

XÂY DỰNG QUY TRÌNH XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG DIETYLEN GLYCOL DINITRAT (DEGDN) VÀ TRIETYLEN GLYCOL DINITRAT (TEGDN) TRONG THUỐC NỔ NHIỆT ÁP BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO (HPLC)

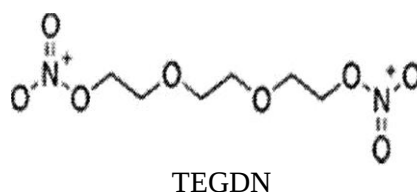
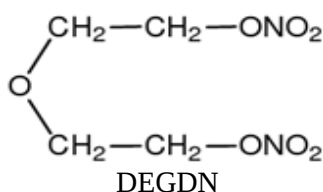
Đỗ Thị Hương Giang*, Nguyễn Văn Khương, Nguyễn Ngọc Tú, Vũ Tiến Công

Tóm tắt: Bài báo trình bày quy trình phân tích định lượng DEGDN và TEGDN trong thuốc nổ nhiệt áp bằng phương pháp HPLC. Dựa trên lý thuyết về sắc ký lỏng và tính chất của DEGDN, TEGDN, các điều kiện tối ưu để tách DEGDN, TEGDN được nghiên cứu. Kết quả nghiên cứu đã đánh giá được độ lặp lại của phương pháp phân tích thông qua các giá trị RSD luôn < 5%; tính tuyến tính được thấy thông qua các giá trị R^2 đều > 0,99; độ đúng của hiệu suất thu hồi DEGDN và TEGDN đều nằm trong khoảng từ 94,24% ÷ 98,16 % với độ lặp lại cao. Giới hạn phát hiện LOD của TEGDN và DEGDN lần lượt là: 1,44 ppm và 4,09 ppm. Giới hạn định lượng LOQ của TEGDN và DEGDN lần lượt là 4,78 ppm và 13,61 ppm. Kết quả thử nghiệm cho thấy phương pháp có độ tin cậy cao, hoàn toàn có thể áp dụng trong thực tế.

Từ khóa: Thuốc nổ nhiệt áp; Dietylen Glycol Dinitrat; Trietylen Glycol Dinitrat; HPLC.

1. MỞ ĐẦU

TEGDN có tên danh pháp quốc tế là 2,2' (Ethane- diylbis(oxy)bisethyl dinitrate) và DEGDN có tên danh pháp quốc tế là Oxydi(ethane-2,1-diyl) dinitrate. Công thức cấu tạo của DEGDN và TEGDN:



Hình 1. Công thức cấu tạo của DEGDN và TEGDN.

Thuốc nổ nhiệt áp là loại thuốc nổ mới có nhiều tính năng vượt trội so với thuốc nổ phá thông thường. Hiện nay, thế giới đã công bố các tài liệu phân tích riêng rẽ hàm lượng DEGDN, TEGDN. Tuy nhiên, chưa có tài liệu và công bố về việc phân tích đồng thời hai chất này trong thuốc nổ nhiệt áp. Việc phân tích đồng thời hai chất này bằng phương pháp hóa học là không khả thi do tính chất và nhóm chức giống nhau và chưa có dung môi nào có thể tách riêng rẽ hai chất này. Phương pháp sắc ký khí chỉ xác định được hàm lượng DEGDN không xác định được hàm lượng TEGDN nguyên nhân do nhiệt độ sôi kèm theo sự phân hủy (nhiệt độ sôi là 228 °C). Do vậy, việc nghiên cứu xây dựng phương pháp xác định riêng rẽ hàm lượng DEGDN, TEGDN là rất cấp thiết, đảm bảo độ chính xác và nhanh chóng.

HPLC hoạt động với nguyên tắc cơ bản: tách một mẫu gồm hỗn hợp thành phần thành các bộ phận cấu thành của nó dựa trên sự khác biệt về ái lực giữa các phân tử khác nhau với pha động và pha tĩnh được sử dụng trong quá trình tách. Trong lĩnh vực quân sự phương pháp HPLC được sử dụng để xác định thành phần của thuốc phóng, thuốc nổ, nhiên liệu tên lửa đã xây dựng được các tiêu chuẩn cấp quốc gia. Trong các lĩnh vực môi trường, thực phẩm,... phương pháp HPLC được ứng dụng rộng rãi và là phương pháp tách hiệu quả nhất.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Hoá chất, thiết bị

2.1.1. Hóa chất sử dụng

- Acetonitril (ACN) (Merck- Đức);
- Methanol (MeOH) (Merck- Đức);
- Aceton (Merck- Đức);
- Nước cất hai lần.

2.1.2. Thiết bị, dụng cụ

- Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) Perkin Elmer, Model: Flexar Quaternary LC pump, xuất xứ: Mỹ;
- Cân phân tích có độ chính xác 0,0002g;
- Bình định mức 200 ml, 10 ml, 25 ml;
- Micropipet 10÷ 100 μ l, 100÷1000 μ l;
- Bộ chiết soxhlet.

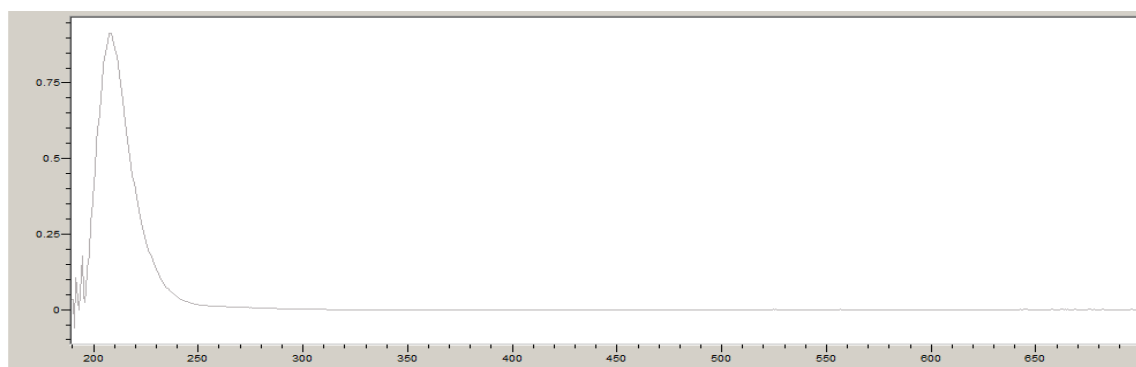
2.2. Chuẩn bị mẫu

- Mẫu được cắt nhỏ bằng dao inox có kích thước nằm giữa sàng 1 mm và 0,5 mm;
- Cân khoảng 1,0 g mẫu chính xác đến 0,0002 g, gói vào giấy lọc. Chiết mẫu bằng dung môi aceton, bằng bộ chiết soxhlet trong 4 ngày;
- Chuyển dung dịch vào bình định mức 200 ml, tráng rửa bình cầu bằng aceton chuyển vào bình định mức. Dùng aceton định mức đến vạch mức, xáo trộn đều dung dịch để ổn định;
- Lọc dung dịch qua fit lọc 0,45 μ m. Pha loãng dung dịch 4 lần bằng aceton;
- Chuyển mẫu vào lọ vial chạy sắc ký.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Trong sắc ký lỏng hiệu năng cao, tính chọn lọc được thể hiện trên sắc ký đồ thu được từ mẫu chuẩn, mẫu thử, mẫu thử thêm chuẩn và mẫu trắng, pic của chất phân tích tách hoàn toàn với các pic tạp. Trên sắc ký đồ mẫu trắng phải không xuất hiện pic có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của mẫu chuẩn. Tiến hành chạy sắc ký dung dịch chuẩn hỗn hợp DEGDN và TEGDN (nồng độ 10 ppm) với chương trình sắc ký đã lựa chọn trên nền mẫu chuẩn. Sắc ký đồ phân tích trên máy HPLC đối với mẫu trắng phải không cho tín hiệu tại thời gian lưu tương ứng với chất phân tích.

3.1. Phổ UV-VIS của DEGDN và TEGDN



Hình 2. Phổ UV-Vis của DEGDN và TEGDN.

Qua sắc ký đồ thấy độ hấp thụ cực đại của DEGDN và TEGDN đều ở bước sóng 205 nm. Nhưng ở bước sóng 205 nm đường nền nhiễu quá trình định lượng sẽ không chính xác. Nhận thấy, khoảng bước sóng 220 và 230 nm thấy đường nền phẳng và độ hấp thụ của DEGDN và TEGDN cũng cao. Bước sóng được chọn để phân tích mẫu là 220 nm cho các khảo sát tiếp theo.

3.2. Nghiên cứu các điều kiện dung môi, tốc độ dòng, thể tích mẫu

Sau khi nghiên cứu các tài liệu tham khảo [2, 4-6], điều kiện của phòng thí nghiệm và mục tiêu là định lượng DEGDN và TEGDN trong thuốc nổ nên chúng tôi tiến hành khảo sát hệ pha động khác nhau. Khi sử dụng hai dung môi thì không tách hai chất dù đã thay đổi tỷ lệ và các dung môi khác nhau như methanol, ethanol, acetone nhưng kết quả không khả quan. Công trình này tiến hành khảo sát ba loại dung môi là ACN, methanol, nước theo các tỷ lệ khác nhau: ACN: MeOH: H₂O tỷ lệ theo thể tích là 45:20:35, 30:30:40, 35:30:35. Với tỷ lệ dung môi ACN: MeOH: H₂O tỷ lệ theo thể tích là 35:30:35 tách được hai chất ra khỏi nhau với thời gian lưu ngắn khoảng 6 phút.

Tốc độ dòng 0,8; 1,0 và 1,2 ml/phút thì các pic thu được sắc nhọn, cân đối, thời gian lưu tương đối ngắn mà các pic vẫn tách rời nhau. Đường nền của sắc ký đồ khá ổn định ở bước sóng 220 nm. Nhưng ở tốc độ 1,0 ml/phút thì pic thu được có độ phân giải (R) và hệ số đối xứng pic (A_s) phù hợp với các yêu cầu của sắc ký lỏng [4].

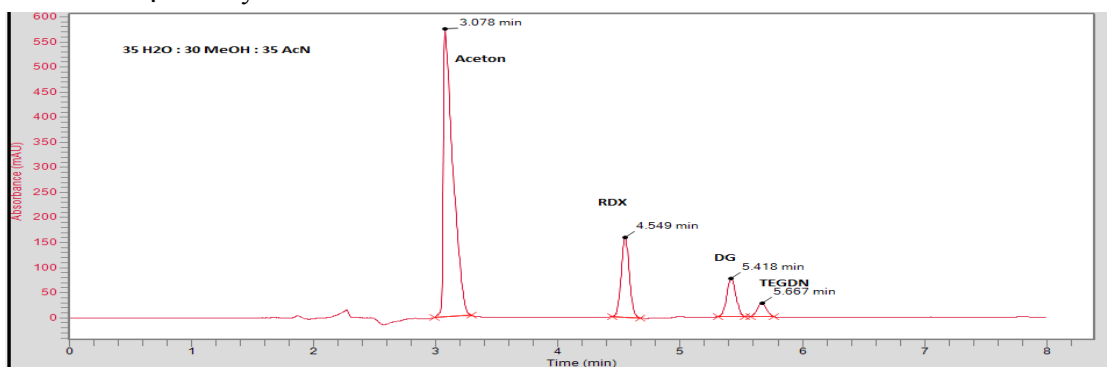
Lượng mẫu bơm vào cột là 20 µl thì cho kết quả tách tốt nhất. Nó phù hợp với thuyết Van Deemter.

Do mẫu được chiết soxhlet nên chế độ rửa giải đẳng dòng có lượng dung môi đi qua cột và đường nền ổn định trong suốt quá chạy máy. Thời gian tiến hành phân tích trên máy là 7 phút.

Từ những khảo sát trên có thể rút ra điều kiện chạy sắc ký như sau:

- Cột tách: cột C18, 4,6 mm x 250 mm, 5 µm;
- Detector :UV- VIS;
- Bước sóng hấp thụ cực đại: 220 nm;
- Nhiệt độ cột: 35 °C;
- Tỷ lệ pha dung môi: ACN: MeOH: H₂O tỷ lệ theo thể tích là 35:30:35;
- Tốc độ dòng 1,0 ml/phút;
- Thể tích bơm mẫu: 20 µl.

Và thu được sắc ký đồ như hình 2.



Hình 3. Sắc ký đồ HPLC của DEGDN và TEGDN.

3.3. Cách tính kết quả

Mẫu thử sau khi được xử lý thu được dịch chạy sắc ký HPLC. Mỗi mẫu được phân tích lặp lại 3 lần và lấy kết quả trung bình. Hàm lượng (%) của DEGDN và TEGDN được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot f}{G} \cdot 100$$

Trong đó:

X: Hàm lượng TEGDN (DEGDN) trong thuốc nổ nhiệt áp (%);

C: Nồng độ TEGDN (DEGDN) tính từ đường chuẩn (mg/l);

V: Thể tích định mức dung dịch (l);

f: Hệ số pha loãng;

G: Khối lượng mẫu (mg).

3.4. Đường chuẩn, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng

Sau khi khảo sát các điều kiện tối ưu chạy sắc ký, chúng tôi tiến hành tìm khoảng tuyến tính sau đó xây dựng đường chuẩn từ chất chuẩn theo bảng 1 và thu được phương trình đường chuẩn của DEGDN, TEGDN với hệ số tương quan như sau:

Bảng 1. Nồng độ và diện tích pic trung bình của các chất.

Kí hiệu	TEGDN		DEGDN	
	Nồng độ (ppm)	Diện tích pic trung bình (mAU)	Nồng độ (ppm)	Diện tích pic trung bình (mAU)
C1	15	1043144	20	2311926
C2	20	1358864	40	4614556
C3	25	1724584	60	6757186
C4	30	2050304	80	9029816
C5	40	2756024	100	10902446
C6	50	3541744	120	13478076

Bảng 2. Phương trình đường chuẩn của DEGDN và TEGDN.

Chất	Phương trình đường chuẩn ($y = a + bx$)	Hệ số tương quan R^2
DEGDN	$y = 152296 + 109953x$	$R^2 = 0,9989$
TEGDN	$y = -57468 + 71219x$	$R^2 = 0,9989$

Điều đó có nghĩa là, phương trình tìm được có độ tin cậy cao.

Dựa vào phương trình đường chuẩn xác định được giới hạn phát hiện của TEGDN là: 1,44 ppm, của DEGDN: 4,09 ppm. Giới hạn định lượng của TEGDN: 4,78 ppm, của DEGDN: 13,61 ppm.

Với các giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng tìm được ở trên khi xử lý mẫu thực cần pha loãng cho phù hợp để kết quả đạt được là hợp lý nhất.

Trong phương trình đường chuẩn $y = a + bx$, trường hợp lý tưởng xảy ra khi $a=0$. Tuy nhiên, trong thực tế các số liệu phân tích thường mắc sai số ngẫu nhiên luôn làm cho $a \neq 0$. Nếu giá trị a khác không có nghĩa thống kê thì phương pháp phân tích sẽ mắc sai số hệ thống. Vì vậy, trước khi sử dụng đường chuẩn cho phân tích công cụ cần kiểm tra xem sự khác nhau giữa giá trị a và giá trị 0 không có ý nghĩa thống kê không.

Sử dụng phần mềm thống kê Minitab hoặc excel tìm ra giá trị P_{value} của giá trị a . So sánh giá trị P_{value} với giá trị 0,05. Nếu $P_{\text{value}} > 0,05$ thì $a \neq 0$ không có ý nghĩa thống kê, hay nói cách khác phương trình hồi quy không mắc sai số hệ thống. Kết quả được tổng hợp ở bảng 3.

Bảng 3. Các giá trị thống kê của phương trình đường chuẩn DEGDN, TEGDN.

Chất	P_{value}	$F_{\text{tính}}$	$F_{\text{bảng}(P,3,4)} = 6,59$
DEGDN	0,203	2,57	$F_{\text{tính}} < F_{\text{bảng}}$
TEGDN	0,336	2,18	$F_{\text{tính}} < F_{\text{bảng}}$

Kết quả cho thấy, P_{value} của hai phương trình đều lớn hơn 0,05 nên phương trình hồi quy không mắc sai số hệ thống.

Nếu xem $a \approx 0$ thì phương trình $y=a+bx$ được viết thành phương trình $y=b'x$. Sử dụng phần mềm thống kê cho ta kết quả $F_{\text{tính}} < F_{\text{bảng}}$. Vì vậy, có thể kết luận được giá trị a và 0 khác nhau không có ý nghĩa thống kê.

Khi không có sai số hệ thống thì phương trình $y = a + bx$ trở thành phương trình $y = b'x$, tức là, sự khác nhau giữa b và b' không có ý nghĩa thống kê. Do đó, có thể dùng chuẩn t để kiểm tra sự khác nhau của hai giá trị trung bình.

Nếu xem $a \approx 0$ thì phương trình $y=a+bx$ được viết thành phương trình $y=b'x$, tức là sự khác nhau giữa b và b' không có ý nghĩa thống kê. Do đó, cần dùng chuẩn t để kiểm tra sự khác nhau của hai giá trị trung bình.

Trước tiên, kiểm tra xem hai phương sai có đồng nhất không, nếu chúng đồng nhất thì ta kết luận luôn hai giá trị b và b' là khác nhau không có ý nghĩa thống kê hay chúng giống nhau.

Sử dụng phần mềm thống kê so sánh hai giá trị trung bình b và b' . Kiểm tra xem chúng có phương sai đồng nhất không. Kết quả $t_{\text{thực nghiệm}} < t_{\text{bảng}} \Rightarrow$ kết luận được rằng, hai giá trị trung bình của hệ số b, b' của đường chuẩn của TEGDN, DEGDN khác nhau không ý có nghĩa thống kê.

Như vậy, phương pháp xác định TEGDN, DEGDN không mắc sai số hệ thống (cả sai số hệ thống biến đổi và sai số hệ thống không đổi).

3.5. Đánh giá phương pháp phân tích trên thiết bị HPLC[3]

3.5.1. Đánh giá độ đúng của phương pháp HPLC

3.5.1.1. Đánh giá hiệu suất thu hồi của phương pháp

Hiệu suất thu hồi của phương pháp xử lý mẫu là một trong những đại lượng quan trọng để đánh giá hiệu quả của phương pháp. Nó cho biết lượng chất bị mất đi trong quá trình xử lý mẫu. Đánh giá hiệu suất thu hồi là đánh giá độ tin cậy của phương pháp xử lý mẫu đã chọn.

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn để đánh giá hiệu suất thu hồi của phương pháp. Các chất chuẩn DEGDN và TEGDN được thêm vào nền mẫu thực. Quá trình đánh giá được tiến hành ở 4 mức thêm chuẩn khác nhau:

- + Mức 0: Không thêm chuẩn TEGDN và DEGDN vào mẫu thử.
- + Mức 1: Thêm 15 mg TEGDN và 15 mg DEGDN vào 1000 mg mẫu thử.
- + Mức 2: Thêm 20 mg TEGDN và 20 mg DEGDN vào 1000 mg mẫu thử.
- + Mức 3: Thêm 30 mg TEGDN và 30 mg DEGDN vào 1000 mg mẫu thử.

Mẫu được xử lý theo mục 2.2.2 và phân tích trên hệ thống HPLC. Mỗi mẫu thử được làm lặp lại 3 lần. Kết quả trung bình được trình bày ở bảng 4 và bảng 5.

Bảng 4. Kết quả đánh giá hiệu suất thu hồi của TEGDN phương pháp HPLC.

Hàm lượng (%)	Nồng độ TEGDN xác định được (ppm)			Nồng độ TEGDN chuẩn thêm vào (ppm)		
	Mức 0			Mức 1	Mức 2	Mức 3
TEGDN	43,75			18,75	25,0	37,5
Hàm lượng (%)	Nồng độ TEGDN thu hồi được (ppm)			Hiệu suất thu hồi (%)		
	Mức 1	Mức 2	Mức 3	Mức 1	Mức 2	Mức 3
TEGDN	61,8	67,31	80,47	96,27	94,24	97,92
						96,14

Bảng 5. Kết quả đánh giá hiệu suất thu hồi của DEGDN phương pháp HPLC.

Hàm lượng (%)	Nồng độ DEGDN xác định được (ppm)			Nồng độ DEGDN chuẩn thêm vào (ppm)			
	Mức 0			Mức 1	Mức 2	Mức 3	
DEGDN	100			18,75	25,0	37,5	
Hàm lượng (%)	Nồng độ DEGDN thu hồi được (ppm)			Hiệu suất thu hồi (%)			Hiệu suất thu hồi (%) trung bình
	Mức 1	Mức 2	Mức 3	Mức 1	Mức 2	Mức 3	
DEGDN	117,96	124,35	136,81	95,79	97,40	98,16	97,12

Kết quả hiệu suất thu hồi của DEGDN và TEGDN khá cao, từ 94,24% ÷ 98,16%. Vì vậy, có thể kết luận phương pháp xử lý mẫu này đáng tin cậy.

3.5.1.2. Đánh giá sự sai khác giữa giá trị phân tích lại và giá trị thêm chuẩn

Để đánh giá độ đúng của phương pháp nghiên cứu, chúng tôi tiến hành kiểm tra sự sai khác giữa giá trị phân tích lại và giá trị thêm chuẩn, để xác định xem sự sai khác đó có ý nghĩa thống kê không. Quá trình đánh giá được thực hiện theo chuẩn t. Mức thêm chuẩn được lựa chọn để thêm vào các mẫu thuốc nổ như sau: TEGDN 20 ppm, DEGDN 40 ppm. Mỗi mẫu được phân tích lặp lại 10 lần. Kết quả được biểu diễn trên bảng 6.

Bảng 6. Kết quả phân tích lặp lại của mẫu thêm chuẩn phương pháp HPLC.

Chất	Giá trị phân tích lại (ppm)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
DEGDN	40,12	39,82	40,15	40,06	40,08	39,91	39,97	39,88	40,03	40,09
TEGDN	20,12	19,92	19,89	20,06	20,08	20,10	19,97	20,04	20,03	20,14

Từ các kết quả trên, sử dụng phần mềm thống kê, cho thấy, cả hai phép phân tích DEGDN và TEGDN đều cho kết quả $t_{\text{tính}} < t_{\text{bảng}}$ chứng tỏ sự sai khác giữa giá trị phân tích lại và giá trị thêm chuẩn không có ý nghĩa thống kê. Nghĩa là, phương pháp phân tích không mắc sai số hệ thống và có thể dùng phương pháp này để định lượng DEGDN và TEGDN trong mẫu thuốc nổ.

3.5.2. Đánh giá độ lặp lại phương pháp HPLC

Với một hệ máy có độ nhạy cao thì sự ổn định và lặp lại đóng vai trò quan trọng trong phân tích. Lặp lại tốt mới có thể cho độ chính xác tốt, trong một phạm vi cho phép. Đối với hệ máy sắc ký, khi đã lựa chọn được điều kiện tối ưu cho quá trình tách, thì một yếu tố quan trọng quyết định hiệu quả phân tích đó là độ lặp của thiết bị, bao gồm cả độ lặp diện tích pic và thời gian lưu. Bảng 7 chỉ ra độ lặp lại của hệ sắc ký đã chọn về diện tích pic và thời gian lưu. Dung dịch chuẩn để khảo sát độ lặp có nồng độ sấp xỉ 20 ppm mỗi chất. Mỗi dung dịch được bơm 6 lần vào cột để xác định độ lặp diện tích pic và thời gian lưu.

Bảng 7. Độ lặp lại thời gian lưu và diện tích pic của TEGDN, DEGDN phương pháp HPLC.

Chất	TEGDN		DEGDN	
	S (mAU)	T _R (phút)	S (mAU)	T _R (phút)
Lần 1	1258864	5,684	2311926	5,975
Lần 2	1267942	5,676	2311688	6,042
Lần 3	1276567	5,781	2313207	5,964
Lần 4	1254776	5,569	2310701	5,927
Lần 5	1273975	5,717	2310695	5,915
Lần 6	1246467	5,537	2313786	6,037
Giá trị trung bình	1262146	5,661	2311847	5,977
%RSD	0,15	1,62	0,053	0,90

Do %RSD của các diện tích pic trung bình và thời gian lưu trung bình của các lần lặp lại đều dưới 5% nên kết luận hệ sắc ký đã chọn có độ lặp lại tốt, phù hợp phép phân tích.

3.6. Phân tích mẫu thực bằng phương pháp HPLC

Áp dụng các điều kiện tối ưu được đề phân tích thuốc nổ nhiệt áp do phòng thuốc nổ gửi mẫu. Kết quả được tổng hợp trong bảng 8.

Bảng 8. Kết quả xác định hàm lượng DEGDN và TEGDN trong thuốc nổ nhiệt áp phương pháp HPLC.

Khối lượng mẫu (mg)	Diện tích pic TEGDN (mAU)	Diện tích pic DEGDN (mAU)	Hàm lượng TEGDN (%)		Hàm lượng DEGDN (%)	
			%	TB	%	TB
1035,1	3121654,685	10609862,27	3,45	3,44± 0,01	7,57	7,61± 0,02
1102,6	3289705,708	11301737,27	3,41		7,64	
1230,5	3732744,863	12612712,27	3,46		7,60	
1060,3	3189612,745	10868162,27	3,44		7,60	
1208,4	3632399,073	12386187,27	3,43		7,62	
1137,2	3435236,393	11656387,27	3,45		7,63	

Kết quả phân tích mẫu thuốc nổ nhiệt áp bằng phương pháp HPLC cho thấy kết quả phù hợp với đơn phối liệu và có độ lặp lại tốt. Hàm lượng DEGDN nằm trong khoảng 7,57%÷ 7,64%, hàm lượng TEGDN nằm trong khoảng 3,41%÷ 3,46 %.

4. KẾT LUẬN

Công trình này đã tối ưu hóa được các điều kiện xác định hàm lượng DEGDN, TEGDN trong thuốc nổ nhiệt áp bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao HPLC là bước sóng hấp thụ cực đại, tỷ lệ dung môi, tốc độ dòng, thể tích bơm mẫu phù hợp với điều kiện phòng thí nghiệm. Đánh giá được phương pháp phân tích về độ lặp lại (các giá trị RSD< 5%); tính tuyến tính (các giá trị R² đều đạt R² = 0,9989); độ đúng hiệu suất thu hồi (hiệu suất thu hồi của DEGDN và TEGDN khá cao, từ 94,24% ÷ 98,16 %). Bài báo đã xác định được giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của từng chất. LOD của TEGDN là: 1,44 ppm, của DEGDN: 4,09 ppm. LOQ của TEGDN: 4,78 ppm, của DEGDN: 13,61 ppm. Dựa trên các điều kiện khảo sát tiến hành phân tích mẫu thuốc nổ nhiệt áp do phòng thuốc nổ chế tạo và kết quả thu được khả quan, chính xác. Phương pháp này là bước đầu góp phần xác định đầy đủ hàm lượng các thành phần của thuốc nổ nhiệt áp, từ đó giúp định hình các yếu tố công nghệ để đảm bảo tính đồng đều thành phần của thuốc nổ.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. "Nghiên cứu thiết kế chế tạo đạn nhiệt áp DNA-7V theo kiểu đạn TBG-7V của Nga". Đề tài thuộc đề án KC.NQ.06 cấp Bộ Quốc phòng, năm 2018;
- [2]. MIL-STD-286C military standard propellants, solid: Sampling, examination and testing;
- [3]. Tạ Thị Thảo (2006). "Bài giảng Thống kê trong Hóa phân tích", Trường ĐH Khoa học Tự nhiên;
- [4]. Phạm Luận (2000). "Cơ sở lý thuyết sắc ký lỏng hiệu năng cao", NXB ĐH QGHN;
- [5]. Nguyễn Văn Ri (2006). "Chuyên đề các phương pháp tách chất", NXB ĐH QGHN;
- [6]. Determination of diethylene glycol dinitrat and nitroglycerin by infrared spectroscopy;
- [7]. Xiao Ling Xing, Sheng Xiang Zhao. Zhen Yu Wang, and Guang Tao Ge; "Discussions on thermobaric explosives (TBX) Propellants", Explosives and pyrotechnics; 39; 2014; pp 14-17;

ABSTRACT

**BUILDING PROCESS FOR DETERMINATION
OF DIETHYLEN GLYCOL DINITRAT (DEGDN)
AND TRIETHYLEN GLYCOL DINITRAT (TEGDN) IN THERMAL EXPLOSIVE DRUGS
BY HIGH PRESSURE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC)**

This report show the procedure for the quantification of DEGDN and TEGDN in thermocouple explosives by HPLC method. Based on the description of the characteristics and properties of DEGDN, TEGDN, optimal conditions for the separation of DEGDN, TEGDN was research. Research results have assessed the repeatability of the analytical method through RSD values always <5%; linearity is seen through steady R^2 values > 0.99; The accuracy of the recovery efficiency of DEGDN and TEGDN is in the range from 94.24% to 98.16% with high repeatability. LOD detection limits of TEGDN and DEGDN are: 1.44 ppm and 4.09 ppm, respectively. The LOQ quantification limits of TEGDN and DEGDN are 4.78 ppm and 13.61 ppm, respectively. The test results show that the method has high reliability and can be completely applied in the facility.

Keywords: Thermal explosives; Diethylene Glycol Dinitrate; Triethylene Glycol Dinitrate; HPLC.

Nhận bài ngày 16 tháng 08 năm 2020

Hoàn thiện ngày 08 tháng 10 năm 2020

Chấp nhận đăng ngày 10 tháng 10 năm 2020

Địa chỉ: Viện Thuốc phóng Thuốc nổ, Tổng cục Công nghiệp Quốc phòng.

**Email:* dthgiang81@gmail.com.