



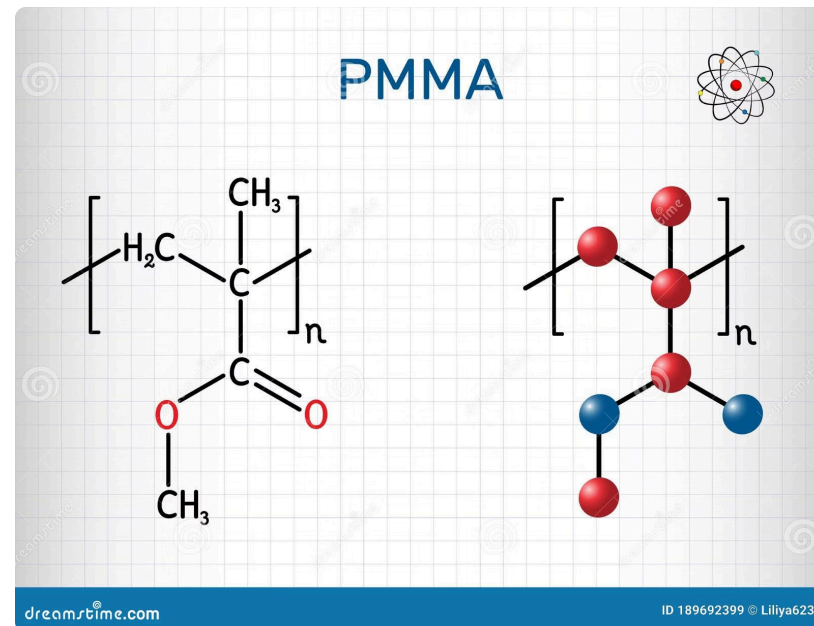
Biến tính nhựa acrylic thông thường để làm chúng tan được trong nước

Hướng dẫn chi tiết về các phương pháp biến tính hóa học để chuyển đổi nhựa acrylic rắn hoặc có hàm lượng rắn cao thành dạng tan trong nước thông qua việc thêm nhóm chức ưa nước.

Tổng quan về nhựa acrylic thông thường

Nhựa acrylic "thông thường" (thường dựa trên poly(methyl methacrylate) – PMMA hoặc các copolymer tương tự) là hydrophobic (không tan trong nước), với hàm lượng rắn cao (solid content > 50-100%) hoặc dạng rắn (như bột hoặc viên). Chúng tan tốt trong dung môi hữu cơ (như toluene, acetone) nhưng không tan trong nước do thiếu nhóm chức ưa nước.

Để làm chúng tan trong nước, bạn cần giới thiệu tính hydrophilic (ưa nước) thông qua biến tính hóa học, thường bằng cách thêm nhóm ion hóa như carboxyl (–COOH) hoặc sulfonate, sau đó trung hòa để tạo muối tan nước.



Có thể biến tính được không?

Có, nhưng phụ thuộc vào loại nhựa gốc:

- Nếu nhựa acrylic của bạn đã chứa một lượng nhỏ nhóm carboxyl (từ monomer như acrylic acid – AA hoặc methacrylic acid – MAA), việc biến tính sẽ dễ dàng hơn. Nhiều loại nhựa thương mại (như Joncryl® của BASF hoặc Eudragit® của Evonik) được thiết kế sẵn cho việc này.
- Nếu là nhựa "thuần" (không có nhóm chức), bạn cần biến tính hóa học để thêm nhóm hydrophilic – điều này phức tạp hơn và có thể yêu cầu thiết bị phòng lab hoặc nhà máy.
- Không phải tất cả đều khả thi 100%: Nhựa có khối lượng phân tử rất cao ($M_w > 500,000$) hoặc độ kết tinh cao có thể khó tan hoàn toàn ngay cả sau biến tính.

Các phương pháp biến tính chính

Dưới đây là các cách phổ biến để chuyển nhựa acrylic rắn hoặc hàm lượng rắn cao thành dạng tan nước. Tôi tập trung vào phương pháp an toàn và thực tế:

Phương pháp 1: Trung hòa trực tiếp

Nếu nhựa đã có nhóm carboxyl

- Hòa tan nhựa rắn trong dung môi hữu cơ
- Thêm amin/amoniac để tạo muối carboxylate
- Loại bỏ dung môi hữu cơ và pha loãng với nước

Phương pháp 2: Biến tính hóa học

Thêm nhóm hydrophilic nếu nhựa không có sẵn

- Ghép copolymer hóa với monomer ưa nước
- Phản ứng ester hóa hoặc amid hóa
- Sulfonation để thêm nhóm sulfonate

Phương pháp 3: Chuyển dạng nhũ tương

Tạo hệ phân tán ổn định

- Nghiền mịn nhựa rắn
- Nhũ hóa với chất hoạt động bề mặt
- Thêm nước để tạo huyền phù ổn định



Quy trình trung hòa trực tiếp chi tiết

Quy trình cơ bản:

01

Hòa tan nhựa rắn

Hòa tan nhựa rắn trong dung môi hữu cơ (như ethanol hoặc acetone) để tạo dung dịch.

02

Thêm chất trung hòa

Thêm amin/amoniac (tỷ lệ 0.5-1.0 đương lượng so với -COOH) để tạo muối carboxylate ($\text{-COO}^- \text{NH}_4^+$).

03

Loại bỏ dung môi

Loại bỏ dung môi hữu cơ bằng cách bay hơi hoặc chưng cất, rồi pha loãng với nước để được dung dịch tan nước.

Kết quả: Nhựa trở nên tan trong nước ở pH 7-9, với độ nhớt điều chỉnh được.

Lưu ý quan trọng và thách thức

Điều kiện thực hiện:

Cần kiểm soát nhiệt độ, pH, và tỷ lệ để tránh kết tủa hoặc phân hủy polymer. Thử nghiệm ở quy mô nhỏ trước (lab scale) để tối ưu.

Ảnh hưởng đến tính chất:

Sau biến tính, nhựa có thể thay đổi độ bền, độ trong suốt, hoặc độ bám dính – ví dụ, tăng tính tan nước có thể làm giảm khả năng chống nước.

An toàn và môi trường:

Sử dụng amin bậc cao như DMEA để giảm mùi và bay hơi (như chúng ta đã thảo luận trước). Tránh amoniac nếu làm việc với gỗ, vì có thể gây thâm màu.

Chi phí và khả thi:

Phương pháp này phổ biến trong công nghiệp, nhưng nếu nhựa gốc của bạn là hàng thương mại, hãy kiểm tra tài liệu nhà sản xuất (MSDS) để xem có khuyến nghị biến tính không.

 **Ví dụ thực tế:** Nhiều công ty như Dow Chemical hoặc Arkema sản xuất nhựa acrylic biến tính sẵn, nhưng nếu bạn muốn tự làm, có thể tham khảo tài liệu như "Handbook of Waterborne Coatings" để hướng dẫn chi tiết.

Tổng quan về phương pháp grafting

Grafting là gì?

Đây là quá trình ghép (graft) một chuỗi polymer mới (gọi là "graft chain") lên chuỗi polymer gốc (backbone), thường là nhựa acrylic như PMMA hoặc copolymer của nó. Mục tiêu là thay đổi tính chất của polymer gốc mà không làm thay đổi cấu trúc chính quá nhiều.

Lý do phù hợp cho nhựa acrylic:

- Acrylic có cấu trúc dễ tiếp cận cho phản ứng radical tự do (free radical), giúp ghép các monomer ưa nước như acrylic acid (AA) hoặc methacrylic acid (MAA).
- Kết quả là polymer mới có nhóm carboxyl ($-\text{COOH}$), có thể trung hòa bằng amin/amoniac để tạo muối tan nước (như $-\text{COO}^- \text{NH}_4^+$).

Lợi ích chính:

- Tăng tính tan nước mà vẫn giữ độ bền cơ học của polymer gốc.
- Phương pháp này phổ biến trong công nghiệp để sản xuất coatings nước, chất kết dính, hoặc vật liệu y sinh.

Có nhiều loại grafting (như anionic, cationic, hoặc plasma), nhưng tôi sẽ tập trung vào free radical grafting – loại phổ biến và dễ thực hiện nhất cho nhựa acrylic.

Quy trình grafting từng bước

Dưới đây là hướng dẫn chi tiết cho quy trình cơ bản, thường thực hiện ở phòng lab hoặc nhà máy. Lưu ý: Đây là quy trình tổng quát; bạn nên thử nghiệm ở quy mô nhỏ và tuân thủ an toàn (sử dụng kính bảo hộ, găng tay, và thông gió tốt vì liên quan đến hóa chất dễ cháy).



Bước 1: Chuẩn bị polymer gốc

Chọn nhựa acrylic dạng rắn hoặc hàm lượng rắn cao (ví dụ: PMMA với Mw 50,000-200,000). Hòa tan hoặc nghiền mịn polymer trong dung môi phù hợp (như toluene, acetone, hoặc nước nếu là hệ nhũ tương). Nồng độ thường 10-30% wt để dễ xử lý.

Key point: Polymer gốc cần có vị trí "hoạt hóa" (như liên kết C-H yếu) để khởi đầu phản ứng.



Bước 2: Chọn monomer graft và chất khởi xướng

Monomer graft: Sử dụng các monomer ưa nước như:

- Acrylic acid (AA) hoặc methacrylic acid (MAA) để thêm nhóm -COOH .
- Hydroxyethyl methacrylate (HEMA) để thêm nhóm hydroxyl (-OH), tăng tính hydrophilic.
- Tỷ lệ: Thường 5-20% wt so với polymer gốc để tránh làm polymer quá hydrophilic.

Chất khởi xướng: Peroxide (như benzoyl peroxide – BPO) hoặc azo compound (như AIBN – azobisisobutyronitrile) để tạo radical tự do. Liều lượng: 0.1-1% wt.



Bước 3: Thực hiện phản ứng grafting

Điều kiện phản ứng:

- Nhiệt độ: 60-100°C (thường 80°C cho acrylic để tránh phân hủy).
- Thời gian: 2-6 giờ, dưới khuấy liên tục và khí trơ (nitơ) để tránh oxy hóa.
- Môi trường: Có thể là dung dịch (solution grafting) hoặc nhũ tương (emulsion grafting) – emulsion dễ hơn cho sản phẩm tan nước.

Cơ chế: Chất khởi xướng phân hủy tạo radical, tấn công polymer gốc để tạo vị trí hoạt hóa. Monomer graft sau đó polymer hóa và ghép vào, hình thành cấu trúc "graft copolymer" (ví dụ: PMMA-g-PAA).

Các bước hoàn thiện quy trình grafting



Bước 4: Làm sạch và tinh chế

Kết thúc phản ứng bằng cách làm lạnh và kết tủa polymer (sử dụng methanol hoặc nước để tách monomer dư). Rửa sạch bằng dung môi để loại bỏ homopolymer (chuỗi không ghép) và tạp chất. Sấy khô để thu polymer biến tính dạng bột hoặc dung dịch.



Bước 5: Kiểm tra và trung hòa

Kiểm tra bằng kỹ thuật như FTIR (xác nhận nhóm -COOH mới), NMR, hoặc đo độ tan nước. Để làm tan nước: Trung hòa bằng amin (như DMEA) ở pH 7-9, pha loãng với nước để được dung dịch ổn định.

Ví dụ công thức đơn giản:

Hòa tan 10g PMMA trong 50ml toluene.
Thêm 2g AA và 0.1g BPO.
Đun nóng ở 80°C trong 4 giờ dưới khuấy.

Ưu điểm và nhược điểm của grafting

Ưu điểm:

- **Linh hoạt:** Có thể tùy chỉnh tỷ lệ graft để kiểm soát mức độ tan nước.
- **Giữ nguyên tính chất gốc:** Polymer vẫn giữ độ bền, độ trong suốt cao.
- **Ứng dụng rộng:** Dùng cho coatings gỗ (tránh thâm màu nếu dùng amin bậc cao), mực in, hoặc hệ phân phối thuốc.

Nhược điểm:

- **Phức tạp:** Yêu cầu thiết bị (lò phản ứng, máy khuấy) và kiểm soát chặt chẽ để tránh phản ứng phụ (như crosslinking).
- **Hiệu suất:** Không phải 100% monomer ghép thành công; có thể tạo homopolymer dư thừa.
- **Chi phí:** Cao hơn trung hòa trực tiếp nếu polymer gốc không có sẵn nhóm chức.

Lưu ý thực tế và an toàn cho grafting

Tối ưu hóa:

Bắt đầu với tỷ lệ graft thấp (5%) để thử nghiệm. Sử dụng phân mềm mô phỏng (như Aspen Plus) nếu bạn đang ở quy mô công nghiệp.

An toàn:

Monomer như AA có tính ăn mòn; initiator như BPO dễ cháy nổ nếu không kiểm soát nhiệt. Luôn làm việc ở môi trường thông gió và kiểm tra SDS (Safety Data Sheet).

Ví dụ thương mại:

Các sản phẩm như Joncryl® HPD (BASF) sử dụng grafting để tạo nhựa acrylic tan nước cho mực in.

Thách thức với gỗ:

Nếu áp dụng cho gỗ, chọn graft với nhóm ít bay hơi để tránh "kéo dầu" như chúng ta đã thảo luận.

Quy trình thực tế: Biến tính nhựa acrylic bằng grafting với acrylic acid

Mục tiêu

Ghép acrylic acid (AA) vào polymer gốc (PMMA) để thêm nhóm -COOH , giúp polymer hydrophilic và có thể tan trong nước sau trung hòa.

Nguyên liệu và Thiết bị (cho lô 10g PMMA)

- **Polymer gốc:** 10g PMMA (dạng bột hoặc viên, $M_w \sim 100,000$).
- **Monomer graft:** 1-2g acrylic acid (AA, tinh khiết $>99\%$).
- **Chất khởi xướng:** 0.1-0.2g benzoyl peroxide (BPO).
- **Dung môi:** 50-100ml toluene hoặc acetone.
- **Khí trơ:** Nitơ (N_2).
- **Khác:** Methanol (cho kết tủa), KOH 0.1N (cho chuẩn độ kiểm tra).

Thiết bị: Bình phản ứng 3 cổ (250ml), máy khuấy từ, thermometer, hệ hồi lưu, lò sưởi, tủ hút khói, cân chính xác, pipet.

Phản ứng hóa học và các bước thực hiện

Phản Ứng Hóa Học Tóm Tắt

- **Cơ chế:** Free radical grafting.
- **Khởi đầu:** BPO → radical → tấn công PMMA.
- **Lan truyền:** $\text{PMMA}\cdot + \text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH} \rightarrow \text{PMMA-g-PAA}$ (với nhóm $-\text{COOH}$).
- **Kết thúc:** Radical kết hợp.
- **Công thức chính:** $\text{PMMA} + \text{AA} \rightarrow \text{PMMA}-[\text{CH}_2-\text{CH}(\text{COOH})]_m$ (m = độ dài nhánh graft).

Chuẩn bị (30-60 phút)

Trong tủ hút khói, đổ 10g PMMA vào bình phản ứng. Thêm 50ml toluene, khuấy ở 60°C dưới dòng nitơ đến khi PMMA tan hoàn toàn (dung dịch trong suốt).

Thực Hiện Phản Ứng (4-6 giờ)

Tăng nhiệt độ lên 80-90°C (key point: Không vượt 100°C để tránh nổ BPO). Khuấy đều ở 300-500 rpm, duy trì nhiệt độ ổn định. Theo dõi: Dung dịch có thể tăng độ nhớt hoặc đục nhẹ.

1

2

3

4

Thêm Chất Phản Ứng (5-10 phút)

Thêm 1-2g AA vào dung dịch. Thêm 0.1g BPO (hòa tan trước trong 5ml toluene nếu cần). Kết nối hệ hồi lưu và tăng dòng nitơ để loại bỏ oxy.

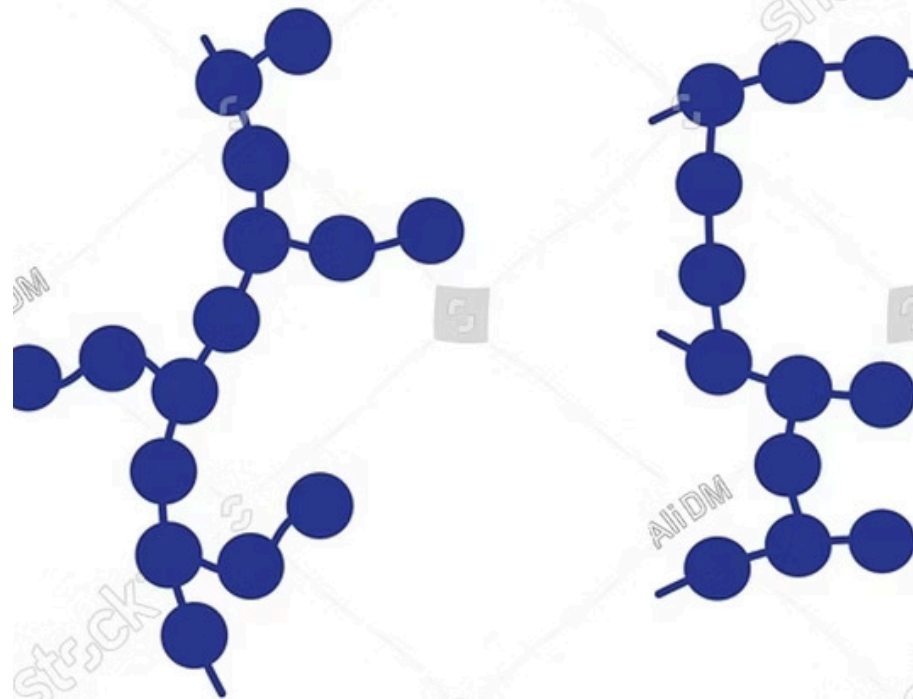
Kết Thúc và Tinh Chế (1-2 giờ + sấy)

Làm lạnh bình xuống nhiệt độ phòng. Đổ dung dịch vào 200ml methanol để kết tủa polymer. Lọc sản phẩm, rửa 2-3 lần bằng methanol để loại monomer dư. Sấy khô ở 50°C trong lò chân không (24 giờ) để thu bột polymer biến tính (năng suất ~80-90%).

Nhận biết polymer gốc có liên kết C-H yếu

Rất cần thiết để đánh giá khả năng grafting thành công. Với kinh nghiệm của bạn trong vai trò Giám đốc, tôi hiểu bạn cần thông tin cụ thể và thực tế để áp dụng trong dự án. Tôi sẽ giải thích chi tiết cách nhận biết thông qua cấu trúc phân tử đặc thù và các phương pháp phân tích, giúp bạn lựa chọn polymer phù hợp cho grafting.

Polymer Structure



Branched

Cross-linked

Nhận biết bằng cấu trúc phân tử

Có, bạn hoàn toàn có thể nhận ra bằng cấu trúc phân tử. Liên kết C-H yếu thường xuất hiện ở các vị trí đặc biệt trong chuỗi polymer, và tôi sẽ chỉ ra các dấu hiệu cấu trúc cụ thể cùng phương pháp kiểm tra.

Các vị trí có liên kết C-H yếu trong polymer acrylic

Các loại liên kết C-H yếu

Liên kết C-H yếu là những liên kết dễ bị tấn công bởi radical tự do do năng lượng liên kết thấp hoặc do hiệu ứng cộng hưởng/cảm ứng từ nhóm chức lân cận. Trong nhựa acrylic, các vị trí này bao gồm:



Carbon bậc 3 (tertiary carbon)

Cấu trúc đặc trưng: Carbon liên kết với 3 carbon khác, thường trong chuỗi chính của polymer acrylic.

Ví dụ trong PMMA: $-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)(\text{COOCH}_3)-\text{CH}_2-$ (carbon có dấu * là bậc 3)

Lý do yếu: Carbon bậc 3 tạo radical ổn định hơn (do hiệu ứng siêu liên hợp - hyperconjugation), làm năng lượng liên kết C-H thấp (~390-400 kJ/mol so với ~410-420 kJ/mol ở carbon bậc 1).



Carbon α (alpha) với nhóm electron-withdrawing

Cấu trúc: Carbon liên kế với nhóm hút electron như carbonyl ($\text{C}=\text{O}$), ester ($-\text{COOR}$), hoặc nitrile ($-\text{CN}$).

Ví dụ: Trong poly(methyl acrylate), $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{COOCH}_3)-\text{CH}_2-$ (carbon α với ester)

Lý do yếu: Nhóm hút electron làm carbon mang một phần điện tích dương, làm yếu liên kết C-H.



Carbon benzylic (nếu có nhóm thơm)

Cấu trúc: Carbon liên kế với vòng benzene ($-\text{CH}_2-\text{Ph}$ hoặc $-\text{CHR}-\text{Ph}$).

Ví dụ: Trong polystyrene hoặc acrylic có nhóm phenyl.

Lý do yếu: Radical benzylic được ổn định bởi cộng hưởng với vòng thơm.



Carbon allylic (liên kế liên kết đôi)

Cấu trúc: Carbon cạnh liên kết $\text{C}=\text{C}$ (ít gặp trong acrylic đã polymer hóa hoàn toàn).

Lý do yếu: Radical allylic ổn định do cộng hưởng.

Cách nhận biết bằng cấu trúc phân tử cụ thể

Để đánh giá polymer acrylic của bạn, hãy phân tích theo các bước sau:

01	02	03
Bước 1: Xác định monomer gốc • Methyl methacrylate (MMA): Tạo PMMA có carbon bậc 3 → Tốt cho grafting. • Methyl acrylate (MA): Có carbon α với ester nhưng không có carbon bậc 3 → Trung bình. • Styrene: Có carbon benzylic → Rất tốt cho grafting. • Ethyl acrylate (EA): Tương tự MA → Trung bình.	Bước 2: Vẽ cấu trúc lặp lại (repeat unit) Ví dụ PMMA: $[-CH_2-C(CH_3)(COOCH_3)-]_n$ Đánh dấu carbon bậc 3: $C(CH_3)(COOCH_3) \leftarrow$ Vị trí yếu Đánh dấu carbon α: $-CH_2-$ (liên kế carbon bậc 3) $\leftarrow$ Vị trí yếu thứ hai	Bước 3: Đánh giá mật độ vị trí yếu • Cao: 1 carbon bậc 3/repeat unit (như PMMA) → Dễ grafting. • Trung bình: Chỉ có carbon α (như polyacrylate) → Cần điều kiện mạnh hơn. • Thấp: Polymer no bão hòa không có nhóm chức đặc biệt (như polyethylene) → Khó grafting.

Phương pháp kiểm tra thực nghiệm

Ngoài phân tích cấu trúc, bạn có thể xác nhận bằng các phương pháp sau:



Thử nghiệm grafting đơn giản

Thực hiện grafting thử với điều kiện nhẹ (80°C , 2 giờ, ít initiator). Nếu có grafting (đo bằng acid number tăng hoặc FTIR), polymer có C-H yếu.

Tiêu chí: Acid number tăng >10 mg KOH/g $\rightarrow$ Có C-H yếu.



Phân tích nhiệt DSC/TGA

Polymer có C-H yếu thường có nhiệt độ phân hủy thấp hơn (do dễ tạo radical).

Dấu hiệu: Bắt đầu mất khối lượng dưới 250°C có thể chỉ ra C-H yếu.



^1H -NMR spectroscopy

Proton ở carbon bậc 3 hoặc α thường có chemical shift đặc trưng.

Ví dụ: Trong PMMA, proton α xuất hiện ở 1.8-2.2 ppm, khác biệt với CH_3 (1.0 ppm).



FTIR để xác nhận nhóm chức

Tìm pic C=O ($1730\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$) chỉ ra ester $\rightarrow$ Có carbon α yếu.

Pic C-H bậc 3 ($\sim 2950\text{-}2970\text{ cm}^{-1}$) mạnh $\rightarrow$ Có carbon bậc 3.

Bảng tóm tắt các loại polymer acrylic phổ biến

Polymer	Monomer gốc	Vị trí C-H yếu	Khả năng grafting
PMMA	Methyl methacrylate	Carbon bậc 3 + α	Tốt
Poly(ethyl acrylate)	Ethyl acrylate	Carbon α	Trung bình
Polystyrene	Styrene	Carbon benzylic	Rất tốt
Poly(butyl acrylate)	Butyl acrylate	Carbon α	Trung bình
Copolymer MMA/BA	MMA + Butyl acrylate	Cả carbon bậc 3 và α	Tốt

Lưu ý thực tế cho dự án

Nếu polymer không rõ thành phần:

Thử grafting thử nghiệm là cách nhanh nhất. Nếu acid number tăng đáng kể (>20 mg KOH/g sau 4 giờ), polymer phù hợp.

Cải thiện khả năng grafting (nếu C-H yếu ít):

- Tăng nhiệt độ ($90-100^{\circ}\text{C}$) hoặc thời gian phản ứng.
- Dùng initiator mạnh hơn (như dicumyl peroxide thay BPO).
- Thêm co-monomer có C-H yếu (như styrene) vào hỗn hợp.

Với gỗ:

PMMA hoặc copolymer có carbon bậc 3 sẽ cho kết quả tốt và ít gây thâm màu hơn polyacrylate thuần.

Đo acid value (AV) bằng chuẩn độ, Chúng ta không thể phân biệt trực tiếp giữa acrylic acid (AA) dư chưa phản ứng và nhóm $-\text{COOH}$ đã ghép vào polymer gốc, vì cả hai đều có khả năng trung hòa với KOH/NaOH. Với kinh nghiệm của bạn trong vai trò Giám đốc, tôi hiểu bạn cần phương pháp chính xác để đánh giá hiệu quả grafting thực sự. Tôi sẽ trình bày các phương pháp tách biệt và kỹ thuật phân tích để giải quyết vấn đề này một cách đáng tin cậy.

Vấn đề phân biệt AA dư và nhóm -COOH ghép

Vấn đề cơ bản: Tại sao không phân biệt được?

Chuẩn độ acid-base chỉ đo tổng số nhóm acid có thể ion hóa, không phân biệt nguồn gốc:

- **AA tự do:** $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ (phân tử lượng 72 g/mol)
- **Nhóm -COOH ghép:** $\text{Polymer}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{COOH})-$ (trong chuỗi polymer)

Kết quả: AV cao có thể do AA dư nhiều chứ không phải grafting thành công $\rightarrow$ Đánh giá sai hiệu quả.

Các phương pháp tách biệt và phân tích

Để có kết quả chính xác, bạn cần loại bỏ AA dư trước khi đo AV, hoặc dùng phương pháp phân tích khác để xác nhận grafting.

Phương pháp tách AA dư và đánh giá hiệu quả grafting

Phương pháp 1: Tách AA dư bằng kết tủa và rửa

Nguyên tắc: AA là monomer nhỏ, tan tốt trong dung môi polar; polymer grafted có kích thước lớn, có thể kết tủa chọn lọc.

Quy trình:

1. Sau phản ứng grafting: Làm lạnh dung dịch xuống nhiệt độ phòng.
2. Kết tủa polymer: Đổ từ từ dung dịch vào dung môi kết tủa (như methanol, hexane, hoặc nước lạnh) với tỷ lệ 1:3-1:5.
3. Lọc tách: Sử dụng giấy lọc hoặc máy ly tâm để tách polymer.
4. Rửa nhiều lần: Rửa polymer bằng dung môi tương tự 3-5 lần để đảm bảo loại bỏ hoàn toàn AA dư.
5. Sấy khô và đo AV: Sấy polymer ở 50-60°C dưới chân không, sau đó đo AV.

Phương pháp 2: Phân tích chromatography

Nguyên tắc: AA có thể định lượng trực tiếp bằng chromatography, từ đó tính AA đã phản ứng.

Quy trình:

1. Lấy mẫu từ dung dịch phản ứng (không kết tủa).
2. Pha loãng và phân tích bằng GC (nếu AA bay hơi) hoặc HPLC với detector UV (AA hấp thụ ở ~210 nm).
3. So sánh với đường chuẩn AA để định lượng AA dư.
4. Tính AA đã grafted = AA ban đầu – AA dư.

Ưu điểm: Chính xác cao, không cần kết tủa.

Nhược điểm: Cần thiết bị đắt tiền và chuẩn bị mẫu phức tạp.

Phương pháp 3: FTIR Spectroscopy

Nguyên tắc: So sánh phổ FTIR của polymer trước và sau grafting.

Dấu hiệu grafting thành công:

- Pic C=O mở rộng: Từ ~1730 cm^{-1} (ester gốc) xuất hiện thêm pic tại ~1700 cm^{-1} (acid ghép).
- Pic O-H rộng: Tại 2500-3300 cm^{-1} từ nhóm -COOH (không có trong polymer gốc).
- Không thấy pic C=C: Tại 1630 cm^{-1} (chứng tỏ AA đã polymer hóa, không còn dư).

Ưu điểm: Nhanh, rẻ, và đáng tin cậy.

Quy trình đề xuất tối ưu

Kết hợp phương pháp 1 (kết tủa + rửa) với FTIR để có kết quả chính xác:

1. **Bước 1:** Sau grafting, kết tủa bằng methanol và rửa 3-5 lần.
2. **Bước 2:** Sấy khô polymer và đo AV (chỉ từ nhóm ghép).
3. **Bước 3:** Chạy FTIR để xác nhận có pic -COOH mới.
4. **Bước 4:** (Tùy chọn) Phân tích nước rửa bằng GC/HPLC để định lượng AA dư.

Công thức tính hiệu quả grafting:

Hiệu quả ghép (%) = $\frac{\text{Giá trị axit (AV) đo được} \times \text{Khối lượng polymer khô}}{[56.1 \times \text{Số mol AA ban đầu}] \times 100}$

- ☐ **Lưu ý thực tế:** Hiệu suất grafting thường 60-85% trong điều kiện tối ưu; nếu đạt >90%, kiểm tra lại có thể còn AA dư. Kiểm tra độ tan: Polymer grafted thành công sẽ tan trong nước sau trung hòa với amin, trong khi AA dư tan ngay. An toàn phân tích: AA có tính ăn mòn; làm việc trong tủ hút khói khi xử lý nước rửa.