

Penghasilan Polioli Minyak Sawit Olein Secara Hidrolisis Selanjar dan Berkelompok

(Palm Olein Polyols Production by Batch and Continuous Hydrolysis)

DARFIZI DERAWI* & JUMAT SALIMON

ABSTRAK

Sebatian polioli minyak sawit olein (di-hidroksi- PO_0) (70% hasil) disintesis melalui pembukaan gelang oksirana minyak sawit olein terepoksida (EPO_0) secara hidrolisis selanjar dan berkelompok. Hasil optimum pembukaan gelang oksirana (97.2%) bagi kedua-dua tindak balas selama 90 min (tindak balas selanjar) dan 75 min (tindak balas berkelompok) dengan menggunakan mangkin asid perklorik 3% v/wt. Spektrum transformasi Fourier inframerah (FTIR) di-hidroksi- PO_0 menunjukkan kehadiran puncak lebar getaran regangan kumpulan hidroksil pada nombor gelombang 3429 cm^{-1} , menunjukkan sebatian polioli telah berjaya dihasilkan. Spektrum resonan magnetik nukleus-karbon (^{13}C -NMR) di-hidroksi- PO_0 telah menunjukkan kehadiran puncak karbon yang terikat dengan kumpulan hidroksil (74.5 ppm). Spektrum resonan magnetik nukleus-proton (1H -NMR) di-hidroksi- PO_0 telah menunjukkan kehadiran puncak proton yang terikat pada karbon polioli (3.4 ppm) dan proton pada kumpulan hidroksil (4.6 ppm). Kelikatan kinematik produk polioli (nilai hidroksil sebanyak 110.7 mgKOH/g minyak) adalah 1435.2 cSt (40°C) dan 55.2 cSt (100°C) dengan indeks kelikatan 78.

Kata kunci: hidrolisis; minyak sawit olein terepoksida; polioli minyak sawit olein

ABSTRACT

Di-hydroxy- PO_0 (70% of yield) was synthesised through oxirane cleavage of epoxidized palm olein (EPO_0) by using continuous and batch hydrolysis process. Both hydrolysis processes obtained an optimum oxirane cleavage yield (97.2%) by using perchloric acid 3% v/wt for 90 min (continuous process) and 75 min (batch process). The presence of stretching vibration broadband peak of hydroxyl at wavenumber 3429 cm^{-1} shown on the Fourier transformation infra-red (FTIR) spectrum, indicate formation of polyols compound. The carbon-nuclear magnetic resonance (^{13}C -NMR) spectrum of di-hydroxy- PO_0 showed the presence of carbon peak bonded with hydroxyl (74.5 ppm). The proton-nuclear magnetic resonance (1H -NMR) spectrum of di-hydroxy- PO_0 showed the presence of proton peak attached to the carbon of polyols (3.4 ppm) and proton of hydroxyl (4.6 ppm). Kinematic viscosity of polyols product (110.7 mgKOH/g oil) were 1435.2 cSt (40°C) and 55.2 cSt (100°C) with the viscosity index of 78.

Keywords: Epoxidized palm olein; hydrolysis; palm olein polyols

PENGENALAN

Sejak akhir-akhir ini, ramai penyelidik berminat dalam pemodifikasian struktur triasilgliserol (TAG) minyak supaya menjadi produk yang boleh diaplikasikan. Antara produk pemodifikasian minyak dan lemak adalah sebatian polioli. Namun, penghasilan polioli di pasaran dunia banyak diperolehi daripada bahan petroleum (Tanaka et al. 2007). Pasaran dunia mencatatkan sebanyak 90% polioli digunakan untuk penghasilan poliuretana (PU) adalah terdiri daripada sebatian berasaskan polieter dan propilena oksida. Namun, kesan daripada krisis minyak petroleum dan peningkatan pemanasan global, terdapat minat yang tinggi dalam penggunaan sumber yang boleh diperbaharui bagi menggantikan penggunaan sebatian terbitan petrokimia (Huang & Zhang 2002; Rozman et al. 2003; Velayutham et al. 2009).

Malaysia adalah antara negara pengeluar utama minyak sawit mentah (CPO) di dunia dan ini dapat memberikan

kelebihan kepada Malaysia untuk memajukan industri pengeluaran produk berasaskan minyak sawit olein (PO_0). Walau bagaimanapun, penggunaan PO_0 sering tertumpu dalam industri minyak masak. Umumnya, PO_0 adalah minyak fraksi (65-70%) yang terhasil daripada proses penyulingan berperingkat daripada minyak sawit yang telah dimurnikan (RBDPO) (Gunstone 2004). PO_0 mengandungi sebanyak 31% asid oleik dan 12% asid linoleik pada rantai triasilgliserol (TAG) dengan nilai iodin 51-61 (Gunstone 2004; O'Brien 1998; Scrimgeour 2005). Kedua-dua asid ini dalam PO_0 adalah perlu bagi menjalankan proses pemodifikasian struktur TAG PO_0 untuk menghasilkan suatu sebatian baru kerana mempunyai ikatan ganda dua, tempat berlakunya pengubahsuaian kumpulan berfungsi pada rantai ester TAG. Sebelum ini RBDPO hanya digunakan untuk industri makanan, sabun, detergen dan kosmetik. Jarang sekali dijumpai penyelidikan tentang pemodifikasian PO_0 , terutamanya kepada sebatian polioli.

Sampel minyak perlulah ditukarkan kepada bentuk minyak terepoksida terlebih dahulu supaya tindak balas hidrolisis dapat dilakukan bagi menghasilkan sebatian polioliol. Dalam keadaan berasid kuat, minyak terepoksida akan terproton dan seterusnya berlakunya serangan molekul air terhadap minyak terepoksida terproton. Akhirnya berlaku pemutusan gelang epoksida dan akan menghasilkan sebatian 1,2-diol (Wade 2006).

Terdapat beberapa kajian tentang pemodifikasian PO_0 kepada sebatian polioliol telah dilakukan. Polioliol yang dihasilkan lebih tertumpu kepada penghasilan sebatian polimer. Penukaran TAG kepada monoasilgliserol (MAG) adalah salah satu kaedah dalam memperkenalkan kumpulan hidroksil pada minyak sawit untuk menjadi polioliol minyak sawit. Terdapat beberapa kaedah menyediakan MAG iaitu gliserolisis antara minyak dan lemak dengan gliserol; sintesis berenzim menggunakan mangkin lipase dan pengesteran asid lemak atau ester alkil secara terus dengan gliserol (Noureddini & Medikonduru 1997). Terdapat kajian penyediaan polioliol berasaskan RBDPO melalui proses pengepoksidaan bagi penghasilan poliuretana (PU). Sampel minyak polioliol dihasilkan dengan menindak balaskan sebatian terepoksida dengan alkohol polihidrik (Siwayanan et al. 1999). Kajian lain iaitu penghasilan PU daripada polioliol berasaskan RBDPO dengan minyak sawit ditukarkan kepada monogliserida (polioliol) melalui gliserolisis.

PU dihasilkan daripada campuran polioliol dan polietilena glikol (PEG) atau dietilena glikol (DEG) dengan sebatian isosianat (Tanaka et al. 2007). Penghasilan polioliol juga dilakukan dengan menindak balaskan RBDPO dan minyak isirung sawit dengan alkohol polihidrik dan asid karbosilik untuk menghasilkan sebatian polioliol berantai panjang. Polioliol ini ditindak balaskan dengan poli-isosianat untuk menghasilkan PU (Salmiah et al. 1995). Terdapat kajian penghasilan polioliol minyak sawit olein terakril dengan menggunakan tindak balas pengesteran poli-kondensasi antara polioliol dengan asid akrilik bagi penggunaan sebagai pra-polimer dalam formulasi pencegah radiasi. Polioliol terakril terhasil ditindak balaskan dengan monomer 1,6-heksana-diol diakrilat (HDDA) atau trimetilolpropana triakrilat (TMPTA) untuk menghasilkan formulasi pencegah radiasi (Cheong et al. 2009).

Kertas ini membincangkan tentang kajian penghasilan sebatian polioliol minyak sawit olein (di-hidroksi- PO_0) melalui proses pengepoksidaan dan diikuti oleh proses pembukaan gelang secara hidrolisis selangar dan berkelompok. Peratus pembukaan gelang oksirana EPO_0 dilaporkan dan ujian pencetakan transformasi Fourier inframerah (FTIR), resonans magnetik nukleus karbon (^{13}C -NMR) dan proton (1H -NMR) dilakukan bagi membuktikan kehadiran profil kumpulan hidroksil dan kehilangan gelang oksirana.

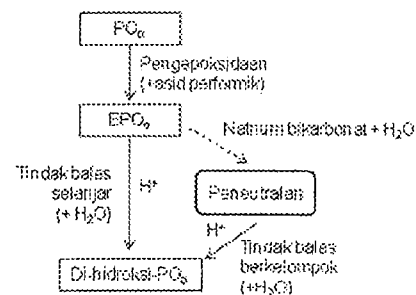
BAHAN DAN KAEDAH

Minyak sawit olein terepoksida (EPO_0) dengan kandungan oksigen oksirana 3.61% telah disediakan daripada minyak sawit olein berjenama Seri Murni (FFM Marketing Sdn. Bhd.) (Darfizzi & Jumat 2010).

Proses hidrolisis EPO melibatkan dua jenis tindak balas iaitu secara selangar dan berkelompok (Rajah 1). Proses hidrolisis bermangkin asid ini menggunakan air suling sebagai bahan tindak balas utama untuk membentuk glikol (Wade 2006) dengan nisbah tindak balas EPO_0 terhadap air suling iaitu 1 : 5 (mol/mol) dan pada suhu tindak balas $75^\circ C$ (Dinda et al. 2008). Keadaan tindak balas yang dijalankan adalah seperti yang terdapat pada Jadual 1. Selepas proses hidrolisis dijalankan, hasil tindak balas dineutralkan dengan menggunakan larutan sodium bikarbonat 5% wt/v, air suling dan larutan sodium klorida 5% wt/v. Kemudian, hasil dipisahkan, seterusnya dikira nilai kandungan oksigen oksirana (OOC) (AOCS Cd 9-57) (A.O.C.S. 1998; Paquot 1979) dan peratus pembukaan gelang oksirana. Nilai hidroksil (OH) dikira berdasarkan kaedah AOCS Cd 13-60 (Emery 1983). Pencirian sampel polioliol yang dihasilkan melibatkan ujian kestabilan oksidatif (Jumat et al. 2011), ujian takat kilat dan api (ASTM D 92-78), ujian kelikatan kinematik (ASTM D 445-79) (Emery 1983) dan indeks kelikatan (ASTM D2270) (Stachowiak & Batchelor 2005). Sampel hasil dilakukan ujian pengecaman dengan menggunakan transformasi Fourier inframerah (FTIR), resonans magnetik nukleus-proton (1H -NMR) dan resonans magnetik nukleus-karbon (^{13}C -NMR) bagi mengesahkan pembukaan gelang oksirana telah berlaku dan kehadiran profil polioliol bagi di-hidroksi- PO_0 dapat dibuktikan. Ujian FTIR dijalankan dengan menggunakan instrumen FTIR berjenama Perkin Elmer, model GX. Sampel disediakan dengan menggunakan kaedah tettingkap natrium klorida (NaCl) tanpa menggunakan sebarang pelarut. Julat nombor gelombang (cm^{-1}) yang digunakan adalah $4000-700\ cm^{-1}$. Analisis 1H -NMR dan ^{13}C -NMR dijalankan menggunakan FT-NMR 600 MHz Cryoprobe, berjenama Bruker, model Avance 111 600 MHz dengan menggunakan pelarut kloroform ($CDCl_3$).

HASIL DAN PERBINCANGAN

Gelang oksirana sebatian terepoksida boleh dilakukan tindak balas pembukaan gelang dengan menggunakan mangkin asid atau bes (Wade 2006). Umumnya diketahui bahawa gelang oksirana amat tidak stabil pada medium berasid dan boleh mengakibatkan terjadinya



RAJAH 1. Skema tindak balas hidrolisis EPO_0 untuk menghasilkan di-hidroksi- PO_0 .

JADUAL 1. Keadaan tindak balas pembukaan gelang EPO_n

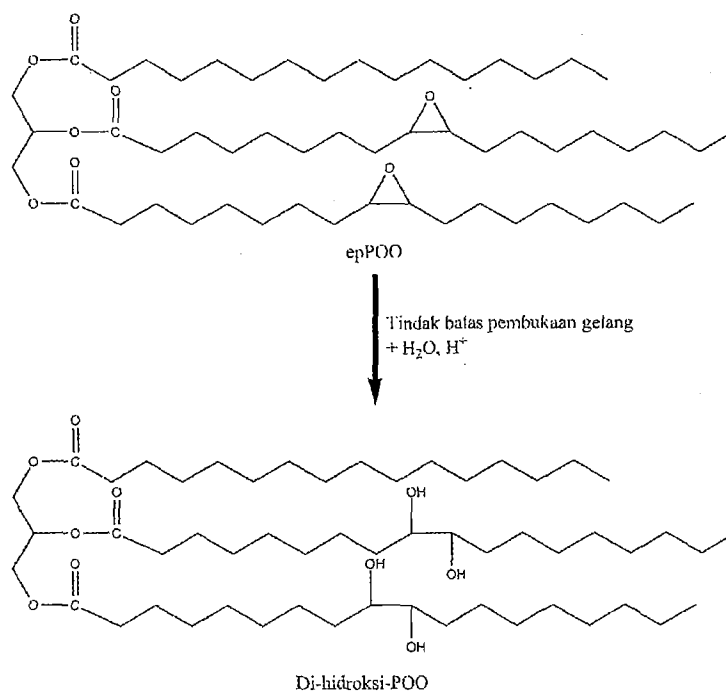
Set	Jenis Tindak Balas	Mangkin	Mangkin v/wt	Masa Tindak Balas (min)
a	Selanjat	HClO ₄	1%	30
b	Selanjat	HClO ₄	1%	60
c	Selanjat	HClO ₄	3%	30
d	Selanjat	HClO ₄	3%	60
e	Selanjat	-	-	60
f	Berkelompok	HClO ₄	3%	60
g	Berkelompok	HClO ₄	3%	30
h	Berkelompok	HClO ₄	1%	30
i	Berkelompok	H ₂ SO ₄	1%	30

proses pembukaan gelang berlaku dengan cepat. Suhu tindak balas yang tinggi juga memainkan peranan dalam pembukaan gelang oksirana sampel terepoksida (Gunstone 2004). Kadar hidrolisis gelang oksirana akan meningkat pada suhu tindak balas 75°C (Dinda et al. 2008). Gelang oksirana EPO_n dibuka bagi menghasilkan kumpulan hidroksil pada rantai TAG polioliol (Rajah 2).

Dalam kajian ini, tindak balas pembukaan gelang oksirana dilakukan melalui kaedah hidrolisis air suling. Gelang oksirana mempunyai kestearikan gelang yang tinggi. Asid perklorik merupakan asid pekat yang sangat reaktif dan sesuai untuk membuka gelang oksirana

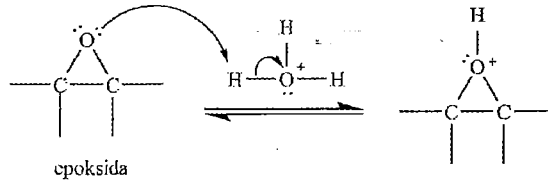
dengan cepat. Rajah 3 menunjukkan mekanisme tindak balas pembukaan gelang oksirana bermangkin asid menggunakan air untuk menghasilkan glikol dengan anti-stereokimia. Mekanisme tindak balas melibatkan pemprotonan atom oksigen, diikuti dengan serangan S_N2 oleh air. Kedudukan anti-stereokimia mengakibatkan serangan arah belakang oleh air terhadap epoksida terproton (Wade 2006).

Perbandingan spektrum FTIR di-hidroksi-PO_n dengan EPO_n telah dilakukan seperti Rajah 4. Terdapat puncak yang mewakili getaran regangan gelang oksirana EPO_n pada nombor gelombang 844 cm⁻¹ (Darfizzi & Jumat 2010).

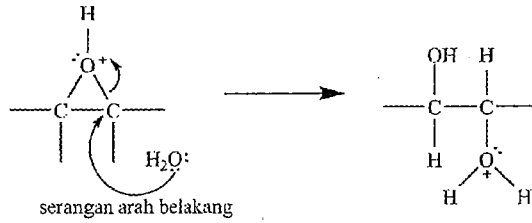


RAJAH 2. Proses pembukaan gelang oksirana EPO_n untuk menghasilkan di-hidroksi-PO_n (TAG Major PO_n = POO)

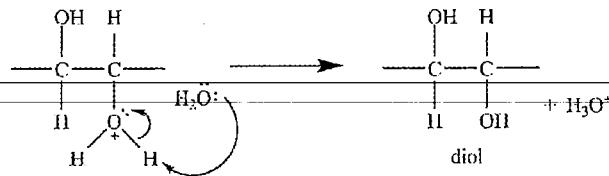
Langkah 1: Epoksida terproton untuk menghasilkan elektrofil yang kuat



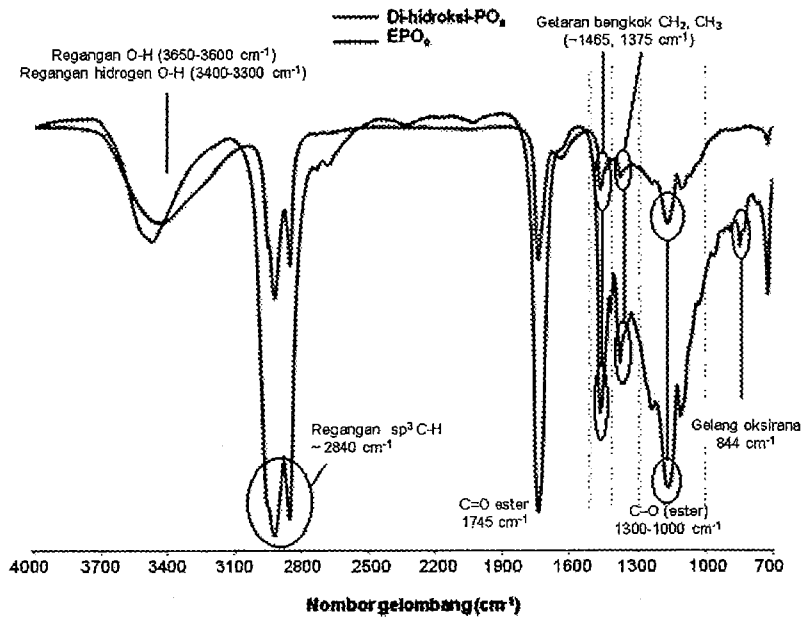
Langkah 2: Serangan elektrofilik untuk membuka gelang oksirana



Langkah 3: Nyah-proton untuk menghasilkan diol



RAJAH 3. Mekanisme tindak balas pembukaan gelang oksirana secara hidrolisis berasid



RAJAH 4. Perbandingan spektrum FTIR di-hidroksi-PO dengan EPO

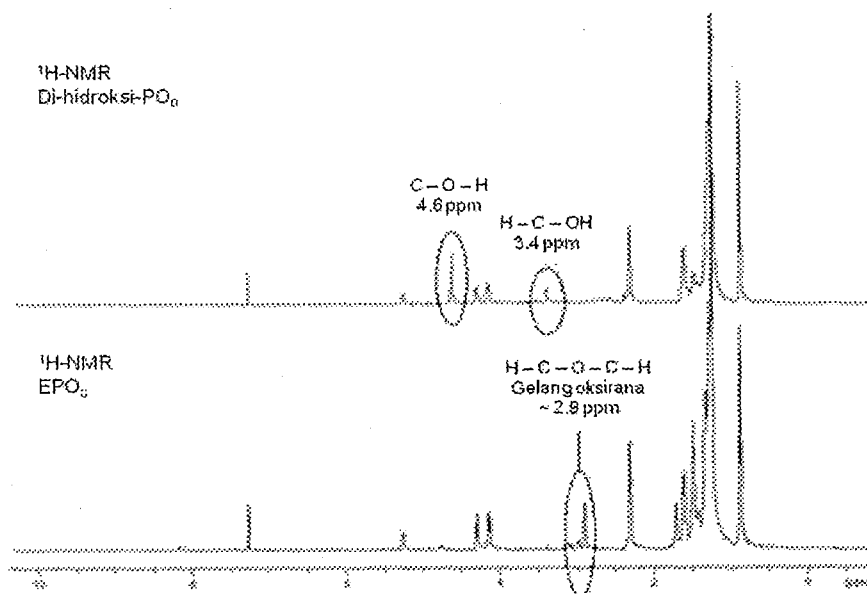
Spektrum di-hidroksi- PO_0 menunjukkan bahawa puncak gelang oksirana pada nombor gelombang tersebut telah hilang. Terdapat puncak getaran regangan O-H pada julat nombor gelombang 3650-3600 cm^{-1} dan regangan hidrogen O-H pada julat nombor gelombang 3400-3300 cm^{-1} (Pavia et al. 2001; Socrates 2001). Ini menunjukkan bahawa ikatan gelang oksirana pada EPO_0 telah pun berjaya dibuka untuk membentuk kumpulan hidroksil pada di-hidroksi- PO_0 .

Perbandingan spektrum $^1\text{H-NMR}$ antara di-hidroksi- PO_0 dengan EPO_0 telah dilakukan seperti Rajah 5. Spektrum proton tersebut telah menunjukkan kehadiran puncak proton gelang oksirana EPO_0 terbit pada anjakan kimia 2.9 ppm. Puncak proton pada karbon α yang terikat dengan kumpulan hidroksil (H-C-OH) terbit pada anjakan kimia 3.4 ppm. Terdapat juga puncak proton pada anjakan kimia 4.6 ppm yang mewakili proton pada kumpulan hidroksil (-O-H) (Pavia et al. 2001). Ini membuktikan bahawa setelah proses pembukaan gelang secara hidrolisis air suling dilakukan, profil proton bagi gelang oksirana EPO_0 telah hilang dan digantikan dengan profil proton bagi kumpulan hidroksil di-hidroksi- PO_0 .

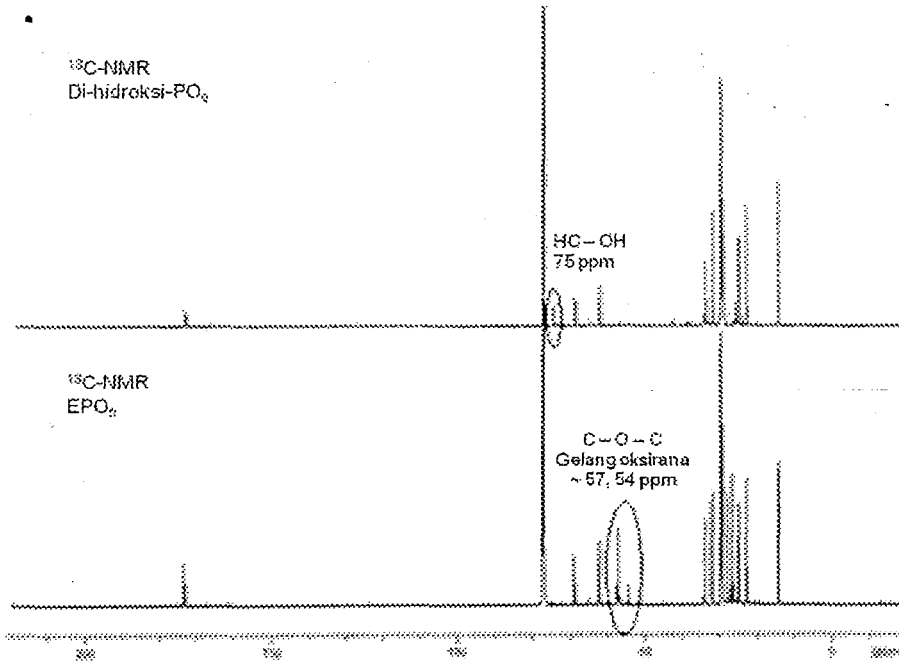
Perbandingan spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ antara di-hidroksi- PO_0 dengan EPO_0 telah dilakukan seperti Rajah 6. Spektrum karbon tersebut telah menunjukkan kehadiran puncak karbon gelang oksirana bagi EPO_0 pada anjakan kimia 57.4 ppm dan 54.5 ppm. Puncak karbon karbonil yang terikat pada kumpulan hidroksil (HC-OH) terbit pada anjakan kimia 74.5. Pavia et al. (2001) menyatakan bahawa puncak karbon bagi karbonil (C=O) terbit pada anjakan kimia 40-80 ppm. Ini membuktikan bahawa profil karbon bagi gelang oksirana EPO_0 telah hilang sepenuhnya dan kehadiran profil karbon bagi ikatan hidroksil di-hidroksi- PO_0 .

Rajah 7 menunjukkan peratus pembukaan gelang oksirana bagi hidrolisis selanjar. Tindak balas pembukaan gelang secara selanjar menggunakan HClO_4 3% v/w selama 60 min telah memberikan hasil yang tertinggi iaitu sebanyak 94.7% pembukaan gelang oksirana telah dicatatkan. Tindak balas selanjar tanpa mangkin memberikan hasil pembukaan gelang oksirana yang minimum iaitu sebanyak 28.3%. Ini bermakna, tindak balas pembukaan gelang dengan air suling memerlukan keadaan mangkin berasid bagi memangkin tindak balas pembukaan gelang oksirana EPO_0 . Tindak balas pembukaan gelang menggunakan HClO_4 1% v/w selama 30 min dan 60 min mencatatkan sebanyak 80.2% dan 84.0% pembukaan gelang oksirana. Manakala, tindak balas hidrolisis menggunakan HClO_4 3% v/w selama 30 min dan 60 min mencatatkan sebanyak 91.4% dan 94.7% pembukaan gelang oksirana. Ini menunjukkan jumlah asid yang tinggi diperlukan bagi meningkatkan kadar tindak balas dalam memberikan hasil pembukaan gelang oksirana yang optimum. Ini membuktikan bahawa peningkatan jumlah mangkin asid yang digunakan dapat meningkatkan kadar tindak balas pembukaan gelang oksirana bagi membentuk polioliol (Dinda et al. 2008).

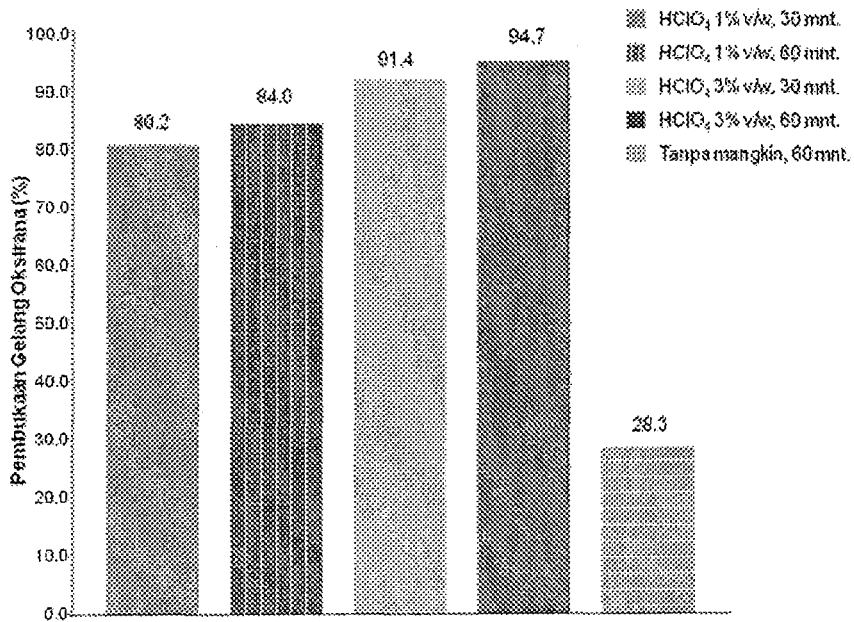
Bagi tindak balas berkelompok seperti Rajah 8, peratus pembukaan gelang oksirana tertinggi (95.7%) diperoleh dengan menggunakan 3% v/w asid perklororik selama 60 min tindak balas. Penggunaan HClO_4 sebagai mangkin asid dalam tindak balas berkelompok telah memberikan peratus pembukaan gelang oksirana yang hampir sama. Ini menunjukkan tindak balas hampir lengkap bagi semua keadaan tindak balas bagi penggunaan mangkin HClO_4 . Manakala, tindak balas menggunakan mangkin asid sulfurik telah memberikan



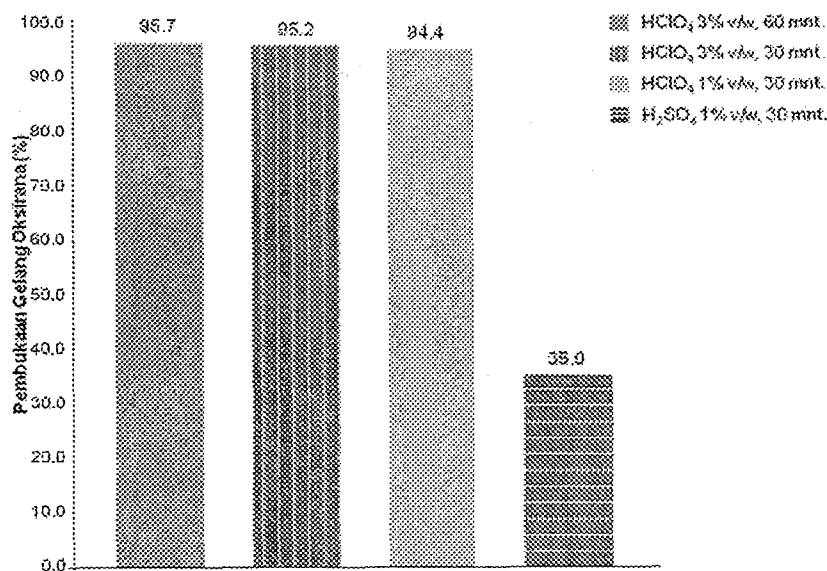
RAJAH 5. Perbandingan spektrum $^1\text{H-NMR}$ di-hidroksi- PO_0 dengan EPO_0 .



RAJAH 6. Perbandingan spektrum ¹³C-NMR di-hidroksi-PO₄ dengan EPO₄



RAJAH 7. Peratus pemutusan gelang oksirana berdasarkan hidrolisis selanjar



RAJAH 8. Peratus pemutusan gelang oksirana berdasarkan hidrolisis berkelompok

peratus pembukaan gelang oksirana terendah iaitu sebanyak 35.0%.

Kedua-dua mangkin asid yang digunakan merupakan asid kuat. Namun, terdapat penerangan yang menyokong kepada keputusan kajian yang menunjukkan HClO₄ lebih efektif sebagai mangkin homogen dalam tindak balas ini berbanding H₂SO₄. Wade (2006) menerangkan bahawa HClO₄ dan H₂SO₄ merupakan asid Bronsted-Lowry iaitu sebatian yang mengandungi satu atom hidrogen yang boleh hilang sebagai satu proton. Asid kuat mestilah mempunyai satu bes konjugat (A⁻) selepas kehilangan proton. Keelektronegatifan merupakan salah satu faktor yang memberi kesan kepada bes konjugat. Jika dilihat, merentangi jadual berkala, sulfur berada pada kumpulan 6 manakala, klorin berada pada kumpulan 7. Ini menunjukkan, klorin mempunyai darjah keelektronegatifan yang lebih tinggi berbanding sulfur. Bes konjugat ClO₄⁻ lebih lemah berbanding SO₄²⁻. Oleh itu, darjah keasidan bagi HClO₄ lebih tinggi berbanding H₂SO₄ dan bertindak lebih efektif sebagai mangkin asid dalam tindak balas ini. Asid yang lebih lemah akan menunjukkan nilai pK_a yang lebih besar berbanding dengan asid yang lebih kuat (Wade 2006). Nilai pK_a bagi HClO₄ adalah -8 manakala bagi H₂SO₄ adalah -3 (Housecroft & Sharpe 2004). Oleh itu, HClO₄ terbukti lebih kuat berbanding H₂SO₄.

Kesan masa tindak balas terhadap peratus pembukaan gelang oksirana EPO₀ telah dicatatkan pada Rajah 9. Secara keseluruhannya, semakin lama masa tindak balas, kadar tindak balas didapati meningkat dan nilai OOC yang dicatatkan menghampiri 0.0% selepas 90 min. Nilai OCC menghampiri sifar ini menunjukkan bahawa kesemua gelang oksirana telah berjaya dibuka serta membentuk kumpulan hidroksil. Tindak balas selanjara

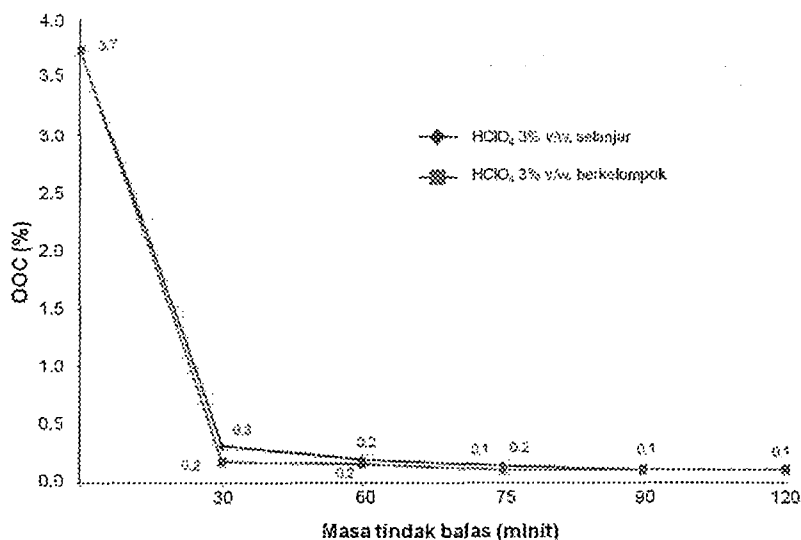
dan berkelompok mencatatkan nilai OOC minimum (0.1%) dengan 97.2% pembukaan gelang oksirana pada 90 min dan 75 min tindak balas. Pencirian di-hidroksi-PO₀ adalah seperti Jadual 2. Produk polioliol PO₀ mempunyai kelikatan kinematik dan nilai hidroksil yang tinggi. Ciri-ciri ini amat penting supaya di-hidroksi-PO₀ boleh dijadikan sebagai produk perantara dalam sintesis stok asas biolubrikan.

KESIMPULAN

Asid perklorik dengan kepekatan yang tinggi amat sesuai digunakan sebagai mangkin asid dalam tindak balas hidrolisis EPO₀ bagi menghasilkan polioliol minyak sawit olein. Keadaan optimum hidrolisis menggunakan mangkin asid perklorik 3% v/wt diperoleh selama 90 min (hidrolisis selanjara) dan 75 min (hidrolisis berkelompok) dengan peratus pembukaan gelang oksirana sebanyak 97.2% bagi kedua-dua keadaan tindak balas. Polioliol minyak sawit olein berpotensi untuk dijadikan sebagai produk pertengahan dalam tindak balas sintesis organik. Hasil tindak balas adalah sebanyak 70%.

PENGHARGAAN

Ribuan terima kasih ditujukan kepada Universiti Kebangsaan Malaysia atas bantuan kewangan melalui geran UKM-GUP-NBT-08-27-113 dan OUP-2012-139 serta kemudahan penyelidikan yang disediakan dan kepada Kementerian Sains, Teknologi dan Inovasi (MOSTI) dalam memberikan biasiswa National Science Fellowship (NSF). Tidak lupa juga terima kasih kepada En. Mohd Zahid Md Yusoff, En. Hassanudin Saleh dan Pn. Shawal Mudila



RAJAH 9. Pengaruh masa tindak balas terhadap nilai OOC di-hidroksi-PO_o.

JADUAL 2. Pencirian sifat fizikokimia di-hidroksi-PO_o.

Sampel	Parameter	Sampel
Di-hidroksi-PO _o	Nilai hidroksil, mgKOH/g	110.7
	Kestabilan oksidatif, °C	177.1
	Takat kilat, °C	295
	Takat api, °C	> 320
	Takat tuang, °C	N/A
	Kelikatan kinematik (40 °C), cSt	1435.2
	Kelikatan kinematik (100 °C), cSt	55.2
	Indeks kelikatan	78
	Kedadaan (suhu bilik)	pepejal

Mahmud kerana telah membantu dalam menjayakan kerja-kerja penyelidikan ini.

RUJUKAN

- A.O.C.S. 1998. *Official Methods and Recommended Practices of AOCS*. Illinois: AOCS.
- Cheong, M.Y., Ooi, T.L., Ahmad, S., Wan Yunus, W.M.Z. & Kuang, D. 2009. Synthesis and characterization of palm-based resin for UV coating. *J. Appl. Polymer Science* 111(5): 2353-2361.
- Darfizzi Derawi & Jumat Salimon. 2010. Optimization on epoxidation of palm olein by using performic acid. *E-Journal of Chemistry* 7(4): 1440-1448.
- Dinda, S., Patwardhan, A.V., Goud, V.V. & Pradhan, N.C. 2008. Epoxidation of cottonseed oil by aqueous hydrogen peroxide catalysed by liquid inorganic acids. *Bioresource Technology* 99: 3737-3744.
- Emery. 1983. *Emery Analytical Testing Procedures*. USA: Emery Industries.
- Gunstone, F.D. 2004. *The Chemistry of Oils and Fats: Sources, Composition, Properties and Uses*. UK: Blackwell Publishing Ltd.
- Housecroft, C.E. & Sharpe, A.G. 2004. *Inorganic Chemistry*. 2nd ed. USA: Prentice Hall.
- Huang, J. & Zhang, L. 2002. Effects of NCO/OH molar ratio on structure and properties of graft-interpenetrating polymer networks from polyurethane and nitro lignin. *Polymer* 43: 2287-2294.
- Jumat Salimon, Nadia Salih & Emad Yousif. 2011. Chemically modified biolubricant basestocks from epoxidized oleic acid: Improved low temperature properties and oxidative stability. *J. Saudi Chem. Soc.* 15: 195-201.
- Noureddini, H. & Medikonduru, V. 1997. Glycerolysis of fats and methyl esters. *J. Am. Oil Chem. Soc. (JAOCS)* 74: 419-425.
- O'Brien, R.D. 1998. *Fats and Oils: Formulating and Processing for Applications*. Switzerland: Technomic Publishing AG.
- Paquot, C. 1979. *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives Part-1*. 5th ed. Germany: Pergamon Press.

- Pavia, D.L., Lampman, G.M. & Kriz, G.S. 2001. *Introduction to Spectroscopy*. USA: Thomson Learning, Inc.
- Rozman, H.D., Yeo, Y.S. & Tay, G.S. 2003. The mechanical and physical properties of polyurethane composites based on rice husk and polyethylene glycol. *Polymer Testing* 22: 617-623.
- Salmiah, A., Parthiban, S. & Dieter, W. 1995. Paten Singapura (55223), Malaysia (MY-114189-A) dan Indonesia (patent application: P962884).
- Scrimgeour, C. 2005. *Chemistry of Fatty Acids*. 6th ed. Scotland: Wiley & Sons Inc.
- Siwayanan, P., Ooi, T.L., Shaari, N.Z.K., Ahmad, S., Wiese, D. & Chua, M.C. 1999. Recent development in palm-based polyols. Paper read at PORIM International Palm Oil Congress (Oleochemicals), at Kuala Lumpur.
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies*. 3rd ed. Chichester: John Wiley & Sons Ltd.
- Stachowiak, G.W. & Batchelor, A.W. 2005. *Engineering Tribology*. Ed. Ke-3. UK: Elsevier Inc.
- Tanaka, R., Hirose, S. & Hatakeyama, H. 2007. Preparation and characterization of polyurethane foams using a palm oil-based polyol. *Bioresource Technology* 99(2008): 3810-3816.
- Velayutham, T.S., Abd Majid, W.H., Ahmad, A.B., Kang, G.Y. & Gan, S.N. 2009. Synthesis and characterization of polyurethane coatings derived from polyols synthesized with glycerol, phthalic anhydride and oleic acid. *Porgcoat*. 66: 367-371.
- Wade, L.G. 2006. *Organic Chemistry*. 6th ed. United States: Pearson Prentice Hall.
- Darfizzi Derawi* & Jumat Salimon
 Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan
 Fakulti Sains dan Teknologi
 Universiti Kebangsaan Malaysia
 43600 UKM Bangi, Selangor D.E.
 Malaysia
- Darfizzi Derawi*
 Jabatan Sains, Fakulti Sains
 Teknologi dan Pembangunan Insan (FSTPI)
 Universiti Tun Hussein Onn Malaysia
 86400 Parit Raja, Batu Pahat, Johor Darul Takzim
 Malaysia
- *Pengarang untuk surat-menyurat ; email: darfizzi@uthm.edu.my
- Diserahkan: 19 Januari 2012
 Diterima: 25 Januari 2013