

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

## **THE CARBOXYLATION OF GLYCEROL OVER CARBON CATALYST**

**NAJAA NUR ATIQAH ROZULAN**

**NOVEMBER 2022**

**Main Supervisor : Nurul Ashraf binti Razali, Ph.D**

**Faculty : Faculty of Ocean Engineering Technology and Informatics**

This study has successfully managed to utilise three types of waste which are carbon dioxide, glycerol and biochar. The aim for this study is to synthesise glycerol carbonate (GC) via carboxylation of glycerol using biochar as catalyst under reaction condition of reaction time, temperature, pressure and stirring rate. The biochar used in this study are diapers (DC), rice husk (RH), palm kernel shell (PKS) and bamboo char (BB). DC and PKS char has been chosen to be further supported with metal catalyst (copper metal) as to improve the catalytic reaction and produce high selectivity towards GC formation. All biochars were preheated at temperature of 500°C to remove the remaining moisture content and other impurities in the sample. DC and PKS char has been further supported with copper (Cu) metal *via* impregnation method followed by drying the catalyst at 100°C for 24 hours and calcined for 3 hours at 500°C. DC and PKS char is the most potential biochar in terms of selectivity and yield of glycerol carbonate with the result of (2.6% and 1.8%) and (3.4% and 1.6%) respectively. GC selectivity using 0.1% Cu/DC is 9.7% while 0.1% Cu/PKS ash gives obtained the GC selectivity of 16.5%. The optimum reaction condition after optimisation is using 0.1%Cu/PKS ash catalyst with temperature of 150°C, 35 bar for 5 hours with stirring rate of 200 rpm. The morphology and properties of the biochar has been analysed using Thermogravimetric analysis (TGA), Scanning electron microscopy (SEM),

(Brunauer Emmett Teller) BET, Carbon, Hydrogen, Nitrogen, Sulphur (CHNS) elemental analysis, X-ray diffraction (XRD) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). This study gives the insight into carboxylation of glycerol and suggests the possibility of using biochar and metal supported on char as heterogeneous catalyst. This study can be used as the baseline to study the potential of char from several sources as green catalyst and can simultaneously reduce the amount of waste that will be decomposed in landfills or being burned.

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

**KARBOKSILASI GLISEROL MENGGUNAKAN KARBON SEBAGAI  
PEMANGKIN**

**NAJAA NUR ATIQA ROZULAN**

**NOVEMBER 2022**

**Penyelia Utama : Nurul Ashraf binti Razali, Ph.D**

**Fakulti : Fakulti Teknologi Kejuruteraan Kelautan dan  
Informatik**

Kajian ini telah berjaya menggunakan tiga jenis bahan buangan seperti karbon dioksida, gliserol dan biochar. Tujuan kajian ini adalah untuk mensistesiskan gliserol karbonat (GC) melalui proses karboksilasi gliserol menggunakan biochar sebagai pemangkin dalam pelbagai keadaan tindak balas termasuk masa reaksi, suhu, tekanan dan kadar putaran. Biochar yang digunakan dalam kajian ini adalah char plastik (DC), sekam padi (RH), tempurung sawit (PKS) dan char buluh (BB). DC dan PKS char telah dipilih untuk diresapi dengan pemangkin logam (logam tembaga) untuk menambah baik tindak balas pemangkin dan memberi selektiviti yang tinggi terhadap GC produk. Semua biochar telah dipanaskan dahulu pada suhu 500°C untuk membuang baki kandungan lembapan dan kekotoran yang lain di dalam sampel. DC dan PKS char kemudian telah diresapi dengan logam tembaga (Cu) melalui proses impregnasi diikuti dengan mengeringkan pemangkin pada suhu 100°C selama 24 jam dan dikalsin selama 3 jam pada suhu 500°C. DC dan PKS char merupakan dua char yang berpotensi dari segi selektiviti dan penghasilan gliserol karbonat yang memberi keputusan sebanyak (2.6% dan 1.8%) dan (3.4% dan 1.6%) masing-masing. Selektiviti GC menggunakan 0.1% Cu/DC adalah sebanyak 9.7% manakala bagi 0.1% Cu/PKS abu memberikan keputusan selektiviti GC sebanyak 16.5%. Tindak balas optimum adalah dengan menggunakan 0.1% Cu/PKS abu sebagai pemangkin

dengan suhu 150°C, 35 bar selama 5 jam bersama kadar putaran 200 rpm. Morfologi dan ciri-ciri biochar juga telah dianalisis menggunakan analisis thermogravimetri (TGA), mikroskopi elektron pensakanan (SEM), Brunauer Emmett Teller (BET), analisis elemen Karbon, Hidrogen, Nitrogen, Sulfur (CHNS), analisis belauan sinar-x (XRD) dan Spektroskopi Inframerah Jelmaan Fourier (FTIR). Kajian ini memberikan gambaran mengenai karboksilasi gliserol dan mencadangkan kemungkinan untuk menggunakan biochar dan logam disokong oleh char sebagai pemangkin heterogen. Kajian ini juga boleh dijadikan sebagai garis dasar untuk mengkaji potensi char daripada pelbagai sumber sebagai pemangkin hijau dan pada masa yang sama dapat mengurangkan jumlah sampah yang akan mereput di tapak pelupusan sampah atau dibakar.