





1100092622

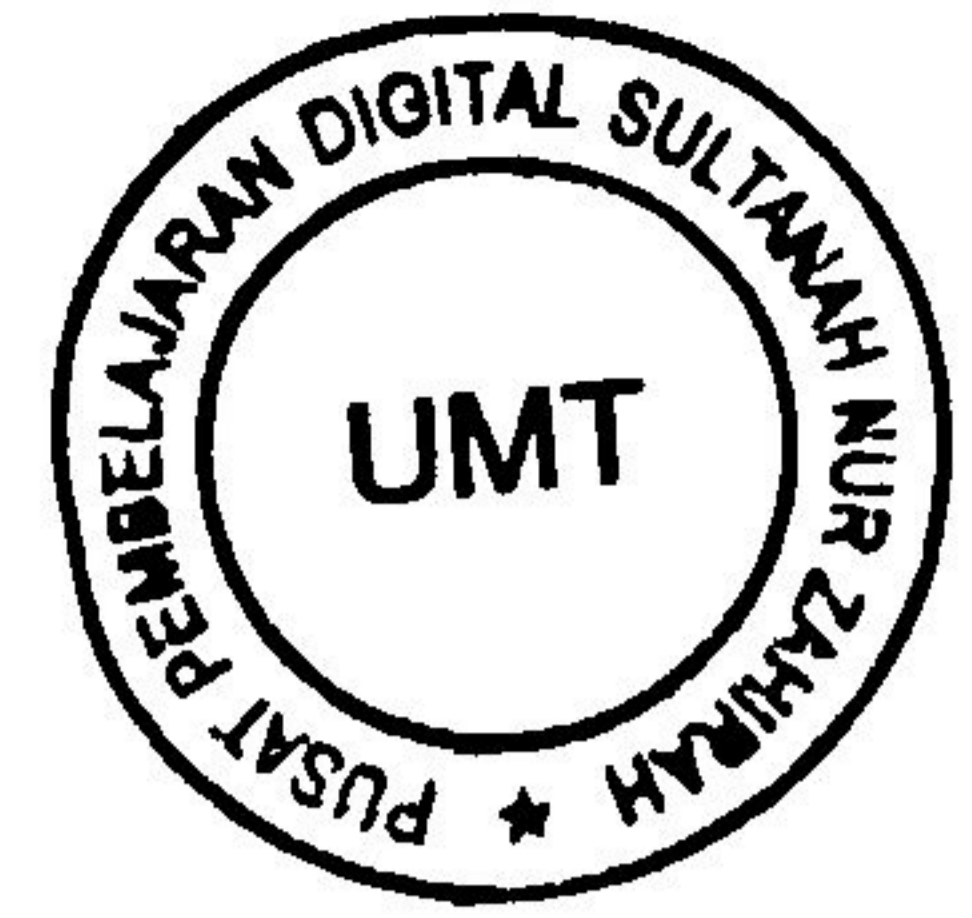
tesis

QK 495 .V48 M6 2014



1100092632

Synthesis, characterization and theoretical evaluation of  
phydylacyl thiourea derivatives as chemosensors for copper (ii)  
ion / Mohd Faizuddin Abu Hasan.



PUSAT PEMBELAJARAN DIGITAL SULTANAH NUR ZAHIRAH  
UNIVERSITI MALAYSIA TERENGGANU (UMT)  
21030 KUALA TERENGGANU

1100092622		

Lihat Sebelah

HAK MILIK  
PUSAT PEMBELAJARAN DIGITAL SULTANAH NUR ZAHIRAH

**SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND  
THEORETICAL EVALUATION OF PYRIDYL-  
ACYLTHIOUREA DERIVATIVES AS  
CHEMOSENSORS FOR  
COPPER(II) ION**

**MOHD FAIZUDDIN BIN ABU HASAN**

PERPUSTAKAAN SULTANAH NUR ZAHIRAH

**Thesis Submitted in Fulfillment of the Requirement for  
the Degree of Master of Science in the School of  
Fundamental Science  
Universiti Malaysia Terengganu**

**September 2014**



Abstract of thesis presented to the Senate of Universiti Malaysia Terengganu in fulfillment of the requirement for the degree of Master of Science.

**SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND THEORETICAL EVALUATION  
OF PYRIDYL-ACYLTHIOUREA DERIVATIVES AS CHEMOSENSORS  
FOR COPPER(II) ION**

**MOHD FAIZUDDIN BIN ABU HASAN**

**September 2014**

**Main Supervisor : Associate Professor Dr Wan Mohd Khairul Wan Mohamed Zin, Ph.D.**

**Co-Supervisor : Dr. Hafiza binti Mohamed Zuki, Ph.D.**

**School : Fundamental Science**

Recently, there are a lot of researches dealing with the development of chemosensor for toxic metal detection in water system. Molecular framework of thiourea was previously reported to possess active chelating sites, electronic conjugated system and ease of synthetic approach which opens possibility for this type of moiety to be applied as chemosensor for metal ion detection. In this study, three pyridyl-thiourea derivatives with different R substituents namely propyl (**1**), biphenyl (**2**), 3,5-dimethoxybenzene (**3**) were successfully synthesized in with yield of 62% - 89%. The synthesized compounds were characterized via typical spectroscopic and analytical techniques such as CHNS elemental analysis, infrared spectroscopy (IR), ultraviolet visible spectroscopy (UV-Vis),  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}$  nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR), X-ray diffraction (XRD) spectroscopy and thermal gravimetric analysis (TGA). The sensing ability of the compounds towards  $\text{Cu}^{2+}$  ion was determined in the interest form of solution and thin film and coated using SCS6808 spin coater. In IR analysis, all compounds exhibited important absorption bands namely  $\nu(\text{N-H})$ ,  $\nu(\text{C=O})$  and  $\nu(\text{C=S})$ . Besides that, all compounds exhibited electronic transitions of  $\pi-\pi^*$  and  $n-\pi^*$  which were contributed by several chromophores namely C=S, C=O and aromatic groups. Presence of important resonances such as NHCO and NHCS as well as C=O and C=S can be observed in  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}$  NMR analysis which proved that these compounds were successfully synthesized. In addition, all compounds exhibited high degree of crystallinity as observed in XRD analysis. Meanwhile, TGA analysis revealed **1-3** exhibited three step degradation patterns with **2** showed the highest thermal stability. The theoretical study was carried out by Gaussian 09 software to investigate binding behaviour, binding sites and the interaction energy to correlate with experimental data. In sensing application, **1** was found to be the most suitable candidate to be applied as chemosensor for detection of  $\text{Cu}^{2+}$  ion because lowest limit of detection which was  $1.06 \times 10^{-5}$  M compared to **2** and **3**. The experimental findings were in good agreement with the theoretical study. In addition,  $^1\text{H}$  NMR evaluation study proved that C=O and C=S involved as the binding site in the interaction. Therefore, due to the potential of these compounds in metal ion



detection area, further works on similar molecular framework in this area should be carried out in order to develop the most efficient chemosensor for metal ion detection.

PERPUSTAKAAN SULTANAH NUR ZAHIRAH



Abstrak tesis yang dikemukakan kepada Senat Universiti Malaysia Terengganu sebagai memenuhi keperluan untuk Ijazah Sarjana Sains.

**SINTESIS, PENCIRIAN DAN PENILAIAN TEORI TERHADAP TERBITAN-TERBITAN PIRIDIL-ASILTIOUREA SEBAGAI KEMOSENSOR BAGI ION KUPRUM(II)**

**MOHD FAIZUDDIN BIN ABU HASAN**

**September 2014**

**Penyelia Utama : Profesor Madya Dr Wan Mohd Khairul Wan Mohamed Zin, Ph.D.**

**Penyelia Bersama : Dr. Hafiza binti Mohamed Zuki, Ph.D.**

**Pusat Pengajian : Sains Asas**

Sejak akhir-akhir ini, terdapat banyak kajian berhubung pembangunan sensor kimia untuk pengesanan kehadiran logam toksik dalam sistem air. Kerangka molekul tiourea dilaporkan memiliki tempat perkelatan aktif, sistem elektronik berkonjugat dan kaedah sintetik yang mudah yang memungkinkan jenis moiety ini diaplikasikan sebagai sensor kimia untuk pengesanan ion logam. Dalam kajian ini, beberapa terbitan piridina-tiourea dengan kumpulan penukarganti R yang berbeza seperti propil (**1**), bifenil (**2**) dan 3,5-dimetoksibenzena (**3**) telah berjaya disintesis dengan peratusan hasil 62% – 89%. Sebatian yang telah disintesis ini telah dicirikan dengan teknik spektroskopi dan analisis yang biasa seperti analisis unsur surih CHNS, spektroskopi inframerah (IR), spektroskopi ultra lembayung sinar nampak (UV-Vis), spektroskopi resonan magnetik nukleus  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  (NMR), spektroskopi pembelauan sinar-X (XRD) dan analisis gravimetrik terma (TGA). Kebolehan pengesanan sebatian-sebatian ini terhadap ion  $\text{Cu}^{2+}$  telah ditentukan dalam keadaan larutan dan filem nipis yang telah disadur menggunakan penyadur pusing SCS6808. Dalam analisis IR, semua sebatian menunjukkan jalur penyerapan penting seperti  $\nu(\text{N-H})$ ,  $\nu(\text{C=O})$  dan  $\nu(\text{C=S})$ . Selain itu, semua sebatian menunjukkan peralihan-peralihan elektronik  $\pi-\pi^*$  and  $n-\pi^*$  yang disumbang oleh beberapa kromofor seperti C=S, C=O dan kumpulan aromatik. Kehadiran resonans-resonans penting seperti NHCO dan NHCS serta C=O dan C=S yang boleh diperhatikan dalam analisis NMR  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  membuktikan sebatian-sebatian ini telah berjaya disintesis. Tambahan lagi, semua sebatian menunjukkan darjah penghabluran yang tinggi seperti yang boleh diperhatikan dalam analisis XRD. Analisis TGA menunjukkan **1-3** menunjukkan corak degradasi tiga peringkat dengan **2** menunjukkan kestabilan terma tertinggi. Kajian teori telah dijalankan menggunakan perisian Gaussian 09 untuk mengkaji sifat pengikatan, tempat pengikatan dan tenaga interaksi untuk menghubungkan dengan data eksperimen. Dalam aplikasi pengesanan, **1** telah didapati untuk menjadi calon yang paling sesuai untuk diaplikasi sebagai sensor kimia bagi pengesanan ion  $\text{Cu}^{2+}$  kerana ia mempunyai had pengesanan yang paling rendah dengan nilai  $1.06 \times 10^{-5}$  M. Keputusan eksperimen didapati



bersetuju dengan kajian teori. Sebagai tambahan, kajian penilaian NMR  $^1\text{H}$  membuktikan C=O dan C=S sebagai tempat pengikatan yang terlibat dalam interaksi itu. Maka, disebabkan oleh potensi sebatian-sebatian ini dalam bidang pengesanan ion logam, kajian-kajian ke atas kerangka molekul yang sama dalam bidang ini perlu dijalankan untuk membangunkan sensor kimia paling berkesan untuk pengesanan ion logam.

PERPUSTAKAAN SULTANAH NUR ZAHIRAH