

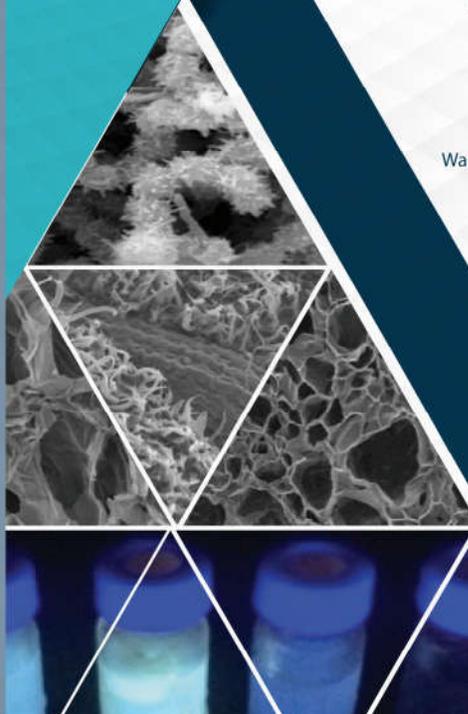


SIRI PENYELIDIKAN

KIMIA 2017

- Nurul Izzaty Hassan ●
- Nurul Huda Abd Karim ●
- Nur Hasyareeda Hassan ●
- Siti Fairus Mohd Yusoff ●
- Nurfaizah Abu Tahrim ●
- Rizafizah Othaman ●
- Azizah Baharum ●
- Suria Ramli ●
- Teh Lee Peng ●
- Wan Nur Aini Wan Mokhtar ●

SIRI PENYELIDIKAN SAINS KIMIA 2017



DITERBITKAN OLEH
FAKULTI SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITI KEBANGSAAN MALAYSIA

ISBN 978-967-10417-9-6



Nurul Izzaty Hassan • Nurul Huda Abd Karim
• Nur Hasyareeda Hassan • Siti Fairus Mohd
Yusoff • Nurfaizah Abu Tahrim • Rizafizah
Othaman • Azizah Baharum • Suria Ramli •
Teh Lee Peng • Wan Nur Aini Wan Mokhtar
Penyunting

Siri Penyelidikan Kimia 2017

Diterbitkan oleh
Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia

Nurul Izzaty Hassan
drizz@ukm.edu.my

Rizafizah Othaman
rizafizah@ukm.edu.my

Nurul Huda Abd Karim
nurulhuda@ukm.edu.my

Azizah Baharum
azeiss@ukm.edu.my

Nur Hasyareeda Hassan
syareeda@ukm.edu.my

Suria Ramli
su_ramli@ukm.edu.my

Siti Fairus Mohd Yusoff
sitifairus@ukm.edu.my

Teh Lee Peng
lpteh@ukm.edu.my

Nurfaizah Abu Tahrim
nfaizah@ukm.edu.my

Wan Nur Aini Wan Mokhtar
wannurainiwm@ukm.edu.my

Pusat Pengajian Sains Kimia & Teknologi Makanan
Fakulti Sains dan Teknologi,
Universiti Kebangsaan Malaysia, Bangi 43600, Selangor, Malaysia

Hak Cipta Universiti Kebangsaan Malaysia / *Copyright* Universiti Kebangsaan
Malaysia

Hak cipta terpelihara. Tiada bahagian daripada penerbitan ini boleh diterbitkan semula, disimpan untuk pengeluaran atau ditukarkan ke dalam sebarang bentuk atau dengan sebarang alat juga pun, sama ada dengan cara elektronik, gambar serta rakaman dan sebagainya tanpa kebenaran bertulis daripada Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia terlebih dahulu.

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced or transmitted in any form or by any means, electronic or mechanical including photocopy, recording or any information storage and retrieval system, without permission in writing from Faculty of Science and Technology, Universiti Kebangsaan Malaysia.

Diterbitkan di Malaysia oleh / *Published in Malaysia by*
Fakulti Sains dan Teknologi
Universiti Kebangsaan Malaysia, 43600 Bangi, Selangor, Malaysia

Dicetak di Malaysia oleh/ *Printed in Malaysia by*
Penerbit Universiti Kebangsaan Malaysia,
43600 Bangi, Selangor, Malaysia

ISBN 978-967-10417-9-6

KANDUNGAN

Bahagian 1	Siri Penyelidikan Kimia	Halaman
1	Penapis Air Berasaskan Resin Asid Polohidroksamik dan Kegunaannya Bagi Merawat Air Alur Ilmu, UKM <i>Noor Amiera Lyana Yusoff dan Yang Farina Abdul Aziz</i>	2
2	Sintesis Sebatian Terbitan Tiourea dan Kajian Pengikatan dengan Logam Terpilih serta Kajian Antibakteria <i>Nur Syifa' Mohd Ariffin, Ahmad Tajudin Abdul Rahman, Fatimatul Akma Awang Ngah & Siti Aishah Hasbullah</i>	7
3	Metabolit Sekunder daripada Bakteria Endofit <i>Streptomyces kebangsaanensis</i> yang Dikultur dalam Media Kaldu Nutrien Termodifikasi <i>Nur Aida Arasid dan Jalifah Latip</i>	12
4	Penghasilan Hidrogel Polietilena Glikol (PEG) yang Diperkuat dengan Selulosa Nanohablur (CNC) daripada Sekam Padi <i>Mohd Syamsyir Abd Rahman dan Azwani Shah Mat Lazim</i>	16
5	Sintesis Sebatian Tripodal Tiourea dan Kajian Pengikatan dengan Logam Terpilih Serta Kajian Antibakteria <i>Ahmad Tajudin Abdul Rahman, Nur Syifa' Mohd Ariffin, Sheryn Wong & Siti Aishah Hasbullah</i>	21
6	Sintesis Kopolimer Poli(Etilena Glikol)-Poli(Propilena Glikol) dan Aplikasinya Dalam Pengecat Kuku Komersial <i>Piryashnee Tharmaraja, Afifah Muhamad Sidik & Farah Hannan Anuar</i>	26
7	Prestasi Penjerapan Hidrogel Berasaskan Kanji Amfoterik terhadap Pewarna <i>Nurul Husna Aminudin, Elmi Sharlina Md Suhaimi & Wan Yaacob Wan Ahmad</i>	30
8	Sintesis dan Pencirian Kompleks Bis-Zink(II) Salfen dengan Kumpulan Penukar Ganti Nitro dan Kajian Interaksi dengan DNA G-kuadrupleks <i>Nur Izzati Adam dan Nurul Huda Abd Karim</i>	34
9	Prestasi Penjerapan Hidrogel Berasaskan Kanji Asli dan Kanji Anionik terhadap Pewarna <i>Muhamad Harith Roslay, Elmi Sharlina Md Suhaimi & Wan Yaacob Wan Ahmad</i>	39

10	Kesan Ammonium Nitrat Terhadap Sifat Elektrokimia Elektrolit Polimer Cecair berasaskan <i>Kappa</i> Karrageenaan <i>Jivita Darshini Sinniah dan Nadhratun Naiim Mobarak</i>	44
11	Penyediaan Kopolimer Poli(etilena glikol) dan Poli(propilena glikol) (PEG-PPG) dan Aplikasinya dalam Maskara Komersial <i>Wan Nur Amalina Mior Ahmad Sabri, Afifah Muhamad Sidik & Farah Hannan Anuar</i>	48
12	Kejayaan Program <i>River Of Life (ROL)</i> Bagi Meningkatkan Kualiti Air Sungai Klang <i>Nur Syahirah Mydin dan Md Pauzi Abdullah</i>	52
13	Analisis Air Bawah Tanah di Bukit Unggul, Sepang <i>Fatin Fakhira Abdullah & Nurfaizah Abu Tahrir</i>	57
14	Sebatian Fenolik daripada Kelopak Roselle (<i>Hibiscus sabdariffa</i> L.) <i>Mohd. Faridzuan Bin Majid dan Jalifah Binti Latip</i>	61
15	Taut Silang Ke Atas Getah Asli Cecair dan Getah Asli Cecair Terhidroksil Dengan Asid Poliakrilik <i>Yap Chuan Hui dan Siti Fairus M. Yusoff</i>	65
16	Sintesis, Pencirian dan Kajian Pemangkinan Sebatian Makrosiklik Tetraaza dalam Bahan Mesoliang MCM-41 <i>Nur Adibah Mohamed@Mohd Ghazali dan Siti Fairus M. Yusoff</i>	70
17	Kajian Kandungan Logam Berat dan Ciri Fiziko-Kimia Tanah di Sekolah Kiblah, Bukit Unggul <i>Nor Marlyana Mohd Rosli dan Nurfaizah Abu Tahrir</i>	75
18	Sintesis, Pencirian dan Pengkompleksan Sebatian Tiosemikarbazon dengan Logam Kuprum <i>Syawal Mohd Yusof dan Siti Fairus M. Yusoff</i>	79
19	Sintesis Poli(Asid Hidroksamik) dan Rawatan Air Efluen di Bukit Puteri, UKM <i>Seratul Jemiah Abdul Rani dan Yang Farina Abdul Aziz</i>	83
20	Kajian Pengaruh Kumpulan Tertukar Ganti Terhadap Penghasilan Ligan (4-Metoksibenzlidena)Anilina dan Ligan (4-Metoksibenzalidena)-3-Nitroanilina <i>Nurul Hidayanti Mohd Razali dan Mohammad B. Kassim</i>	88
21	Pengaruh Kumpulan Penukar Ganti Anilina Terhadap	92

	Tindak Balas Pembentukan Ligan <i>N</i> -(Benzilidenafenil)amina <i>Nurul Azlen Nordin dan Mohammad B. Kassim</i>	
22	Sintesis dan Pencirian Kompleks Zink(II) Salfen dan Kajian Awal Interaksi dengan Histamina <i>Nurul Asyikin Badir Noon Zaman dan Nurul Huda Abd. Karim</i>	96
23	Analisis Sebatian Asid Oksalik dan Glisina dalam <i>Averrhoa bilimbi</i> dan <i>Averrhoa carambola</i> <i>Asrina Roslan dan Mukram Mohamed Mackeen</i>	100
24	Kompleks Bis-Zink(II) Salfen dengan Kumpulan Penukarganti Kloro dan Kajian Awal Interaksi dengan DNA G-Kuadrupleks <i>Ganesh Loganathan dan Nurul Huda Abdul Karim</i>	104
25	Analisis beberapa Jenis Ekstrak daripada Kulit Buah Manggis <i>Garcinia mangostana</i> untuk Sebatian Glikosida <i>Haida Hahan dan Mukram Mohamed Mackeen</i>	109
26	Sintesis Terbitan Hibrid 4-Aminoquinolina-Maleimida sebagai Agen Antimalaria <i>Mohd Hafizul Anuar, Muhd Hanis Md Idris, Low Chen Fei & Nurul Izzaty Hassan</i>	113
27	Penentuan Akrilamida di dalam Roti Bakar dengan Kaedah Spektrofotometri <i>Muhammad Nurnauffal dan Lee Yook Heng</i>	118
28	Sintesis Sebatian Oksaspirosiklik Melalui Pendekatan Oksigen Singlet <i>Nurfarahin Rosli, Jalifah Latip & Nurul Izzaty Hassan</i>	122
29	Sebatian Kimia daripada <i>Clinacanthus Nutans</i> yang Diproses secara Pengeringan Sejuk Beku <i>Chow Yee Shian dan Jalifah Binti Latip</i>	127
30	Penentuan Akrilamida dalam Biskut Kraker <i>Nur Shahira Ahmad Shukri dan Lee Yook Heng</i>	132
31	Sintesis dan Pencirian 5-bromo-10,20-diheksilporfirin sebagai Bahan Pemula Blok Pembinaan Agen Penuaian Cahaya <i>Joseph Tading, Nuur Haziqah Radzuan & Muntaz Abu Bakar</i>	136
32	Pencirian Perencatan Sebatian Asid Hidroksisitrik Terhadap Enzim α -Glukosidase	140

Sintesis, Pencirian dan Kajian Pemangkinan Sebatian Makrosiklik Tetraaza dalam Bahan Mesoliang MCM-41

Nur Adibah Mohamed@Mohd Ghazali & Siti Fairus M. Yusoff*

Program Kimia, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia

**mel-e: sitifairus@ukm.edu.my*

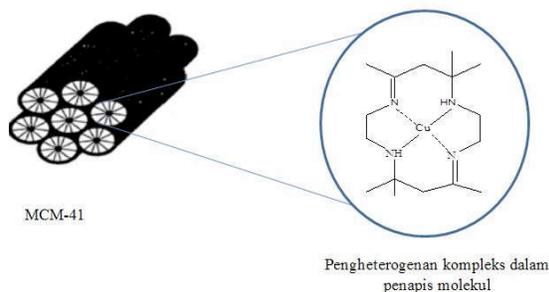
Pengenalan

Makrosiklik merupakan sebatian kimia yang boleh diperolehi secara semula jadi atau melalui sintesis. Reka bentuk dan kajian logam yang mengandungi makromolekul merupakan satu bidang penyelidikan yang sangat aktif dan berkembang pesat. Justeru bidang ini telah menarik perhatian ramai para saintis terutamanya dalam bidang kimia pemangkin, kimia dan supramolekular kimia. Pada tahun 1960, Curtis dan House telah menjalankan kajian terawal mengenai struktur ligan makrosiklik. Mereka menghasilkan makrosiklik tetraaza ini daripada tindakbalas logam peralihan diamina $[\text{Ni}(\text{en})_3]^{2+}$ dengan aseton dalam tindak balas kondensasi. Menurut para penyelidik, sebatian makrosiklik tetraaza ini telah memberi banyak sumbangan dalam bidang farmakologi, aktiviti fisiologi, peranan mereka dalam molekul proses, pembangunan ubat-ubatan serta kegunaan dalam pelbagai aplikasi pemangkin (Preeti J., Vandna S. dan Rajni S. 2016).

Logam peralihan seperti kuprum (Cu), nikel (Ni), vanadium (V), dan ferum (Fe) boleh bertindak sebagai pemangkin sendiri, Namun, logam ini menunjukkan aktiviti pemangkin hanya apabila mereka berada dalam bentuk tulen 100%. Logam tulen seperti platinum (Pt) merupakan logam yang sangat mahal. Malah, logam-logam ini mempunyai potensi yang lebih tinggi untuk menjalani proses pengoksidaan. Hal ini boleh mengubah sifat-sifat permukaan. Habuk, kelembapan dan perubahan suhu secara langsung akan mempengaruhi aktiviti pemangkin logam. Namun, kelemahan logam ini boleh diatasi sekiranya menggunakan logam yang membentuk ikatan dengan makrosiklik (Peiris 2015).

Sejak akhir-akhir ini, keperluan untuk menghasilkan pemangkin yang lebih baik semakin berkembang. Hal ini kerana kebimbangan terhadap masalah alam sekitar yang disebabkan oleh bahan buangan produk sampingan serta masalah ekonomi yang semakin meningkat. Pemangkin homogen menghasilkan sejumlah besar produk yang tidak diinginkan yang boleh menyebabkan masalah yang serius kepada alam sekitar (A.K Chandrakar et al. 2015). Pengheterogenan kompleks makrosiklik tetraaza dianggap lebih baik disebabkan sifatnya yang boleh diguna semula, mesra alam, dan melibatkan kos yang rendah.

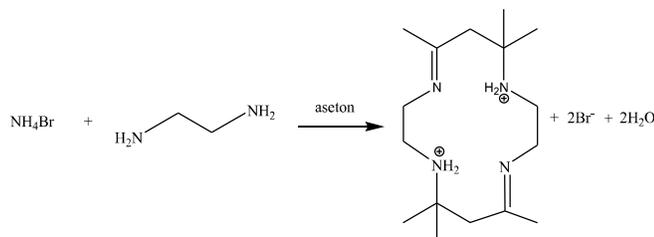
Pada tahun-tahun yang lalu, kebanyakan kajian telah menggunakan bahan MCM-41 sebagai bahan penyokong. Oleh kerana struktur yang mudah, MCM-41 digunakan sebagai bahan model untuk kajian jerapan. Dinding MCM-41 mempunyai kumpulan silanol (Si-O-H) dan siloksana (Si-O-Si). Hal ini membolehkan MCM-41 bertindak sebagai bahan penjerapan molekul (Vallet-Regi et al. 2001). Dalam kajian ini, ligan makrosiklik tetraaza disintesis dan dikoordinatkan dengan logam kuprum. Pengkompleksan ligan makrosiklik ini didapati mempunyai sifat aktiviti dan selektiviti pemangkin yang baik sama ada dalam sistem homogen dan heterogen bagi pelbagai bentuk tindakbalas kimia. Namun, pengkompleksan ligan makrosiklik dalam bentuk homogen akan meningkatkan kos terutamanya apabila melibatkan industri dan mempunyai masalah dalam pengasingan produk. Oleh yang demikian, dalam kajian ini pengheterogenan kompleks akan dilakukan melalui penjerapan pada penyokong pepejal bahan mesoliang (MCM-41) (Rajah 1). Kemudian pengheterogenan kompleks makrosiklik tetraaza yang terhasil telah diuji melalui tindak balas pengoksidaan benzil alkohol.



Rajah 1. Pengheterogenan kompleks makrosiklik tetraaza bromida dengan logam kuprum pada penyokong MCM-41

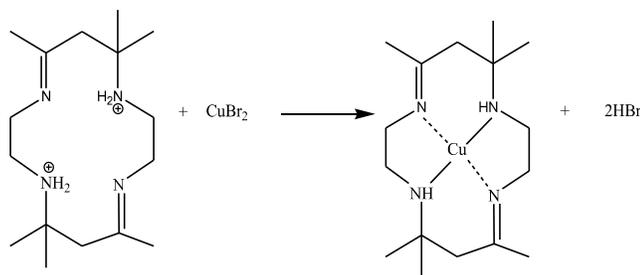
Pendekatan dan Hasil Kajian

Pada awal kajian, garam makrosiklik tetraaza disintesis melalui tindakbalas antara ammonium bromida dan etilenadiamina (Rajah 2). Kemudian, ligan yang terbentuk digunakan untuk tindakbalas pengkompleksan dengan logam kuprum.



Rajah 2. Sintesis ligan makrosiklik tetraaza

Kompleks makrosiklik tetraaza bromida disintesis melalui tindakbalas antara ligan makrosiklik tetraaza bromida dengan kuprum (II) bromida pada nisbah molar 1:1 (Rajah 3). Didapati warna kompleks yang terhasil berwarna ungu.



Rajah 3. Sintesis kompleks makrosiklik tetraaza dengan logam kuprum

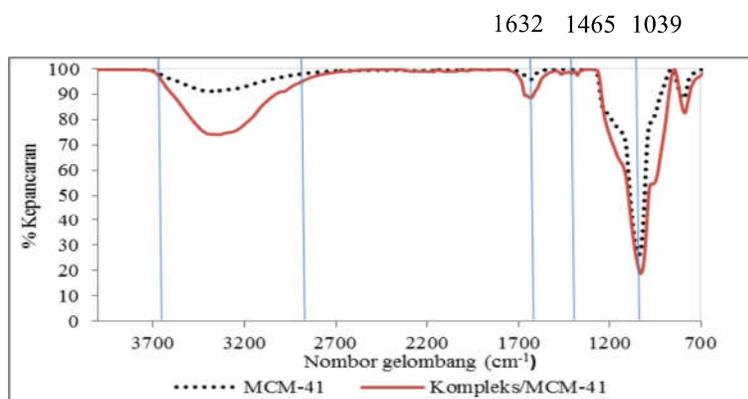
Pencirian terhadap ligan dan kompleks tetraaza bromida kuprum ini dilakukan menggunakan Spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) (Jadual 1). Hasil yang diperoleh menunjukkan nilai regangan penting yang menunjukkan kumpulan berfungsi bagi C=N, C-H, N-H dan C-N. Didapati nombor gelombang bagi kumpulan berfungsi N-H bagi kompleks makrosiklik tetraaza ialah 3158 cm^{-1} , iaitu mempunyai nilai regangan yang lebih rendah berbanding puncak N-H pada ligan makrosiklik tetraaza. Perubahan frekuensi ini membuktikan pengkompleksan telah berlaku.

Jadual 1. Nilai regangan FTIR bagi ligan dan kompleks makrosiklik tetraaza

Kumpulan berfungsi	Ligan (cm ⁻¹)	Kompleks (cm ⁻¹)
N-H	3400	3158
C-H	2973	2970
C=N	1664	1661
C-N	1224	1247

Seterusnya, hasil daripada tindakbalas sintesis kompleks makrosiklik tetraaza dengan logam kuprum digunakan untuk dijerapkan pada penyokong MCM-41. Sampel MCM-41 dicampur dengan kompleks makrosiklik tetraaza kuprum dalam nisbah 2:1. Jisim kompleks makrosiklik tetraaza adalah dua kali lebih besar daripada jisim MCM-41. Campuran tersebut dilarutkan di dalam 50 ml metanol dan kemudian direfluks selama 8 jam (Sun H, Batter F, Frei H 1996). Hasil yang diperolehi dituras dan diekstrak bersama metanol menggunakan peralatan pengekstrak Soxhlet untuk menyingkirkan kompleks yang tidak bertindak balas. Sebatian yang terhasil dikeringkan pada suhu bilik selama semalaman. Serbuk yang terhasil daripada tindak balas ini berwarna pink dan dicirikan menggunakan FTIR dan UV-Vis.

Daripada data analisis, kompleks tetraaza berjaya dijerapkan pada bahan MCM-41. Spektrum bagi MCM-41 dan kompleks/MCM-41 (Rajah 4) didominasi oleh nilai regangan MCM-41 iaitu pada julat 3700-3300 cm⁻¹ disebabkan oleh nilai regangan hidroksil (OH) pada kumpulan silanol (Si-OH). Nilai regangan pada 1039 cm⁻¹ bagi kedua-dua spektrum merujuk kehadiran kumpulan berfungsi Si-O-Si dan nilai regangan pada 1630 cm⁻¹ merujuk kepada H₂O yang terdapat pada penyokong MCM-41 (Raji et al. 2015). Daripada nilai nombor gelombang ini, tiada anjakan regangan yang berlaku pada sekitar 1039 cm⁻¹. Hal ini menunjukkan bahawa rangka MCM-41 kekal setelah proses pengheterogenan. Bagi mengetahui kehadiran kompleks dalam MCM-41, kedua-dua spektrum MCM-41 dan kompleks/MCM-41 dibandingkan. Keamatan baru yang wujud pada spektrum kompleks/MCM-41 pada julat 1200-1620 cm⁻¹ menunjukkan pengkompleksan pada MCM-41 berjaya dilakukan (Salavati-Niasari 2005).



Rajah 4. Spektrum FTIR bagi MCM-41 dan kompleks/MCM-41

Analisis menggunakan spektrofotometri ultraembayung boleh nampak kepantulan baur telah dijalankan pada dua sampel iaitu sampel MCM-41 dan kompleks/MCM-41. Spektrum MCM-41 menunjukkan sedikit atau tiada serapan dalam julat 200 – 600 nm (Huo, Ouyang, & Yang 2014). Manakala spektrum kompleks/MCM-41, berlaku serapan pada

panjang gelombang 316 nm menunjukkan kehadiran kromofor azometin (C=N) disebabkan berlakunya peralihan elektron $\pi \rightarrow \pi^*$. Seterusnya, wujud nilai serapan pada panjang gelombang 574 nm menunjukkan peralihan elektron $d \rightarrow d$ bagi logam kuprum dalam kompleks makrosiklik. Hal ini menunjukkan pengheterogenan kompleks pada penyokong MCM-41 telah berjaya dilakukan.

Bagi mencapai objektif kajian, tindak balas pemangkinan terhadap kompleks kuprum tetraaza bromida/MCM-41 telah dijalankan terhadap pengoksidaan benzil alkohol dengan menggunakan hidrogen peroksida (H_2O_2) sebagai bahan oksidan. Tindakbalas ini dijalankan selama 3 jam pada suhu 70 °C. Sebanyak 20 mg pemangkin dimasukkan ke dalam larutan. Aktiviti pemangkinan dijalankan ke atas dua sampel iaitu kompleks makrosiklik tetraaza dan kompleks/MCM-41. Hasil utama tindak balas ini ialah benzaldehid manakala asid benzoik sebagai produk sampingan. Hasil pengoksidaan dicirikan menggunakan kromatografi gas. Berdasarkan data kromatogram yang diperolehi (Jadual 2), pengoksidaan menggunakan pemangkin homogen menghasilkan peratusan benzaldehid sebanyak 77% manakala pemangkin heterogen menghasilkan 73% benzaldehid. Walau bagaimanapun, pemangkin heterogen telah digunakan sebanyak tiga kali. Ketiga-tiga kitaran pemangkin menunjukkan peratus hasil benzaldehid yang tinggi. Pengoksidaan menggunakan kitaran kedua dan ketiga menghasilkan peratus benzaldehid yang lebih rendah berbanding kitaran yang pertama.

Jadual 2. Data kromatografi gas

Pemangkin	Benzaldehid(%)	Asid benzoik (%)
Kompleks tetraaza	77	23
Kompleks/MCM-41	73	26
Kitaran 2	68	32
Kitaran 3	67	33

Sebagai kesimpulan, melalui data analisis yang diperolehi, kompleks makrosiklik tetraaza serta penjerapan kompleks logam kuprum makrosiklik tetraaza pada penyokong MCM-41 berjaya dilakukan. Peratus benzaldehid menggunakan pemangkin homogen lebih tinggi berbanding menggunakan pemangkin heterogen. Di samping itu, pemangkin heterogen telah digunakan berulang kali untuk melihat pemilihan produk. Kitaran kedua dan ketiga menghasilkan peratus benzaldehid yang lebih rendah berbanding kitaran pertama.

Penghargaan

Penulis ingin merakamkan penghargaan kepada semua pihak yang terlibat atas sokongan dana melalui geran penyelidikan FRGS/1/2016/STG01/UKM/02/4, biasiswa dari Jabatan Perkhidmatan Awam, Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan, Fakulti Sains dan Teknologi dan Pusat Pengurusan Penyelidikan dan Instrumentasi (CRIM), Universiti Kebangsaan Malaysia (UKM).

Rujukan

- Curtis, N. F. 1960. Transition-Metal Complexes with Aliphatic Schiff Bases. Part I. Nickel(II) Complexes with N-Isopropylidene-Ethylenediamine Schiff Bases. *Journal of the Chemical Society* (0): 4409-4413.
- Huo, C., Ouyang, J., & Yang, H. 2014. CuO Nanoparticles Encapsulated Inside Al-MCM-41 Mesoporous Materials via Direct Synthetic Route. *Soft Materials Chemistry* 4:1-9.

- Preeti Jain, Vandna Singh, Rajni Singh. 2016. Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity Of Zn (II) Tetraaza Macrocyclic Complexes. *Global Journal for Research Analysis* 5:298-300.
- Prakash, N. B. 2014. Synthesis and Studies of Tetraaza Macrocyclic Complexes of Transition Metal Ions. *Scholarly Journal of Physical and Applied Chemistry* 1:17-21.
- Salavati-Niasari, M. 2005. Nanoscale Microreactor-Encapsulation 14-Membered Nickel(II) Hexamethyl Tetraaza: Synthesis, Characterization and Catalytic Activity. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 229(1-2): 159-164.
- Vallet-Regi, M., Rámila, A., Del Real, R. P., & Pérez-Pariente, J. 2001. A new property of MCM-41: Drug delivery system. *Chemistry of Materials* 13(2): 308–311.
- Raji, F., Saraeian, A., Pakizeh, M., & Attarzadeh, F. 2015. RSC Advances Mesoporous Silica MCM-41 Modified by ZnCl₂. *RSC Advances* 5: 37066–37077.