



SIRI PENYELIDIKAN KIMIA 2017

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

SIRI PENYELIDIKAN SAINS KIMIA 2017



ISBN 978-967-10417-9-6



DITERBITKAN OLEH
FAKULTI SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITI KEBANGSAAN MALAYSIA

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

Nurul Huda Abd Karim
nurulhuda@ukm.edu.my

Nur Hasyareeda Hassan
syareeda@ukm.edu.my

Siti Fairus Mohd Yusoff
sitifairus@ukm.edu.my

Nurfaizah Abu Tahirim
nfaizah@ukm.edu.my

Rizafizah Othaman
rizafizah@ukm.edu.my

Azizah Baharum
azeiss@ukm.edu.my

Suria Ramli
su_ramli@ukm.edu.my

Teh Lee Peng
lpteh@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

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-kuadruleks <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 Karrageenaan</i> <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 Tahirim</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 Terhidrosil 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 Tahirim</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 iv	92

	Tindak Balas Pembentukan Ligan N-(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>Ganesha 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 Nurnaufal 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 Clinacanthus Nutans 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 Penuaan Cahaya <i>Joseph Tading, Nuur Haziqah Radzuan & Muntaz Abu Bakar</i>	136
32	Pencirian Perencutan Sebatian Asid Hidroksisitrik Terhadap Enzim α -Glukosidase	140

Sintesis, Pencirian dan Pengkompleksan Sebatian Tiosemikarbazon dengan Logam Kuprum

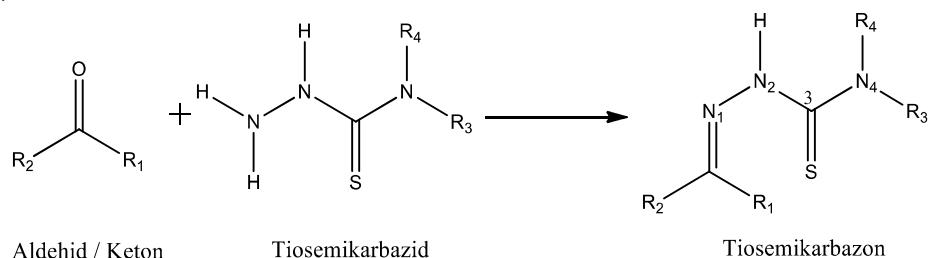
Syawal Mohd Yusof & Siti Fairus M. Yusoff*

Program Kimia, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia

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

Pengenalan

Sebatian tiosemikarbazon ialah ligan multi-penderma yang mempunyai lebih dari dua atom penderma yang terdiri daripada nitrogen dan sulfur serta sering digunakan dalam aktiviti biological dan farmaseutikal. Ligan tiosemikarbazon mampu bertindak sebagai agen pembawa dan mampu mengawal kadar peralihan ion kerana kehadiran atom-atom penderma seperti atom nitrogen, oksigen atau sulfur. Disebabkan atom-atom tersebut mempunyai sifat k eelektronegatifan yang bagus, ramai penyelidik tertarik untuk mengkajinya sejak awal tahun 60an. Oleh itu, ramai pengkaji mensintesis sebatian ligan tiosemikarbazon dengan melakukan tindakbalas tiosemikarbazid dengan aldehid atau keton (Skema 1) (Islam et al. 2013).



Skema 1. Tindak balas penghasilan tiosemikarbazon

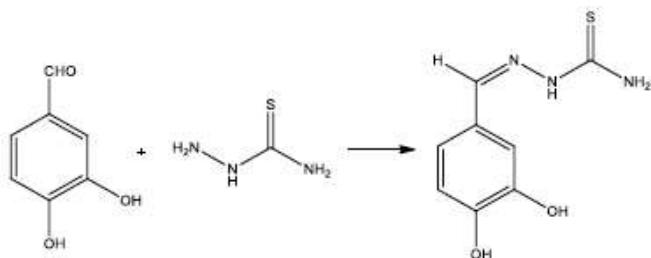
Tiosemikarbazon dikelaskan sebagai bes lembut kerana mengandungi atom penderma, S yang akan berkoordinat dengan atom pusat yang telah diulas dalam Chandra et al. 2004. Tambahan lagi dengan penambahan kumpulan penukarganti pada N₁ atau N₄ seperti piridina atau pirazina yang mempunyai atom penderma nitrogen menghasilkan ligan multidentat seterusnya berkoordinat dengan logam pusat membentuk geometri yang pelbagai. Secara ringkasnya, sifat sebatian ini yang multidentat, bersifat kebolehlenturan, mod ikatan yang pelbagai dan kebolehan membentuk ikatan hidrogen merupakan sifat utama yang menjadi faktor dalam pemilihan ligan ini dalam penghasilan kimia koordinatan kompleks.

Pengkompleksan ligan tiosemikarbazon dengan logam peralihan menjadi tumpuan dalam bidang kimia dan biologi sejak dahulu lagi kerana mampu mengesan kehadiran ion, menjadi agen pembawa ion, mempunyai ikatan logam sangat kuat kerana kehadiran atom nitrogen dan sulfur (Khan et al. 2014) dan keunikan struktur yang juga merupakan sebatian bes Schiff.

Kaedah pencirian sebatian tiosemikarbazon yang digunakan ialah spektroskopi inframerah, resonans magnet nukleus, ultralembayung boleh nampak, dan momen magnet. Bagi sebatian yang berjaya membentuk hablur kaedah paling utama digunakan adalah krsitalografi sinar-x. Spektroskopi inframerah dapat menunjukkan maklumat dalam pembentukan tiosemikarbazon dan juga kompleks dari segi kumpulan berfungsi yang terbentuk atau hilang.

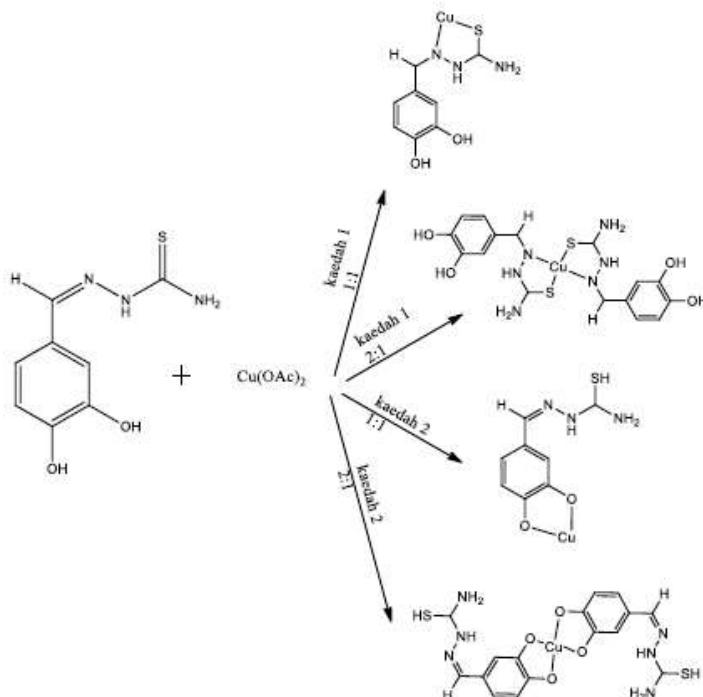
Pendekatan dan Hasil Kajian

Ligan tiosemikarbazon disintesis dengan tindakbalas kondensasi antara 3,4-dihidroksida benzaldehid dengan tiosemikarbazid dalam larutan etanol (Skema 2) (Xinde Zhu et al. 1997). Ligan bes Schiff tiosemikarbazon yang terhasil bewarna kuning kemerahan dan hablur berbentuk seperti silinder. Takat lebur bagi ligan bebas ini ialah sekitar 165-168 °C. Hablur yang diperolehi di analisis menggunakan FTIR, ^1H dan ^{13}C NMR, UV-Vis dan hablur tunggal Sinar-X.



Skema 2. Tindak balas bagi menghasilkan ligan tiosemikarbazon

Sebatian ligan bebas yang diperoleh telah digunakan untuk mensintesis kompleks tiosemikarbazon di mana nisbah ion logam dan pelarut yang berbeza (skema 3). Sebatian kompleks yang terhasil juga boleh berbentuk sama ada dalam keadaan mendakan atau larutan. Sebatian kompleks ini telah dilakukan pencirian dengan kaedah spektroskopi ultralembayung boleh nampak (UV-Vis), spektroskopi inframerah (FTIR), ujian kecenderungan magnet dan ujian takat lebur.



Skema 3. Kaedah tindakbalas dan jangkaan kompleks yang terhasil

Habur ligan tiosemikarbazon adalah berwarna kuning kemerahan didapati mempunyai sistem triklinik, kumpulan ruang P1, $a = 10.712(4)$, $b = 11.856(5)$, $c = 12.373(4)$, dan $\alpha = 111.65(3)$, $\beta = 103.97(4)$ dan $\gamma = 90.86(3)$. Rajah 4.5 merupakan lakaran ORTEP bagi struktur ligan tiosemikarbazon dalam bentuk tion tautomer. Spektrum RMN ^1H dan ^{13}C bagi ligan tiosemikarbazon dalam pelarut DMSO terdeuterat dalam Jadual 1 dan 2.

Jadual 1. Spektrum RMN ^1H bagi ligan tiosemikarbazon

	NH	NH_2	C=N	C-H aromatik	OH	OH
Ligan tiosemikarbazon	8.067	11.229	7.882	7.175-6.739	9.513	9.002

Jadual 2. Spektrum RMN ^{13}C bagi ligan tiosemikarbazon

	C=S	C=N	aromatik
Ligan tiosemikarbazon	177.733	148.174	114.102– 145.213

Spektrum inframerah bagi sebatian kompleks direkodkan pada julat antara 600-4000 cm^{-1} (Joseph et al. 2006). Beberapa nombor gelombang bagi regangan yang penting dalam pencirian sebatian ini dipaparkan dalam Jadual 3.

Jadual 3. Spektrum FTIR bagi sebatian tiosemikarbazon

Sebatian	Nombor gelombang (cm^{-1})				
	v (C=N)	v (C-S)	v (N-H)	v (C=S)	v (C-N)
Ligan	1591	-	3446	1272	1123
K 1	1601	-	3326	1295	1140
K 2	1586	702	3256	1285	1127
K 3	1590	699	3321	1286	1116
K 4	1586	695	3286	1279	1123

Spektrum UV-Vis bagi sebatian tiosemikarbazon telah diukur pada julat antara 200-800 nm dengan menggunakan pelarut dimetilsulfoksida (DMSO) jadual .Setiap puncak serapan yang terhasil mewakili setiap peralihan elektron yang berlaku dalam orbital kompleks tersebut. Jadual 4 memaparkan data serapan UL-BN bagi sebatian tiosemikarbazon.

Jadual 4. Spektrum UL-BN bagi sebatian tiosemikarbazon

Sebatian tiosemikarbazon	Panjang gelombang (nm)	Peralihan elektronik
Ligan tiosemikarbazon	260	$\pi \rightarrow \pi^*$
	338	$n \rightarrow \pi^*$
	-	$d \leftrightarrow d$
1	249	$\pi \rightarrow \pi^*$
	345	$n \rightarrow \pi^*$
	-	$d \leftrightarrow d$
2	255	$\pi \rightarrow \pi^*$
	345	$n \rightarrow \pi^*$
	520	$d \leftrightarrow d$

3	240	$\pi \rightarrow \pi^*$
	340	$n \rightarrow \pi^*$
	525	$d \leftrightarrow d$
4	250	$\pi \rightarrow \pi^*$
	343	$n \rightarrow \pi^*$
	535	$d \leftrightarrow d$

Kesimpulan yang dapat dibuat ialah ligan yang terhasil merupakan ligan Schiff bes yang telah dibuktikan dengan tepat menggunakan krstallografi sinar x. seterusnya kompleks yang terhasil dapat ditentukan dengan menggunakan spektroskopi UL-BN dan FTIR. Kemunculan puncak pada 350-600 nm yang merujuk kepada peralihan d-d.

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) atas kemudahan makmal dan analisis.

Rujukan

- Chandra, S & Kumar, U. 2004. Spectroscopic characterization pf copper(II) complexes of ondoxyl N(4)-methyl thiosemicarbazone of heterocyclic ketone. *Spectrochimica Acta Part A* 60: 2825-2829.
- Joseph, M., Suni, V., Kurup, M. R. P., Nethaji, M., Kishore, A & Bhat, S. G. 2004. Stuctural, spectral and antimicrobial studies of copper(II) complexes of 2-benzoylpyridine N(4)-phenyl thiosemicarbazone. *Polyhedron* 25: 3069-3080.
- Khan, S. A., Asiri, A. M., Al-amry, K. & Malik, M. A. 2014. Synthesis, Characterization, Electrochemical Studies, and In Vitro Antibacterial Activity of Novel Thiosemicarbazone and Its Cu (II), Ni (II), and Co (II) Complexes. *The Scientific World Journal*, 2014: 592375. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/592375>
- Islam, M., Hossain, D., Mondal, P., Tuhina, K., Roy, A. S., Mondal, S. & Mobarak, M. 2011. Synthesis, characterization, and catalytic activity of a polymer-supported copper(II) complex with a thiosemicarbazone ligand. *Transition Metal Chemistry*, 33: 223-230.
- Xinde Zhu, Chenggang Wang, Zhiping Lu and Yuanlin Dang. 1997. Synthesis, characterization and biological activity of the Schiff base derived from 3,4-dihydroxybenzaldehyde and thiosemicbazide, and its complexes with nickel(II) and iron(II). *Transition Metal Chemistry*, 22: 9-13.