

Nghiên cứu phương pháp xác định hàm lượng Bor trong nguyên liệu và trong thuốc hóa thuật BH-NLP17

Đỗ Thanh Hưng*, Nguyễn Ngọc Tú

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

*Email: zezo.ru@gmail.com

Nhận bài: 16/06/2024; Hoàn thiện: 17/9/2024; Chấp nhận đăng: 18/9/2024; Xuất bản: 14/10/2024.

DOI: <https://doi.org/10.54939/1859-1043.j.mst.IPE.2024.16-23>

TÓM TẮT

Nội dung chính của bài báo là đưa ra các điều kiện để xác định hàm lượng Bor (B) có trong nguyên liệu và sản phẩm thuốc hóa thuật BH-NLP17 bằng phương pháp phân tích công cụ sử dụng hệ thiết bị quang phổ phát xạ ICP-OES. Tác giả đã đánh giá được ảnh hưởng của độ pH đến kết quả phân tích cũng như lựa chọn được phương pháp phá mẫu tối ưu là sử dụng HNO₃ đặc, bên cạnh đó, việc đánh giá độ không đảm bảo đo giúp khẳng định tính đúng đắn của phương pháp phân tích. Kết quả nghiên cứu đã giúp lựa chọn đúng chủng loại nguyên liệu, kiểm soát chất lượng nguyên liệu và sản phẩm cuối, từ đó, góp phần ổn định và nâng cao chất lượng tạo ra, góp phần vào việc sản xuất ngòi đạn pháo nói riêng và công nghiệp quốc phòng nói chung.

Từ khóa: Nguyên liệu B; Thuốc hóa thuật BH-NLP17; Ngòi giữ chậm.

1. MỞ ĐẦU

Tại Việt Nam đã nghiên cứu chế tạo thành công thuốc hóa thuật BH-NLP17 trên cơ sở B với hàm lượng $(4,0 \pm 1,0)\%$ cho các loại ngòi giữ chậm để giải quyết các vướng mắc công nghệ hiện nay. Điều này đòi hỏi đưa ra được phương pháp đánh giá chất liệu thuốc hóa thuật BH-NLP17 để đảm bảo tính ổn định chất lượng sản phẩm đưa vào chuyên giao công nghệ và sản xuất loạt [1]. Các loại thuốc hóa thuật trên cơ sở B thu hút sự quan tâm và đã được nghiên cứu ứng dụng trong kíp nổ và các chi tiết khác. Các nghiên cứu đều đánh giá cao khả năng sử dụng thuốc hóa thuật trên cơ sở B trong các chi tiết hỏa cụ [2, 3]. Đó là khả năng bắt lửa tin cậy, sự ổn định hoạt động trong các điều kiện sử dụng. B đã được sử dụng để chế tạo thuốc hóa thuật BH-NLP17. Do có tính chất quan trọng phù hợp để chế tạo thuốc giữ chậm cho các loại ngòi nên đòi hỏi có phương pháp phân tích chỉ tiêu kỹ thuật của B trước khi đưa vào sản xuất.



Hình 1. Thiết bị quang phổ phát xạ Plasma ICP-OES Optima 8300.

Trong bài báo này, tác giả sử dụng thiết bị quang phổ phát xạ Plasma ICP-OES Optima 8300 (hình 1) để axit hóa hợp chất cần phân tích, sau đó dùng phương pháp đối chiếu với đường chuẩn trên thiết bị để xác định hàm lượng, bước sóng khuyến nghị khi tiến hành xác định hàm lượng B là ở 208 nm và 249,67 nm. Phương pháp đã được nhiều nhà khoa học trên thế giới áp dụng để xác định hàm lượng kim loại và được thừa nhận về tính đúng đắn của phương pháp [4-6]. Ngoài

phương pháp phân tích B bằng phân tích công cụ sử dụng quang phổ phát xạ nguyên tử (ICP-OES), ta có thể tiến hành xác định hàm lượng B bằng các phương pháp phân tích khác: phương pháp chuẩn độ, phương pháp đồng định lượng bằng curcumin (phân tích hóa học) hoặc phương pháp phun dòng chảy, phương pháp sắc ký ion (phương pháp phân tích công cụ) [7-9].

Việc làm chủ được nguyên vật liệu đưa vào quá trình sản xuất là vô cùng quan trọng giúp kiểm soát tốt chất lượng sản phẩm, ổn định quá trình sản xuất và nâng cao chất lượng. Do đó, việc nâng cao chất lượng, ổn định sản phẩm rất quan trọng. Với tính chất như vậy, nhóm tác giả đã tiến hành nghiên cứu và xây dựng được quy trình phân tích B nguyên liệu và trong thuốc hóa thuật BH-NLP17. Phục vụ nghiên cứu lựa chọn đúng chủng loại, chất lượng nguyên vật liệu B đưa vào sản xuất và phân tích chất lượng sản phẩm đầu ra, từ đó góp phần ổn định và nâng cao sản phẩm chế tạo ra.

2. ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Tác giả tập trung vào đối tượng nghiên cứu chính sau: Thuốc hóa thuật BH-NLP17 và nguyên liệu B xuất xứ Ấn Độ (gồm mẫu nguyên bản M1 và mẫu đã tinh chế M2) dùng để chế tạo thuốc hóa thuật BH-NLP17 (hình 2).



Hình 2. Đối tượng nghiên cứu: a) Nguyên liệu B; b) Thuốc hóa thuật BH-NLP17.

Thiết bị ICP-OES được cài đặt các thông số kỹ thuật: Bước sóng phát xạ, tốc độ khí Ar, công suất Plasma, RF, tốc độ hút mẫu, số lần (đo) lặp lại,... và được tối ưu hóa tùy theo hướng dẫn nhà sản xuất.

Các thông số cơ bản cho hoạt động máy Perkin Elmer ICP-OES Optima 8300:

- | | |
|---------------------------------------|--------------------------|
| - Define element B : (1 = 249.677 nm) | - Gas flow : Ag |
| - Delay time : 12 s | - Plasma : 13 L/min |
| - Flow Rate : 1.5 mL/min | - Auxiliary : 0.3 L/min |
| - Replicate : 5 | - Nebulizer : 0.65 L/min |

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Trong nghiên cứu này, tác giả hướng đến chủ yếu sử dụng phương pháp phân tích công cụ ICP-OES nên các đối tượng mẫu cần được axit hóa để chuyển về dạng ion hoà tan trong dung dịch (có thể ở nhiều trạng thái số oxy hóa khác nhau), sau đó, nhờ ngọn lửa plasma trong ICP chuyển các nguyên tử thành dạng plasma và định lượng.

2.2.1. Phương pháp đánh giá B nguyên liệu

Tác giả đã tiến hành khảo sát một số điều kiện phá mẫu khác nhau đối với Bo nguyên liệu, các thức chuẩn bị mẫu cụ thể như sau:

Cân chính xác $0,0500 \text{ g} \pm 0,0002 \text{ g}$ mẫu vào cốc thủy tinh 250 mL, làm ẩm mẫu bằng một vài mL nước cất. Thêm từ từ 30 mL hỗn hợp axit HNO_3 (PP1) hoặc axit HCl (PP2) hoặc hỗn hợp axit đặc HCl: HNO_3 3:1 (hỗn hợp này được chuẩn bị ngay trước khi thí nghiệm, không sử dụng lại sau 2 giờ) (PP3). Đậy nắp cốc thủy tinh bằng kính cầu, đun trên bếp điện trong tủ hút, điều chỉnh nhiệt độ sao cho quá trình axit hóa diễn ra từ từ và không sôi gây bắn ra ngoài. Đun sôi đến khi kết thúc phản ứng (không còn sủi bọt khí dưới đáy và lượng khí nâu phía trên giảm đáng kể). Cọ cạn dung dịch còn khoảng 2 mL lấy ra, để nguội. Thêm tiếp 10 mL HNO_3 đặc và 20 mL nước cất 2 lần. Tiến hành rung trong bể rung siêu âm 2 phút, đun nóng nhẹ trên bếp điện kín. Để nguội chuyển phần dung dịch vào bình định mức 250 mL, tráng rửa cốc, phễu nhiều lần vào bình định mức. Để bình định mức nguội về nhiệt độ phòng và điền đầy vạch mức bằng nước cất.

Các dung dịch sau khi định mức được để yên trong môi trường nhiệt độ $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ trước khi phân tích bằng ICP. Lựa chọn hệ số pha loãng 50 lần trên thiết bị ICP-OES để tiến hành xác định hàm lượng B. Độ tuyến tính của đường chuẩn làm việc được khảo sát ở các nồng độ B sau: 5,0 ppm, 10,0 ppm, 15,0 ppm, 20,0 ppm và 25,0 ppm. Các dung dịch chuẩn này được pha từ chuẩn B 1000 ppm.

2.2.2. Phương pháp đánh giá B trong sản phẩm thuốc hóa thuật BH-NLP17

Cách tiến hành xác định hàm lượng B trong thuốc hóa thuật BH-NLP17 như sau:

Cốc 250 mL được rửa sạch, sấy khô ở nhiệt độ $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ trong 1 giờ, lấy ra rồi đặt trong bình hút ẩm 30 min;

Cân chính xác $(0,5000 \pm 0,0002) \text{ g}$. Thêm 30 mL dung dịch axit đặc, đậy nắp kính đồng hồ, để yên 30 phút. Sau đó, gia nhiệt trên bếp điện đến còn khoảng 2 mL, lấy ra để nguội. Thêm 20 mL nước cất 2 lần, 10 mL dung dịch axit đặc, đun nóng nhẹ, để nguội rồi chuyển toàn bộ vào bình định mức 250 mL. Thêm nước cất 2 lần (hoặc nước đề ion) đến 2/3 bình định mức, lắc đều, để nguội đến nhiệt độ phòng rồi điền đầy vạch mức bằng nước cất 2 lần;

Tiến hành lọc dung dịch trên qua màng lọc $0,45 \mu\text{m}$ vào ống nghiệm chứa mẫu đo ICP (khoảng 10 mL). Pha loãng dung dịch lọc trên với hàm lượng nguyên tố B phù hợp trong khoảng (5-25) ppm, rồi chuyển dung dịch trên vào ống nghiệm ICP. Chuyển ống nghiệm lên giá mẫu của AutoSample, tiến hành chạy mẫu trên thiết bị ICP với hệ dung dịch tiêu chuẩn;

Hàm lượng B tổng số được xác định theo giá trị chiết xuất trực tiếp từ kết quả đo ICP (%).

2.3. Thiết bị, hóa chất

2.3.1. Thiết bị

Thiết bị ICP-OES; Máy rung siêu âm; Bếp điện; Pipet 10 mL, 25 mL; Cốc thủy tinh chịu nhiệt 250 mL; Cân phân tích, độ chính xác 0,000 2 g; Tủ sấy, nhiệt độ làm việc đến 450°C , sai số $\pm 1^\circ\text{C}$. (Các thiết bị đo lường còn thời hạn kiểm định).

2.3.2. Hóa chất

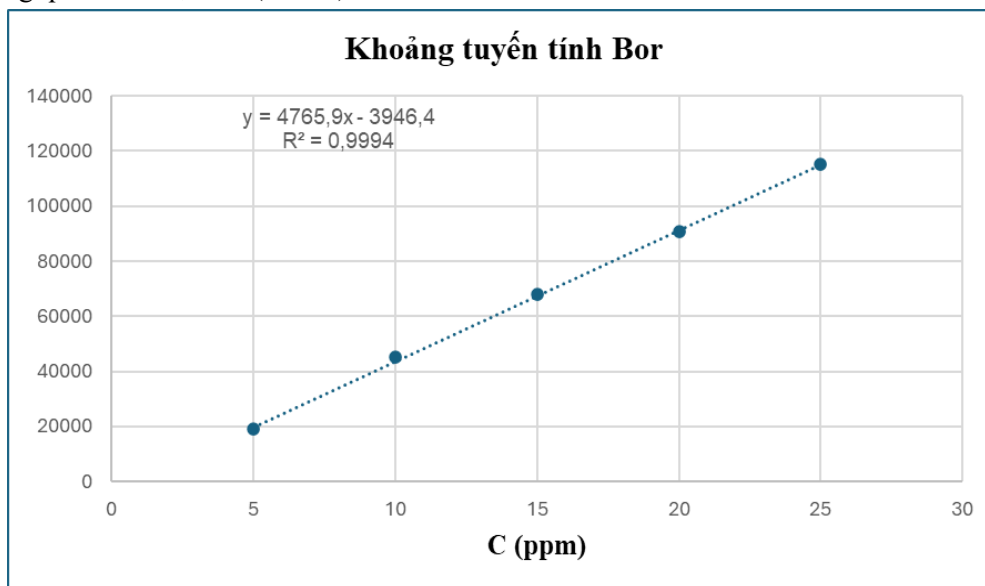
Nước cất 2 lần, chất chuẩn B cho máy ICP (36,5%, Merck), axit Nitric ($\geq 68\%$, TKPT, Merck), axit Sulfuric ($\geq 98\%$, TKPT, Merck), axit Clohidric (36,5%, TKPT, Merck), khí Argon (Messer, 100 atm). (Các hóa chất phù hợp với điều kiện phân tích và chạy thiết bị).

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Đường chuẩn làm việc của nguyên tố B trên ICP-OES Optima 8300

Như đã đề cập ở trên, độ tuyến tính của đường chuẩn làm việc được khảo sát ở các nồng độ B như sau: 5,0 ppm, 10,0 ppm, 15,0 ppm, 20,0 ppm và 25,0 ppm.

Với dãy đường chuẩn trên, đường chuẩn làm việc: từ 5,0 ppm đến 25,0 ppm B tương ứng hệ số tương quan $R^2 = 0,9994$ (hình 3).



Hình 3. Đường chuẩn làm việc của nguyên tố B trên ICP-OES Optima 8300.

Từ phương trình đường chuẩn: $y = 4765,9x - 3946,4$, tính ra S_y (độ lệch chuẩn của phương trình hồi quy) = 1049,77 do đó, giới hạn phát hiện (LOD) = 0,66 ppm, giới hạn định lượng (LOQ) = 2,20 ppm.

3.2. Phân tích hàm lượng Bo trong nguyên liệu

Trước khi lựa chọn phương pháp phá mẫu tối ưu, nhận thấy quá trình phối trộn nguyên liệu Bo trong sản phẩm có tạo ra các môi trường pH khác nhau, do vậy, tác giả đã tiến hành thay đổi các giá trị pH của mẫu đo khác nhau để đánh giá độ ảnh hưởng của pH tới giá trị hàm lượng B trong nguyên liệu đầu, kết quả nghiên cứu được đưa ra ở bảng 1. Bên cạnh đó, tác giả cũng đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của pH đối với mẫu chuẩn, kết được chỉ ra ở bảng 2.

Bảng 1. Hàm lượng B tại các giá trị pH khác nhau.

Tên mẫu	Độ pH	Hàm lượng B trong mẫu				
		Lần 1	Lần 2	Lần 3	Lần 4	Lần 5
B-M1	6,4	83,72	83,37	83,51	83,28	83,64
	6,1	83,23	83,37	83,42	83,11	83,28
	4,4	81,15	81,36	81,07	81,29	81,42
	3,1	78,34	78,68	78,12	78,33	78,01

Bảng 2. Hàm lượng H_3BO_3 tại các giá trị pH khác nhau.

Tên mẫu	Độ pH	Hàm lượng H_3BO_3 trong mẫu				
		Lần 1	Lần 2	Lần 3	Lần 4	Lần 5
H_3BO_3	6,6	99,72	99,37	99,51	99,28	99,64
	6,2	99,23	99,17	99,42	99,01	99,48
	4,7	97,15	97,31	97,08	97,29	97,42
	3,3	93,24	93,38	93,12	93,65	93,01

Từ các số liệu đánh giá ảnh hưởng của độ pH có thể nhận thấy, độ pH có ảnh hưởng đến kết quả phân tích hàm lượng trên ICP-OES, cụ thể hàm lượng chất cần phân tích giảm khi độ pH giảm. Vì vậy, cần khống chế giá trị pH trong khoảng pH (6,6 ÷ 6,0) hoặc xác định độ pH của

dung dịch mẫu trước khi tiến hành phân tích mẫu để đưa ra kết quả tin cậy nhất.

Tiếp theo, tiến hành phá mẫu theo 3 phương pháp đã nêu ở mục 2.2 đối với nguyên liệu B_o, kết quả được đưa ra ở bảng 3, trong đó: độ lệch chuẩn là kết quả trung bình do thiết bị cung cấp, R_{tb} (%) được tính toán khi tiến hành thêm chuẩn ở các mức: 16,15; 32,12 và 49,01 (ppm).

Bảng 3. Hàm lượng B trong mẫu nguyên liệu và mẫu tinh chế.

Tên	Phương pháp 1				Phương pháp 2				Phương pháp 3			
	Hàm lượng	STD _{tb}	R _{tb}	Ghi chú	Hàm lượng	STD _{tb}	R _{tb}	Ghi chú	Hàm lượng	STD _{tb}	R _{tb}	Ghi chú
B-M1	83,72	0,14	100,6	Dung dịch trong suốt, không có vẩn đục	81,08	0,10	100,2	Dung dịch xuất hiện cặn màu trắng không tan	82,98	0,22	99,2	Dung dịch xuất hiện vẩn đục nhẹ
	83,37				81,32				83,27			
	83,51				81,13				83,55			
B-M2	87,77	0,17	101,1		85,58	0,23	99,8		87,01	0,19	100,3	
	88,17				85,16				87,23			
	88,04				85,69				87,68			

Qua kết quả thu được, có một số nhận xét như sau:

+ Đối với từng phương pháp phá mẫu đều cho ra kết quả hàm lượng B trong nguyên liệu có độ chụm cao, độ lệch chuẩn nhỏ và hiệu suất thu hồi trong vùng cho phép, điều này chứng tỏ phương pháp phá mẫu và chạy mẫu trên thiết bị ICP mà tác giả đang tiến hành là đáng tin cậy và có thể sử dụng để phân tích chất lượng nguyên liệu B;

+ Khi phá mẫu bằng phương pháp 2 và 3 sẽ xuất hiện vẩn đục màu trắng, để lắng qua đêm sẽ tạo thành một lớp kết tủa ở dưới đáy cốc;

+ Khi phá mẫu nguyên liệu B bằng phương pháp 1, kết quả thu được có hàm lượng B cao nhất;

+ Khi phá mẫu nguyên liệu B bằng phương pháp 2, kết quả thu được hàm lượng kim loại B trong mẫu là thấp nhất;

+ Đối với 02 phương pháp 1 và 3 thu được hàm lượng B tương đương với nhau.

Nguyên nhân sai khác của 3 phương pháp trên có thể nhận thấy: Khi phá mẫu bằng phương pháp 2 và 3, trong mẫu nguyên liệu B ban đầu có thể chứa một vài nguyên tố kim loại nặng tồn tại do quá trình sản xuất đã phản ứng với ion Cl⁻ tạo ra phức chất khó tan trong axit, kết quả dung dịch có xuất hiện vẩn đục màu trắng, khi để lắng qua đêm sẽ tạo thành một lớp kết tủa mỏng dưới đáy cốc mẫu. Điều này dẫn đến kết quả hàm lượng B khi phá mẫu bằng phương pháp 2 và 3 thấp hơn đối với phương pháp 1.

Sau khi tiến hành phá mẫu theo 3 phương pháp trên, nhận thấy việc phá mẫu theo phương pháp 1 là tối ưu nhất đối với mẫu nguyên liệu B trong việc xác định thành phần B trong mẫu nên tác giả lựa chọn phương pháp 1 trong việc xác định hàm lượng B trong mẫu nguyên liệu đầu.

Bảng 4. Hàm lượng H₃BO₃ trong mẫu chuẩn.

Tên	Phương pháp 1			Phương pháp 2			Phương pháp 3		
	Hàm lượng	STD _{tb}	Ghi chú	Hàm lượng	STD _{tb}	Ghi chú	Hàm lượng	STD _{tb}	Ghi chú
H ₃ BO ₃	99,72	0,14	Dd trong suốt	98,78	0,26	Dd trong suốt	99,27	0,14	Dd trong suốt
	99,37			98,27			99,42		
	99,51			98,86			99,08		

Để khẳng định lại nguyên nhân sai khác trên, tác giả đã sử dụng dung dịch H₃BO₃ (xuất xứ:

Án Độ) để làm mẫu chuẩn với hàm lượng H₃BO₃ công bố là ≥ 99,5%. Kết quả phân tích khi ở cùng chế độ chạy thiết bị ICP-OES được đưa ra ở bảng 4.

Từ bảng số liệu 4 nhận thấy:

- Khi phá mẫu bằng phương pháp 1 và 3, kết quả thu được hàm lượng H₃BO₃ trong mẫu thử gần tương đương nhau còn đối với phương pháp 2 cho kết quả hàm lượng thấp hơn;

- Khi phá mẫu bằng 3 phương pháp khác nhau, hàm lượng chất sau phân tích gần sát với chất lượng của nhà sản xuất, điều này chứng tỏ phương pháp phá mẫu và phân tích hiện tại là có cơ sở, có thể áp dụng vào để phân tích mẫu nguyên liệu B;

- Nguyên nhân: Khi phá mẫu bằng 3 phương pháp trên, dung dịch thu được đều là dd H₃BO₃, không có sự ảnh hưởng nhiều của ion Cl⁻ đến phép phân tích ICP do tác giả sử dụng chất chuẩn là dd H₃BO₃ có nồng độ 1000 mg/L.

Từ các giá trị thí nghiệm thu được khi phá mẫu bằng các dung dịch axit khác nhau càng củng cố thêm độ tin cậy là tính đúng đắn của phương pháp, khi phá mẫu bằng dung dịch HNO₃ đặc (phương pháp 1), thu được hàm lượng kim loại B cao nhất (sát với giá trị thực của mẫu nhất), nên ta lựa chọn HNO₃ là hóa chất để phá mẫu cho các tham số tiếp theo.

Đánh giá độ không đảm bảo đo đối với mẫu nguyên liệu B-M1

Bảng 5. Kết quả độ không đảm bảo đo đối với hàm lượng B.

Lần TN	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
X _i	83,72	83,37	83,51	83,28	83,64	83,12	83,91	83,55	83,01	83,68
\bar{X}	83,479									
Sr	0,267673308									
RSD _r	0,320647478									
U(Sr)	0,084645732									

Hàm lượng B phân tích nằm trong vùng (10 ÷ 100)% nên giá trị cho phép là RSD% < 1,3%; từ bảng trên cho thấy kết quả đạt yêu cầu.

Giả sử độ tin cậy của phương pháp P = 95%, từ bảng số liệu trên ta có:

$$r_k = \% X_{\max} - \% X_{\min} = 83,91 - 83,01 = 0,90$$

$$= 4,5.0,267 = 1,2$$

$$\Rightarrow r_k = 0,90 < r_n = 1,2$$

Theo tài liệu của Nga [10] về đánh giá số liệu phân tích, nhận thấy kết quả thu được khi tiến hành 10 thí nghiệm song song trên là đáng tin cậy, độ lặp lại của phương pháp đạt yêu cầu và có thể chấp nhận giá trị trung bình của 10 thí nghiệm làm kết quả đo.

Kết quả phân tích hàm lượng B trong nguyên liệu B-M1: $(\bar{X} \pm U)\% = (83,48 \pm 0,08)\%$.

3.3. Phân tích hàm lượng B trong sản phẩm BH-NLP17

Để xác định hàm lượng B có trong sản phẩm, tác giả cũng tiến hành phá mẫu theo 3 phương pháp ở bảng 1, cài đặt các thông số của thiết bị ICP-OES Optima 8300 như đối với xác định B nguyên liệu, kết quả nghiên cứu được đưa ra ở bảng 6.

Bảng 6. Hàm lượng B có trong mẫu BH-NLP17.

Phương pháp 1		Phương pháp 2		Phương pháp 3	
Hàm lượng	Ghi chú	Hàm lượng	Ghi chú	Hàm lượng	Ghi chú
4,74	Dung dịch trong suốt có màu xanh nhạt	4,60	Dung dịch màu xanh, có vẩn đục	4,73	Dung dịch màu xanh, để qua đêm có một lớp kết tủa mỏng
4,72		4,63		4,72	
4,74		4,61		4,72	

Từ bảng số liệu trên ta thấy:

- Hàm lượng các chất vô cơ thu được khi phá mẫu bằng phương pháp 1 là cao nhất, khi phá mẫu bằng phương pháp 2 cho ra hàm lượng thấp nhất;

- Phương pháp 1 và phương pháp 3 cho ra hàm lượng các chất vô cơ tương đương nhau, tuy nhiên, khi phá mẫu theo phương pháp 3 xuất hiện vẩn đục, khi để lắng qua đêm sẽ xuất hiện một lớp kết tủa nhỏ trong cốc phá mẫu, ảnh hưởng tới kết quả phân tích.

Nguyên nhân là một số kim loại nặng phản ứng với ion Cl⁻ tạo ra phức làm ảnh hưởng đến kết quả phân tích và kết tủa sinh ra khi phá mẫu bằng phương pháp 2 và 3 nên quá trình phá mẫu có thể diễn ra không hoàn toàn, kết quả đưa ra sẽ sai khác so với mẫu thực và thấp hơn khi phá mẫu theo phương pháp 1. Từ những suy luận trên, chúng tôi vẫn chọn phương pháp phá mẫu bằng HNO₃ đặc để phá mẫu khi phân tích hàm lượng B trong sản phẩm để đảm bảo tính chính xác.

Đánh giá độ không đảm bảo đo đối với kết quả phân tích B trong sản phẩm

Bảng 7. Kết quả độ không đảm bảo đo đối với hàm lượng B trong sản phẩm.

Lần TN	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
% X	4,74	4,72	4,74	4,60	4,63	4,61	4,73	4,72	4,72	4,72
\bar{X}	4,693									
Sr	0,31314668									
RSD _r	0,55153945									
U(Sr)	0,017704135									

Hàm lượng B phân tích nằm trong vùng (1 ÷ 10)% nên giá trị cho phép là RSD% < 1,8%; từ bảng trên cho thấy kết quả đạt yêu cầu.

Giá sử độ tin cậy của phương pháp P = 95%, từ bảng số liệu trên ta có:

$$r_k = \% X_{\max} - \% X_{\min} = 2,74 - 2,60 = 0,14$$

$$= 4,5 \cdot 0,313 = 1,41$$

$$\Rightarrow r_k = 0,14 < r_n = 1,41$$

Theo tài liệu của Nga [10], về đánh giá số liệu phân tích, nhận thấy kết quả thu được khi tiến hành 10 thí nghiệm song song trên là đáng tin cậy, độ lặp lại của phương pháp đạt yêu cầu và có thể chấp nhận giá trị trung bình của 10 thí nghiệm làm kết quả đo.

Kết quả phân tích hàm lượng B trong BH-NLP17: $(\bar{X} \pm U)\% = (4,69 \pm 0,02)\%$.

4. KẾT LUẬN

Với những nghiên cứu đã được tiến hành, nhóm tác giả đã đưa ra được phương pháp xác định hàm lượng B trong nguyên liệu đầu trước khi đưa vào sản xuất và trong sản phẩm cuối cùng (thuốc hòa thuật BH-NLP17), việc sử dụng phương pháp phân tích công cụ trên thiết bị hiện đại ICP-OES Optima 8300 đã cho ra được kết quả phân tích với độ không đảm bảo đo thấp, độ chụm cao, độ lệch chuẩn nhỏ và hiệu suất thu hồi trong vùng cho phép đã chứng minh cho tính chính xác của phép đo. Bên cạnh đó, trong bài báo này, tác giả cũng đã nghiên cứu ảnh hưởng của quá trình phá mẫu, ảnh hưởng của pH môi trường đến kết quả phân tích để từ đó lựa chọn ra điều kiện ban đầu tối ưu để đảm bảo tính chính xác của phép đo. Với những nghiên cứu thực nghiệm đã chỉ ra rằng, phá mẫu bằng axit HNO₃ đặc cho kết quả đo chính xác nhất trong các phương pháp phá mẫu và cần khống chế giá trị pH trong khoảng pH (6,6 ÷ 6,0) hoặc xác định độ pH của dung dịch mẫu trước khi tiến hành phân tích mẫu để đưa ra kết quả tin cậy nhất.

Ngoài ra, kết quả của nghiên cứu cũng đã được quy trình hóa để tiến hành phân tích hàm lượng B trong các sản phẩm thuốc hòa thuật do Việt Nam chế tạo cũng như kiểm tra nguyên liệu

B dùng cho sản xuất quốc phòng đảm bảo đánh giá chính xác và nhận được sự tin tưởng từ các đơn vị.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Hoàng Nhâm, *Hóa học vô cơ - Tập 2*, Hà Nội: Nhà xuất bản Giáo dục, (2006).
- [2]. B. Berger, A.J. Brammer, E.L. Charsley, "Thermal analysis studies on the boron-potassium perchlorate-nitrocellulose pyrotechnic system," *Jornal of Thermal Analysis*, vol. 49, pp. 1327-1335, (1997).
- [3]. Elischer P.P, Cleal G. and Wilson M., "The development of a boron and iron oxide delay system", Defence science and technology organisation materials research laboratories, Melbourne, pp. 1-33, (1986).
- [4]. W. Jun-Yi, "Determination of chromium content in pyrotechnics used for fireworks and firecrackers based on inductively coupled plasma optical emission spectrometric approach (ICP-OES)," *FMSMT*, (2017).
- [5]. В. Мельников, *Современная пиротехника*, Москва, (2014).
- [6]. Hồ Việt Quý, *Các phương pháp phân tích công cụ trong hóa học hiện đại*, Hà Nội: NXB Đại học Sư phạm, (2009).
- [7]. IS 3025-57, "Methods Of Sampling And Test (Physical And Chemical) For Water And Wastewater," Bureau Of Indian Standards, vol. I, no. 13, (2005).
- [8]. Pang Yanping, Zhao Zhilei, Wu Guangchen, Li Xiaoting. "Determination of Borax in Cereal Foods by High Performance Liquid Chromatography". *Food and Fermentation Industries*, 8, 126-128, (2009).
- [9]. Hu Xiao - ling, Huang Hui - tao, Xiao Xue - cheng. "Detection of borax content in food by ICP-AES method". *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 10, 1994-1995, (2008).
- [10]. Приложение А - ГОСТ 25086-2011: Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа.

ABSTRACT

Research on methods to determine boron content in raw materials and in pyrotechnics BH-NLP17

The main content of the article is to provide conditions for determining the content of Bor (B) in raw materials and pyrotechnic products BH-NLP17 by instrumental analysis using ICP-OES emission spectroscopy system. The author has evaluated the influence of pH on the analysis results as well as selected the optimal sample digestion method using concentrated HNO₃. In addition, the assessment of measurement uncertainty helps confirm the correctness of the analysis method. The research results have helped to select the right type of raw materials, control the quality of raw materials and final products, thereby contributing to stabilizing and improving the quality of production, contributing to the production of artillery shell fuses in particular and the defense industry in general.

Keywords: Boron material; Pyrotechnic BH-NLP17; Slow holding nib.