



Biến tính Oligomer Acrylate với Dầu Khô để tạo Resin Tự Khô

Quy trình biến tính oligomer acrylate với dầu khô để tạo ra resin có khả năng tự khô thông qua quá trình oxy hóa không khí, ứng dụng trong sản xuất sơn và lớp phủ công nghiệp.

Cơ chế phản ứng

Phản ứng chính là **este hóa (esterification)** – một phản ứng giữa nhóm axit (-COOH) trong oligomer acrylate (có chỉ số axit - AV cao) và nhóm hydroxyl (-OH) hoặc các thành phần trong dầu khô. Mục tiêu là "ghép" (graft) dầu khô vào cấu trúc oligomer, tạo thành resin lai có khả năng tự khô qua quá trình oxy hóa không khí (air-drying). Quy trình này thường được gọi là "cook process" trong ngành sơn và diễn ra ở nhiệt độ cao để loại bỏ nước (sản phẩm phụ).

01

Chuẩn bị nguyên liệu

Oligomer acrylate: Cần có chỉ số AV cao ($\geq 15\text{-}80$ mg KOH/g) để cung cấp nhóm -COOH. Ví dụ: Oligomer acid-functional như Allnex Ebecryl 3700 hoặc Eternal Etercure 6145 (nếu có AV phù hợp).

Dầu khô: Cung cấp axit béo không bão hòa (unsaturated fatty acids) với nhóm -OH hoặc có thể este hóa.

Xúc tác: Axit mạnh (như axit p-toluenesulfonic) hoặc kim loại (như kẽm oxit) để thúc đẩy phản ứng.

Phụ gia: Chất ức chế (inhibitor) như hydroquinone để ngăn polymer hóa sớm của phần acrylate.

03

Điều kiện phản ứng

Nhiệt độ: $150\text{-}250^{\circ}\text{C}$ (thường bắt đầu ở 180°C và tăng dần).

Thời gian: 4-12 giờ, tùy thuộc vào tỷ lệ (thường 20-50% dầu khô so với oligomer).

Môi trường: Trong lò phản ứng kín với khuấy liên tục, sử dụng khí trơ (nitơ) để tránh oxy hóa sớm, và hệ thống loại bỏ nước (như Dean-Stark trap) để đẩy phản ứng tiến tới.

Theo dõi: Đo chỉ số AV và độ nhớt định kỳ. Phản ứng hoàn thành khi AV giảm xuống mức mong muốn (ví dụ: <10 mg KOH/g).

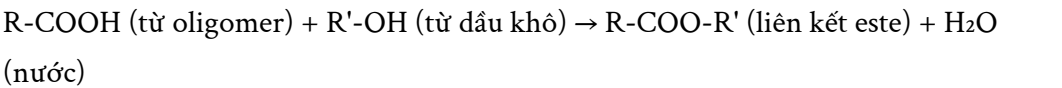
Ví dụ minh họa: Nếu sử dụng oligomer với AV 50 mg KOH/g và dầu lanh (linseed oil), phản ứng sẽ ghép axit linolenic từ dầu vào oligomer, tạo resin có khả năng tự khô như sơn dầu truyền thống nhưng bền hơn nhờ phần acrylate.

Các loại dầu phù hợp:

02

Cơ chế phản ứng hóa học

Phản ứng cốt lõi: Este hóa giữa -COOH và -OH:



Phần acrylate ($\text{CH}_2=\text{CH-COO-}$) trong oligomer vẫn giữ nguyên để có thể đóng rắn bằng UV nếu cần.

Phần dầu khô thêm các liên kết đôi không bão hòa (double bonds), cho phép resin lai tự khô thông qua quá trình oxy hóa (oxidation) khi tiếp xúc với không khí.

Oxy (O_2) trong không khí phản ứng với các liên kết đôi, tạo ra một mạng lưới polymer mà không cần UV hoặc chất đóng rắn.

04

Kết quả sau phản ứng

Resin lai (acrylic alkyd) ở dạng lỏng nhớt, có thể tự khô ở nhiệt độ phòng (mất 2-24 giờ tùy loại dầu).

Tính chất cải thiện: Tăng độ linh hoạt, khả năng chống chịu thời tiết và độ bám dính, nhưng có thể làm giảm tốc độ đóng rắn bằng UV.

Nếu thêm chất xúc tác khô (drier) như muối coban hoặc mangan (0.1-1%), quá trình tự khô sẽ nhanh hơn.

Lựa chọn Dầu Khô phù hợp

Không phải tất cả các loại dầu đều phù hợp. Bạn cần sử dụng **dầu khô (drying oils)** – loại dầu tự nhiên chứa axit béo không bão hòa cao (như axit linoleic hoặc linolenic) để hỗ trợ quá trình oxy hóa. Những loại dầu này "khô" bằng cách polymer hóa với oxy không khí, tạo ra lớp màng cứng. Dưới đây là các loại phổ biến, được xếp theo tốc độ khô và ứng dụng:

Dầu lanh (Linseed Oil) – Lựa chọn hàng đầu Lý do phù hợp: Chứa 50-60% axit linolenic (3 liên kết đôi), khô nhanh (4-12 giờ). Dễ dàng este hóa với oligomer. Ứng dụng: Sơn gỗ, sàn nhà hoặc sơn nghệ thuật. Giá thành rẻ, dễ tìm (từ các nhà cung cấp như Cargill hoặc ADM). Tỷ lệ sử dụng: 30-50% trong hỗn hợp.	Dầu trẩu (Tung Oil) – Tốc độ khô cao Lý do phù hợp: Chứa 80% axit eleostearic (3 liên kết đôi liên hợp), khô rất nhanh (2-8 giờ), tạo lớp màng bóng và chống nước tốt. Ứng dụng: Lớp phủ ngoài trời, sơn tàu thuyền. Phù hợp cho resin lai cần độ bền cao. Lưu ý: Đắt hơn dầu lanh và có mùi mạnh.	Dầu đậu nành (Soybean Oil) – Lựa chọn kinh tế Lý do phù hợp: Chứa 50-60% axit linoleic (2 liên kết đôi), khô trung bình (8-24 giờ). Dễ biến tính và thân thiện với môi trường (dầu thực vật). Ứng dụng: Sơn kiến trúc, in ấn. Thường được sử dụng để biến tính bán phần (semi-drying) nhằm cân bằng tốc độ.
---	---	---

Các loại dầu khác:

- Dầu óc chó (Walnut Oil):** Tương tự dầu lanh, khô chậm hơn nhưng tạo màng linh hoạt.
- Dầu cá (Fish Oil):** Chứa axit béo mạch dài, dùng cho sơn công nghiệp nặng nhưng có mùi tanh.

 **Tránh:** Dầu không khô như dầu ô liu hoặc dầu dừa (ít liên kết đôi, không tự khô).

Nguồn mua: Tại Việt Nam, bạn có thể tìm mua qua các nhà cung cấp hóa chất như Sigma-Aldrich hoặc các công ty sơn (AkzoNobel, Jotun). Nên chọn dầu tinh khiết, không pha tạp chất.



Tăng tính bền cho Acrylate Oligomer

Việc biến tính acrylate oligomer với dầu khô và thêm sáp trong quá trình nấu có thể tăng cường một số khía cạnh về tính bền của sản phẩm cuối cùng. Tuy nhiên, đây không phải là giải pháp tối ưu cho mọi loại bền vững và cần được kiểm soát cẩn thận để tránh các nhược điểm tiềm ẩn.

Cơ chế biến tính với Dầu khô và Sáp

Biến tính cơ bản với dầu khô:

Acrylate oligomer (ví dụ: epoxy acrylate) được đun nóng cùng với dầu khô (drying oil, như dầu lanh, dầu đậu nành hoặc dầu trẩu) ở nhiệt độ 150-200°C để tạo ra resin lai (acrylic alkyd). Các phản ứng este hóa hoặc polymer hóa ghép diễn ra, giúp resin có khả năng tự khô khi tiếp xúc với không khí (qua quá trình oxy hóa), đồng thời tăng tính linh hoạt và khả năng chống chịu thời tiết.

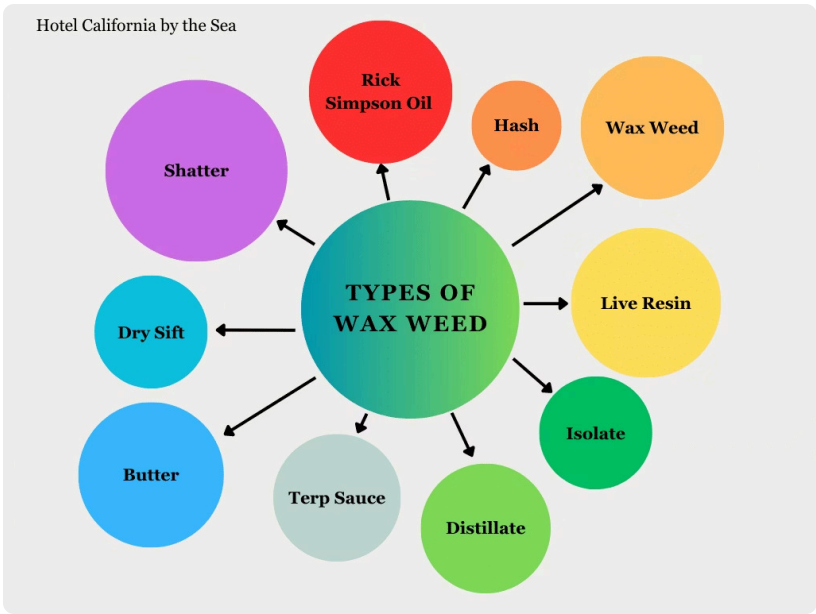
Thêm sáp khi nấu:

Sáp (như sáp parafin, sáp carnauba, sáp ong hoặc sáp polyethylene) có thể được thêm vào hỗn hợp trong quá trình nấu.

Cách thực hiện: Sáp thường được thêm vào ở giai đoạn cuối của phản ứng (khi hỗn hợp đã đạt độ nhớt mong muốn), ở nhiệt độ 100-180°C, và khuấy đều để hòa tan.

Tỷ lệ sáp thường dao động từ 1-10% tổng trọng lượng, tùy thuộc vào loại sáp (ví dụ: 5% sáp carnauba có thể cho độ bóng cao).

Có tăng tính bền được không?



Tương tác hóa học: Sáp không phản ứng hóa học mạnh mẽ như dầu khô (vì sáp chủ yếu là hydrocarbon hoặc este mạch dài). Thay vào đó, nó phân tán đều trong resin, tạo thành một lớp phủ bề mặt hoặc ma trận composite. Điều này làm thay đổi các tính chất vật lý của resin lai mà không làm thay đổi cấu trúc hóa học chính.

Hiệu quả tăng tính bền

Có, nhưng chỉ ở một số khía cạnh cụ thể. Việc thêm sáp có thể cải thiện tính bền theo các cách sau, dựa trên ứng dụng thực tế trong sơn và lớp phủ:



Tăng khả năng chống nước và chống ẩm

Sáp tạo ra một lớp chắn kỵ nước (hydrophobic), giúp resin lai chống thấm nước tốt hơn, giảm nguy cơ phồng rộp hoặc ăn mòn.

Ví dụ, trong sơn gỗ ngoài trời, điều này có thể **tăng tuổi thọ lên 20-50%** so với sản phẩm không có sáp.



Tăng khả năng chống bẩn và dễ lau chùi

Sáp làm bề mặt mịn màng hơn, giảm sự bám dính của bụi bẩn hoặc hóa chất, từ đó tăng độ bền tổng thể (ít phải sơn lại).



Tăng độ bóng và chống trầy xước nhẹ

Các loại sáp cứng như carnauba hoặc sáp tổng hợp có thể cải thiện độ cứng bề mặt, giúp chống mài mòn cơ học ở mức độ vừa phải.

Trong lớp phủ sàn hoặc ô tô, điều này có thể **tăng tính bền lên đến 30%** theo các thử nghiệm ASTM.



Tăng tính linh hoạt và chống nứt

Một số loại sáp (như sáp vi tinh thể) giúp resin lai ít giòn hơn, đặc biệt khi kết hợp với dầu khô, cải thiện độ bền dưới sự thay đổi nhiệt độ.

Tuy nhiên, không phải lúc nào cũng tăng tính bền toàn diện:

Nhược điểm tiềm ẩn

Nếu thêm quá nhiều sáp (trên 10%), resin có thể trở nên mềm hơn, làm giảm độ cứng và khả năng chống mài mòn mạnh (ví dụ: dễ bị trầy xước sâu hơn). Sáp cũng có thể làm giảm độ bám dính với bề mặt nền.

Sáp có điểm nóng chảy thấp (ví dụ: parafin ~50-60°C), nên resin có thể mềm ra ở nhiệt độ cao, làm giảm tính bền nhiệt.

Trong môi trường khắc nghiệt (như tia UV mạnh hoặc hóa chất), sáp có thể bị phân hủy nhanh hơn, làm giảm tuổi thọ tổng thể so với resin acrylate thuần túy.

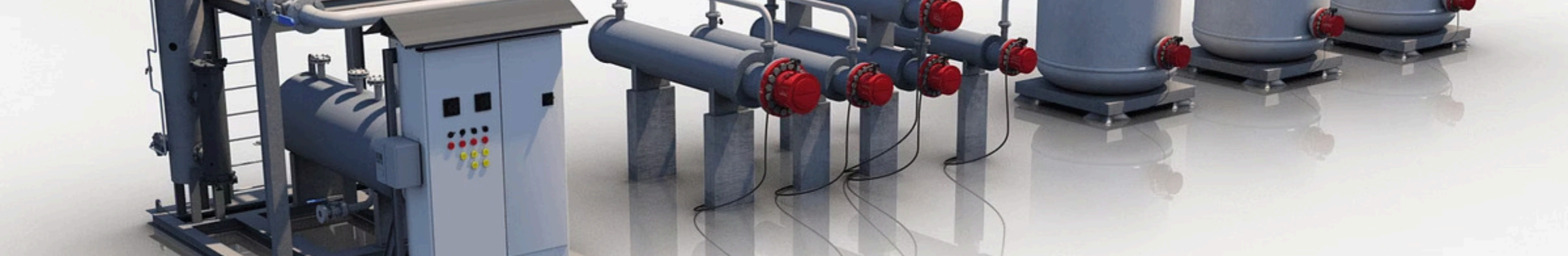
Kết quả phụ thuộc

Việc tăng tính bền có đạt được hay không còn tùy thuộc vào loại sáp, tỷ lệ sử dụng và ứng dụng cụ thể. Ví dụ, sáp carnauba (từ thực vật) tốt cho khả năng chống nước, nhưng sáp polyethylene lại tốt hơn cho khả năng chống trầy xước.

Ví dụ ứng dụng thực tế:

- Sơn tự khô cho gỗ hoặc kim loại:** Biến tính acrylate oligomer (như Ebecryl 870 từ Allnex) với dầu lanh và 5% sáp ong có thể tạo ra lớp phủ bền hơn, chống ẩm và bóng loáng, phù hợp cho đồ nội thất ngoài trời.
- Lớp phủ công nghiệp:** Trong sơn alkyd-acrylate lai, việc thêm sáp giúp tăng tuổi thọ lên 5-10 năm trong môi trường ẩm ướt.
- Sản phẩm thương mại:** Một số loại resin lai từ Allnex (như dòng Ebecryl với các chất điều chỉnh sáp) hoặc Eternal đã tích hợp sáp để tăng cường độ bền, được sử dụng trong sơn ô tô hoặc sàn epoxy.

So sánh nấu hỗn hợp chứa sáp ở nhiệt độ cao (200°C) và thấp (80°C), và ảnh hưởng của sáp đến quá trình khô oxy hóa



Ảnh hưởng của Nhiệt độ nấu

Có sự khác biệt đáng kể về kết quả, an toàn và chất lượng sản phẩm khi nấu hỗn hợp (acrylate oligomer + dầu khô + sáp) ở các nhiệt độ khác nhau. Nhiệt độ nấu ảnh hưởng đến cách sáp hòa tan, phân tán và tương tác với các thành phần khác.

So sánh Nhiệt độ nấu 200°C vs 80°C

Nấu ở nhiệt độ cao (200°C)

Ưu điểm:

- Sáp dễ dàng nóng chảy và phân tán đồng đều (homogeneous dispersion) vào hỗn hợp, đặc biệt đối với các loại sáp có điểm nóng chảy cao (như sáp carnauba ~80-85°C hoặc sáp polyethylene ~100-140°C).
- Ở 200°C, phản ứng este hóa giữa dầu khô và oligomer diễn ra mạnh mẽ, và sáp có thể tham gia một phần vào mạng lưới (graft nhẹ), giúp tăng tính bền (như chống nước và độ bóng) mà không tách lớp.
- Phù hợp cho quy trình công nghiệp tạo resin lai ổn định, với độ nhớt cao và tính chất đồng đều.
- Ví dụ, trong sản xuất alkyd-acrylate, nhiệt độ 150-200°C là tiêu chuẩn để đạt độ chuyển hóa cao (conversion rate >90%).

Nhược điểm:

- Nguy cơ phân hủy:** Sáp có thể bị oxy hóa hoặc cháy ở nhiệt độ quá cao (trên điểm chớp cháy của sáp, thường ~180-250°C), tạo khói độc hoặc làm resin ngả màu vàng/đen.
- Tốn năng lượng và thời gian hơn, cần thiết bị chuyên dụng (lò phản ứng kín với kiểm soát nhiệt độ) để tránh cháy nổ.
- Nếu sáp có điểm nóng chảy thấp (như parafin ~50-60°C), nấu ở 200°C có thể làm sáp bay hơi hoặc mất tính chất.

Nấu ở nhiệt độ thấp (80°C)

Ưu điểm:

- An toàn hơn, ít rủi ro cháy nổ hoặc phân hủy sáp.
- Phù hợp cho sáp điểm nóng chảy thấp (như sáp ong ~60-65°C), nơi sáp chỉ cần nóng chảy để trộn mà không cần phản ứng mạnh.
- Dễ thực hiện ở quy mô nhỏ (như phòng thí nghiệm), với thời gian ngắn hơn và ít khí thải.
- Sáp chủ yếu đóng vai trò "phụ gia phân tán" (additive), giúp cải thiện bề mặt mà không thay đổi cấu trúc chính của resin.

Nhược điểm:

- Phân tán kém:** Sáp có thể không hòa tan hoàn toàn, dẫn đến tách lớp (phase separation) hoặc hỗn hợp không đồng đều, làm giảm tính bền (ví dụ: lớp phủ dễ nứt hoặc mất độ bóng sau thời gian).
- Phản ứng chậm:** Ở 80°C, phản ứng este hóa với dầu khô diễn ra yếu, nên resin lai có thể không đạt độ tự khô tốt, dẫn đến thời gian khô lâu hơn hoặc độ cứng thấp hơn.
- Không phù hợp cho sáp điểm nóng chảy cao (như sáp montan ~80-90°C), vì sáp có thể không tan hết, làm hỗn hợp vón cục.

 **Khuyến nghị chung về nhiệt độ:** Chọn nhiệt độ dựa trên điểm nóng chảy của sáp: Thường nấu ở mức cao hơn 20-50°C so với điểm nóng chảy của sáp để đảm bảo tan chảy, nhưng không vượt quá 200°C để tránh phân hủy. Ví dụ: Với sáp carnauba (điểm nóng chảy ~82°C), nấu ở 120-150°C là lý tưởng.

Sự khác biệt chính: Nấu ở 200°C tạo sản phẩm bền hơn, ổn định hơn (tăng tuổi thọ 20-30% trong thử nghiệm), nhưng rủi ro cao hơn. Nấu ở 80°C an toàn hơn nhưng sản phẩm kém đồng đều, có thể giảm tính bền tổng thể.

Thử nghiệm: Luôn bắt đầu với nhiệt độ thấp và tăng dần, theo dõi độ nhớt và độ trong suốt bằng công cụ như viscometer.

Ảnh hưởng của Sáp đến quá trình Khô Oxy hóa

2. Sáp có cản trở quá trình khô bằng cơ chế oxy hóa không?

Thường thì không cản trở đáng kể, nhưng có thể ảnh hưởng nhẹ nếu không kiểm soát tốt. Quá trình khô oxy hóa của dầu khô dựa trên việc các liên kết không bão hòa trong dầu phản ứng với oxy không khí, tạo mạng lưới polymer 3D (cross-linking), thường được thúc đẩy bởi drier (xúc tác như coban hoặc mangan).

	
Không cản trở (hoặc thậm chí hỗ trợ) Sáp chủ yếu là chất trơ về mặt hóa học, không cạnh tranh với oxy hóa. Nó chỉ tạo lớp màng bề mặt, giúp bảo vệ lớp resin bên dưới khỏi ẩm hoặc bụi, từ đó gián tiếp hỗ trợ quá trình khô bằng cách giảm tiếp xúc với yếu tố cản trở (như nước). Trong một số trường hợp, sáp tăng tốc độ khô bề mặt bằng cách làm màng mỏng hơn và bóng hơn, giúp oxy tiếp cận tốt hơn. Ví dụ, trong sơn alkyd, thêm 2-5% sáp có thể giảm thời gian khô từ 8 giờ xuống 6 giờ mà không ảnh hưởng đến độ sâu khô. Các nghiên cứu trong ngành sơn (như từ ASTM hoặc RadTech) cho thấy sáp không làm giảm tốc độ oxy hóa nếu tỷ lệ thấp (<5%).	Có thể cản trở nếu... Tỷ lệ cao: Nếu thêm quá nhiều sáp (trên 10%), nó tạo lớp chắn dày, cản trở oxy thâm nhập vào lớp dầu khô bên dưới, dẫn đến khô chậm hoặc không đều (bề mặt khô nhưng bên trong còn ướt). Kết quả: Resin dễ nứt hoặc mất độ bền. Loại sáp không phù hợp: Sáp tổng hợp (như sáp PE) có thể tạo màng kín khí hơn sáp tự nhiên (như sáp ong), làm giảm oxy hóa 10-20% theo các thử nghiệm. Nhiệt độ nấu thấp: Nếu nấu ở 80°C và sáp không phân tán tốt, nó có thể tạo "điểm chết" nơi oxy hóa không xảy ra, làm giảm tính bền tổng thể.

Tác động đến tính bền: Nếu bị cản trở, resin có thể kém chống chịu thời tiết hơn (dễ phai màu hoặc nứt dưới tác động của tia UV), giảm tuổi thọ từ 5-10 năm xuống còn 3-5 năm.

Cách tránh cản trở: Giữ tỷ lệ sáp thấp (1-5%), thêm drier mạnh hơn (như drier zirconium) để bù đắp. Kiểm tra bằng thử nghiệm: Sử dụng phương pháp "drying time test" (ASTM D1640) để đo thời gian khô trước và sau khi thêm sáp.

Ví dụ thực tế: Trong sơn tự khô từ Allnex hoặc Eternal, họ thường thêm sáp mà không ảnh hưởng đến quá trình oxy hóa, miễn là công thức được tối ưu.

Chỉ số Axit (Acid Value - AV)

Định nghĩa: AV đo lường nồng độ của các nhóm axit cacboxylic (-COOH) tự do trong nhựa, tính bằng mg KOH/g. AV càng cao, nhựa càng có tính axit.

Tầm quan trọng cho biến tính với dầu khô:

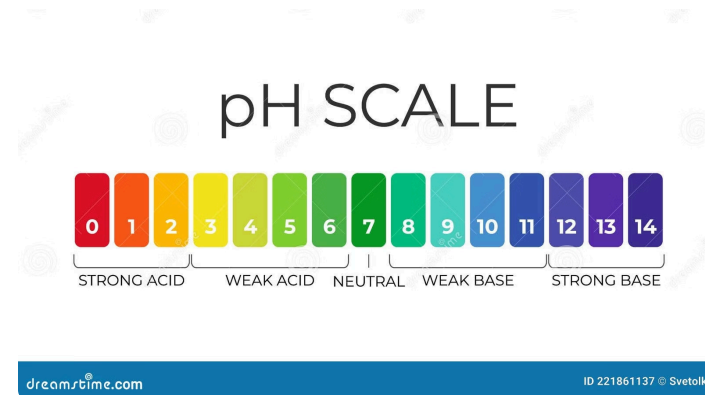
Phương pháp phổ biến để tạo ra nhựa lai "tự khô" là phản ứng este hóa (esterification), trong đó nhóm -COOH trên oligomer phản ứng với nhóm -OH trong các axit béo của dầu khô (hoặc trong nhựa alkyd) dưới nhiệt độ cao và xúc tác. Cấu trúc lai này có các nối đôi từ dầu khô, cho phép tự đóng rắn bằng oxy không khí.

Cách đọc trên TDS:

- **AV < 5 mg KOH/g:** Hàm lượng axit rất thấp. Loại nhựa này không phù hợp để biến tính trực tiếp với dầu khô qua phản ứng este hóa.
- **AV > 15 mg KOH/g (Lý tưởng: 30 - 80):** Nhựa được thiết kế với hàm lượng axit cao, còn gọi là "acid-functional" hoặc "carboxylated" oligomer. Đây là loại nhựa lý tưởng để biến tính với dầu khô hoặc cải thiện độ bám dính trên kim loại.

☐ **Lưu ý quan trọng:** Nhóm -COOH cũng có thể phản ứng với -NCO, nhưng phản ứng này tạo ra khí CO₂, gây sôi bọt trong lớp sơn. Vì vậy, để biến tính với NCO, nên chọn nhựa có AV thấp.

Dụng cụ cơ bản cho trộn và phản ứng:



Thiết bị cần thiết cho Phản ứng

Những thiết bị này cần thiết cho việc đun nóng và khuấy hỗn hợp phản ứng.



Bình phản ứng (Reaction Flask hoặc Reactor)

Bình thủy tinh tròn đáy (round-bottom flask) dung tích từ 100-5000 mL, có các cổ nối để thêm chất và khuấy. Dùng cho các phản ứng ở nhiệt độ cao (80-200°C). Ví dụ: Bình Schott Duran hoặc tương đương. Phù hợp cho tất cả các loại biến tính.



Máy khuấy (Stirrer)

Có thể là máy khuấy từ (magnetic stirrer) với thanh nam châm cho quy mô nhỏ, hoặc máy khuấy cơ (overhead stirrer) cho các hỗn hợp có độ nhớt cao. Đảm bảo tốc độ khuấy đều để tránh vón cục. Đây là thiết bị thiết yếu cho biến tính với dầu khô và sáp để phân tán đều các thành phần.



Thiết bị kiểm soát nhiệt (Heating Mantle hoặc Oil Bath)

Áo sưởi điện (heating mantle) để đun nóng và kiểm soát nhiệt độ chính xác, kết hợp với bộ điều khiển nhiệt (thermostat). Dùng cho các phản ứng ở 80-200°C. Đặc biệt quan trọng cho biến tính với dầu khô (yêu cầu nhiệt độ cao) và NCO (yêu cầu kiểm soát nhiệt độ thấp hơn).

2. Dụng cụ đo lường và kiểm soát:

Thiết bị Đo lường và Kiểm soát

Các thiết bị này giúp theo dõi tiến trình phản ứng và đảm bảo chất lượng sản phẩm.



Nhiệt kế (Thermometer)

Nhiệt kế thủy tinh hoặc kỹ thuật số (digital probe) có khả năng đo nhiệt độ chính xác ($\pm 1^{\circ}\text{C}$). Cần thiết để tránh quá nhiệt, đặc biệt khi phản ứng đạt 200°C với sáp.



Máy đo độ nhớt (Viscometer)

Loại Brookfield hoặc capillary viscometer để kiểm tra độ nhớt của resin sau biến tính. Hữu ích cho tất cả các quy trình để xác định khi phản ứng hoàn thành.



Máy đo pH (pH Meter)

Để theo dõi giá trị axit (acid value) trong phản ứng este hóa với dầu khô hoặc sáp.



Cân điện tử (Analytical Balance)

Cân chính xác đến 0.01g để đo lường tỷ lệ nguyên liệu (ví dụ: oligomer:dầu khô = 1:1).

Hướng dẫn xác định chỉ số axit (AV) trong nhựa/resin bằng phương pháp chuẩn độ

Hướng dẫn xác định Chỉ số Axit (AV)

Đây là hướng dẫn đơn giản và cụ thể để xác định chỉ số axit (Acid Value - AV) trong mẫu nhựa hoặc resin. Quy trình này dựa trên ASTM D1639 và được thiết kế cho phòng thí nghiệm chuyên nghiệp. Luôn thực hiện trong tủ hút khí, sử dụng kính và găng tay bảo hộ.



Quy trình Chuẩn độ AV

Dụng cụ cần thiết:

- Cân điện tử (độ chính xác 0.001g)
- Bình Erlenmeyer 250 mL
- Burette 50 mL (có giá đỡ)
- Ống đong 100 mL
- Thanh khuấy từ (hoặc que khuấy thủ công)

Hóa chất cần thiết:

- **Mẫu thử:** 1-5g resin (cân chính xác và ghi lại khối lượng là W gam).
- **Dung môi:** 50 mL hỗn hợp toluene:isopropanol (tỷ lệ 1:1).
- **Dung dịch KOH 0.1N:** Chuẩn bị sẵn hoặc mua từ nhà cung cấp.
- **Chỉ thị phenolphthalein 1%:** 2-3 giọt.

Tính toán chỉ số AV:

01

Hòa tan mẫu

Cân W gam mẫu vào bình Erlenmeyer. Thêm 50 mL dung môi. Khuấy đều cho đến khi mẫu tan hết (có thể đun nhẹ dưới 60°C nếu cần).

02

Thêm chỉ thị

Nhỏ 2-3 giọt chỉ thị phenolphthalein vào bình (hỗn hợp sẽ không màu).

03

Chuẩn bị burette

Đổ đầy dung dịch KOH 0.1N vào burette đến vạch 0 mL. Ghi lại thể tích ban đầu.

04

Chuẩn độ

Nhỏ từ từ dung dịch KOH từ burette vào bình, khuấy liên tục. Dừng lại khi hỗn hợp chuyển sang màu hồng nhạt ổn định (màu không phai sau 30 giây). Ghi lại thể tích KOH đã sử dụng (V mL).

05

Làm mẫu trắng (blank)

Lặp lại các bước 1-4 nhưng không cho mẫu vào (chỉ dùng dung môi + chỉ thị). Ghi lại thể tích KOH đã sử dụng là V_blank mL (thường <0.5 mL).

Công thức Tính toán và Kết luận

Sử dụng công thức sau:

$$AV(mgKOH/g) = \frac{(V - V_{blank}) \times 0.1 \times 56.1}{W}$$

Trong đó:

- **V:** Thể tích KOH đã sử dụng cho mẫu (mL).
- **V_{blank}:** Thể tích KOH đã sử dụng cho mẫu trắng (mL).
- **0.1:** Nồng độ KOH (N).
- **56.1:** Trọng lượng phân tử của KOH.
- **W:** Khối lượng mẫu (g).

Ví dụ tính toán

Nếu $V = 8.5$ mL, $V_{blank} = 0.2$ mL và $W = 2$ g, thì:

$$AV = [(8.5 - 0.2) \times 0.1 \times 56.1] / 2 = \mathbf{23.25 \text{ mg KOH/g}}$$

Xác định điểm kết thúc phản ứng

(đối với quá trình tổng hợp):

Đo chỉ số AV mỗi 30-60 phút. Dừng phản ứng khi AV đạt mức mong muốn (thường <10-20 mg KOH/g) hoặc khi chỉ số này ổn định.

Lưu ý quan trọng:

- Nên lặp lại quá trình chuẩn độ 2-3 lần để đảm bảo độ chính xác.
- Rửa sạch dụng cụ ngay sau khi sử dụng.
- Nếu mẫu không tan, có thể thêm acetone để hỗ trợ hòa tan.



An toàn: Tránh hít dung môi và xử lý dung dịch KOH cẩn thận vì chúng có tính ăn mòn.