

## RESEARCH ARTICLE

## Engineering

# Síntesis de mono di tri acetil gliceroles a partir de glicerina grado técnico

Synthesis of mono di tri acetyl glycerols from glycerin technical degree

Arnoldo Emilio Delgado Tobón  <sup>1\*</sup> | Esperanza Rodríguez

Carmona<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Universidad Militar Nueva Granada,  
Bogotá D.C. Colombia.

## Correspondence

Universidad Militar Nueva Granada, Bogotá  
D.C. Colombia.

Email: [arnoldo.delgado@unimilitar.edu.co](mailto:arnoldo.delgado@unimilitar.edu.co)

Copyright : Licencia de Creative Commons  
Reconocimiento-NoComercial 4.0 Interna.



The publication of this journal is funded by  
Universidad ECCI, Bogotá-Colombia.

Editors: Adriana Suárez, Robert Paul Salazar

Editorial assistant : Luz Adriana Suárez  
Suárez.

How to cite: Delgado A. et al., *Síntesis de mono di tri acetil gliceroles a partir de glicerina grado técnico*, TECCIENCIA, Vol. 15, No. 29, 23-30, 2020

DOI:<http://dx.doi.org/10.18180/tecciencia.2020.29.3>

## ABSTRACT

Mono, di, tri acetyl glycerols (MDTAG) were synthesized from technical grade glycerin, as an alternative for the use of glycerol generated by the biodiesel industry. The esterification, was done using molar ratio (acetic acid: glycerin 1:6), at laboratory scale, toluene was added as a dragging agent to periodically remove the water of the reaction. Ion exchange resin was used as a heterogeneous catalyst. MDTAG were characterized using infrared spectroscopy (FT-IR). The low temperature behavior was analyzed by means of differential scanning calorimetry (DSC). MDTAG obtained experimentally showed excellent performance at temperatures below 0 °C. This result makes MDTAG potentially considered as additives to improve the low-temperature fluidity of biolubricant bases (from modified vegetable oils).

**keywords:** glycerol, mono di tri acetyl glycerol, acetylation, calorimetry, spectroscopy.

## RESUMEN

Mono, di, tri acetil gliceroles (MDTAG) fueron sintetizados a partir de glicerina grado técnico (GT), como alternativa de aprovechamiento para el glicerol generado por la industria del biodiesel. La esterificación a escala de laboratorio, se hizo utilizando ácido acético (AA) en relación molar (GT:AA 1:6), se añadió tolueno como agente de arrastre para eliminar periódicamente el agua producida durante la reacción. Se utilizó resina de intercambio iónico como catalizador heterogéneo. MDTAG fueron caracterizados utilizando espectroscopía de infrarrojo (FT-IR). El comportamiento a baja temperatura fue analizado por medio de calorimetría diferencial de barrido (DSC). MDTAG obtenidos por vía experimental presentaron excelente desempeño a temperaturas inferiores a 0 °C. Este resultado permite considerar a los MDTAG como potenciales aditivos para mejorar la fluidez a bajas temperaturas de bases biolubricantes (obtenidas a partir de aceites vegetales modificados).

**Palabras clave:** glicerina, mono di tri acetil gliceroles, acetilación, calorimetría, espectroscopía.

## 1 | INTRODUCTION

Como resultado del incremento en el consumo de biodiesel a escala mundial hay sobreoferta de glicerina, la cual se genera como subproducto en relación de 10% en peso con respecto a la producción de biodiesel [1][2].

\*Equally contributing authors.

La glicerina que se sale directamente del proceso está contaminada con agua, metanol, trazas de jabones, sales orgánicas e inorgánicas y color, por este motivo se le denomina Glicerina Cruda (GC) [3]. Las impurezas de GC no permiten su utilización directa como materia prima debido a la toxicidad implícita y bajo rendimiento en procesos químicos.

La GC se purifica para obtener GT con el fin de valorizarla como precursor químico para producir derivados como 1,3-propanodiol [4], ácido succínico, glicerina carbonatada [5], acetinas [6][7], biopolímeros [8][9], gas de síntesis, hidrógeno [10], entre otros [11][5]. El proceso convencional para purificar la GC consta de varias etapas: A) Neutralización con ácidos inorgánicos como sulfúrico o fosfórico para remover jabones. B) Evaporación al vacío para retirar metanol. C) Lavado con agua y D) Destilación para retirar el exceso de humedad. E), Filtración con carbón activado para retirar color. Con los métodos recientemente descritos se obtiene GT que tiene aproximadamente 97.5% de pureza [12][13][14].

Existen otros procesos de purificación los cuales se pueden combinar para purificar la glicerina para llevarla hasta grado USP (99,7% pureza) tales como destilación a alto vacío, ultrafiltración con membranas, separación de trazas indeseables con resinas de intercambio iónico sin embargo estas operaciones aún son muy costosas [15][16]. Se han desarrollado estrategias para tratar de disminuir los costos de purificación combinando varios métodos de purificación [17][18][19].

Uno de los procesos importantes de transformación química de glicerina es la acetilación con anhídrido acético o AA para producir mezclas de mono, di, tri acetil gliceroles (MDTAG) [20][21][22]. Mono acetil glicerol (MAG) y diacetil glicerol (DAG) y triacetil glicerol (TAG) se usan como aditivos oxigenantes para combustibles, precursores en síntesis de biopolímeros, plastificantes, alimentos y cosméticos [2][6][7][23]. MDTAG, se caracterizan por tener puntos de fusión muy bajos:  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  (DAG) [24],  $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$  (MAG, TAG) [25][26] y elevados puntos de ebullición:  $280\text{ }^{\circ}\text{C}$  (DAG) [24],  $258259\text{ }^{\circ}\text{C}$  (MAG, TAG) [25][26]. MDTAG también se denominan: mono, di, tri acetinas.

En el pasado la reacción de acetilación se realizaba con catálisis homogénea, empleando ácidos fuertes inorgánicos como el ácido sulfúrico [27][28], sin embargo esta técnica ha sido abandonada gradualmente debido a los riesgos asociados con el manejo de este tipo de sustancias. Actualmente el proceso químico se lleva a cabo en presencia de catalizadores heterogéneos que son resinas de intercambio iónico, estos materiales intercambian iones con el medio reaccionante, generalmente están compuestas de una matriz polimérica insoluble (copolímeros de poliestireno-divinilbenceno) [11][29][30][31]. Comercialmente las resinas Amberlyst 15® y Amberlyst 35® son catalizadores eficientes en las reacciones de acetilación [32]. A nivel industrial se prefiere la esterificación de la glicerina con AA en lugar del anhídrido acético, por facilidad en el control de la reacción, el ácido tiene menor reactividad con respecto al anhídrido, además no es tóxico [33].

El mecanismo de la esterificación con AA ha sido ampliamente estudiado, como regla general las reacciones se llevan a cabo con exceso de ácido. Se acepta que inicialmente ocurre una protonación promovida por el catalizador sobre el oxígeno electrónico par del AA, seguido por una sucesión de ataques nucleofílicos sobre el grupo OH del glicerol para producir MAG y agua. MAG en una segunda etapa puede reaccionar con una nueva molécula electrofílica de AA para producir DAG y agua [34][35]. DAG también puede reaccionar con otra molécula de AA para producir TAG [32][36]. En general el avance de la reacción esta gobernado por la temperatura y tiempo de reacción [20]. El mecanismo de reacción está fuertemente influenciado por el tipo de catalizador [37][38] y la estequiometría, por ejemplo, una relación molar (glicerol:AA, 1:4) produce principalmente MAG y DAG, mientras que (glicerol:AA, 1:9) es selectiva hacia TAG [28].

En este estudio se sintetizará a escala de laboratorio MDTAG a partir de la reacción de acetilación entre glicerina grado técnico proveniente de la industria del biodiesel y ácido acético en presencia de catalizador heterogéneo. MDTAG serán caracterizados por medio de espectroscopia de infrarrojo y se evaluarán las propiedades térmicas por medio de calorimetría diferencial de barrido.

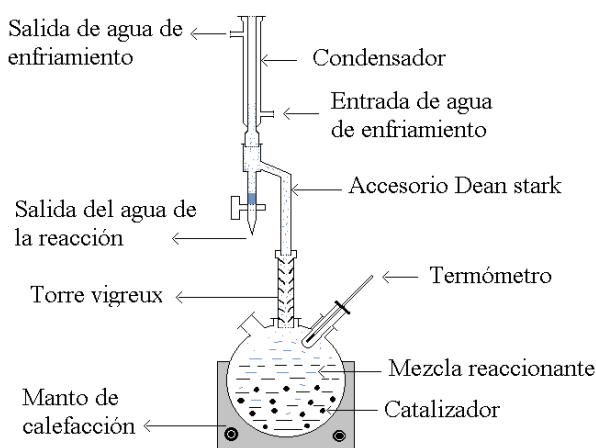
## 2 | MATERIALES

### 2.1 | Materiales

GT (pureza 97,5%, Cereus Advanced Chemistry®, MonterreyMéxico); AA (pureza 99%, Sucroal® S.A., Palmira-Colombia), Resina de intercambio iónico Amberlyst 15® (Sigma Aldrich®, St. LouisUSA), tolueno (pureza 99%, Shell Chemicals®, HoustonUSA), agua desionizada (Albor Químicos®, BogotáColombia)

### 2.2 | Síntesis de MDTAG

La reacción de acetilación se realizó en un reactor de vidrio de 500 cm<sup>3</sup>, equipado con manta de calentamiento y agitación magnética, baño térmico en aceite mineral, termómetro, torre de fraccionamiento vigreux, accesorio dean stark, condensador con agua de enfriamiento (Ver Fig. 1). Se usó la relación molar (GT:AA, 1:6), el volumen de la mezcla de reactivos fue 137,7 cm<sup>3</sup>; se añadieron 163,8 cm<sup>3</sup> de tolueno al sistema. Cuando la mezcla reaccionante alcanzó la temperatura de 95 °C, se adicionaron 2,5 gramos de Amberlyst®15, dando inicio a la reacción, la cual duró 4,5 horas, la máxima temperatura alcanzada fue 110 °C.



**FIG. 1** Diagrama del equipo de síntesis de MDTAG

Durante el desarrollo de la reacción, se retiró periódicamente el agua producida, usando el tolueno como agente de arraste, el agua salió a través del accesorio dean stark. MDTAG se llevaron a un equipo de destilación a vacío para eliminar el exceso de AA, posteriormente fueron lavados con agua desionizada y finalmente MDTAG se sometieron a roto-evaporación durante 2 horas a 60 °C y presión 15 mmHg, para eliminar humedad y trazas de AA.

### 2.3 | Espectroscopía de infrarrojo

El análisis por espectroscopía de MDTAG se realizó por medio de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) en un espectrómetro Nicolet® iS10 (Thermo Fisher Scientific®). Con la técnica de muestreo de reflectancia total atenuada horizontal (HATR), las muestras se colocaron en contacto directo sobre el accesorio Smart ARK® a 23 °C. Los espectros FT-IR fueron adquiridos con una resolución de 4 cm<sup>-1</sup>, número de scans de 32 y rango espectral de 4000–650 cm<sup>-1</sup>.

### 2.4 | Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

El análisis térmico se hizo en un calorímetro DSC Serie Q20 de TA Instruments®. Se pesaron 10–12 mg de MDTAG en un crisol de aluminio abierto, éste se colocó en la celda DSC Tzero® con un crisol vacío como

referencia. Para estudiar el comportamiento a temperaturas bajas, las muestras se purgaron con un flujo de nitrógeno (N<sub>2</sub>) de 50 ml/min y se llevaron rápidamente a 50 °C, luego se mantuvieron en condiciones isotérmicas durante 10 min. Posteriormente, el sistema se enfrió a -50 °C a una velocidad de 10 °C/min. Cuando las muestras alcanzaron los -50 °C, inmediatamente se realizó el proceso de calentamiento llevando el sistema hasta 50 °C con una velocidad de 10 °C/min. Los datos se analizaron con el software Universal Analysis 2000®, versión 4.5A (TA Instruments®).

### 3 | RESULTS AND DISCUSSION

#### 3.0.1 | Análisis espectral de MDTAG

La Fig. 2 muestra el esquema básico de la reacción de acetilación. MAG y DAG son ésteres que tienen dos y un grupo (-OH) respectivamente, TAG no posee (-OH).

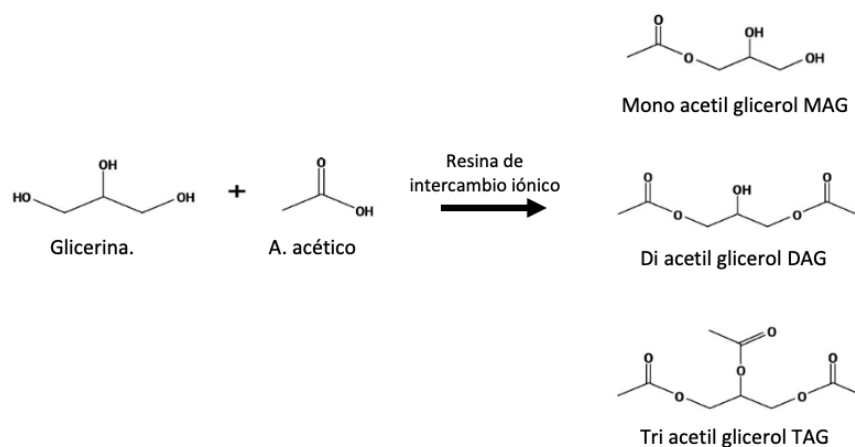


FIG. 2 Esquema de la reacción.

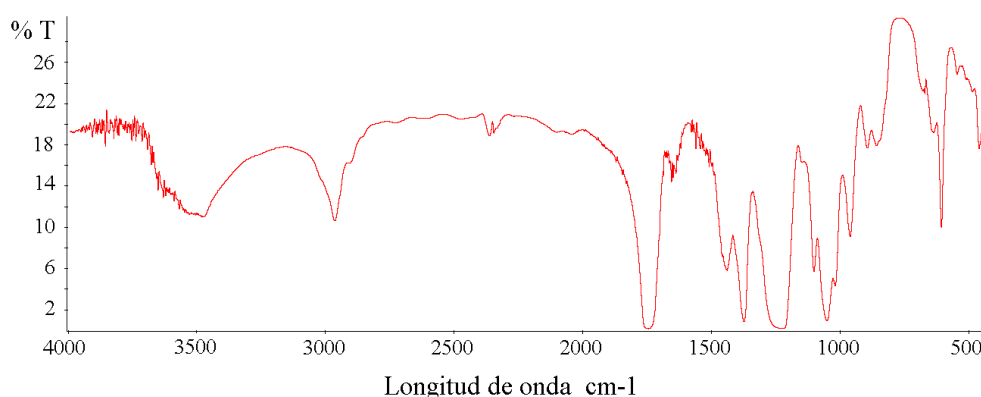
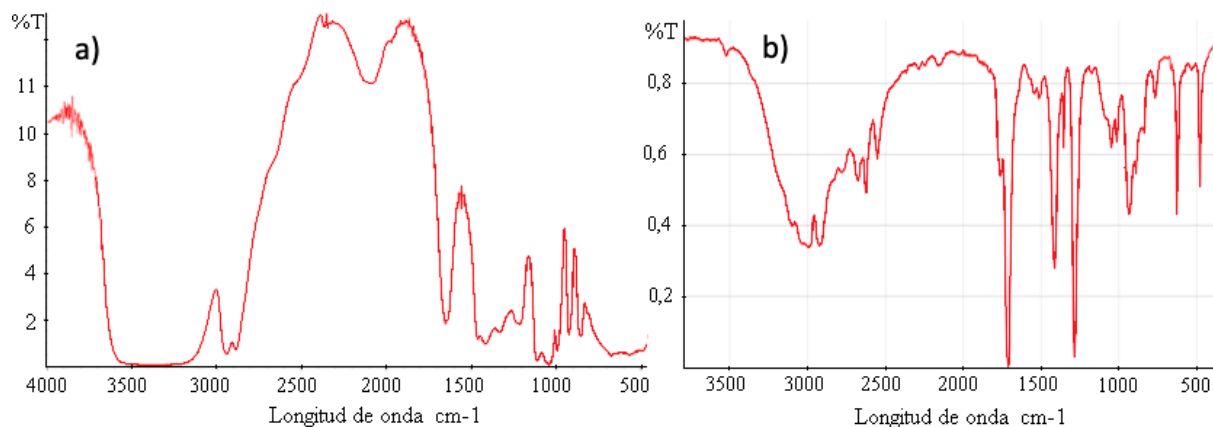


FIG. 3 Espectro IR de MDTAG sintetizados en este estudio.

La Fig. 3 muestra el espectro FT-IR de MDTAG. Se observa con claridad las tres (3) bandas representativas de compuestos tipo éster: a) La vibración tipo stretch (fuerte y alargada) ubicada en 1750 cm<sup>-1</sup> corresponde al enlace (C=O) [39]. b) La segunda banda característica se encuentra según la literatura en la longitud de onda: 1250cm<sup>-1</sup>. corresponde a la vibración stretch del enlace C-O [39], en la Fig. 3 se observa claramente esta banda en 1225cm<sup>-1</sup>. c) La tercera banda importante del enlace C-O también corresponde a la vibración

stretch, la cual se observa en  $1055\text{cm}^{-1}$  [39].

La presencia de MAG y DAG se verifica por la presencia de la banda de absorción característica del enlace (O-H) en la región de  $3450\text{cm}^{-1}$ . La baja intensidad de esta banda también proporciona información acerca de la presencia de TAG. La banda correspondiente al enlace saturado del carbono unido al hidrógeno (C-H) se ubica en la región de  $2900\text{-}3000\text{cm}^{-1}$  [39], en la Fig. 3 se observa este pico en  $2950\text{cm}^{-1}$ .

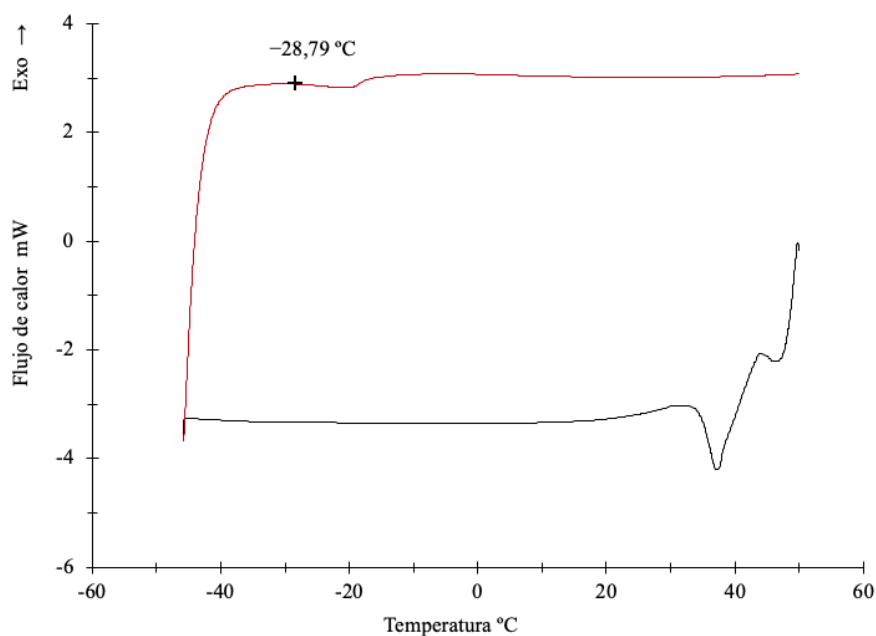


**FIG. 4** IR: a) Glicerol. b) ácido acético

El espectro de MDTAG obtenido experimentalmente no presenta la banda de absorción en  $1150\text{cm}^{-1}$  la cual es característica de la glicerina, confirmando el avance de 100 % de la reacción (la glicerina es el reactivo limitante, su espectro IR se muestra en la Fig. 4-a). El espectro MDTAG tampoco presenta una banda en  $1710\text{cm}^{-1}$  la cual corresponde al ácido acético (Ver Fig. 4-b), indicando que la etapa de purificación fue eficiente.

### 3.0.2 | Comportamiento a baja temperatura de MDTAG

La Fig. 5 muestra las curvas de enfriamiento desde 50 hasta  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  y calentamiento ( $-50$  hasta  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) de MDTAG.



**FIG. 5** Curvas DSC de MDTAG: Enfriamiento. Calentamiento

Curva de Enfriamiento: No se observa la formación de algún pico de cristalización en temperaturas cercanas a 30 °C, el cual podría indicar formación de cristales de DAG. Los picos de MAG y TAG no se observan debido a que el punto de fusión de estas sustancias es 78 °C [25][26]. Curva de calentamiento: Se observa el inicio de la formación de un pico suave de tipo endotérmico en 28,79 °C el cual podría tener relación con la fusión de DAG, cuya temperatura reportada en la literatura es 30 °C [24]. La ausencia de picos fuertes o agudos de cristalización y fusión indican que la mezcla de MDTAG son candidatos potenciales para considerarlos como aditivos para mejorar el desempeño a baja temperatura de biolubricantes.

#### 4 | CONCLUSIONS

Se logró sintetizar una mezcla de mono, di, tri acetil gliceroles a partir de la esterificación de glicerina grado técnico con ácido acético. Por esta vía se puede lograr una valorización del glicerol proveniente de la producción de biodiesel. MDTAG presentaron excelente desempeño a baja temperatura desde el punto de vista de fluidez debido a que no presentaron cambio hacia la fase sólida (ausencia de cristalización). MDTAG podrían ser considerados como aditivos para mejorar la fluidez a baja temperatura de bases lubricantes derivadas de aceites vegetales.

#### 5 | AGRADECIMIENTOS

Este estudio ha sido financiado por la Vicerrectoría de Investigaciones de la Universidad Militar Nueva Granada y corresponde al Proyecto de Investigación INV-ING-2993 vigencia 2019-2020.

#### References

- [1] K. Jagadeeswaraiyah, "Design of solid catalysts for the selective conversion of glycerol. Thesis," 2014.
- [2] Y. Jiang, X. Li, H. Zhao, and Z. Hou, "Esterification of glycerol with acetic acid over so3h-functionalized phenolic resin," *Fuel*, vol. 255, p. 115842, 2019. DOI: [10.1016/j.fuel.2019.115842](https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.115842)
- [3] H. Tan, A. A. Aziz, and M. Aroua, "Glycerol production and its applications as a raw material: A review," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 27, pp. 118–127, 2013. DOI: [10.1016/j.rser.2013.06.035](https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.06.035)
- [4] M. A. M. Betancourt and W. M. Naranjo, "Aprovechamiento integral del glicerol residual en la industria del biodiesel: caso 1, 3-propanodiol (1, 3-pd)," *Tecciencia*, vol. 6, no. 12, pp. 80–93, 2012.
- [5] Z. I. Ishak, N. A. Sairi, Y. Alias, M. K. T. Aroua, and R. Yusoff, "Production of glycerol carbonate from glycerol with aid of ionic liquid as catalyst," *Chemical engineering journal*, vol. 297, pp. 128–138, 2016. DOI: [10.1016/j.atmosenv.2012.07.080](https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2012.07.080)
- [6] A. Cornejo, I. Barrio, M. Campoy, J. Lázaro, and B. Navarrete, "Oxygenated fuel additives from glycerol valorization. main production pathways and effects on fuel properties and engine performance: A critical review," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 79, pp. 1400–1413, 2017.
- [7] P. Okoye, A. Abdullah, and B. Hameed, "Synthesis of oxygenated fuel additives via glycerol esterification with acetic acid over bio-derived carbon catalyst.," *fuel*, vol. 74, pp. 358–544, 2017. DOI: [10.3390/ijerph120910635](https://doi.org/10.3390/ijerph120910635)
- [8] F. T. y. V. M. Carriço, C.S., "Production and characterization of polyurethane foams from a simple mixture of castor oil, crude glycerol and untreated lignin as bio-based polyol," *53–61*, vol. 85, pp. 53–61, 2016.

- [9] A. B. Moreira, A. M. Bruno, M. M. Souza, and R. L. Manfro, "Continuous production of lactic acid from glycerol in alkaline medium using supported copper catalysts," *Fuel Processing Technology*, vol. 144, pp. 170–180, 2016.
- [10] J. McNutt, J. Yang, *et al.*, "Utilization of the residual glycerol from biodiesel production for renewable energy generation," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 71, pp. 63–76, 2017.
- [11] E. K. Ekinçi and N. Oktar, "Production of value-added chemicals from esterification of waste glycerol over mcm-41 supported catalysts," *Green Processing and Synthesis*, vol. 8, no. 1, pp. 128–134, 2019.
- [12] F. Cardeño, L. J. Gallego, and L. A. Rios, "Refinación de la fase glicerina del biodiesel de aceite de palma empleando ácidos minerales," *Información tecnológica*, vol. 22, no. 6, pp. 15–24, 2011.
- [13] I. Contreras-Andrade, E. Avella-Moreno, J. F. Sierra-Cantor, C. A. Guerrero-Fajardo, and J. R. Sodre, "Purification of glycerol from biodiesel production by sequential extraction monitored by  $^1\text{H}$  nmr," *Fuel Processing Technology*, vol. 132, pp. 99–104, 2015.
- [14] M. Nanda, Z. Yuan, W. Qin, M. Poirier, and X. Chunbao, "Purification of crude glycerol using acidification: effects of acid types and product characterization," *Austin Journal of Chemical Engineering*, vol. 1, no. 1, pp. 1–7, 2014.
- [15] A. A. A. Raman, H. W. Tan, and A. Buthiyappan, "Two-step purification of glycerol as a value added by product from the biodiesel production process," *Frontiers in Chemistry*, vol. 7, 2019.
- [16] A. Rodrigues, J. C. Bordado, and R. G. d. Santos, "Upgrading the glycerol from biodiesel production as a source of energy carriers and chemicals—a technological review for three chemical pathways," *Energies*, vol. 10, no. 11, p. 1817, 2017.
- [17] S. Sadhukhan and U. Sarkar, "Production of purified glycerol using sequential desalination and extraction of crude glycerol obtained during trans-esterification of crotalaria juncea oil," *Energy Conversion and Management*, vol. 118, pp. 450–458, 2016.
- [18] M. Sinaga, G. Rico, A. Nababan, and T. Manullang, "Effect of solvent volume ratio and time extraction of glycerol purification," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 309, 2018.
- [19] D. R. D. A. y. R. M. Chol, C.G., "Purification of crude glycerol derived from biodiesel production process: Experimental studies and techno-economic analyses," *Fuel Processing Technology*, vol. 118, pp. 78–87, 2018.
- [20] I. Banu, G. Bumbac, D. Bombos, S. Velea, A.-M. Gălan, and G. Bozga, "Glycerol acetylation with acetic acid over purolite ct-275. product yields and process kinetics," *Renewable Energy*, vol. 148, pp. 548–557, 2020.
- [21] M. Aghbashlo, M. Tabatabaei, H. Jazini, and H. S. Ghaziaskar, "Exergoeconomic and exergoenvironmental co-optimization of continuous fuel additives (acetins) synthesis from glycerol esterification with acetic acid using amberlyst 36 catalyst," *Energy Conversion and Management*, vol. 165, pp. 183–194, 2018.
- [22] M. Aghbashlo, M. Tabatabaei, H. Rastegari, and H. S. Ghaziaskar, "Exergy-based sustainability analysis of acetins synthesis through continuous esterification of glycerol in acetic acid using amberlyst® 36 as catalyst," *Journal of cleaner production*, vol. 183, pp. 1265–1275, 2018.
- [23] T. Watanabe, M. Sugiura, M. Sato, N. Yamada, and K. Nakanishi, "Diacylglycerol production in a packed bed bioreactor," *Process Biochemistry*, vol. 40, no. 2, pp. 637–643, 2005.
- [24] "Chemical book," [https://www.chemicalbook.com/Search\\_EN.aspx?keyword=diacetin](https://www.chemicalbook.com/Search_EN.aspx?keyword=diacetin).



- [25] "Chemical book," [https://www.chemicalbook.com/Search\\_EN.aspx?keyword=diacetin](https://www.chemicalbook.com/Search_EN.aspx?keyword=diacetin).
- [26] "Chemical book," <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Triacetin>.
- [27] Z. Mufrodi, R. Sutijan, and A. Budiman, "Chemical kinetics for synthesis of triacetin from biodiesel byproduct," *International Journal of Chemistry*, vol. 4, no. 2, p. 101, 2012.
- [28] P. Okoye, A. Abdullah, and B. Hameed, "A review on recent developments and progress in the kinetics and deactivation of catalytic acetylation of glycerol—a byproduct of biodiesel," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 74, pp. 387–401, 2017. DOI: [10.1016/j.rser.2017.02.017](https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.02.017)
- [29] V. Gonsalves, B. Pinto, J. Silva, and C. Mota, "Acetylation of glycerol catalyzed by different solid acid," *Catal Today*, vol. 133, pp. 673–677, 2008. DOI: [10.1016/j.cattod.2007.12.037](https://doi.org/10.1016/j.cattod.2007.12.037)
- [30] S. Kale, U. Armbruster, R. Eckelt, U. Bentrup, S. Umbarkar, M. Dongare, and A. Martin, "Understanding the role of keggin type heteropolyacid catalysts for glycerol acetylation using toluene as an entrainer," *Applied Catalysis A: General*, vol. 527, pp. 9–18, 2016. DOI: [10.1016/j.apcata.2016.08.016](https://doi.org/10.1016/j.apcata.2016.08.016)
- [31] H. Li, J. Li, X. Li, and X. Gao, "Esterification of glycerol and acetic acid in a pilot-scale reactive distillation column: Experimental investigation, model validation, and process analysis," *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 89, pp. 56–66, 2018.
- [32] L. Zhou, T.-H. Nguyen, and A. A. Adesina, "The acetylation of glycerol over amberlyst-15: Kinetic and product distribution," *Fuel processing technology*, vol. 104, pp. 310–318, 2012.
- [33] X. Liao, Y. Zhu, S.-G. Wang, and Y. Li, "Producing triacetyl glycerol with glycerol by two steps: Esterification and acetylation," *Fuel Processing Technology*, vol. 90, no. 7-8, pp. 988–993, 2009.
- [34] X. Liao, Y. Zhu, S.-G. Wang, H. Chen, and Y. Li, "Theoretical elucidation of acetylating glycerol with acetic acid and acetic anhydride," *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 94, no. 1-2, pp. 64–70, 2010.
- [35] S. Kale, S. Umbarkar, M. Dongare, R. Eckelt, U. Armbruster, and A. Martin, "Selective formation of triacetin by glycerol acetylation using acidic ion-exchange resins as catalyst and toluene as an entrainer," *Applied Catalysis A: General*, vol. 490, pp. 10–16, 2015. DOI: [10.1016/j.apcata.2014.10.059](https://doi.org/10.1016/j.apcata.2014.10.059)
- [36] H. Wepoh, "Synthesis of triacetin from glycerol," *Universiti Tunku Abdul Rahman*, 2015.
- [37] I. Dosuna-Rodríguez and E. M. Gaigneaux, "Glycerol acetylation catalysed by ion exchange resins," *Catalysis today*, vol. 195, no. 1, pp. 14–21, 2012. DOI: [10.1016/j.cattod.2012.04.031](https://doi.org/10.1016/j.cattod.2012.04.031)
- [38] B. O. Dalla Costa, H. P. Decolatti, M. S. Legnoverde, and C. A. Querini, "Influence of acidic properties of different solid acid catalysts for glycerol acetylation," *Catalysis Today*, vol. 289, pp. 222–230, 2017. DOI: [10.1016/j.cattod.2016.09.015](https://doi.org/10.1016/j.cattod.2016.09.015)
- [39] B. Stuart, "Analytical techniques in the sciences," *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*, vol. 8, 2004.

