

HADIAH

PENGHIDROGENAN BERMANGKIN DENGAN  
MENGUNAKAN SEBATIAN  
ORGANOLOGAM

OLEH  
JULAIHA ABDUL HAMID

KUE 400  
PROJEK PENYELIDIKAN

Disertasi ini adalah untuk memenuhi  
keperluan pengijazahan

B.App.Sc. (Hons)

PENYELIA  
DR. OMAR SHAWKATALY  
DAN  
DR. MOHAMAD ABU BAKAR

PUSAT PENGAJIAN SAINS KIMIA  
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA  
PULAU PINANG

APRIL, 1991

PENGHARGAAN

Syukur ke hadrat Allah Yang Maha Pemurah dan Maha Mengasihani kerana dengan izinNya saya telah dapat menyempurnakan disertasi ini pada masa yang telah ditetapkan.

Untuk itu, saya ingin merakamkan terima kasih yang tidak terhingga kepada Dr. Omar Shawkataly dan Dr. Mohamad Abu Bakar di atas segala perhatian, bimbingan, nasihat dan dorongan yang telah diberikan sepanjang penyelidikan ini dijalankan. Terima kasih juga di atas bantuan yang telah diberikan untuk menyelesaikan penulisan disertasi ini.

Saya juga ingin mengucapkan terimakasih kepada pegawai penyelidik, Cik Flora Anthonysamy di atas bantuan dan kerjasama yang telah beliau berikan. Tidak ketinggalan juga, kakitangan Pusat Pengajian Sains Kimia, terutama En. Yee Chin Leng dan En. Ariffin Majid, yang sering memberikan kerjasama untuk menjayakan penyelidikan ini.

Tidak dilupakan juga, rakan-rakan seperjuangan yang telah menyumbangkan idea-idea, perangsang dan bantuan sepanjang sama-sama menjalankan projek penyelidikan. Semoga Allah membalas segala kebaikan yang kalian berikan.

Kutujukan Untuk :

Abah,

Kenangan bersamamu tetap bersemadi  
walau waktu itu aku terlalu kecil  
untuk mengenal kasihmu...

Emak,

Terima kasih atas segala pengorbanan  
dan pahit jerih yang kau curahkan.  
Ketabahanmu sering menutup  
kedukaanmu...

Ida & Ali,

Kita sama-sama mengharap sayang  
yang tak mungkin diraih lagi.  
Kini kita bersama menebus  
airmata itu...

Insan-insan yang kusayangi,

Semoga keredhaanNya sentiasa  
mengiringi perjalanan  
kita...

SENARAI SINGKATAN

$(C_3H_5PdCl)_2$	(Trihaptoalil)kloropaladium dimer
$HRu_3(CO)_9(CDT)$	Nonakarbonil(siklododekatrienil) hidridotrirutenium
$RuCl(PPh_3)_2(\eta^5-Cp)$	(Pentahaptosiklopentadienil) <u>bis</u> -(trifenilfosfina)klororutenium
$N_2RhH(P(Cy)_3)_3$	<u>Tris</u> (trisikloheksilfosfina)hidrido dinitrogenrodium
$Co_2(CO)_8$	Oktakarbonildikobalt
$HCo(CO)_4$	Pentakarbonilhidridokobalt
$PtCl_2$	Dikloroplatinum
$PtCl_4$	Pentakloroplatinum
$RuClH(PPh_3)_3$	<u>Tris</u> (trifenilfosfina)hidridoklororutenium
$\eta^3-C_3H_5Co(P(OCH_3)_3)_3$	(Trihaptoalil) <u>tris</u> (trimetoksifosfina) kobalt
$(Ph_3P)_3RhCl$	<u>Tris</u> (trifenilfosfina)klororodium
$RuCl(PPh_3)_3$	<u>Tris</u> (trifenilfosfina)klororutenium
$RuCl_2(PPh_3)_3$	<u>Tris</u> (trifenilfosfina)diklororutenium
$H_4Ru_4(CO)_{12}$	Tetrahidridododekakarboniltetra-rutenium
$(COD)PdCl_2$	(Siklooktadiena)dikloropaladium
$(CODRhCl)_2$	(Siklooktadiena)diklororodium dimer
$Ru(CO)_5$	Pentakarbonilrutenium
$Ru_3(CO)_{12}$	Dodekakarboniltrirutenium

$\text{Ru}(\text{acac})_3$	Triasetilasektorutenium
$(\text{RuCl}_2(\text{CO})_3)_2$	Trikarbonildiklororutenium dimer
$\text{RuCl}_2(\text{CO})_2(\text{PPh}_3)_2$	<u>Bis</u> (trifenilfosfina)dikarbonil- diklororutenium
$\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)_2$	<u>Bis</u> (trifenilfosfina)trikarbonilferum
$\text{Pd}(\text{PhCN})_2\text{Cl}_2$	<u>Bis</u> (fenilsianida)dikloropaladium
$\text{Pd}_5(\text{PPh})_2$	<u>Bis</u> (fenilfosfina)pentapaladium
$\text{PhNO}_2$	Nitrobenzena
$\text{PhNH}_2$	Anilina
CO	Karbon monoksida
$\text{H}_2$	Hidrogen
DMF	Dimetilformamida
atm	Atmosfera
$^{\circ}\text{C}$	darjah Celcius
ml	mililiter
mg	miligram
$\mu\text{l}$	mikroliter

## ABSTRAK

Tindakbalas penghidrogenan bermangkin nitrobenzena kepada anilina telah dikaji dengan menggunakan kompleks-kompleks organologam seperti  $(C_3H_5PdCl)_2$ ,  $HRu_3(CO)_9(CDT)$  dan  $RuCl(PPh_3)_2(\eta^5-Cp)$ . Hasil tindakbalas yang diperolehi dari proses penghidrogenan ini dianalisis secara kromatografi gas untuk mengetahui peratusan anilina yang hadir.

Suhu tindakbalas dan jumlah mangkin yang digunakan telah ditetapkan, dan tindakbalas dijalankan dengan menggunakan tekanan yang berlainan. Keputusan menunjukkan terdapat satu had di mana hasil anilina tidak akan meningkat secara linear mengikut tekanan tersebut.

Jangkamasa tindakbalas, suhu, tekanan dan jumlah mangkin yang digunakan mempengaruhi hasil anilina yang diperolehi. Suhu serta tekanan yang tinggi, juga jumlah mangkin yang besar akan meningkatkan hasil hinggalah sampai kepada tahap maksimumnya.

Secara keseluruhannya, didapati kompleks  $(C_3H_5PdCl)_2$  merupakan mangkin yang didapati paling berkesan untuk proses penghidrogenan ini. Kompleks-kompleks yang lain juga boleh memangkinkan tindakbalas tetapi kurang berkesan dan hasil yang diperolehi adalah kurang berbanding dengan hasil dari penggunaan mangkin  $(C_3H_5PdCl)_2$ .

ABSTRACT

Catalytic hydrogenation of nitrobenzene to aniline had been studied using organometallic compounds such as  $(C_3H_5PdCl)_2$ ,  $HRu_3(CO)_9(CDT)$  and  $RuCl(PPh_3)_2(\eta^5-Cp)$ . The product (aniline) present in the sample is analysed by gas-chromatography to determine the its percentage volume.

The reaction was done with various pressure to investigate the rate of aniline produced while keeping constant the reaction temperature and total amount of catalyst used. The results show that there is a limit when aniline that been produced would not increased linearly with respect to pressure used.

The duration of the reactions, temperature, pressure and total amount of catalysts used are the factors which influence the percentage of aniline product. High temperature and pressure, and also an increase in the amount of catalyst will increase the product until it reaches a maximum.

Overall, the dimeric complex  $(C_3H_5PdCl)_2$  is the most effective catalyst for this hydrogenation process. Other complexes are less effective as evidence from the yield of aniline.