



## SINTESIS DAN KAJIAN STRUKTUR BEBERAPA TERBITAN METILBENZOILTIOUREA

M. Sukeri M. Yusof<sup>1</sup>\*, Rabia'tun Hidayah Jusoh<sup>1</sup> & Bohari M. Yamin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jabatan Sains Kimia, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Malaysia Terengganu, 21030 Kuala Terengganu.

<sup>2</sup>Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia, 43650 Bangi, Selangor. [rhidayah@gmail.com](mailto:rhidayah@gmail.com)

### ABSTRACT

Molecules *N*-(2-methylbenzoyl)-*N'*-(3,4-dichlorophenyl)thiourea (I), C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>OS, *N*-(3-methylbenzoyl)-*N'*-(3-nitro-4-chlorophenyl)thiourea (II), C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S, and *N*-benzoyl-*N'*-(3-nitro-4-chlorophenyl)thiourea (III), C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S have been successfully synthesised and analysed by single crystal X-ray Diffraction. Molecule (I) has monoclinic crystal system, C2/c, whilst molecules (II) and (III) are triclinic crystal system, P-1. Molecules (I) and (II) are discrete while molecule (III) has two independent molecules in an asymmetry unit. All of the molecules adopt *cis-trans* configuration for the positions of carbonyl-thiourea and phenyl groups with respect to the thione S atom across their C-N bonds, respectively. All of these molecules are stabilised by intra-molecular hydrogen bonds, N-H···O and C-H···S that lead to the formation of two-six-membered pseudo-rings. In the crystal system, molecule (I), (II) and (III) are linked by the N-H···O, N-H···S, C-H···O and C-H···S inter-molecular hydrogen bonds and arranged in one, two-dimensional chain and dimer, respectively.

### Abstrak

Molekul *N*-(2-metilbenzoil)-*N'*-(3,4-diklorofenil)tiourea (I), C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>OS, *N*-(3-metilbenzoil)-*N'*-(3-nitro-4-klorofenil)tiourea (II), C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S, dan *N*-benzoil-*N'*-(3-nitro-4-klorofenil)tiourea (III), C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S telah berjaya disintesis dan dianalisis dengan kristalografi Sinar-X hablur tunggal. Molekul (I) mempunyai sistem hablur monoklinik, C2/c manakala molekul (II) dan (III) mempunyai sistem hablur triklinik, P-1. Molekul (I) dan (II) adalah diskret manakala molekul (III) mempunyai dua molekul bebas dalam satu assimetrik unit. Ketiga-tiga molekul mempunyai konfigurasi *cis-trans* merujuk kepada kedudukan kumpulan karbonil dan gelang fenil terhadap kumpulan tion, S pada paksi C-N masing-masing. Ketiga-tiga molekul distabilkan oleh dua ikatan hidrogen intra-molekul N-H···O dan C-H···S yang membentuk dua gelang pseudo enam ahli. Dalam kekisi hablur, molekul (I), (II) dan (III) masing-masing tersusun membentuk rantaian satu dimensi, dua dimensi dan dimer melalui ikatan hidrogen inter-molekul N-H···O, N-H···S, C-H···O dan C-H···S.

**Kata kunci:** Metilbenzoiltiourea, karboniltiourea, tiourea

## PENGENALAN

Walaupun terbitan tiourea telah ditemui sebelum tahun 2000, namun sejak akhir-akhir ini penyelidik memberi lebih perhatian kerana terbitan tiourea didapati mempunyai pelbagai aplikasi dalam pelbagai bidang seperti pertanian, perubatan dan perindustrian. Pelbagai terbitan metilbenzoiltiourea dapat diterbitkan dengan menukargantikan kumpulan amina, amino dan sebagainya. Hingga kini lebih banyak struktur molekul terbitan tiourea telah dikaji kerana strukturnya menunjukkan sifat yang unik terutamanya mempunyai ciri-ciri optik tidak linear membolehkannya diaplifikasi dalam penggunaan teknologi laser (Weiquin *et al.* 2003). Kompaun seperti terbitan phenetil-5-bromo-piridiltiourea dilaporkan boleh digunakan sebagai anti-HIV (Dong *et al.* 2000) dan 1-[3-(4-benzoiltriazol-1/2-il-1-3-fluoro-fenil)-2-oxo-oxazolidin-5-ilmetil]-3-tiourea sebagai agen tuberkulosis (Dixit *et al.* 2005). Penggunaan terbitan *N*-(tiokarbamoil)benzamidine dan *N*-benzoiltiourea dalam bidang pembuatan dilaporkan digunakan untuk mengekstrak larutan yang mempunyai logam kuprum (Aamrani *et al.* 1999). Terdapat beberapa teknik yang telah dimajukan menggunakan membran sintetik untuk proses penyerapan dan pemisahan bahan buangan. Salah satunya adalah teknik yang menggunakan membran cecair bantuan (SLM) dengan tiourea berasid sebagai medium yang dapat menyerap argentum dan kuprum (Gherrou *et al.* 2001). Kajian yang dilakukan oleh Domínguez *et al.* 2002 membuktikan terbitan tiourea *N*-benzoil-*N'*,*N'*-dietilltiourea berpotensi sebagai pemilihan reagen yang paling baik untuk kepekatan dan pemisahan logam kation misalnya palladium(II) dan aurum(III). Malah, terbitan tiourea juga dilaporkan dapat menghalang pengaratan besi (Awad *et al.* 2004). Kajian ini lebih tertumpu kepada sintesis ligan yang mana mempunyai tiga kumpulan berfungsi (-C=O, -C=S dan –NH) dan menentukan struktur hablur tiga kompaun metilbenzoiltiourea. Dijangkakan kemungkinan besar terbitan metilbenzoiltiourea berpotensi baik dalam aktiviti biologi dan sesuai sebagai bahantara dalam tindakbalas kimia terutamanya dalam bidang sintesis. Kajian yang lebih mendalam dan meluas di dalam bidang ini akan dibuat secara berterusan bagi menarik minat lebih ramai penyelidik.

## BAHAN DAN KAEDAH

Semua bahan kimia yang digunakan adalah bergred analar dan digunakan terus tanpa melalui proses penulenan.

### Sintesis *N*-(2-metilbenzoil)-*N'*-(3,4-diklorofenil)tiourea (I)

2-metilbenzoil isotiosianat disediakan dengan tindakbalas larutan 2-metilbenzoil klorida (1.5 g, 0.01 mol) dan ammonium tiosianat (0.74 g, 0.01 mol) dalam aseton (30 ml). Campuran diletakkan di atas pemanas bermagnetik dan dibiarkan selama sepuluh minit sehingga mendakan putih terbentuk. Larutan 3,4-dikloroanilina (1.57 g, 0.01 mol) ditambahkan setitis demi setitis kepada campuran dan direflukskan selama 30 minit, hasil refluks dituras ke dalam ais dan dibiarkan menyejat pada suhu bilik. Penghabluran semula dilakukan dengan pelarut metanol.

### Sintesis *N*-(3-metilbenzoil)-*N'*-(3-nitro-4-klorofenil)tiourea (II)

3-metilbenzoil isotiosianat disediakan dengan tindakbalas larutan 3-metilbenzoil klorida (1.5 g, 0.01 mol) dan ammonium tiosianat (0.74 g, 0.01 mol) dalam aseton (30 ml). Campuran diletakkan di atas pemanas bermagnetik dan dibiarkan selama sepuluh minit sehingga mendakan putih terbentuk. Larutan 3-nitro-4-kloroanilina (1.67 g, 0.01 mol) dalam aseton (20 ml) ditambahkan setitis demi setitis kepada campuran dan direflukskan selama 30 minit, hasil refluks dituras ke dalam ais dan dibiarkan menyejat pada suhu bilik. Penghabluran semula dilakukan dengan pelarut metanol.

### Sintesis *N*-benzoil-*N'*-(3-nitro-4-klorofenil)tiourea (III)

Benzoil isotiosianat disediakan dengan tindakbalas larutan benzoil klorida (1.5 g, 0.01 mol) dan ammonium tiosianat (0.81 g, 0.01 mol) dalam aseton (30 ml). Campuran kemudiannya diletakkan di atas pemanas bermagnetik dan dibiarkan selama sepuluh minit sehingga mendakan putih terbentuk. Larutan 3-nitro-4-kloroanilina (1.84 g, 0.01 mol) dalam aseton (20 ml) ditambahkan setitis demi setitis kepada campuran dan direflukskan selama 30 minit, hasil refluks dituras ke dalam ais dan dibiarkan menyejat pada suhu bilik. Penghabluran semula dilakukan dengan pelarut metanol.

## HASIL & PERBINCANGAN

Semua hasil diperolehi dalam bentuk hablur tunggal dan telah dilakukan analisis kristologafi Sinar-X. Molekul (I) mempunyai sistem hablur monoklinik dengan kumpulan ruang C2/c, sel unit  $a = 10.888(3)$  Å,  $b = 10.533(3)$  Å,  $c = 28.131(7)$  Å dan  $\beta = 100.803(5)^\circ$ . Manakala, molekul (II) dan (III), mempunyai sistem hablur triklinik dengan kumpulan ruang masing-masing P-1, sel unit  $a = 8.264(3)$  Å,  $b = 10.243(3)$  Å,  $c = 10.352(3)$  Å,  $\alpha = 72.767(5)^\circ$ ,  $\beta = 73.807(5)^\circ$ ,  $\gamma = 69.430(4)^\circ$  bagi molekul (II) dan  $a = 10.850(3)$  Å,  $b = 12.217(3)$  Å,  $c = 13.019(3)$  Å,  $\alpha = 111.553(4)^\circ$ ,  $\beta = 108.903(4)^\circ$ ,  $\gamma = 100.006(4)^\circ$  bagi molekul (III). Data hablur dan penghalusan data bagi semua molekul ditunjukkan dalam Jadual 1.

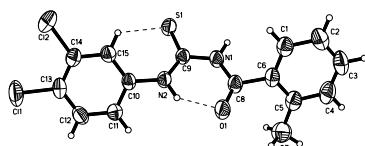
Molekul (I) (Rajah 1) dan (II) (Rajah 3) adalah diskret manakala molekul (III) (Rajah 5) mempunyai dua molekul bebas dalam satu assimetrik unit. Ketiga-tiga molekul mempunyai konfigurasi *cis-trans* merujuk kepada kedudukan kumpulan karbonil dan gelang fenil terhadap kumpulan tion, S melalui ikatan C-N masing-masing. Panjang dan sudut ikatan ketiga-tiga molekul adalah normal (Allen *et al.* 1987; Orpen *et al.* 1989) dan bersetuju dengan terbitan yang telah dilaporkan (Yusof *et al.* 2006; Kadir *et al.* 2006; Yusof *et al.* 2007).

Jadual 1 Data hablur dan penghalusan data hablur molekul (I), (II) dan (III)

Perkara	Molekul (I)	Molekul (II)	Molekul (III)
Formula empirik	C <sub>15</sub> H <sub>12</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> S	C <sub>15</sub> H <sub>12</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>3</sub> S	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>3</sub> S
Berat molekul	339.230	349.79	335.76
Panjang gelombang	0.71073 Å	0.71073 Å	0.71073 Å
Sistem hablur, Kumpulan ruang	Monoklinik, C2/c	Triklinik, P-1	Triklinik, P-1
Dimensi sel unit	$a = 10.888(3)$ Å $b = 10.533(3)$ Å $c = 28.131(7)$ Å $\beta = 100.803(5)^\circ$	$a = 8.264(3)$ Å $b = 10.243(3)$ Å $c = 10.352(3)$ Å $\alpha = 72.767(5)^\circ$ $\beta = 73.807(5)^\circ$ $\gamma = 69.430(4)^\circ$	$a = 10.850(3)$ Å $b = 12.217(3)$ Å $c = 13.019(3)$ Å $\alpha = 111.553(4)^\circ$ $\beta = 108.903(4)^\circ$ $\gamma = 100.006(4)^\circ$
Isipadu	3168.9(13) Å <sup>3</sup>	768.5(4) Å <sup>3</sup>	1431.9(6) Å <sup>3</sup>
Z, Ketumpatan	8, 1.422 Mg/m <sup>3</sup>	2, 1.512 Mg/m <sup>3</sup>	2, 1.558 Mg/m <sup>3</sup>
Kofiesyen serapan	0.540 mm <sup>-1</sup>	0.402 mm <sup>-1</sup>	0.428 mm <sup>-1</sup>
F(000)	1392	360	688
Saiz hablur	0.50 x 0.33 x 0.17 mm	0.36 x 0.34 x 0.20 mm	0.50 x 0.42 x 0.33 mm
Kawasan theta untuk pungutan data	2.71 hingga 28.35°	2.10 hingga 25.00 °	1.86 hingga 25.50°
Set data	-14<=h<=13, -14<=k<=14, -37<=l<=34	-9<=h<=9, -12<=k<=12, -12<=l<=12	-13<=h<=13, -14<=k<=14, 15<=l<=15
Pungutan pantulan / unik	11536 / 3928 [R(int) = 0.0237] 99.5%	7345 / 2696 [R(int) = 0.0018] 99.7 %	14042/ 5300 [R(int) = 0.0244] 99.5%
Kesempurnaan kepada theta = 26.00°			
Anjakan mak. dan min.	0.9138 dan 0.7740	0.9238 dan 0.8687	0.8715 dan 0.8143
Kaedah pemprosesan	Kuasa dua terkecil matriks-lengkap 3928 / 0 / 198	Kuasa dua terkecil matriks-lengkap 2696 / 0 / 208	Kuasa dua terkecil matriks-lengkap 5300 / 0 / 397
Data / kekangan / parameter			
Nilai ketepatan struktur (GooF)	1.042	1.043	1.051
Indeks akhir R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0544, wR2 = 0.1299	R1 = 0.0543, wR2 = 0.1522	R1 = 0.0466, wR2 = 0.1271
Indeks R (semua data)	R1 = 0.0756, wR2 = 0.1404	R1 = 0.0625, wR2 = 0.1597	R1 = 0.0572, wR2 = 0.1364
Perbezaan puncak dan lubang	0.322 dan -0.192 e.Å <sup>-3</sup>	0.763 dan -0.435 e.Å <sup>-3</sup>	0.769 dan -0.347 e.Å <sup>-3</sup>

### Molekul (I)

Satah tiourea, (S1/N1/N2/C9), 2-metilfenil (C1-C6/C7), dan 3,4-diklorofenil (C10-C15/C11/Cl2) adalah planar dengan lengcongan maksimum pada atom C7 sebanyak 0.032(3) Å. Sudut dihedral satah karbonil-tiourea dengan 2-metilfenil dan 3,4-diklorofenil masing-masing adalah 60.06(11)° dan 47.38(7)°. Sudut dihedral antara dua gelang adalah 12.98(10)°. Panjang ikatan dan sudut ikatan terpilih bagi molekul (I) disenaraikan dalam Jadual 2.

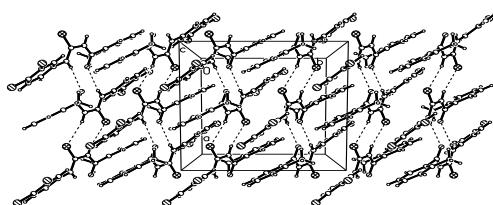


Rajah 1 Gambarajah ORTEP molekul (I) (pada kebarangkalian 50% elipsoid) dengan ikatan hidrogen intramolekul N-H···O dan C-H···S.

Jadual 2: Panjang dan sudut ikatan molekul (I)

Ikatan	Panjang Ikatan, Å	Ikatan	Sudut Ikatan, °
S1-C9	1.667(2)	O1-C8-C6	123.9(2)
O1-C8	1.216(3)	N1-C8-C6	113.28(19)
N1-C8	1.377(3)	N2-C9-N1	116.11(19)
N1-C9	1.392(3)	N2-C9-S1	125.69(17)
N2-C9	1.329(3)	N1-C9-S1	118.19(16)

Terdapat dua ikatan hidrogen intramolekul, N2-H2A···O1 dan C15-H15···S1 yang membentuk dua gelang pseudo enam ahli, (C8-N1-C9-N2-H1A···O1) dan (C9-N2-C10-C15-H15A···S1). Dalam kekisi hablur (Rajah 2), molekul dihubungkan oleh dua ikatan hidrogen intermolekul, N1-H1A···S1 and N2-H2A···O1 yang membentuk rantai satu dimensi yang selari dengan paksi *b* (Jadual 3).



Rajah 2 Gambarajah padatan molekul (I) yang dilihat ke dalam paksi *a*.

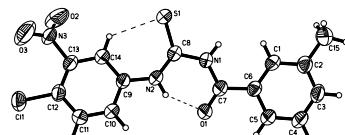
Jadual 3 Senarai ikatan hidrogen dalam molekul (I)

D-H···A	D-H	H···A	D···A	D-H···A
N1-H1A···S1 <sup>i</sup>	0.91(3)	2.66(3)	3.559(2)	166(3)
N2-H2A···O1	0.94(3)	1.88(3)	2.663(3)	140(3)
N2-H2A···O1 <sup>ii</sup>	0.94(3)	2.47(3)	3.101(3)	350(4)
C15-H15A···S1	0.93	2.81	3.204(2)	107

Simetri kod:: (i) -1/2-x, 1/2-y, 1-z; (ii) 1/2-x, 1/2-y, 1-z

## Molekul (II)

Satah dalam molekul (II) menunjukkan karbonil-tiourea, S1/N1/N2/C7/O1/C8, 3-metilfenil(C1-C6/C15) dan gelang fenil (C9-C14) adalah planar dengan lengcongan maksimum pada atom S1 sebanyak 0.047(1) Å. Sudut dihedral satah karbonil-tiourea dengan gelang fenil dan 3-metilfenil masing-masing adalah 11.34(11)° dan 7.78(11)°. Sudut dihedral antara dua gelang fenil adalah 4.65(15)° lebih kecil berbanding molekul (I). Panjang ikatan dan sudut ikatan terpilih molekul (II) pula ditunjukkan dalam Jadual 4.

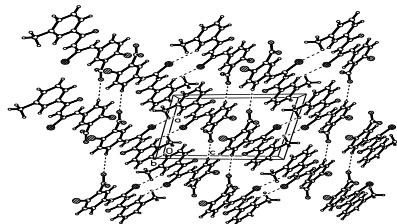


Rajah 3 Gambarajah ORTEP molekul (II) (pada kebarangkalian 50% elipsoid) dengan ikatan hidrogen intramolekul N-H···O dan C-H···S.

Jadual 4 Panjang dan sudut ikatan molekul (II)

Ikatan	Panjang Ikatan, Å	Ikatan	Sudut Ikatan, °
S1-C8	1.648(3)	N2-C8-N1	114.4(2)
C11-C12	1.725(3)	N2-C8-S1	127.4(2)
N2-C8	1.334(4)	N1-C8-S1	118.2(2)
N2-C9	1.409(3)	O3-N3-O2	123.1(3)
N1-C8	1.392(3)	C7-N1-C8	129.0(2)

Gambarajah *ORTEP* molekul (II) menunjukkan dua ikatan hidrogen intramolekul, N2-H2A···O1 dan C14-H14A···S1 yang membentuk dua gelang pseudo enam ahli, (C7-N1-C8-N2-H1A···O1) dan (C8-N2-C9-C14-H14A···S1). Dalam kekisi hablur (Rajah 4), molekul tersusun membentuk rantaian dua dimensi melalui ikatan hidrogen intermolekul, C1-H1B···S1 dan C10-H10A···O2 selari dengan permukaan *ac* (Jadual 5).



Rajah 4 Gambarajah padatan molekul (II) yang dilihat ke dalam paksi *b*.

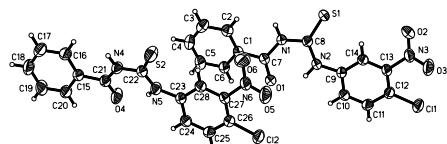
Jadual 5 Senarai ikatan hidrogen dalam molekul (II)

D-H···A	D-H	H···A	D···A	D-H···A
N2-H2A···O1	0.86	1.86	2.595(4)	142
C1-H1B-N1	0.93	2.60	2.899(4)	100
C1-H1B···S1 <sup>i</sup>	0.93	2.78	3.625(4)	152
C5-H5A-O1	0.93	2.44	2.757(4)	100
C10-H10A···O2 <sup>ii</sup>	0.93	2.57	3.428(5)	154
C14-H14A···S1	0.93	2.55	3.184(3)	126

Simetri kod: (i)  $1-x, 1-y, 2-z$ ; (ii)  $-1+x, y, z$

### Molekul (III)

Rajah 5 menunjukkan gambarajah *ORTEP* pada kebarangkalian 50% molekul (III) yang mana terdapat dua molekul bebas dalam satu unit assimetri, molekul (I) (C1-C14/ N1-N3/ O1-O3) dan molekul (II) (C15-C28/ N4-N6/ O4-O6) masing-masing mempunyai konfigurasi *cis-trans*. Satah tiourea S1/N1/N2/C8 dan S2/N4/N5/C22 dengan gelang fenil (C1-C6) dan (C15-C20) kelihatan planar dengan lencongan maksimum 0.016(2) Å dan 0.026(2) Å pada atom C8 dan N4. Gelang 4-kloro-3-nitrofenil dalam kedua-dua molekul adalah planar dengan pesongan maksimum pada atom O2 dan O5 masing-masing 0.550(2) Å dan -0.306(2) Å daripada satah minimum masing-masing. Sudut dihedral gelang fenil dan 4-kloro-3-nitrofenil dengan satah tiourea dalam molekul (I) masing-masing adalah 38.24(15) dan 32.82(13) lebih besar berbanding dalam molekul (II) 19.30(14) dan 19.57(12). Sudut dihedral satah fenil dalam kedua-dua molekul tersebut adalah 6.57(15) dan 5.14(15). Panjang ikatan dan sudut ikatan terpilih bagi molekul (III) disenaraikan dalam Jadual 6.

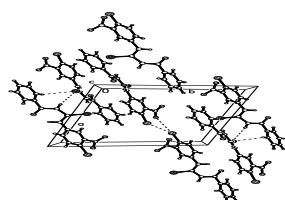


Rajah 5 Gambarajah ORTEP molekul (III) (pada kebarangkalian 50% elipsoid) dengan ikatan hidrogen intramolekul N-H···O dan C-H···S.

Jadual 6: Panjang dan sudut ikatan dalam molekul (III)

Ikatan	Panjang Ikatan, Å	Ikatan	Sudut Ikatan, °
S1-C8	1.660(2)	C7-N1-C8	128.4(2)
S2-C22	1.658(3)	C8-N2-C9	129.2(2)
N1-C7	1.383(3)	C21-N4-C22	128.7(2)
N1-C8	1.388(3)	C22-N5-C23	131.1(2)
N2-C8	1.332(3)	O1-C7-N1	121.7(2)
N2-C9	1.408(3)	N2-C8-S1	126.67(18)
N4-C21	1.381(3)	N1-C8-S1	118.61(18)
N4-C22	1.389(3)	O4-C21-N4	121.2(2)
N5-C22	1.330(3)	N5-C22-S2	126.64(19)
N5-C23	1.411(3)	N4-C22-S2	117.88(18)

Setiap molekul mempunyai dua ikatan hidrogen intramolekul, [N2-H2A···O1, C14-H14A···S1] dan [N5-H5A···O4, C28-H28A···S2], membentuk dua gelang pseudo enam ahli bagi setiap molekul, [C8-N2-C9-C14-H14A···S1, C7-N1-C8-N2-H2B···O1 dan C22-N5-C23-C28-H28A···S2, C21-N4-C22-N5-H5B···O4]. Dalam Rajah 8, kekisi hablur molekul tersusun sebagai dimer yang selari dengan permukaan *ab* melalui ikatan hidrogen intermolekul, C2-H2···S2 dan C16-H16···S1 (Jadual 7).



Rajah 8 Gambarajah padatan molekul (III) yang dilihat ke dalam paksi *c*.

Jadual 7 Senarai ikatan hidrogen dalam molekul (III)

D-H···A	D-H	H···A	D···A	D-H···A
N2-H2···O1	0.86	1.90	2.608(4)	138
N5-H5···O4	0.86	1.90	2.617(4)	140
C2-H2A···S2 <sup>i</sup>	0.86	2.84	3.593(4)	139
C14-H14···S1	0.86	2.67	3.194(3)	117
C16-H16···S1 <sup>i</sup>	0.86	2.77	3.644(3)	158
C28-H28···S2	0.86	2.58	3.185(3)	123

Simetri kod : (i) 2-x, 1-y, 2

Berdasarkan perbandingan tinjauan data bagi ketiga-tiga molekul (I), (II) dan (III) menunjukkan jarak ikatan C-S dan C-N hampir sekata dalam julat 1.658 Å dan 1.375 Å. Jarak ikatan gelang yang mempunyai gantian metil dan tanpa gantian metil dalam hablur (II) dan (III) mempunyai julat masing-masing yang sepadan iaitu 1.379 Å dan 1.375 Å walaupun kedua-duanya mempunyai kedudukan kumpulan 4-kloro-3-nitrofenil yang sama tidak menunjukkan perubahan yang besar.

### KESIMPULAN

Dua sebatian terbitan metilbenzoiltiourea dan satu terbitan benzoiltiourea berjaya disintesikan dan dianalisis dengan menggunakan kaedah moden iaitu kristalografi Sinar-X hablur tunggal. Ketiga-tiga molekul (I), (II) dan (III) masing-masing berkonfigurasi *cis-trans* merujuk kepada kedudukan kumpulan karbonil dan gelang fenil terhadap kumpulan tion, S melalui ikatan tiourea C-N. Data penting kristalografi sinar-X, ketiga-tiga molekul ditunjukkan dalam jadual masing-masing, panjang ikatan, sudut ikatan, sudut dihedral dan pengikatan hidrogen dapat ditentukan.

### PENGHARGAAN

Setinggi-tinggi penghargaan diberikan kepada Universiti Malaysia Terengganu dan Universiti Kebangsaan Malaysia di atas kemudahan yang telah diberikan dan kepada Kerajaan Malaysia atas sumbangan kewangan melalui Kementerian Pengajian Tinggi projek FRGS 59001.

### RUJUKAN

1. Aamrani, F. Z. E. L., Kumar, A., Beyer, L., Petrich, M. & Sastre, A. M. 1999. *Analytical Chimica Acta.* 382, 205-213.
2. Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. 1987. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, 1-19.
3. Awad, M. K. 2004. *Journal of Electroanalytical Chemistry.* 567, 219-225.
4. Dixit, P.P., Patil, V.J., Nair, P.S., Jain, S., Sinha, N. & Arora, S.K. 2006. *European Journal of Medicinal Chemistry.* 41, 423-428.
5. Dong, Y., Venkatachalam, T.K., Narla, R.K., Trieu, V.N., Sudbeck E.A. & Uckun, F.M. 1999. *Bioorganic & Medical Chemistry Letters.* 10, 87-90.
6. Domínguez, M., Anticó, E., Beyer, L., Aguirre, A., García-Granda, S. & Salvadó, V. 2002. *Polyhedron.* 2, 1429-1437.
7. Gherrou, A., Kerdjoudj, H., Molinari, R., & Drioli, E. 2001. *Desalination.* 139, 317-325.
8. Kadir, M. A., Ahmad, K., Yusof, M. S. M. & Yamin, B. M. 2007. *Acta Cryst. E63*, 03711.
9. Orpen, A. G., Brammer, O., Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G. & Taylor, R. 1989. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1-83.

10. Weiqun, Z., Kuisheng, L., Yong, Z. & Lude, L. 2003. *Journal of Molecular Structure.* 657, 215-223.
11. Yusof, M. S. M., Rahim, S. S. A. & Yamin, B. M. 2006. *Acta Cryst. E62*, 01740-01741.
12. Yusof, M. S. M., Saadum, Z. I. M. & Yamin, B. M. 2007. *Acta Cryst. E63*, 04285.
13. Yusof, M. S. M., Pazil, A. M., Kadir, M. A. & Yamin, B. M. 2007. *Acta Cryst. E63*, 01302-01303.