

Nghiên cứu xác định hàm lượng γ -Polyoxymethylene (γ -POM) trong thuốc phóng keo balistit dùng cho các bình PAD và bình PUD

Lê Duy Bình*, Trần Đình Tuấn, Phạm Văn Khương, Dương Tiến Nguyên

Viện Thuốc phóng Thuốc nổ, Tổng cục CNQP, số 192 Đức Giang, Long Biên, Hà Nội, Việt Nam.

*Email: binhld.pro.pro@gmail.com

Nhận bài: 30/06/2024; Hoàn thiện: 12/9/2024; Chấp nhận đăng: 18/9/2024; Xuất bản: 14/10/2024.

DOI: <https://doi.org/10.54939/1859-1043.j.mst.IPE.2024.9-15>

TÓM TẮT

Bài báo trình bày kết quả nghiên cứu xác định hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng keo balistit dùng cho bình PAD và bình PUD bằng phương pháp khối lượng. Kết quả cho thấy, tại công đoạn phá mẫu, dung môi *N,N*-dimethylformamide được sử dụng làm môi chất để ngâm phá mẫu thuốc phóng với tỷ lệ khối lượng dung môi/thuốc phóng là 35, thời gian ngâm là khoảng 11 giờ, khối lượng mẫu là $(3,0 \pm 0,1)$ gam. Ở công đoạn lọc hút, rửa đã lựa chọn được nồng độ HNO_3 5% với thời gian lọc hút, rửa là 15 phút cho quá trình loại bỏ *Pht-Cu-Pb*, CaCO_3 và thể tích ête êtylic là 40 mL, thời gian lọc hút, rửa là 30 phút cho quá trình loại bỏ vazolin. Thông qua nghiên cứu, đã xây dựng được quy trình và tiến hành phân tích hàm lượng γ -POM có trong thuốc phóng keo balistit dùng cho bình PAD và bình PUD.

Từ khóa: Thuốc phóng; PAD; PUD; Hàm lượng γ -POM; Ảnh hưởng; Mô đun; Nồng độ; Nhiệt độ; Thời gian; Thể tích.

1. MỞ ĐẦU

γ -polyoxymethylene (γ -POM) là thành phần không thể thiếu đối với thuốc phóng keo balistit dùng cho động cơ cấp khí dạng PUD và động cơ tạo áp dạng PAD. Theo tài liệu [1-5], trong thành phần của thuốc phóng dạng này, hàm lượng γ -POM danh nghĩa chiếm khoảng 12%, có vai trò là chất ức chế quá trình cháy thông qua hiệu ứng thu nhiệt khi phân hủy trong pha ngưng tụ của quá trình thuốc phóng cháy.

Loại thuốc phóng keo balistit mà đã đề cập ở trên, thường được sử dụng trong các bình PUD và PAD của tên lửa PKTT. Đến nay, loại thuốc phóng này đã được nghiên cứu, sản xuất ở trong nước. Tuy nhiên, trong quá trình nghiên cứu, chế thử, sản xuất và nghiệm thu, các thành phần có trong thuốc phóng này, gồm có: NC số 3, NG, DBP, xent 2, CaCO_3 , phtalat đồng chì, vazolin đều đã có tiêu chuẩn phương pháp để kiểm tra. Riêng chỉ tiêu về hàm lượng γ -POM thì chưa có quy trình, phương pháp xác định. Thực tế, do tính chất đặc thù của vật liệu là thuốc phóng, thuốc nổ nên các quy trình phân tích hoặc tiêu chuẩn đánh giá rất ít khi được công bố. Do đó, việc nghiên cứu xác định hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng keo balistit là yêu cầu cần thiết và có ý nghĩa thực tế, phục vụ nhu cầu đánh giá, nghiệm thu sản phẩm.

Để xác định hàm lượng các thành phần có trong thuốc phóng, thông thường sử dụng phương pháp phân tích dụng cụ hoặc phân tích hóa học. γ -POM hợp chất polyme trở nên việc lựa chọn dung môi hòa tan và chất chuẩn (nội, ngoại) phù hợp cho việc phân tích dụng cụ sẽ gặp nhiều khó khăn và phức tạp. Bài báo đã lựa chọn phương pháp phân tích hóa học (khối lượng) bằng cách nghiên cứu lựa chọn dung môi/dung dịch với thông số phù hợp để hòa tan, phá mẫu thuốc phóng, sau đó tiến hành lọc hút, rửa, qua đó xác định hàm lượng γ -POM.

2. ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng nghiên cứu

- Đối tượng nghiên cứu: Mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD và mẫu thuốc phóng dùng cho bình PUD, lô 01-2020-TPTN.

- Phạm vi nghiên cứu: Ảnh hưởng của một số dung môi, hóa chất hiện có đến độ tan hoàn toàn của mẫu thuốc phóng; ảnh hưởng của các yếu tố (mô đun, thời gian ngâm, nhiệt độ ngâm) đến quá trình phá mẫu thuốc phóng; ảnh hưởng của các yếu tố lọc rửa (số lần lọc rửa, dung môi

lọc rửa, nhiệt độ lọc rửa) đến hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Nguyên lý của phương pháp

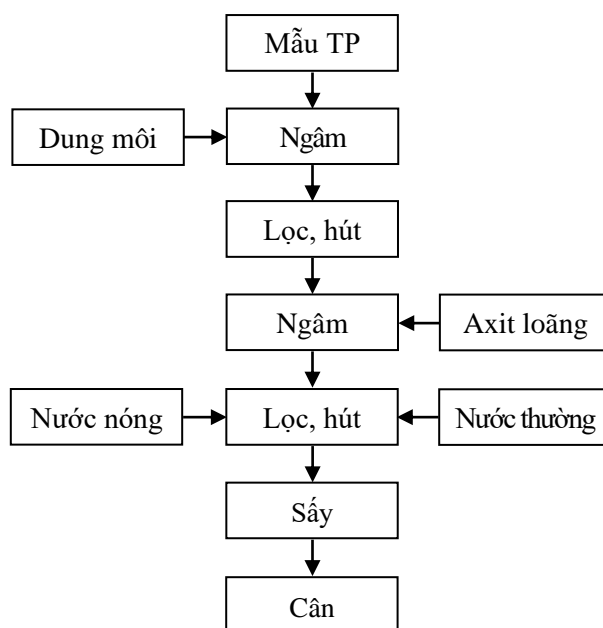
Dựa trên nguyên lý mẫu thuốc phóng bị tan hoàn toàn trong dung môi, trong khi các thành phần khác như: γ -POM, CaCO_3 , phtalat đồng chì, một phần vazolin không bị tan. Sau đó, dùng dung dịch axit loãng để hòa tan và loại bỏ CaCO_3 , phtalat đồng chì. Cuối cùng, dùng dung môi ête để tách hoàn toàn vazolin. Phần còn lại là γ -POM.

2.2.2. Phương pháp phân tích

- Lựa chọn axit: Hầu hết, thuốc phóng đều bị tan hoặc phân hủy trong các loại axit, đặc biệt là những axit mạnh, đậm đặc. Axit mạnh thường được sử dụng trong quá trình phá mẫu thuốc phóng, gồm có: axit HNO_3 , H_2SO_4 , HClO_4 , HCl ,... Trong số các loại axit này, chỉ có axit HNO_3 và HClO_4 hầu như không có khả năng tạo ra sản phẩm trung gian ở dạng kết tủa (ngoại trừ ClO_4^- kết hợp với K^+ tạo ra sản phẩm ít tan là KClO_4) nên không ảnh hưởng đến quá trình phân tích. Do đó, tác giả đã lựa chọn axit HNO_3 và HClO_4 cho quá trình nghiên cứu, ngâm phá mẫu.

- Lựa chọn dung môi: Khác với dung dịch axit, dung môi mà có khả năng hòa tan được hoàn toàn mẫu thuốc phóng thì hỗn hợp sau hòa tan thường có dạng dung dịch keo nhầy. Nếu trong thành phần của thuốc phóng mà có các hạt rắn không bị tan trong dung môi sẽ bị khuếch tán và lơ lửng trong dung dịch keo. Khi đó, sẽ rất khó tách được các thành phần không tan trong hỗn hợp. Nhóm tác giả đã tiến hành hòa tan mẫu thuốc phóng trong một số dung môi (cồn êtylic, mêtanol, ête êtylic, butyl axetat, cloroform, toluen, xylen, benzen, clo benzen, hexan, heptan, axêton và N,N-dimethyl formamide. Kết quả cho thấy, chỉ có dung môi N,N-dimethyl formamide là hòa tan được hoàn toàn mẫu thuốc phóng để cho hỗn hợp dung dịch sau hòa tan không bị keo nhầy và phân tách được thành các pha rắn, lỏng riêng biệt (đây cũng chính là dấu hiệu để nhận biết mẫu thuốc phóng có bị tan hoàn toàn hay không). Vì vậy, nhóm tác giả đã lựa chọn dung môi N,N-dimethyl formamide phục vụ quá trình nghiên cứu, ngâm phá mẫu.

- Trên cơ sở nguyên lý của phương pháp kết hợp với thực nghiệm, nhóm tác giả đã xây dựng được sơ đồ phá mẫu thuốc phóng để xác định hàm lượng γ -POM, được trình bày trên hình 1.



Hình 1. Sơ đồ phá mẫu xác định hàm lượng γ -POM.

2.3. Vật tư, hóa chất

- Hóa chất, vật tư đạt yêu cầu thường dùng cho chế tạo thuốc phóng: NC số 3, NG, γ -POM, phtalat-đồng-chì (VN) và DBP, Xent 2, CaCO_3 , vazolin (TQ).

- Hóa chất, vật tư dùng để nghiên cứu phân tích: axit HNO_3 99% (VN); axit (CH_3COOH ; axit HClO_4 ; axit HCl) của TQ; dung môi (cồn etylic, ête êtylic, axeton, N, N-dimethyl formamide) của TQ và N, N-dimethyl formamide của Merck (Đức); mẫu γ -POM (tổng hợp và cắt mạch của VN); phễu lọc xốp 100 mL loại G4; bình lọc hút chân không; cốc thủy tinh các loại; nút cao su các loại; bình tam giác dung tích 250 mL có nút nhám; bình tia nước cất. Các loại hóa chất, vật tư đều đạt yêu cầu cho nghiên cứu, phân tích.

2.4. Thiết bị và dụng cụ

- Bơm lọc hút chân không VE125, tủ sấy binder với dải nhiệt độ đo đến 250 °C, sai số ± 2 °C và còn hạn kiểm định.

- Cân điện tử hãng OHOUS, số hiệu B229127323, sản xuất năm 2018, dải đo đến 210 g, độ chính xác 10^{-4} g. Cân điện tử kỹ thuật với độ chính xác 10^{-2} g. Các loại cân đều còn hạn kiểm định.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Nghiên cứu, khảo sát và lựa chọn dung môi phá mẫu

Nhóm nghiên cứu đã tiến hành khảo sát sự tan của mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD và bình PUD trong một số dung môi/dung dịch trong cùng điều kiện nhiệt độ (môi trường), mô đun (bảng 35) và thời gian ngâm (12 giờ) như nhau. Kết quả được trình bày trong bảng 1.

Bảng 1. Sự tan của thuốc phóng dùng cho bình PAD/PUD trong một số dung môi/dung dịch.

HNO_3 (99%)	HNO_3 (60%)	HClO_4 (đặc)	N,N-dimethylformamide
Thuốc phóng sau khi ngâm tan hoàn toàn, dung dịch đồng nhất			Thuốc phóng sau khi ngâm tan hoàn toàn, dung dịch có phần rắn không tan màu trắng

Bảng 1 cho thấy, sau khi ngâm trong các dung dịch HNO_3 và HClO_4 thuốc phóng dùng cho bình PAD/PUD bị tan hoàn toàn, thậm chí thành phần polyme là γ -POM cũng bị tan hoặc phân hủy trong axit đậm đặc. Tuy nhiên, khi ngâm trong dung môi N,N-dimethylformamide chỉ có phần thuốc phóng tan hết còn lại là γ -POM và một số thành phần vô cơ khác (phụ gia xúc tác cháy, phụ gia công nghệ) không bị tan.

Để kiểm chứng sự tan của các cấu tử trong thuốc phóng, nhóm nghiên cứu tiến hành ngâm các cấu tử riêng biệt trong dung dịch và dung môi đã nêu ở trên. Kết quả cho như trong bảng 2.

Bảng 2. Sự tan của các cấu tử trong một số dung môi/dung dịch.

Dung môi	HNO_3 (99%)	HNO_3 (60%)	HClO_4 (đặc)	HNO_3 (10%)	HNO_3 (5%)	Ête	Axêton	N,N-DMF
Cấu tử								
NC số 3	T	T	T	KT	KT	TI	T	T
NG	T	T	T	KT	KT	T	T	T
γ -POM	T	T	T	KT	KT	KT	KT	KT
DBP	T	T	T	KT	KT	T	T	T
Xent 2	PH	PH	PH	KT	KT	KT	KT	T
CaCO_3	T	T	T	T	T	KT	KT	KT
Ph-Cu-Pb	T	T	T	T	T	KT	KT	KT
Vazolin	KT	KT	KT	KT	KT	T	KT	KT

Ghi chú: T – Tan hết; TI – Tan ít; KT – Không tan và PH – Phân hủy.

Bảng 2 cho thấy, có thể sử dụng dung môi N,N-dimethylformamide để phá hủy mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD/PUD bằng cách ngâm chúng trong dung môi này. Sau ngâm, tiến hành lọc hút trên phễu xốp. Lúc này, trên phễu xốp sẽ còn γ -POM, CaCO_3 , phtalat đồng chì và

vazolin. Tiếp tục dùng dung dịch axit loãng HNO₃ để loại bỏ CaCO₃ và phtalat đồng chì. Sau đó, dùng dung môi ête êtylic để loại bỏ vazolin. Cuối cùng còn lại thành phần γ-POM.

3.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của mô đun, thời gian đến quá trình ngâm phá mẫu

Khi sử dụng dung môi N,N-dimethylformamide để phá hủy mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD/PUD, ở cùng khối lượng mẫu thuốc phóng ban đầu thì các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình ngâm, bao gồm: thời gian ngâm, nhiệt độ và mô đun ngâm. Tuy nhiên, N,N-dimethylformamide là dung môi hoạt động. Do đó, việc phá hủy mẫu ở nhiệt độ cao có thể là nguyên nhân làm phân hủy, biến chất dung môi. Vì vậy, nhóm tác giả chỉ nghiên cứu phá mẫu ở nhiệt độ môi trường. Khi đó, các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình ngâm chỉ còn lại là thời gian ngâm và mô đun ngâm (ở bài báo này, mô đun ngâm là tỷ lệ khối lượng dung môi/khối lượng mẫu).

Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian ngâm và mô đun ngâm đến quá trình ngâm được trình bày trong bảng 3.

Bảng 3. Ảnh hưởng của mô đun ngâm đến thời gian ngâm.

Mô đun	20	25	30	35	40	45	Ghi chú
Thời gian, giờ	≥ 17	≥ 14	≥ 12	≥ 11	≥ 9	≥ 9	m _{mẫu} = (3,0±0,1) g, t _{mt} = 25 °C

Ghi chú: Mẫu thuốc phóng ban đầu được cắt thành kích thước, khoảng (4x4x4) mm.

Bảng 3 cho thấy, khi mô đun ngâm tăng trong khoảng mô đun từ 20 đến 45 thì thời gian ngâm giảm từ 17 giờ xuống còn 9 giờ. Giữ ổn định 9 giờ khi mô đun ngâm lớn hơn 40. Thục nghiệm cho thấy, sau khi mẫu tan hoàn toàn, ở mô đun thấp, dung dịch sau ngâm bị vẩn đục. Mức độ phân pha rõ hơn khi tăng mô đun. Ở mô đun 35 trở đi, sau khi tan hoàn toàn, dung dịch có sự phân pha rõ ràng. Do đó, có thể lựa chọn mô đun này để phục vụ ngâm phá mẫu thuốc phóng. Về lý thuyết, có thể sử dụng mô đun lớn hơn 35 để ngâm phá mẫu để quá trình lọc hút diễn ra dễ dàng hơn. Tuy nhiên, mô đun càng lớn thì lượng dung môi N,N-dimethylformamide sử dụng càng nhiều, điều này có thể gây lãng phí không cần thiết. Do đó, bài báo đã lựa chọn mô đun ngâm là 35. Khi đó, thời gian ngâm là khoảng 11 giờ, khối lượng mẫu thuốc phóng ban đầu là (3,0±0,1) gam/mẫu. Mẫu được cắt nhỏ, kích thước dài x rộng x cao khoảng (4x4x4) mm.

3.3. Nghiên cứu ảnh hưởng của các yếu tố đến quá trình lọc rửa

Sau khi ngâm phá mẫu, trong dung dịch chứa hỗn hợp các cấu tử NC số 3, NG, γ-POM, DBP, xent 2, Pht-Cu-Pb, CaCO₃, vazolin và dung môi N,N-dimethylformamide. Trong đó, NC số 3, NG, DBP và xent 2 sẽ tan trong dung môi N,N-dimethylformamide nên khi tiến hành lọc hút, trên phễu lọc xộp sẽ còn các cấu tử γ-POM, Ph-Cu-Pb, vazolin và CaCO₃. Dùng axit HNO₃ loãng với các nồng độ khác nhau để ngâm trong thời gian 15 phút, sau đó tiến hành lọc hút, rửa và sấy khô phễu đến khối lượng không đổi. Kết quả nghiên cứu được trình bày trong bảng 4.

Bảng 4. Ảnh hưởng của nồng độ axit HNO₃ loãng đến lượng các chất còn lại trong phễu xộp.

Nồng độ axit HNO ₃ , %	15	10	5	3	Ghi chú
Hàm lượng chất còn lại trên phễu xộp, %	12,41	12,86	13,49	13,49	Các mẫu cùng điều kiện thí nghiệm như nhau

Bảng 4 cho thấy, khi giảm nồng độ axit HNO₃, phần trăm các chất còn lại trong phễu xộp tăng lên. Điều này cho thấy, lượng γ-POM còn lại trong phễu xộp bị tan 1 phần khi axit ở nồng độ cao. Khi nồng độ axit đủ loãng (không lớn hơn 5%) thì phần trăm khối lượng γ-POM và vazolin còn lại trên phễu xộp không thay đổi. Do đó, nhóm tác giả đã sử dụng nồng độ HNO₃ 5% để loại bỏ Pht-Cu-Pb và CaCO₃ trong quá trình lọc, rửa. Ngoài ra, bằng thực nghiệm, nhóm tác giả đã khảo sát ảnh hưởng của thể tích dung dịch axit đến phần trăm các chất còn lại trong phễu xộp, kết quả cho thấy, ở thể tích ngâm rửa 40 mL là tối ưu.

Sau khi lựa chọn được nồng độ và thể tích axit, nhóm tác giả tiếp tục nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian ngâm, lọc rửa. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian ngâm đến tổng hàm

lượng γ -POM và vazolin còn lại trong quá trình lọc hút được cho trong bảng 5.

Bảng 5. Ảnh hưởng của thời gian ngâm đến lượng các chất còn lại trong phễu xốp.

Thời gian ngâm trong axit, phút	5	10	15	20	Ghi chú
Hàm lượng chất còn lại trên phễu xốp, %	13,61	13,54	13,49	13,49	Các mẫu cùng điều kiện thí nghiệm như nhau

Bảng 5 cho thấy, thời gian ngâm trong axit HNO_3 5% tối ưu là 15 phút. Ở thời gian nhỏ hơn 15 phút, do một phần chất không tan Pht-Cu-Pb và CaCO_3 chưa tan hết trong dung dịch axit dẫn đến phần trăm khối lượng các chất còn lại trong phễu xốp bị tăng lên.

Tiếp theo, nhóm tác giả tiến hành nghiên cứu các yếu tố trong quá trình loại bỏ vazolin bằng cách cho dung môi ête êtylic, sau đó tiến hành ngâm trong 40 mL ête êtylic ở các thời gian khác nhau. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian ngâm đến hàm lượng γ -POM còn lại trong phễu xốp được trình bày trong bảng 6.

Bảng 6. Ảnh hưởng của thể tích dung môi ête êtylic đến hàm lượng γ -POM trong phễu xốp.

Thời gian ngâm trong ête, phút	10	20	30	40	Ghi chú
Hàm lượng chất còn lại trên phễu xốp, %	12,38	12,36	12,34	12,34	Các mẫu cùng điều kiện thí nghiệm như nhau

Bảng 6 cho thấy, sau 30 phút ngâm, khối lượng chất còn lại trong phễu xốp gần như không giảm nữa. Chứng tỏ rằng đây là khối lượng chính xác còn lại của γ -POM. Ngoài ra, để nghiên cứu ảnh hưởng của thể tích dung môi ête êtylic đến hàm lượng γ -POM còn lại trong phễu xốp, nhóm tác giả đã khảo sát ở các thể tích khác nhau, kết quả cho thấy, ở thể tích ngâm 40 mL như đã nêu ở trên là tối ưu. Về lý thuyết, có thể tăng thể tích dung môi ête êtylic lên. Tuy nhiên, điều này có thể gây tốn kém không cần thiết. Việc lựa chọn ở thể tích 40 mL đã đảm bảo lượng vazolin có trong mẫu đã đi ra hoàn toàn khỏi phễu lọc xốp.

Qua nghiên cứu ảnh hưởng của các yếu tố đến quá trình lọc hút, rửa đã lựa chọn được nồng độ HNO_3 5%, thời gian ngâm là 15 phút cho quá trình loại bỏ Pht-Cu-Pb, CaCO_3 và thể tích ête êtylic là 40 mL, thời gian ngâm là 30 phút cho quá trình loại bỏ vazolin.

3.4. Xây dựng quy trình phá mẫu, phân tích xác định hàm lượng γ -POM

Kết quả tiến hành xây dựng quy trình phá mẫu, phân tích xác định hàm lượng γ -POM được trình bày trong hình 2.

Cách tiến hành: Cân chính xác khoảng $(3,0 \pm 0,1)$ g thuốc phóng trên cân phân tích có độ chính xác đến 10^{-4} g và khoảng 105 g dung môi N,N-dimethylformamide trên cân kỹ thuật có độ chính xác đến 10^{-2} g. Tiếp đến, cho lượng thuốc phóng vừa cân ở trên vào bình tam giác dung tích 250 mL có nút nhám sạch và khô, rồi rót từ từ lượng dung môi N,N-dimethylformamide đã định lượng ở trên vào bình tam giác đã chứa mẫu thuốc phóng. Sau đó, đậy nắp lại và lắc đều, để yên trong thời gian không nhỏ hơn 11 giờ. Chú ý, không để các hạt thuốc phóng đọng trên thành bình tam giác. Cứ mỗi (2÷3) giờ/lần tiến hành lắc nhẹ, đều dung dịch trong bình tam giác.

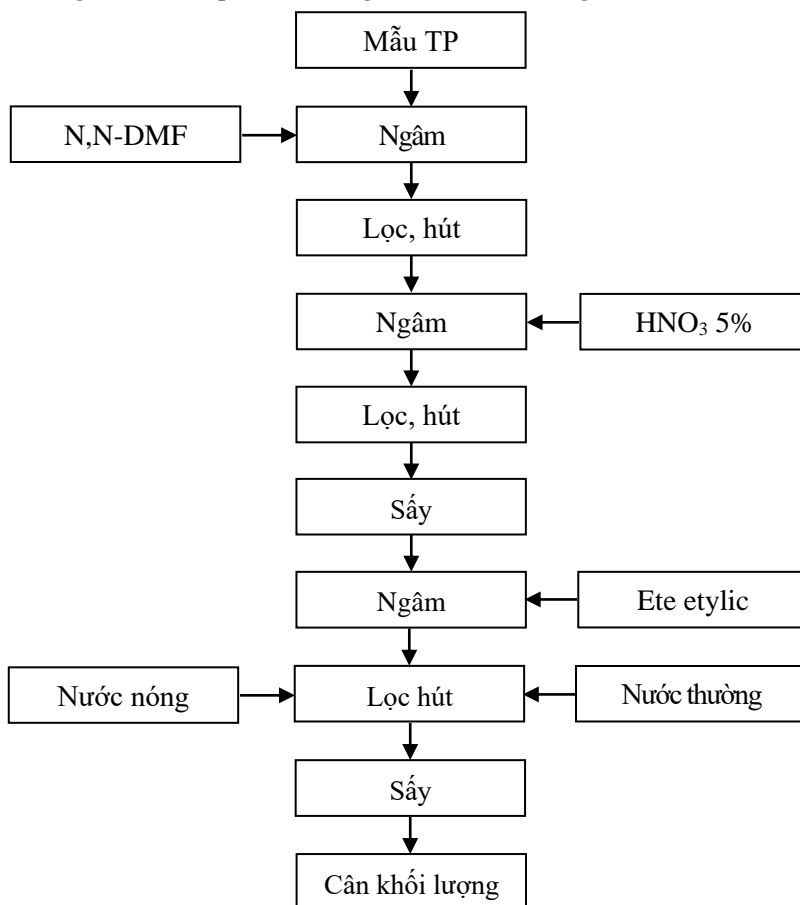
Khi đủ thời gian ngâm, đem ra lọc hút trên phễu lọc xốp (đã biết trước khối lượng), tráng rửa bình tam giác 05 lần (mỗi lần 10 mL) bằng dung môi N, N-dimethylformamide. Tiến hành hút thật khô phễu xốp, thời gian hút là 10 phút.

Khi đủ thời gian hút khô, tiến hành rót từ từ 40 mL HNO_3 5% vào phễu lọc xốp, ngâm trong khoảng thời gian khoảng 15 phút.

Khi đủ thời gian ngâm trong axit HNO_3 5%, tiến hành lọc hút khô phễu lọc trong thời gian 10 phút. Sau đó, rót từ từ 40 mL ête êtylic vào phễu lọc xốp, ngâm trong thời gian khoảng 30 phút.

Khi đủ thời gian ngâm trong ête, tiến hành lọc hút thật khô phễu lọc, rồi rửa phễu lọc hút

bằng 03 lần nước nóng ở $(45 \div 50)^\circ\text{C}$ và rửa lọc hút 03 lần nước thường. Sau cùng, sấy khô phễu lọc ở nhiệt độ $(90 \div 95)^\circ\text{C}$ trong thời gian $(2,0 \div 2,5)$ giờ đến khối lượng không đổi. Thực hiện với 3 đến 5 lần thí nghiệm. Kết quả cuối cùng được tính là trung bình của các lần thí nghiệm.



Hình 2. Quy trình phá mẫu, phân tích xác định hàm lượng γ -POM.

Hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng được xác định bằng công thức:

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \cdot 100$$

Trong đó:

- + X là hàm lượng của γ -POM có trong thuốc phóng ban đầu, tính bằng %;
- + m_2 là khối lượng phễu xốp chứa chất rắn γ -POM sau sấy, tính bằng g;
- + m_1 là khối lượng phễu xốp ban đầu, sạch và khô, tính bằng g;
- + m là khối lượng mẫu thuốc phóng ban đầu, tính bằng g.

3.5. Thực nghiệm xác định hàm lượng γ -POM

Từ kết quả nghiên cứu ở các mục 3.1; 3.2, 3.3 và 3.4, nhóm nghiên cứu đã tiến hành thực nghiệm, xác định hàm lượng γ -POM có trong mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD và mẫu thuốc phóng dùng cho bình PUD, lô 01-2020-TPTN. Kết quả được trình bày trên bảng 7.

Bảng 7 cho thấy, kết quả phân tích hàm lượng γ -POM trong mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD và bình PUD có độ chụm và độ lặp lại tốt. Giá trị trung bình của hàm lượng γ -POM trong các mẫu thu được lần lượt là 12,29% (mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD) và 12,12% (mẫu thuốc phóng dùng cho bình PUD).

Bảng 7. Kết quả xác định hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng dùng cho bình PAD/PUD.

TT	Hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng bình PAD, %	Hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng bình PUD, %	Ghi chú
1	12,28	12,13	- Các mẫu thuốc phóng được thực hiện ở cùng điều kiện thí nghiệm như nhau; - Số liệu sau khi tính toán được lấy làm tròn sau dấu phẩy 2 số.
2	12,30	12,12	
3	12,29	12,11	
4	12,29	12,12	
5	12,28	12,12	
Σ_{tb}	12,29	12,12	

4. KẾT LUẬN

Đã nghiên cứu, khảo sát lựa chọn dung môi phá mẫu và các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình ngâm phá mẫu thuốc phóng keo balistit. Kết quả cho thấy, có thể sử dụng dung môi N,N-dimethylformamide làm môi chất để ngâm phá mẫu thuốc phóng. Khi đó, mô đun ngâm phá mẫu là 35, thời gian ngâm phá mẫu là khoảng 11 giờ, khối lượng mẫu là $(3,0 \pm 0,1)$ gam/mẫu. Mẫu được cắt nhỏ, kích thước dài x rộng x cao khoảng $(4 \times 4 \times 4)$ mm.

Đã nghiên cứu ảnh hưởng của các yếu tố đến quá trình lọc hút, rửa chất rắn trong phễu xóp. Kết quả đã lựa chọn được nồng độ HNO_3 5%, thời gian ngâm là 15 phút cho quá trình loại bỏ Pht-Cu-Pb, CaCO_3 và thể tích ête êtylic là 40 mL, thời gian ngâm là 30 phút cho quá trình loại bỏ vazolin.

Đã xây dựng được quy trình phân tích, xác định hàm lượng γ -POM trong thuốc phóng keo balistit. Thông qua quy trình đã tiến hành thực nghiệm xác định hàm lượng γ -POM có trong mẫu thuốc phóng dùng cho bình PAD và bình PUD. Các kết quả, số liệu phân tích là khoa học và tin cậy. Đủ cơ sở để tiến tới hoàn thiện tiêu chuẩn, phương pháp phân tích chỉ tiêu γ -POM trong thuốc phóng keo balistit nói chung và thuốc phóng dùng cho bình PAD/PUD nói riêng.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Ngô Văn Giao, “*Tính chất thuốc phóng và nhiên liệu tên lửa*”, Nhà xuất bản Quân đội nhân dân, Hà Nội (2005).
- [2]. Ngô Thế Khuê, “*Ký hiệu thuốc phóng thuốc nổ*”, Học viện KTQS, Hà Nội (1988).
- [3]. Lê Duy Bình và cộng sự, “*Nghiên cứu xác lập đơn thành phần và công nghệ chế tạo thuốc phóng TP193*”, Tạp chí Khoa học và Kỹ thuật, số 180, tr.125-134, (2016).
- [4]. Phạm Văn Toại và cộng sự, “*Nghiên cứu chế tạo thời thuốc phóng động cơ PUD và PAD tên lửa PKTT*”, Báo cáo tổng kết đề tài, Bộ Quốc phòng, tr.01-56, (2014).
- [5]. Phạm Văn Toại và cộng sự, “*Hoàn thiện công nghệ chế tạo thời thuốc phóng PUD và PAD cho tên lửa PKTT*”, Báo cáo tổng kết đề tài, Bộ Quốc phòng, tr.01-56, (2016).

ABSTRACT

Study to determine γ -polyoxymethylene (γ -POM) content in ballistic propellants

This paper presents the results of research on determining the γ -POM content in ballistic propellant by gravimetric method. The results show that at the sample digestion stage N,N-dimethylformamide is used with a solvent/propellant mass ratio of 35, soaking time is about 11 hours, sample mass is (3.0 ± 0.1) grams. In the suction filtration and washing stage, the HNO_3 concentration of 5% was selected with a suction filtration and washing time of 15 minutes for the removal of Pht-Cu-Pb, CaCO_3 and ethyl ether volume of 40 mL with filtration time suction and washing takes 30 minutes for the vaseline removal process. Through research, a process has been developed and analyzed to determine γ -POM content in ballistic propellant.

Keywords: Propellant; PAD; PUD; γ -POM content; Effect; Modulus; Concentration; Temperature; Time; Volume.