

SINTESIS DAN PENCIRIAN SEBATIAN SEK-BUTILPROPIL-DITIOKARBAMAT DARIPADA LOGAM ZINK(II), KADMIUM(II) DAN STIBIUM(III)

Normah Awang, Ibrahim Baba dan Bohari Mohd Yamin

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

ABSTRACT

Sec-butylpropyldithiocarbamate compounds of zinc(II), cadmium(II) and stibium(III) have been successfully synthesized by stoichiometric reaction of *N*-*sec*-butyl-*N*-propylamine, carbon disulphide and ammonia with respective metal salts using the *in situ* method with some modification. Gravimetric and elemental analysis data showed that the ratio of metal to ligand were in agreement with the suggested molecular formula, $M[S_2CNR_1R_2]_n$ ($M = Zn, Cd$ and Sb ; $R_1 = -CH(CH_3)(C_2H_5)$, $R_2 = -C_3H_7$; $n = 2$ or 3). Infrared spectrum showed four significant absorption peaks, $\nu(C-H)$, $\nu(C \equiv N)$, $\nu(C \equiv S)$ dan $\nu(M-S)$ within the range. In ^{13}C NMR spectrum showed a peak in the region of 200.69–203.73 ppm, which was attributed to the NCS_2 group. The single crystal structures of bis(*N*-*sec*-butyl-*N*-propyldithiocarbamato)zinc(II) and bis(*N*-*sec*-butyl-*N*-propyldithiocarbamato)cadmium(II) have been determined. The structure of both compounds is in monoclinic system with space group $P2_1/n$ and $P2_1/c$ respectively. The bidentate behaviour of the dithiocarbamate moieties exhibited in the crystal structures of both compounds.

ABSTRAK

Sebatian *sek*-butilpropilditiokarbamat daripada logam zink(II), kadmium(II) dan stibium(III) telah berjaya disintesis melalui tindak balas secara stoikiometri di antara *N*-*sek*-butil-*N*-propilamina, karbon disulfida, ammonia dan sebatian garam logam yang bersesuaian menggunakan kaedah *in-situ* dengan sedikit pengubahsuaian. Data analisis gravimetri dan unsur bersetuju dengan formula molekul yang dicadangkan, iaitu $M[S_2CNR_1R_2]_n$ ($M = Zn, Cd$ dan Sb ; $R_1 = -CH(CH_3)(C_2H_5)$, $R_2 = -C_3H_7$; $n = 2$ atau 3). Analisis spektroskopi inframerah menunjukkan kehadiran empat puncak serapan utama, iaitu $\nu(C-H)$, $\nu(C \equiv N)$, $\nu(C \equiv S)$ dan $\nu(M-S)$ yang mana berada pada julat panjang gelombang yang dijangkakan. Spektrum RMN ^{13}C telah menunjukkan kehadiran puncak karbon NCS_2 pada julat 200.69–203.73 ppm. Struktur hablur bis(*N*-*sek*-butil-*N*-propilditiokarbamato)zink(II) dan bis(*N*-*sek*-butil-*N*-propilditiokarbamato)kadmium(II) telah ditentukan. Kedua-dua struktur bersistem monoklinik dengan kumpulan ruang $P2_1/n$ dan $P2_1/c$ masing-masing. Kumpulan ditiokarbamat telah mengkelat secara bidentat dalam kedua-dua struktur hablur sebatian tersebut.

PENGENALAN

Sebatian ditiokarbamat merupakan suatu bahan yang amat berpotensi dalam bidang pertanian, industri dan perubatan [1]. Dalam bidang pertanian, sebatian ini biasanya digunakan sebagai fungisid dan racun serangga [2]. Sementara dalam bidang industri pula, sebatian ini digunakan sebagai bahan pencepat bagi proses pemvulkanan getah menjadikan polimer getah lebih tahan dan lebih kuat [3]. Seterusnya dalam bidang perubatan pula, kegunaan sebatian ditiokarbamat termasuklah dalam rawatan keracunan logam berdasarkan cirinya yang bertindak sebagai agen pengkelat yang baik. Penggunaan sebatian ditiokarbamat ini bergantung kepada sifat pengkelat ligan ditiokarbamat terhadap ion logam [1].

Pada hari ini, ditiokarbamat merupakan suatu sebatian yang amat berpotensi dan digunakan secara intensif dalam bidang pertanian, industri getah dan juga perubatan [4]. Dalam bidang pertanian sebatian ini

dikelaskan sebagai *fumigant* kerana aktiviti sebagai fungisid, insektisid, nematosid dan herbisid. Mengikut data yang diperolehi daripada *US Imports For Consumption: December 2000 and 2000 Year-To-Date*, penggunaan sebatian ditiokarbamat seluruh dunia ialah 2,976,139 kg setahun. Sehingga hari ini juga, terdapat 150 buah negara yang terlibat dalam penggunaan sebatian ditiokarbamat ini.

Memandangkan penggunaan sebatian ditiokarbamat yang begitu meluas, kajian ini memfokuskan untuk mensintesis, mencirikan dan melakukan penentuan struktur sebatian ditiokarbamat, iaitu sebatian *sek-butylpropilditiokarbamat* daripada logam zink(II), kadmium(II) dan stibium(III) yang dijangkakan berpotensi menunjukkan aktiviti biologi. Pencirian yang dilakukan termasuklah analisis sifat fizik, analisis spektroskopi inframerah dan resonans magnet nukleus. Penentuan struktur melalui kajian kristalografi sinar-X dilakukan terhadap sebatian yang berjaya dihablurkan.

BAHAN DAN KAEDAH

Bahan

Sebatian *N-sek-butyl-N-propilamina* telah dibekalkan oleh TCI-EP manakala karbon disulfida diperolehi dari pembekal Fisher. Zink(II) klorida dibekalkan oleh BDH sementara kadmium(II) klorida monohidrat, klorofom dan etanol diperolehi dari syarikat Merck. Stibium(III) klorida pula dibekalkan oleh Hamburg Chemicals. Semua bahan kimia yang diperolehi daripada pembekal adalah bergred analar dan telah digunakan tanpa dilakukan sebarang penulenan.

Sintesis kompleks sek-butyl propilditiokarbamat

Sebatian *sek-butylpropilditiokarbamat* dengan logam zink(II), kadmium(II) dan stibium(III) (**A**, **B** dan **C**) disintesis dengan menggunakan kaedah *in-situ*. Sebanyak 30 mmol *N-sek-butyl-N-propilamina* dilarutkan dalam 30 mL etanol dan disejukkan dalam takungan berair. Suhu larutan dikekalkan di antara 2-4°C. Larutan karbon disulfida (30 mmol) kemudiannya ditambahkan secara titisan ke dalam larutan tersebut. Pengacauan yang tetap dan berterusan dilakukan sepanjang tindak balas serta diikuti dengan penambahan larutan ammonia dengan bilangan mol yang setara. Campuran tindak balas kemudiannya dibiarkan selama satu jam dan akhirnya larutan beretanol sebatian garam logam dengan stoikiometri yang bersesuaian ditambah. Mendakan berwarna yang terbentuk dituras dan dibilas beberapa kali dengan etanol sejuk. Mendakan dikeringkan dalam balang yang mengandungi silika gel sebelum disimpan di dalam botol gelap.

Pencirian kompleks sek-butylpropilditiokarbamat

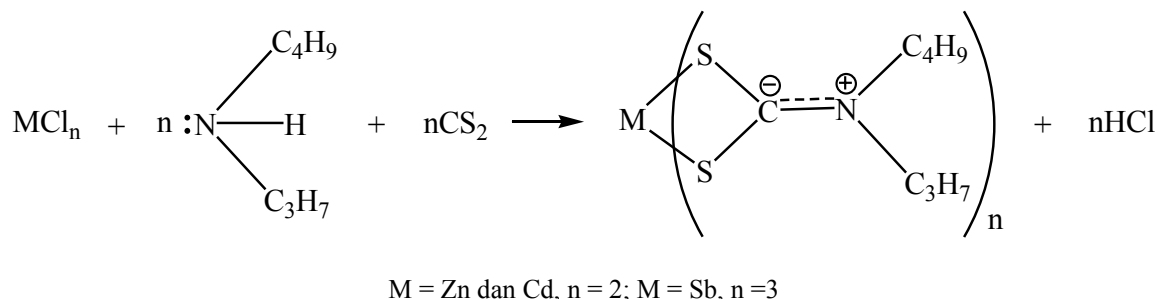
Analisis unsur karbon, hidrogen, nitrogen dan sulfur dilakukan menggunakan alat penganalisis model Fison EA 1108 CHNS-O manakala peratus setiap logam ditentukan melalui analisis gravimetri. Spektrum inframerah bagi sebatian **A** hingga **C** dirakamkan dalam bentuk cakera KBr menggunakan instrumen berjenama Perkin Elmer 1605 dalam julat 4000-200 cm⁻¹. Spektrum resonans magnet nukleus (¹H dan ¹³C) dirakamkan menggunakan instrumen daripada model JEOL ECP 400 MHz dengan menggunakan pelarut CDCl₃ dengan TMS sebagai rujukan dalaman.

Kajian Kristalografi Sinar-X

Sebatian **A** dan **B** yang telah berjaya dihablurkan sebagai hablur tunggal dan berkualiti baik telah dihantar untuk kajian kristalografi sinar-X. Data pembelauan sinar-X dipungut menggunakan difraktometer hablur tunggal sinar-X berjenama Bruker dan modelnya ialah SMART APEX 4K CCD System di makmal kristalografi sinar-X, Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia. Pengumpulan data mentah menggunakan sistem SMART [5] dan penurunan data menggunakan perisian SAINT [5]. Penyelesaian struktur dilakukan dengan menggunakan kaedah terus, iaitu perisian SHELXTL [6]. Pembetulan serapan di peringkat matriks adalah multi-scan dan untuk data keseluruhan dilakukan dengan menggunakan program SADABS [7]. Penghalusan struktur juga menggunakan perisian SADABS dan semua hidrogen ditetapkan secara geometri dan daripada peta Fourier. Untuk pengiraan dan nilai-nilai yang didapati adalah menggunakan perisian PLATON dan SHELXTL.

HASIL DAN PERBINCANGAN

Sebatian *sek*-butilpropilditiokarbamat telah berjaya disintesis melalui kaedah *in-situ* [8] dengan sedikit pengubahsuaian. Tindak balas ini sangat dipengaruhi oleh faktor suhu yang mana suhu tindak balas sentiasa dikawal supaya tidak melebihi 4°C. Suhu ini harus dikawal untuk membolehkan ligan terbentuk dengan baik dan tidak mengalami proses penguraian. Rajah 1 menunjukkan persamaan tindak balas bagi penyediaan sebatian *sek*-butilpropilditiokarbamat.



Rajah 1. Persamaan tindak balas di antara *N*-*sek*-butil-*N*-propilamina, karbon disulfida dan sebatian garam logam

Julat takat lebur ketiga-tiga sebatian adalah kecil (Jadual 1). Ini menunjukkan sebatian mempunyai ketulen yang baik. Data analisis unsur karbon, hidrogen, nitrogen dan sulfur menunjukkan nisbah setiap unsur dalam formula adalah bersetuju dengan formula molekul yang dicadangkan (Jadual 1). Peratus unsur logam zink, kadmium dan stibium yang diperolehi melalui analisis gravimetri juga bersetujuan dengan nisbah logam kepada ligan yang dicadangkan iaitu 1:2 untuk sebatian **A** dan **B** manakala 1:3 untuk sebatian **C**.

Jadual 1. Sifat fizik dan analisis unsur sebatian **A** hingga **C**.

Sebatian	Warna	Hasil (%)	Takat lebur (°C)	Kandungan unsur (%)				
				C	H	N	S	M
A	Putih	88	95.2-96.4	41.65	7.32	5.81	27.61	15.34
				<i>43.11</i>	<i>7.18</i>	<i>6.29</i>	<i>28.74</i>	<i>14.68</i>
B	Putih	82	161.2-162.7	37.63	6.92	5.93	25.22	23.25
				<i>38.99</i>	<i>6.50</i>	<i>5.69</i>	<i>25.99</i>	<i>22.83</i>
C	Kuning	85	117.9-118.4	42.11	7.28	6.05	28.22	18.46
				<i>41.63</i>	<i>6.94</i>	<i>6.07</i>	<i>27.76</i>	<i>17.60</i>

Petunjuk: nilai dalam huruf condong ialah nilai kiraan

Puncak penting serapan inframerah bagi ketiga-tiga sebatian ditunjukkan dalam Jadual 2. Serapan penting untuk sebatian ditiokarbamat secara umumnya merujuk kepada dua mod regangan yang penting, iaitu $\nu(C \equiv N)$ dan $\nu(C \equiv S)$ [8]. Serapan tioureida, $\nu(C \equiv N)$ biasanya berada pada julat panjang gelombang 1450-1550 cm^{-1} manakala bagi $\nu(C \equiv S)$ ialah pada julat 950-1050 cm^{-1} [9]. Puncak serapan yang tajam pada julat 1471-1478 cm^{-1} dalam spektrum inframerah ketiga-tiga sebatian ini merupakan hasil regangan ikatan $C \equiv N$. Kehadiran puncak serapan ini menunjukkan ligan ditiokarbamat telah bertindak sebagai ligan bidentat. Puncak serapan bagi $\nu(C \equiv S)$ pula berada pada julat 952-957 cm^{-1} yang menyokong data di atas bahawa kumpulan ditiokarbamat bertindak sebagai ligan bidentat [10]. Jalur serapan yang berada pada kawasan inframerah jauh (400 – 300 cm^{-1}) dikenalpasti sebagai mod regangan ikatan logam-sulfur, $\nu(M-S)$ [11]. Kehadiran jalur serapan ini adalah penting untuk menunjukkan bahawa pengkoordinatan di antara kumpulan ditiokarbamat dengan logam telah berlaku melalui pembentukan ikatan di antara atom sulfur daripada ligan dengan kation logam. Spektrum inframerah ketiga-tiga sebatian telah menunjukkan kehadiran jalur serapan tersebut pada julat 352 – 355 cm^{-1} .

Jadual 2. Puncak penting serapan inframerah sebatian **A** hingga **C**.

Sebatian	Frekuensi (cm^{-1})			
	$\nu(C-H)$	$\nu(C \equiv N)$	$\nu(C \equiv S)$	$\nu(M-S)$
A	2963m	1478s	957m	354br
B	2965s	1472s	957m	352w
C	2966s	1471s	952m	355w

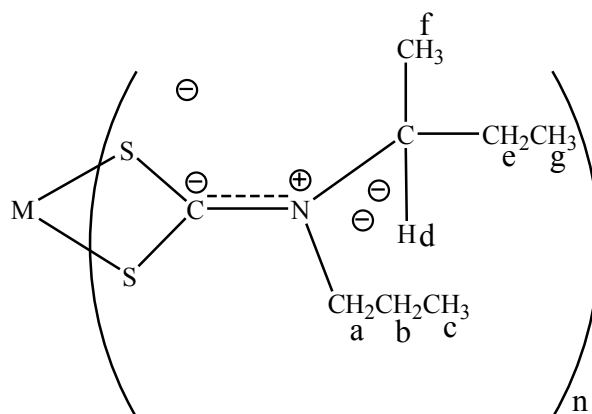
Petunjuk: s = kuat; m = sederhana kuat; w = lemah; br = lebar

Data spektrum RMN ^1H sebatian A hingga C (Jadual 3) menunjukkan terdapat empat isyarat proton bagi kumpulan alkil *sek*-butil, iaitu isyarat proton pada julat δ 5.05 - 5.22 ppm untuk proton metina (H_d), isyarat proton pada julat δ 1.54 - 1.74 ppm bagi proton metilena (H_e) dan dua isyarat pada julat δ 1.22 - 1.24 ppm serta δ 0.90 - 0.94 ppm merupakan hasil resonans dua proton metil yang berbeza (H_f dan H_g). Isyarat proton metina menghasilkan isyarat dengan kemultipelan sekstet, isyarat proton metilena sebagai isyarat kuartet dan dua isyarat proton metil pula masing-masing sebagai isyarat dublet dan triplet. Manakala bagi proton kumpulan propil, terdapat tiga isyarat yang dapat diperhatikan masing-masing pada julat δ 3.57 - 3.67 ppm dan 1.54 - 1.74 ppm, iaitu bagi proton metilena pada kedudukan α (H_a) dan β (H_b) serta satu isyarat pada julat δ 0.90 - 0.94 ppm bagi proton metil (H_c). Isyarat proton metilena pada kedudukan α dan β dicerap sebagai isyarat triplet dan sekstet manakala isyarat proton metil dicerap sebagai isyarat triplet.

Jadual 3. Data spektrum RMN ^1H sebatian A hingga C.

Sebatian	Anjakan Kimia, δ (ppm) ^a			
	-NCH	-NCH ₂ -	-CH ₂ -	-CH ₃
A	H _d : 5.05(1H)	H _a : 3.57(2H)	H _{b,e} : 1.74(4H)	H _f : 1.24(3H) H _{c,g} : 0.94(6H)
B	H _d : 5.22(1H)	H _a : 3.67(2H)	H _{b,e} : 1.54(4H)	H _f : 1.23(3H) H _{c,g} : 0.93(6H)
C	H _d : 5.15(1H)	H _a : 3.65(2H)	H _{b,e} : 1.69(4H)	H _f : 1.22(3H) H _{c,g} : 0.90(6H)

^aTMS (SiMe₄) sebagai piawai luaran

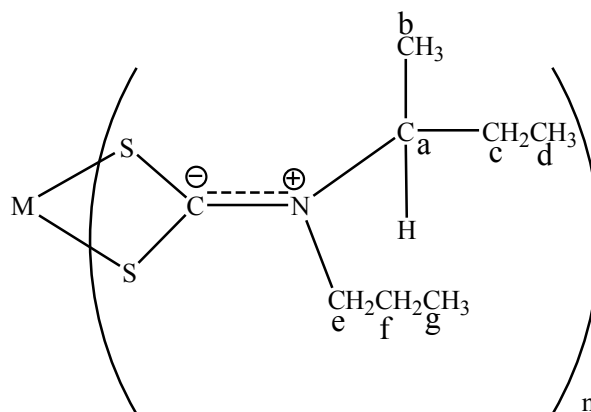


Jadual 4. Data spektrum RMN ^{13}C sebatian A hingga C.

Sebatian	Anjakan Kimia, δ (ppm) ^a		
	N ¹³ CS ₂	-NR' R' ² = <i>s</i> -C ₄ H ₉	-NR'' R''= C ₃ H ₇
1	203.31	C _a : 61.73, C _c : 27.94, C _b : 21.93, C _d : 11.05	C _e : 50.00, C _f : 18.29 C _g : 11.43
2	203.73	C _a : 63.52, C _c : 28.07, C _b : 18.28, C _d : 11.17	C _e : 51.25, C _f : 21.90 C _g : 11.44
3	200.69	C _a : 60.54, C _c : 27.83, C _b : 18.18, C _d : 11.08	C _e : 49.82, C _f : 21.95 C _g : 11.47

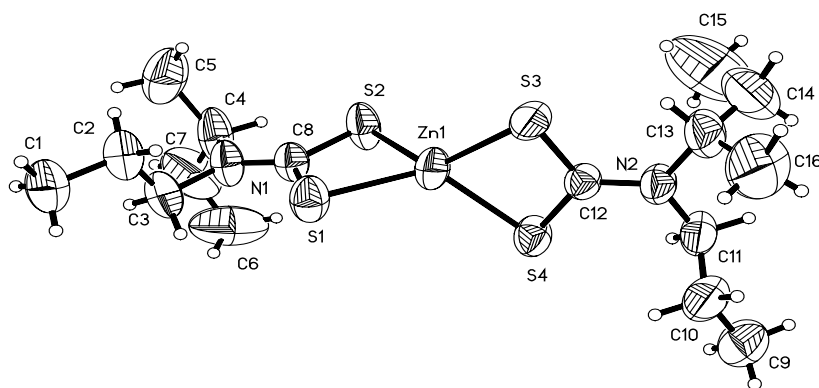
^aTMS (SiMe₄) sebagai piawai luaran

Data yang diperoleh daripada spektrum RMN ^{13}C (Jadual 4) menunjukkan kehadiran puncak-puncak karbon yang menjadi ciri sebatian *sek*-butilpropilditiokarbamat. Kehadiran kumpulan ditiokarbamat dalam sebatian dapat ditunjukkan dengan kehadiran anjakan kimia yang paling utama, iaitu untuk karbon NCS_2 yang berada pada julat 200.69-203.73 ppm. Berdasarkan kajian terdahulu, sebatian dibutilditiokarbamat dengan logam zink, kadmium dan stibium menunjukkan data yang diperoleh mempunyai tren yang sama dengan logam stibium memberikan nilai anjakan kimia yang paling rendah [11].

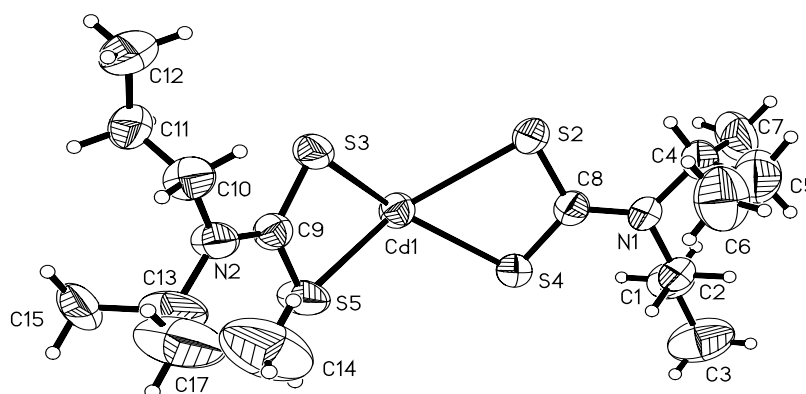


Rajah 2 dan 3 menunjukkan plot *ORTEP* pada kebarangkalian 50% bagi sebatian **A** dan **B** manakala Jadual 5 pula menyenaraikan data hablur, pungutan data dan penghalusan struktur bagi kedua-dua sebatian tersebut. Kedua-dua struktur menunjukkan keempat-empat atom sulfur daripada dua kumpulan *sek*-butilpropilditiokarbamat telah mengkelat kepada logam Zn atau Cd. Panjang ikatan dan sudut ikatan terpilih untuk sebatian **A** disenaraikan dalam Jadual 6. Data panjang ikatan menunjukkan panjang keempat-empat ikatan Zn(1)-S [S(5) = 2.3215(9), S(2) = 2.3342(10), S(3) = 2.3414(9) dan S(4) = 2.3532(9) Å] dalam sebatian **A** hampir sama antara satu sama lain. Ini menunjukkan bahawa pengkelatan kumpulan ditiokarbamat kepada logam zink adalah secara bidentat simetri. Nilai sudut ikatan S-Zn-S, iaitu S(2)-Zn(1)-S(3) = 77.61(3)°, S(5)-Zn(1)-S(2) = 130.66(4)°, S(5)-Zn(1)-S(4) = 77.54(3)° dan S(3)-Zn(1)-S(4) = 123.01(4)° menunjukkan bahawa geometri atom Zn dalam sebatian adalah tetrahedron terherot. Panjang ikatan C(12)-N(2) dan C(8)-N(1) adalah 1.323(4) Å dan 1.319(4) Å masing-masing, adalah lebih pendek jika dibandingkan dengan ikatan tunggal C-N [(N(2)-C(13) = 1.491(5) Å and N(1)-C(4) = 1.494(4) Å] yang menunjukkan kedua-dua ikatan tersebut mempunyai ciri separa ganda dua.

Panjang ikatan dan sudut ikatan terpilih sebatian **B** pula ditunjukkan dalam Jadual 7. Data ini mendapati panjang ikatan Cd-S adalah tidak sama panjang [Cd(1)-S(4) = 2.5664(10) Å and Cd(1)-S(5) = 2.6004(9) Å; Cd(1)-S(3) = 2.5503(10) Å dan Cd(1)-S(2) = 2.8233(10) Å]. Kesimpulan yang boleh dibuat ialah pengkelatan kumpulan ditiokarbamat dalam sebatian **B** adalah secara isobidentat. Manakala geometri koordinat bagi atom kadmium dalam sebatian **B** ini adalah sama seperti sebatian **A**, iaitu tetrahedron terherot.



Rajah 2. Plot ORTEP sebatian bis(*N-sec*-butil-*N*-propilditiokarbamato)zink(II) pada paras kebarangkalian elipsoid 50%.



Rajah 3. Plot ORTEP sebatian bis(*N-sek-butyl-N-propilditiokarbamato*)kadmium(II) pada paras kebarangkalian elipsoid 50%.

Jadual 5. Data hablur, pungutan data dan penghalusan struktur bis(*N-sek-butyl-N-propilditiokarbamato*)zink(II) (A) dan bis(*N-sek-butyl-N-propilditiokarbamato*)kadmium(II) (B).

Sebatian	A	B
Formula Kimia	C ₁₆ H ₃₂ N ₂ S ₄ Zn	C ₁₆ H ₃₂ N ₂ S ₄ Cd
Jisim molar (g)	445.04	493.08
Sistem hablur	Monoklinik	Monoklinik
Kumpulan Ruang	P2 ₁ /n	P2 ₁ /c
a (Å)	14.191(17)	10.769(8)
b (Å)	11.838(17)	19.019(14)
c (Å)	15.125(19)	12.250(9)
α (°)	90	90
β (°)	115.68(3)	115.01(10)
γ (°)	90	90
V (Å ³)	2289.9(5)	2273.6(3)
Mo Kα (Å)	0.71073	0.71073
Z	4	4
D/Mgm ⁻³	1.291	1.440
μ (mm ⁻¹)	1.438	1.328
F (000)	940	1016
Warna	Tidak berwarna	Tidak berwarna
Saiz hablur (mm)	0.32 x 0.29 x 0.24 mm	0.33 x 0.23 x 0.21 mm
Suhu (K)	293(2)	293(2)
Julat θ (°)	1.6 - 27.5	2.09 - 27.51
Julat Indeks (±h, ±k, ±l)	-18/9, -15/15, -18/19	-13/8, -21/24, -15/15
Pemantulan terkumpul	15343	15273
Pemantulan bebas	5281 [R _{int} = 0.0200]	5206 [R _{int} = 0.0188]
Transmisi min/maks	0.7241/0.6562	0.77678/0.6683
Bil. data untuk penghalusan	5281	5206
Bil. parameter yang dihalusi	215	218
Goodness of fit on F ²	1.031	0.977
Indeks R final, I > 2σ(I)	R ₁ = 0.0504, wR ₂ = 0.1394	R ₁ = 0.0346, wR ₂ = 0.0946
Indeks R (semua data)	R ₁ = 0.0660, wR ₂ = 0.1519	R ₁ = 0.0414, wR ₂ = 0.0991
Puncak terbesar dan terkecil (e Å ⁻³)	1.09 dan -0.24	1.037 dan -0.315

Jadual 6. Panjang (Å) dan sudut (°) ikatan terpilih sebatian bis(*N*-sek-butyl-*N*-propilditiokarbamato)zink(II) (**A**).

Zn(1)–S(5)	2.3215(9)	S(2)–C(8)	1.720(3)
Zn(1)–S(2)	2.3342(10)	S(3)–C(8)	1.731(3)
Zn(1)–S(3)	2.3414(9)	S(4)–C(12)	1.716(3)
Zn(1)–S(4)	2.3532(9)	S(5)–C(12)	1.728(3)
C(12)–N(2)	1.323(4)	C(8)–N(1)	1.319(4)
N(2)–C(11)	1.480(4)	N(1)–C(3)	1.481(4)
N(2)–C(13)	1.491(5)	N(1)–C(4)	1.494(4)
S(5)–Zn(1)–S(2)	130.66(4)	S(5)–Zn(1)–S(4)	77.54(3)
S(5)–Zn(1)–S(3)	129.14(4)	S(2)–Zn(1)–S(4)	126.51(4)
S(2)–Zn(1)–S(3)	77.61(3)	S(3)–Zn(1)–S(4)	123.01(4)

Jadual 7. Panjang (Å) dan sudut (°) ikatan terpilih bis(*N*-sek-butyl-*N*-propilditiokarbamato)kadmium(II) (**B**).

Cd(1)–S(3)	2.5503(10)	S(2)–C(8)	1.753(3)
Cd(1)–S(4)	2.5664(10)	S(3)–C(9)	1.716(4)
Cd(1)–S(5)	2.6004(9)	S(4)–C(8)	1.712(4)
Cd(1)–S(2)	2.8233(10)	S(5)–C(9)	1.736(4)
C(8)–N(1)	1.331(4)	C(9)–N(2)	1.340(4)
N(1)–C(1)	1.480(5)	N(2)–C(10)	1.484(5)
N(1)–C(4)	1.494(5)	N(2)–C(13)	1.485(5)
S(3)–Cd(1)–S(4)	150.79(4)	S(3)–Cd(1)–S(5)	70.23(3)
S(4)–Cd(1)–S(5)	107.77(4)	S(3)–Cd(1)–S(2)	97.63(3)
S(5)–Cd(1)–S(2)	144.90(4)	S(4)–Cd(1)–S(2)	66.73(3)

KESIMPULAN

Data analisis unsur, spektroskopi dan kristalografi sinar-X menunjukkan anion *sek*-butylpropilditiokarbamat berikat dengan nisbah logam kepada ligan adalah 1:2 untuk sebatian zink dan kadmium manakala 1:3 untuk sebatian stibium. Data kristalografi sinar-X sebatian **A** dan **B** menunjukkan kedua-dua stuktur wujud dalam bentuk monomer dan kumpulan ditiokarbamatnya telah mengkelat secara bidentat. Walau bagaimanapun, pengkelatan yang berlaku adalah sama ada secara bidentat simetri atau tidak simetri bergantung kepada panjang ikatan Zn-S dan Cd-S.

PENGHARGAAN

Setinggi-tinggi penghargaan diberikan kepada Kementerian Sains dan Teknologi di atas sumbangan kewangan melalui Program IRPA 09-02-02-096, Universiti Kebangsaan Malaysia kerana memberi peluang bagi membolehkan penyelidikan dilakukan, Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan kerana menyediakan tempat dan kemudahan serta kepada semua pembantu makmal yang terlibat dalam penyelidikan ini.

RUJUKAN

- [1] Rogachev, I., Gusion, V., Gusion, A., Cortina, J.L., Gressel, J. & Warshawsky, A. 1999. Spectrophotometric determination of copper complexation properties of new amphiphilic dithiocarbamates. *Reactive and Functional Polymers* 42(3): 243-254.
- [2] Ivanov, A.V., Rodina, T. & Antzugin, O.N. 1998. Structural organization of [Ni(II)-Me(II)-Dtc] (Me = Zn, Cd, Hg) Dithiocarbamate complexes: ESR, ¹³C and ¹⁵N CP/MAS NMR studies. *Polyhedron* 17(18): 3101-3109.
- [3] Bell, N.A., Johnson, E., March, L.A., Marsden, S.D., Nowell, I.W. & Walker, Y. 1989. Complexes of zinc dialkyldithiocarbamates. Part I. Complexes with bidentate nitrogen ligands; crystal

- structure of 1,10-phenantroline zinc dibutyldithiocarbamate. *Inorganica Chimica Acta* 156: 205-211.
- [4] Miller, B. B. 1982. Neurotoxicity of the pesticidal carbamates. *Nuerobehav. Microsc.* 4: 479-487.
- [5] Siemens, 1996. *SMART* and *SAINT*. Area Detector Control and Integration Software. Siemens Analytical X-Ray Systems, Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- [6] Sheldrick, G. M. 1997. *SHELXTL* V5.1. Software *Reference Manual*, Bruker AXS, Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- [7] Sheldrick, G. M. 1996. SADABS. Program for Empirical Absorption Correction of Area Detector Data, University of Göttingen, Göttingen, Germany,
- [8] Thirumaran, S., Venkatachalam, V., Manohar, A., Ramalingam, K., Bocelli, G. & Cantoni, A. 1998. Synthesis and characterization of bis(N-methyl-N-ethanoldithiocarbamato)M(II) (M= Zn, Cd, Hg) complexes and bis(N,N-(iminodiethylene)bisphthalimidedithiocarbamato)M(II) (M= Zn, Cd, Hg) complexes. Single crystal X-ray structure of bis(di(2-hydroxyethyl)dithiocarbamato)-zinc(II). *Journal Coordination Chemistry* 44: 281-288.
- [9] Nomura, R., Takabe, A. & Matsuda, H. 1986. Facile synthesis of antimony dithiocarbamate complexes. *Polyhedron* 6(3): 411-416.
- [10] Casas, J. S., Sanchez, A., Bravo, J., Garcia-Fontan, S., Castellano, E. E. & Jones, M. M. 1989. Cadmium coordination chemistry related to chelate therapy. *Inorg. Chim. Acta* 158: 119-126.
- [11] Xu, L. Z., Zhao, P. S. & Zhang, S. S. 2001. Crystal structure and characterization of Pd(II) bis(diisopropyldithiocarbamate) complex. *Chinese J. Chem.* 19(4): 436-440.
- [12] Van Gaal, H. L. M., Diesveld, J. W., Pijpers, F. W. & Van der Linden, J. G. M. 1979. ¹³C NMR spectra of dithiocarbamates. Chemical shifts, carbon-nitrogen stretching vibration frequencies, and π bonding in the NCS₂ fragment. *Inorg. Chem.* 18(11): 3251-3260. ↵