azad University, Mashhad, Iran

Tel: 05138435000

E-mail: adavoodnia@yahoo.com