



## ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD

<b>137601</b> <b>4. vydání</b> <b>Změna 1</b>	<b>ORGANIZACE A METODY SCHVALOVÁNÍ</b> <b>ZPŮSOBILOSTI VÝBUŠNIN PRO VOJENSKÉ ÚČELY</b>
---	---

ZAVÁDÍ	<p>STANAG 4147, Ed. 2 CHEMICAL COMPATIBILITY OF AMMUNITION COMPONENTS WITH EXPLOSIVES (NON-NUCLEAR APPLICATIONS) Chemická snášenlivost muničních komponent s výbušninami v nejaderné municí</p> <p>STANAG 4170, Ed. 3 PRINCIPLES AND METHODOLOGY FOR THE QUALIFICATION OF EXPLOSIVE MATERIALS FOR MILITARY USE Principy a metodika schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely</p> <p>AOP-7, Ed. 2 MANUAL OF DATA REQUIREMENTS AND TESTS FOR THE QUALIFICATION OF EXPLOSIVE MATERIALS FOR MILITARY USE Příručka pro vyžadování dat a testování jakosti výbušného materiálu pro vojenské účely</p> <p>STANAG 4397, Ed. 1 NATO CATALOGUE OF EXPLOSIVES – AOP-26 Katalog výbušnin používaných v NATO – AOP-26</p> <p>AOP-26, Ed. 3 NATO CATALOGUE OF QUALIFIED EXPLOSIVES Katalog výbušnin používaných v NATO</p> <p>STANAG 4443, Ed. 1 EXPLOSIVES UNIAXIAL COMPRESSIVE TEST Výbušniny, zkouška jednoosým tlakem</p> <p>STANAG 4487, Ed. 2 EXPLOSIVE, FRICTION SENSITIVITY TESTS Výbušniny, zkoušky citlivosti ke tření</p> <p>STANAG 4488, Ed. 2 EXPLOSIVES, SHOCK SENSITIVITY TESTS</p>
--------	---

	<p>Výbušniny, zkoušky citlivosti k rázové vlně  STANAG 4489, Ed. 1  EXPLOSIVES, IMPACT SENSITIVITY TESTS</p> <p>Výbušniny, zkoušky citlivosti k nárazu  STANAG 4490, Ed. 1  EXPLOSIVES, ELECTROSTATIC DISCHARGE SENSITIVITY TEST(S)</p> <p>Výbušniny, zkoušky citlivosti k elektrostatickému výboji  STANAG 4491, Ed. 3  ENERGETIC MATERIALS, THERMAL SENSITIVENESS AND EXPLOSIVENESS TESTS</p> <p>Energetické materiály, zkoušky tepelné citlivosti a výbušnosti  AOP-4491(A)  ENERGETIC MATERIALS, THERMAL SENSITIVENESS AND EXPLOSIVENESS TESTS</p> <p>Energetické materiály, zkoušky tepelné citlivosti a výbušnosti  STANAG 4506, Ed. 1  EXPLOSIVE MATERIALS, PHYSICAL/MECHANICAL PROPERTIES, UNIAXIAL TENSILE TEST</p> <p>Výbušniny, fyzikální/mechanické vlastnosti, zkouška jednoosým tahem  STANAG 4507, Ed. 1  EXPLOSIVES, PHYSICAL/MECHANICAL PROPERTIES STRESS RELAXATION TEST IN TENSION</p> <p>Výbušniny, fyzikální/mechanické vlastnosti, zkouška relaxací napětí v tahu  STANAG 4515, Ed. 2  EXPLOSIVES, THERMAL ANALYSIS USING DIFFERENTIAL THERMAL ANALYSIS (DTA), DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC), HEAT FLOW CALORIMETRY (HFC), AND THERMOGRAVIMETRIC ANALYSIS (TGA)</p> <p>Výbušniny, termická analýza pomocí diferenční termické analýzy, diferenční skenovací kalorimetrie, kalorimetrie tepelného toku a termogravimetrické analýzy  STANAG 4525, Ed. 1  EXPLOSIVES, PHYSICAL/MECHANICAL PROPERTIES, THERMOMECHANICAL ANALYSIS FOR DETERMINING THE COEFFICIENT OF LINEAR THERMAL EXPANSION (TMA)</p> <p>Výbušniny, fyzikální/mechanické vlastnosti, stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí termomechanické analýzy (TMA)  STANAG 4540, Ed. 1  EXPLOSIVES, PROCEDURES FOR DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS (DMA) AND DETERMINATION OF GLASS TRANSITION TEMPERATURE</p> <p>Výbušniny, postupy pro dynamickou mechanickou analýzu (DMA) a stanovení teploty skelného přechodu  STANAG 4556, Ed. 1  EXPLOSIVES: VACUUM STABILITY TEST</p> <p>Výbušniny, vakuová stabilitní zkouška  STANAG 4581, Ed. 2  ENERGETIC MATERIALS, ASSESSMENT OF AGEING CHARACTERISTICS OF COMPOSITE PROPELLANTS CONTAINING AN INERT BINDER</p> <p>Energetické materiály, hodnocení stárnutí heterogenních pohonných hmot obsahujících inertní pojivo  AOP-4581(A)  ENERGETIC MATERIALS, ASSESSMENT OF AGEING CHARACTERISTICS</p>
--	--

	<p>OF COMPOSITE PROPELLANTS CONTAINING AN INERT BINDER Energetické materiály, hodnocení stárnutí heterogenních pohonných hmot obsahujících inertní pojivo STANAG 4582, Ed. 1</p> <p>EXPLOSIVES, NITROCELLULOSE BASED PROPELLANTS, STABILITY TEST PROCEDURE AND REQUIREMENTS USING HEAT FLOW CALORIMETRY Výbušniny, nitrocelulózkové pohonné hmoty, postupy a požadavky mikrokolorimetrické stabilitní zkoušky STANAG 4620, Ed. 1</p> <p>EXPLOSIVES, NITROCELLULOSE BASED PROPELLANTS, STABILITY TEST PROCEDURES AND REQUIREMENTS USING STABILIZER DEPLETION – IMPLEMENTATION OF AOP-48 Výbušniny, střeliviny na bázi nitrocelulózy, postupy a požadavky na stabilitní zkoušky s využitím spotřeby stabilizátorů – zavedení AOP-48 AOP-48, Ed. 2</p> <p>EXPLOSIVES, NITROCELULOSE-BASED PROPELLANTS, STABILITY TEST PROCEDURES AND REQUIREMENTS USING STABILIZER DEPLETION Výbušniny, střeliviny na bázi nitrocelulózy postupy a požadavky na stabilitní testy s využitím spotřeby stabilizátorů STANAG 4666, Ed. 1</p> <p>EXPLOSIVES, ASSESSMENT OF AGEING OF POLYMER BONDED EXPLOSIVES (PBXS) CAST-CURED COMPOSITIONS USING INERT OR ENERGETIC BINDERS Výbušniny, hodnocení stárnutí výbušnin s polymerními pojivy (PBXS), lité kompozice využívající inertní nebo energetická pojiva</p>
NAHRAZUJE	<p>ČOS 137601, 4. vydání ORGANIZACE A METODY SCHVALOVÁNÍ ZPŮSOBILOSTI VÝBUŠNIN PRO VOJENSKÉ ÚČELY</p>

(VOLNÁ STRANA)

**ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD**  
**ORGANIZACE A METODY SCHVALOVÁNÍ ZPŮSOBILOSTI**  
**VÝBUŠNIN PRO VOJENSKÉ ÚČELY**

**Základem pro tvorbu tohoto standardu byly originály následujících dokumentů:**

AOP-7, Ed. 2	MANUAL OF DATA REQUIREMENTS AND TESTS FOR THE QUALIFICATION OF EXPLOSIVE MATERIALS FOR MILITARY USE Příručka pro vyžadování dat a testování jakosti výbušného materiálu pro vojenské účely
AOP-26, Ed. 3	NATO CATALOGUE OF QUALIFIED EXPLOSIVES Katalog výbušnin používaných v NATO
AOP-48, Ed. 2	EXPLOSIVES, NITROCELULOSE-BASED PROPELLANTS, STABILITY TEST PROCEDURES AND REQUIREMENTS USING STABILIZER DEPLETION Výbušniny, střeliviny na bázi nitrocelulozy postupy a požadavky na stabilitní testy s využitím spotřeby stabilizátorů
AOP-4491(A)	ENERGETIC MATERIALS, THERMAL SENSITIVENESS AND EXPLOSIVENESS TESTS Energetické materiály, zkoušky tepelné citlivosti a výbušnosti
AOP-4581(A)	ENERGETIC MATERIALS, ASSESSMENT OF AGEING CHARACTERISTICS OF COMPOSITE PROPELLANTS CONTAINING AN INERT BINDER Energetické materiály, hodnocení stárnutí heterogenních pohonných hmot obsahujících inertní pojivo
STANAG 4147, Ed. 2	CHEMICAL COMPATIBILITY OF AMMUNITION COMPONENTS WITH EXPLOSIVES (NON-NUCLEAR APPLICATIONS) Chemická snášenlivost muničních komponent s výbušninami v nejaderné munici
STANAG 4170, Ed. 3	PRINCIPLES AND METHODOLOGY FOR THE QUALIFICATION OF EXPLOSIVE MATERIALS FOR MILITARY USE Principy a metodika schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely
STANAG 4397, Ed. 1	NATO CATALOGUE OF EXPLOSIVES – AOP-26

Katalog výbušnin používaných v NATO – AOP-26	
STANAG 4443, Ed. 1	EXPLOSIVES UNIAXIAL COMPRESSIVE TEST Výbušniny, zkouška jednoosým tlakem
STANAG 4487, Ed. 2	EXPLOSIVE, FRICTION SENSITIVITY TESTS Výbušniny, zkoušky citlivosti ke tření
STANAG 4488, Ed. 2	EXPLOSIVES, SHOCK SENSITIVITY TESTS Výbušniny, zkoušky citlivosti k rázové vlně
STANAG 4489, Ed. 1	EXPLOSIVES, IMPACT SENSITIVITY TESTS Výbušniny, zkoušky citlivosti k nárazu
STANAG 4490, Ed. 1	EXPLOSIVES, ELECTROSTATIC DISCHARGE SENSITIVITY TEST(S) Výbušniny, zkoušky citlivosti k elektrostatickému výboji
STANAG 4491, Ed. 3	ENERGETIC MATERIALS, THERMAL SENSITIVENESS AND EXPLOSIVENESS TESTS Energetické materiály, zkoušky tepelné citlivosti a výbušnosti
STANAG 4506, Ed. 1	EXPLOSIVE MATERIALS, PHYSICAL/MECHANICAL PROPERTIES, UNIAXIAL TENSILE TEST Výbušniny, fyzikální/mechanické vlastnosti, zkouška jednoosým tahem
STANAG 4507, Ed. 1	EXPLOSIVES, PHYSICAL/MECHANICAL PROPERTIES STRESS RELAXATION TEST IN TENSION Výbušniny, fyzikální/mechanické vlastnosti, zkouška relaxací napětí v tahu
STANAG 4515, Ed. 2	EXPLOSIVES, THERMAL ANALYSIS USING DIFFERENTIAL THERMAL ANALYSIS (DTA), DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC), HEAT FLOW CALORIMETRY (HFC), AND THERMOGRAVIMETRIC ANALYSIS (TGA) Výbušniny, termická analýza pomocí diferenční termické analýzy, diferenční skenovací kalorimetrie, kalorimetrie tepelného toku a termogravimetrické analýzy
STANAG 4525, Ed. 1	EXPLOSIVES, PHYSICAL/MECHANICAL PROPERTIES, THERMOMECHANICAL ANALYSIS FOR DETERMINING THE COEFFICIENT OF LINEAR THERMAL EXPANSION (TMA) Výbušniny, fyzikální/mechanické vlastnosti, stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí termomechanické analýzy (TMA)
STANAG 4540, Ed. 1	EXPLOSIVES, PROCEDURES FOR DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS (DMA) AND DETERMINATION OF GLASS TRANSITION TEMPERATURE

- Výbušniny, postupy pro dynamickou mechanickou analýzu (DMA) a stanovení teploty skelného přechodu
- STANAG 4556, Ed. 1 EXPLOSIVES: VACUUM STABILITY TEST  
Výbušniny, vakuová stabilitní zkouška
- STANAG 4581, Ed. 2 ENERGETIC MATERIALS, ASSESSMENT OF AGEING CHARACTERISTICS OF COMPOSITE PROPELLANTS CONTAINING AN INERT BINDER  
Výbušniny, hodnocení stárnutí heterogenních pohonných hmot obsahujících inertní pojivo
- STANAG 4582, Ed. 1 EXPLOSIVES, NITROCELLULOSE BASED PROPELLANTS, STABILITY TEST PROCEDURE AND REQUIREMENTS USING HEAT FLOW CALORIMETRY  
Výbušniny, nitrocelulóзовé pohonné hmoty, postupy a požadavky mikrok calorimetrické stabilitní zkoušky
- STANAG 4620, Ed. 1 EXPLOSIVES, NITROCELLULOSE BASED PROPELLANTS, STABILITY TEST PROCEDURES AND REQUIREMENTS USING STABILIZER DEPLETION – IMPLEMENTATION OF AOP-48  
Výbušniny, střeliviny na bázi nitrocelulózy, postupy a požadavky na stabilitní zkoušky s využitím spotřeby stabilizátorů – zavedení AOP-48
- STANAG 4666, Ed. 1 EXPLOSIVES, ASSESSMENT OF AGEING OF POLYMER BONDED EXPLOSIVES (PBXS) CAST-CURED COMPOSITIONS USING INERT OR ENERGETIC BINDERS  
Výbušniny, hodnocení stárnutí výbušnin s polymerními pojivy (PBXS), lité kompozice využívající inertní nebo energetická pojiva

## OBSAH

	Strana
1	Předmět standardu ..... 9
2	Nahrazení standardů (norem)..... 9
3	Související dokumenty..... 9
4	Zpracovatel ČOS ..... 9
5	Použité zkratky ..... 10
6	Organizace schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely ..... 11
6.1	Základní definice..... 11
6.2	Určení standardu ..... 12
6.3	Národní autorita pro vojenské výbušniny ..... 12
6.4	Průběh procesu schvalování způsobilosti ..... 13
6.5	Minimální rozsah zkoušek schvalování způsobilosti ..... 16
6.6	Formulář certifikátu o způsobilosti výbušnin pro vojenské účely ..... 22
7	Metody zkoušení výbušnin v procesu schvalování způsobilosti..... 23
7.1	Stanovení termické stability pomocí DTA ..... 23
7.2	Stanovení termické stability pomocí DSC ..... 28
7.3	Stanovení termické stability pomocí TGA ..... 33
7.4	Stanovení chemické stability vakuovým stabilitním testem ..... 36
7.5	Předpověď životnosti na základě úbytku stabilizátoru..... 44
7.6	Stanovení chemické snášlivosti vakuovým stabilitním testem ..... 54
7.7	Stanovení chemické snášlivosti pomocí TGA ..... 58
7.8	Stanovení chemické snášlivosti pomocí DSC ..... 61
7.9	Stanovení chemické snášlivosti z úbytku stabilizátoru ..... 65
7.10	Stanovení chemické snášlivosti azidů..... 69
7.11	Stanovení teploty vzbuchu ..... 75
7.12	Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu ..... 77
7.13	Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu ..... 80
7.14	Stanovení citlivosti k nárazu..... 82
7.15	Stanovení citlivosti ke tření ..... 89
7.16	Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře - malá zkouška ..... 95
7.17	Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře - velká zkouška..... 98
7.18	Stanovení citlivosti k rázové vlně ..... 104
7.19	Stanovení dolního mezního průměru ..... 114
7.20	Stanovení detonační rychlosti ..... 117
7.21	Zkouška namáhání v jednoosém tlaku..... 119
7.22	Zkouška namáhání v jednoosém tahu ..... 122
7.23	Zkouška relaxace napětí v tahu ..... 128
7.24	Stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA .... 132
7.25	Stanovení teploty skelného přechodu pomocí DMA ..... 135
7.26	Zkoušky stárnutí heterogenních tuhých pohonných hmot..... 139
7.27	Stanovení termické stability pomocí HFC ..... 161
7.28	Zkoušky stárnutí výbušnin s polymerními pojivy (PBXs)..... 167



## 1 Předmět standardu

1.1 ČOS 137601 „Organizace a metody schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely“, 4. vydání, Změna 1, zavádí STANAG 4147 Ed. 2, STANAG 4170 Ed. 3 (AOP-7 Ed. 2), STANAG 4397 Ed. 1 (AOP-26 Ed. 3), STANAG 4443 Ed. 1, STANAG 4487, Ed. 2, STANAG 4488 Ed. 2, STANAG 4489 Ed. 1, STANAG 4490 Ed. 1, STANAG 4491 Ed. 3, STANAG 4506 Ed. 1, STANAG 4507 Ed. 1, STANAG 4515 Ed. 2, STANAG 4525 Ed. 1, STANAG 4540 Ed. 1, STANAG 4556 Ed. 1, STANAG 4581 Ed. 2, STANAG 4620 Ed. 1 (AOP-48 Ed. 2), STANAG 4582 Ed. 1 a STANAG 4666 Ed. 1 do prostředí ČR.

1.2 Standard je rozdělen na dvě hlavní části. První část (kapitola 6) popisuje organizační zajištění schvalování způsobilosti nových nebo upravených výbušnin před jejich zavedením do výzbroje Armády České republiky (AČR), definuje působnost a pravomoci národní autority pro vojenské výbušniny, popisuje postup schvalování způsobilosti výbušnin a určuje minimální rozsah zkoušek pro tento proces. Druhá část (kapitola 7) obsahuje postupy pro realizaci jednotlivých zkoušek výbušnin.

1.3 Účelem standardu je zabezpečit, aby do výzbroje AČR byla zavedena pouze ta výbušnina a munice výbušninu obsahující, jejichž bezpečnost a vhodnost pro dané použití byly dostatečně prověřeny. Aplikace standardu je podmínkou dosažení co nejvyšší úrovně slučitelnosti, interoperability a vzájemné zaměnitelnosti munice AČR v rámci NATO.

## 2 Nahrazení standardů (norem)

Tento standard nahrazuje ČOS 137601, 4. vydání.

## 3 Související dokumenty

V tomto standardu jsou odkazy na dále uvedené dokumenty, které se tímto stávají jeho normativní součástí. U odkazů, v nichž je uveden rok vydání souvisejícího standardu, platí tento související standard bez ohledu na to, zda existují novější vydání tohoto souvisejícího standardu. U odkazů na dokument bez uvedení data jeho vydání platí vždy poslední vydání citovaného dokumentu.

ASTM D 2240-00	STANDARD TEST METHOD FOR RUBBER PROPERTY – DUROMETER HARDNESS Standardní zkušební metoda pro stanovení tvrdosti gum tvrdoměrem
ASTM E 1142-07	STANDARD TERMINOLOGY RELATING TO THERMOPHYSICAL PROPERTIES Standardní terminologie týkající se termofyzikálních vlastností
ASTM E 473-07a	STANDARD TERMINOLOGY RELATING TO THERMAL ANALYSIS AND RHEOLOGY Standardní terminologie týkající se termální analýzy a reologie

## 4 Zpracovatel ČOS

Vojenský technický ústav, s.p., odštěpný závod VTÚVM Slavičín, Mgr. Josef Maryáš.

## 5 Použité zkratky

<b>Zkratka</b>	<b>Název v originálu</b>	<b>Český název</b>
2-NDFA	2-nitrodifenylamine	2-nitrodifenylamin
AAP-15	Allied Ordnance Publication	Spojenecká výzbrojní publikace
AKA-II	Akardite	Akardit
BP		Bezdýmný prach
CTPB	Carboxyl-Terminated Polybutadiene	karboxylem terminovaný polybutadien
CNAD	The Conference of National Armaments Directors	Konference národních ředitelů pro vyzbrojování
ČOS		Český obranný standard
ČR		Česká republika
DFA	Difenylamine	Difenylamin
DMA	Dynamic Mechanical Analysis	Dynamická mechanická analýza
DSC	Differential Scanning Calorimetry	Diferenční skenovací kalorimetrie
DTA	Differential Thermal Analysis	Diferenční termická analýza
DTBHQ	2,5-di-tert-butylhydroquinone	2,5-di-terc-butylhydrochinon
HFC		Kalorimetrie s tepelným tokem
EC		Etylcentralit
FID	Heat Flow Calorimetry	Plamenový ionizační detektor
FTIR	Ethyl Centralite Flame Ionization Detector	Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací
GC	Fourier Transform Infrared Spectroscopy	Plynová chromatografie
HPLC	Gas Chromatography	Vysokoúčinná kapalinová chromatografie
HTPB	High-performance Liquid Chromatography	Hydroxylem terminovaný polybutadien
MC	Hydroxyl-Terminated Polybutadiene	Metylcentralit
MIL-STD		Vojenský standard USA
MS	Methyl Centralit	Hmotnostní spektrometr
NATO	Military Standard Mass Spectrometer	Organizace Severoatlantické smlouvy

N-NO-DFA	North Atlantic Treaty	
PBAN	Organization	N-nitrosodifenylamin
PBXs	N-nitrosodifenylamine	Poly(butadien-akrylonitril)
PETN	Polybutadiene Acrylonitrile	Výbušniny s polymerními pojivy
PMMA	Polymer Bonded Explosives	Pentrit
pNMA	Pentaerythritol Tetranitrate	Polymethylmetakrylát
PTFE	Poly(methyl metacrylate)	P-nitro-n-metylanilin
PVC	p-nitro-n-methylaniline	Polytetrafluoretylen
RDX	Polytetrafluoroethylene	Polyvinylchlorid
	Polyvinyl Chloride	Hexogen
TGA	Research and Development	
TMA	Explosive	Termogravimetrická analýza
TNT	Thermogravimetric Analysis	Termomechanická analýza
TPH	Thermomechanical Analysis	Trinitrotoluen
SEM	Trinitrotoluene	Tuhá pohonná hmota
STANAG		Skenovací elektronová mikroskopie
	Scanning electron microscopy	Standardizační dohoda NATO
VTÚVM	NATO Standardization Agreement	Vojenský technický ústav výzbroje a munice

## 6 Organizace schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely

### 6.1 Základní definice

- a) Schvalování způsobilosti – proces hodnocení charakteristik a výsledků zkoušení nové vojenské výbušniny národní autoritou podle tohoto standardu s cílem určit, zda hodnocená výbušnina má dostatečné vlastnosti pro její bezpečné a vhodné použití v navrhované roli.
- b) Vojenská výbušnina – látka nebo směs látek, schopná chemické reakce za uvolnění plynů o takové teplotě a tlaku, které mohou způsobit poškození okolního prostředí. Definice zahrnuje pouze výbušniny určené k plnění aplikačních úkolů ve výzbroji AČR (iniciační systémy, trhací náplně, hnací hmoty, pyrotechnické efekty apod.) a vztahuje se i na pyrotechnické směsi nevytvářející při svém hoření plyny.
- c) Nová vojenská výbušnina – výbušnina určená k použití ve výzbroji AČR a splňující alespoň jednu z následujících podmínek:
  - její způsobilost dle tohoto standardu nebyla dosud schválena;
  - bylo změněno její chemické složení nebo vlastnosti;

- došlo u ní ke změně výrobce, výrobní technologie nebo místa výroby;
  - je navržena pro roli, pro niž nebyla dříve hodnocena.
- d) Referenční výbušnina – zavedená výbušnina s dlouhodobě prověřenými bezpečnostními charakteristikami, jejíž vlastnosti se používají k hodnocení relativní úrovně bezpečnosti a vhodnosti nové výbušniny navrhované do podobné role.
- e) Způsobilá výbušnina – výbušnina s úspěšně ukončeným procesem schvalování způsobilosti.
- f) Role výbušniny – určení funkce výbušniny v muničním objektu. Může se jednat o následující roli:
- Třaskavina (výbušnina velmi citlivá k vnějším podnětům určená k iniciaci detonace nebo hoření);
  - Počínová trhavina (výbušnina určená k přenosu a zesílení detonačního impulzu od třaskaviny pro iniciaci detonace hlavní trhaviny);
  - Hlavní trhavina (hlavní trhavinová náplň munice);
  - Bezdýmný prach (pevná výbušnina sloužící k udílení pohybu střely v hlavni);
  - Tuhá pohonná hmota (pevná výbušnina sloužící k pohonu raketového motoru);
  - Kapalná pohonná hmota (výbušnina kapalné konzistence sloužící k udílení pohybu střely v hlavni nebo pohonu raketového motoru);
  - Pyrotechnická slož (výbušnina sloužící k plnění požadovaných úkolů, např. k zážehu, zpoždění zážehu, tvorbě světelných, dýmových či akustických efektů apod.). Pyrotechnické složky jsou vždy hodnoceny pro specifickou roli.

## 6.2 Určení standardu

Schvalování způsobilosti v rozsahu definovaném tímto standardem se týká každé nové vojenské výbušniny, navrhované pro zavedení do výzbroje AČR, ať již určené k přímému použití nebo jako součást libovolného typu munice. Cílem standardu je zajistit, aby do výzbroje AČR byla zavedena pouze ta výbušnina, která má dostatečně prověřené charakteristiky určující její bezpečnost a vhodnost pro danou roli. Toto schvalování způsobilosti nenahrazuje další nutné zkoušky vyžadované pro zavedení výbušniny do výzbroje, jako je zařazení do tříd nebezpečí pro přepravu nebezpečného zboží a skladování nebo finální hodnocení muničního systému se zalaborovanou výbušninou.

## 6.3 Národní autorita pro vojenské výbušniny

**6.3.1** Národní autorita je ve smyslu znění tohoto standardu a STANAG 4170 odborné pracoviště, pověřené zajištěním procesu schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely a kontaktu s obdobnými organizacemi ostatních členských států NATO. V ČR takovéto pracoviště pověřuje Ministerstvo obrany ČR.

**6.3.2** Národní autoritou pro vojenské výbušniny je v rámci České republiky ustanoven Vojenský technický ústav, s.p., odštěpný závod VTÚVM Slavičín. Národní autorita je zastupována ředitelem VTÚVM Slavičín (dále jen VTÚVM). V rámci VTÚVM může být zřízena zkušebna národní autority pro vojenské výbušniny zajišťující experimentální zkoušení nových výbušnin v procesu schvalování způsobilosti dle tohoto standardu. Výběr zkoušek, hodnocení jejich výsledků a rozhodování o způsobilosti zkoušených výbušnin a jejich muniční aplikaci zajišťuje minimálně tříčlenná expertní komise národní autority složená ze specialistů v oboru výbušniny a munice z VTÚVM, Základny munice Týniště n. Orlicí, Generálního štábu AČR a Ministerstva obrany ČR. Archivaci dat, správu databází a ostatní administrativní a technické záležitosti spojené s činností národní autority zajišťují zaměstnanci VTÚVM pověřeni ředitelem VTÚVM

**6.3.3** Národní autorita plní následující funkce:

- Zahajuje proces schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely, provádí hodnocení žadatelem dodaných informací a stanovuje rozsah zkoušek.
- Provádí zkoušení nových výbušnin v rámci procesu schvalování způsobilosti a zpracovává příslušné protokoly o zkoušení.
- Hodnotí výsledky zkoušení nové výbušniny a rozhoduje o její způsobilosti pro určitou roli.
- Vystavuje certifikát o způsobilosti nové výbušniny pro vojenské účely.
- Rozhoduje o aplikaci způsobilé výbušniny v konkrétním muničním systému.
- Vytváří a spravuje databázi způsobilých výbušnin ve výzbroji Armády ČR.
- Spravuje archiv standardů NATO a ČOS týkajících se výbušnin.
- Koordinuje uplatňování tohoto ČOS v České republice.
- Přípravuje národní příspěvky do dokumentů NATO týkajících se výbušnin.
- Slouží jako kontaktní místo pro výměnu informací s národními autoritami jiných států NATO.
- Poskytuje údaje o schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely dle STANAG 4170 jiným státům NATO v případě jejich prodeje do těchto států nebo společného vývoje munice či zbraní.

## **6.4 Průběh procesu schvalování způsobilosti**

**6.4.1** Písemnou žádost o zahájení procesu schvalování způsobilosti předkládá národní autoritě vyvíjející organizace, výrobce nebo armádní složka mající zájem na zavedení nové výbušniny do výzbroje AČR. V případě dovozu výbušniny nebo munice ze zahraničí je dovozce povinen sdělit národní autoritě údaje o složení všech výbušnin v munici obsažených a uvést, zda byly pro danou roli schváleny dle STANAG 4170 v některých z členských států NATO. V kladném případě si národní autorita vyžádá informace o schvalování způsobilosti obsažených výbušnin od národní autority příslušného státu a po jejich zhodnocení vystaví příslušný certifikát o způsobilosti pro vojenské účely nebo rozhodne o nutnosti dalších

zkoušek. Pokud nejsou tyto informace od zahraniční národní autority k dispozici nebo jsou neúplné, je dovozce povinen podrobit všechny obsažené výbušniny v dovážené munici schvalování způsobilosti dle tohoto standardu nebo STANAG 4170 (v případě zadání tohoto úkolu národní autoritě jiného státu NATO). Vojenské výbušniny již zavedené do výzbroje AČR, mající dostatečně dlouhou historii bezpečného a uspokojivého použití, mohou být rozhodnutím národní autority považovány za způsobilé pro danou roli bez dalšího zkoušení za podmínky dodržení příslušné materiálové specifikace.

**6.4.2** Před vlastním zahájením procesu schvalování způsobilosti musí žadatel národní autoritě poskytnout materiálovou specifikaci (technické podmínky) navrhované výbušniny, která musí obsahovat informace dle požadavků v tabulce č. 1. Národní autorita k těmto údajům doplní informaci o výbušninách podobného složení zavedených ve výzbroji AČR a jejich muničních aplikacích.

**TABULKA 1 – Základní požadované informace o nové vojenské výbušnině**

Požadovaná informace	Příklad
Složení výbušniny	Chemické složení výbušniny (kvalitativní i kvantitativní), materiálové specifikace složek, technologie výroby, zdroje surovin
Navrhovaná role	Např. třaskavina, počínová trhavina, pyrotechnická slož
Aplikační forma výbušniny	Např. lisovaná, litá, šnekovaná
Chemické a fyzikální vlastnosti	Např. náložová a teoretická hustota, bod tání, pH, rozpustnost
Toxicita	Údaje o akutní a chronické toxicitě výbušniny a jejích výbuchových produktech pro člověka, vliv na životní prostředí
Likvidace	Návrh technologií delaborace a recyklace nebo ekologicky šetrné likvidace po skončení životnosti

**6.4.3** Žadatel musí před zahájením procesu schvalování způsobilosti rovněž poskytnout výsledky zkoušek vlastností nové vojenské výbušniny, získané ve fázi vývoje. Zvláště důležité jsou výsledky stabilitních, citlivostních a výkonnostních zkoušek, stejně jako údaje o vlivu stárnutí a ztížených klimatických podmínek na vlastnosti nové výbušniny, dle národních či interních metodik. Pokud nemá žadatel požadované výsledky zkoušek z fáze vývoje výbušniny k dispozici, může být proces zkoušení rozšířen národní autoritou i o tyto zkoušky. Žadatel je rovněž povinen prokázat, že navrhovaná výbušnina je vyrobitelná v provozním měřítku v reprodukovatelné kvalitě definované materiálovou specifikací. Získané předběžné informace jsou posouzeny národní autoritou. Národní autorita může zastavit proces schvalování způsobilosti, pokud je již z poskytnutých informací zřejmé, že navrhovaná nová vojenská výbušnina nespĺňuje obecné požadavky na bezpečnost a vhodnost pro použití v dané roli.

**6.4.4** V případě pozitivního závěru předběžného hodnocení připraví národní autorita seznam zkoušek pro schvalování způsobilosti nové vojenské výbušniny. Zkoušky uvedené v kapitole 6.5 tohoto standardu jsou považovány za povinné, mimo to může národní autorita dle povahy a role výbušniny určit další doplňkové zkoušky neuvedené v tomto standardu. Výsledky těchto doplňkových zkoušek přitom mohou

být převzaty z výsledků vývoje nové vojenské výbušniny, pokud budou považovány národní autoritou za relevantní.

**6.4.5** Národní autorita zajišťuje ve své zkušebně experimentální provedení zkoušek nové vojenské výbušniny, vystavuje protokol o jednotlivých zkouškách a ve své expertní komisi provádí následné hodnocení získaných výsledků. Pokud některá ze zkoušek nemůže být provedena ve zkušebně národní autority, zajistí národní autorita provedení zkoušky ve zkušebně jiné organizace, za účasti zástupce národní autority. Náklady na hodnotící proces a provedení zkoušek hradí žadatel dle ceníku národní autority. Množství a formu výbušniny, kterou žadatel poskytuje pro účely zkoušek, určuje národní autorita. Vzorky použité pro zkoušky musí být vyrobeny v souladu se schválenou materiálovou specifikací a technologií výroby.

**6.4.6** Výsledky provedených experimentálních zkoušek spolu s dalšími získanými informacemi jsou hodnoceny minimálně tříčlennou expertní komisí národní autority. Posuzování výsledků zkoušek schvalování způsobilosti nových vojenských výbušnin se ve většině případů neprovádí pomocí přesně definovaných kritérií vyhovuje/nevyhovuje, ale spíše na základě srovnání s výsledky referenční výbušniny, spolu s dalšími informacemi o zkoušené výbušnině. Po ukončení zkoušek a zhodnocení výsledků vydá národní autorita protokol o schvalování způsobilosti nové vojenské výbušniny. Protokol obsahuje složení výbušniny, názvy organizací zajišťujících vývoj a výrobu této výbušniny, identifikaci národní autority a organizací provádějících jednotlivé zkoušky, popis vlastností výbušniny, souhrn výsledků předběžných zkoušek z vývojové fáze, souhrn výsledků jednotlivých povinných zkoušek a jejich porovnání s výsledky referenční výbušniny, roli výbušniny. Závěrem protokolu je určení výsledku, kterým může být nová vojenská výbušnina:

- a) způsobilá pro vojenské účely v dané roli;
- b) nezpůsobilá pro vojenské účely v dané roli;
- c) způsobilá pro vojenské účely v dané roli s určitými technickými nebo aplikačními omezeními.

**6.4.7** V případě vyhovujících výsledků schvalování způsobilosti nové vojenské výbušniny vydá národní autorita pro tuto výbušninu certifikát o způsobilosti. Formulář certifikátu je uveden v kapitole 6.6 tohoto standardu. Certifikát o způsobilosti i protokol o schvalování způsobilosti nové vojenské výbušniny se vydávají ve dvou výtiscích, z nichž jeden obdrží žadatel a druhý archivuje národní autorita. Na žádost žadatele může národní autorita vystavit autorizovaný anglický překlad certifikátu a protokolů o zkoušení v souladu se STANAG 4170.

**6.4.8** Vystavený certifikát je vázán na konkrétní znění materiálové specifikace (technických podmínek) nové výbušniny. Výrobce nebo dovozce výbušniny s již schválenou způsobilostí je povinen oznámit národní autoritě jakékoliv změny její materiálové specifikace, zejména pokud jde o změny složení, výrobce, výrobní technologie, místa výroby, kvality nebo zdroje surovin či ztrátu výrobního know-how. Při změně materiálové specifikace pozbývá vystavený certifikát pro danou výbušninu platnost. Národní autorita může vydat po zhodnocení provedených změn materiálové specifikace nový certifikát o způsobilosti. Dle charakteru a rozsahu změn může národní autorita požadovat zopakování části nebo celého rozsahu zkoušek schvalování způsobilosti.

**6.4.9** Výsledky procesu schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely dle tohoto standardu jsou vlastnictvím žadatele. Národní autorita je po skončení procesu schvalování způsobilosti povinna začlenit základní informace o způsobilé výbušnině do spojenecké publikace AOP-26 „NATO Catalogue of Qualified Explosives“ a Katalogu výbušnin AČR. Překlad certifikátu o způsobilosti výbušniny pro vojenské účely a příslušných protokolů o zkoušení, ve formátu vyžadovaném STANAG 4170, je národní autorita oprávněna na vyžádání poskytnout národní autoritě jiného členského státu NATO v případě prodeje výbušnin či munice do tohoto státu nebo společného vývoje výbušnin a munice.

**6.4.10** Proces schvalování způsobilosti nové vojenské výbušniny musí být ukončen dříve, než je tato výbušnina nebo munice ji obsahující zavedena do výzbroje AČR.

## **6.5 Minimální rozsah zkoušek schvalování způsobilosti**

**6.5.1** Minimální rozsahy zkoušek schvalování způsobilosti nových vojenských výbušnin v jednotlivých rolích jsou uvedeny v tabulkách 2 až 7.

**TABULKA 2 – Minimální rozsah zkoušek pro třaskaviny**

<b>Metoda</b>	<b>Kapitola</b>	<b>Poznámka</b>
Stanovení termické stability pomocí DTA	7.1	
Stanovení termické stability pomocí DSC	7.2	
Stanovení termické stability pomocí TGA	7.3	
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA	7.7	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí DSC	7.8	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti azidů	7.10	Viz 6.5.2 – pouze v přítomnosti azidů
Stanovení teploty vzbuchu	7.11	
Stanovení citlivosti k nárazu	7.14	
Stanovení citlivosti ke tření	7.15	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – malá zkouška	7.16	
Stanovení vlivu stárnutí na vlastnosti třaskaviny		Viz 6.5.3

**TABULKA 3 – Minimální rozsah zkoušek pro počínové a hlavní trhavy**

<b>Metoda</b>	<b>Kapitola</b>	<b>Poznámka</b>
Stanovení termické stability pomocí DTA	7.1	
Stanovení termické stability pomocí DSC	7.2	
Stanovení termické stability pomocí TGA	7.3	
Stanovení chemické stability vakuovým stabilitním testem	7.4	
Stanovení chemické snášenlivosti vakuovým stabilitním testem	7.6	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA	7.7	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí DSC	7.8	Viz 6.5.2
Stanovení teploty vzbuchu	7.11	
Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu	7.12	
Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém	7.13	



Metoda	Kapitola	Poznámka
ohřevu		
Stanovení citlivosti k nárazu	7.14	
Stanovení citlivosti ke tření	7.15	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – malá zkouška	7.16	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – velká zkouška	7.17	
Stanovení citlivosti k rázové vlně	7.18	
Stanovení dolního mezního průměru	7.19	
Stanovení detonační rychlosti	7.20	Při předpokládané náložové hustotě
Zkouška namáhání v jednoosém tlaku	7.21	
Stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA	7.24	
Zkoušky stárnutí výbušnin s polymerními pojivy (PBXs)	7.28	Pouze pro trhavinu obsahující polymerní hmoty
Stanovení vlivu stárnutí na vlastnosti trhavin		Viz 6.5.3

**TABULKA 4 – Minimální rozsah zkoušek pro bezdýmné prachy**

Metoda	Kapitola	Poznámka
Stanovení termické stability pomocí DTA	7.1	
Stanovení termické stability pomocí DSC	7.2	
Stanovení termické stability pomocí TGA	7.3	
Stanovení chemické stability vakuovým stabilitním testem	7.4	
Předpověď životnosti na základě úbytku stabilizátoru	7.5	
Stanovení chemické snášenlivosti vakuovým stabilitním testem	7.6	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA	7.7	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí DSC	7.8	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti z úbytku stabilizátoru	7.9	Viz 6.5.2
Stanovení teploty vzbuchu	7.11	
Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu	7.12	
Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu	7.13	
Stanovení citlivosti k nárazu	7.14	
Stanovení citlivosti ke tření	7.15	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – malá zkouška	7.16	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – velká zkouška	7.17	
Stanovení citlivosti k rázové vlně	7.18	

Metoda	Kapitola	Poznámka
Stanovení dolního mezního průměru	7.19	
Zkouška namáhání v jednoosém tlaku	7.21	Proveditelnost závisí na tvaru zrna
Zkouška relaxace napětí v tahu	7.23	Proveditelnost závisí na tvaru zrna
Stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA	7.24	Proveditelnost závisí na tvaru zrna
Stanovení teploty skelného přechodu pomocí DMA	7.25	Proveditelnost závisí na tvaru zrna
Stanovení termické stability pomocí HFC	7.27	
Stanovení vlivu stárnutí na vlastnosti výbušniny		Viz 6.5.3

**TABULKA 5 – Minimální rozsah zkoušek pro tuhé pohonné hmoty**

Metoda	Kapitola	Poznámka
Stanovení termické stability pomocí DTA	7.1	
Stanovení termické stability pomocí DSC	7.2	
Stanovení termické stability pomocí TGA	7.3	
Stanovení chemické stability vakuovým stabilitním testem	7.4	
Předpověď životnosti na základě úbytku stabilizátoru	7.5	Pouze pro homogenní tuhé pohonné hmoty
Stanovení chemické snášenlivosti vakuovým stabilitním testem	7.6	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA	7.7	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí DSC	7.8	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti z úbytku stabilizátoru	7.9	Viz 6.5.2, pouze pro homogenní tuhé pohonné hmoty
Stanovení teploty vzbuchu	7.11	
Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu	7.12	
Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu	7.13	
Stanovení citlivosti k nárazu	7.14	
Stanovení citlivosti ke tření	7.15	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – malá zkouška	7.16	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – velká zkouška	7.17	
Stanovení citlivosti k rázové vlně	7.18	
Stanovení dolního mezního průměru	7.19	
Zkouška namáhání v jednoosém tlaku	7.21	
Zkouška namáhání v jednoosém tahu	7.22	

Metoda	Kapitola	Poznámka
Zkouška relaxace napětí v tahu	7.23	
Stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA	7.24	
Stanovení teploty skelného přechodu pomocí DMA	7.25	
Hodnocení stárnutí heterogenních TPH	7.26	Pouze pro heterogenní tuhé pohonné hmoty
Stanovení termické stability pomocí HFC	7.27	Pouze pro homogenní tuhé pohonné hmoty
Stanovení vlivu stárnutí na vlastnosti výbušniny		Viz 6.5.3

**TABULKA 6 – Minimální rozsah zkoušek pro kapalné pohonné hmoty**

Metoda	Kapitola	Poznámka
Stanovení termické stability pomocí DTA	7.1	
Stanovení termické stability pomocí DSC	7.2	
Stanovení termické stability pomocí TGA	7.3	
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA	7.7	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí DSC	7.8	Viz 6.5.2
Stanovení teploty vzbuchu	7.11	
Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu	7.12	
Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu	7.13	
Stanovení citlivosti k nárazu	7.14	
Stanovení citlivosti ke tření	7.15	
Stanovení citlivosti k rázové vlně	7.18	
Stanovení vlivu stárnutí na vlastnosti výbušniny		Viz 6.5.3

**TABULKA 7 – Minimální rozsah zkoušek pro pyrotechnické složky**

Metoda	Kapitola	Poznámka
Stanovení termické stability pomocí DTA	7.1	
Stanovení termické stability pomocí DSC	7.2	
Stanovení termické stability pomocí TGA	7.3	
Stanovení chemické stability vakuovým stabilitním testem	7.4	V případě obsahu organického pojiva
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA	7.7	Viz 6.5.2
Stanovení chemické snášenlivosti pomocí DSC	7.8	Viz 6.5.2
Stanovení teploty vzbuchu	7.11	
Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu	7.12	
Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu	7.13	

Metoda	Kapitola	Poznámka
Stanovení citlivosti k nárazu	7.14	
Stanovení citlivosti ke tření	7.15	
Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – malá zkouška	7.16	
Stanovení citlivosti k rázové vlně	7.18	Provedení zkoušky dle rozhodnutí národní autority
Stanovení dolního mezního průměru	7.19	Provedení zkoušky dle rozhodnutí národní autority
Zkouška namáhání v jednoosém tlaku	7.21	Provedení zkoušky dle rozhodnutí národní autority
Stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA	7.24	Provedení zkoušky dle rozhodnutí národní autority
Stanovení teploty skelného přechodu pomocí DMA	7.25	Provedení zkoušky dle rozhodnutí národní autority
Stanovení vlivu stárnutí na vlastnosti výbušniny		Viz 6.5.3

**6.5.2** Chemická snášenlivost výbušniny se zkouší se všemi materiály, s nimiž nová výbušnina přijde do styku v municí nebo při dlouhodobém skladování. Materiál, jehož snášenlivost s výbušninou se zkouší, musí vyhovovat požadavkům příslušných materiálových specifikací a být podroben kontrole kvality. V opačném případě je nutno testovat každou výrobní sérii příslušného materiálu. U výbušnin, které se svým složením liší pouze minimálně, může být platnost zkoušení snášenlivosti jednoho typu výbušniny rozšířena na celou skupinu. Pro stanovení chemické snášenlivosti výbušniny se z uvedeného výčtu volí dvě metody. Pokud alespoň jedna ze dvou metod prokáže nesnášenlivost mezi testovanou výbušninou a materiálem, není možno daný materiál použít v přímém styku nebo v blízkosti výbušniny.

**6.5.2.1** V případě nejednoznačného výsledku obou vybraných metod stanovení chemické snášenlivosti mohou být použity i další uvedené metody, stejně jako metody neobsažené v tomto standardu, u nichž je však zřejmé, že jsou schopny detekovat nesnášenlivost mezi testovanou výbušninou a materiálem ve stavu minimálně odpovídajícímu výrobcem garantované životnosti výbušniny.

**POZNÁMKA 1** Pro výbušniny s obsahem polymerů (homogenní a heterogenní tuhé pohonné hmoty, plastické trhavinu aj.) může být například vhodnou zkouškou snášenlivosti sledování změny mechanických vlastností (pevnost v tahu a tlaku, tvrdost, plasticita aj.) samotné výbušniny a výbušniny v přímém styku s testovaným materiálem po umělém stárnutí za zvýšených teplot. U pyrotechnických složí, může být podobně použito chemické stanovení změny obsahu degradačních produktů nebo funkční zkouška.

**6.5.3** Stanovení vlivu stárnutí na vlastnosti nové vojenské výbušniny se provádí po umělém stárnutí výbušniny po dobu několika měsíců za zvýšených teplot (50 °C až 70 °C) u balení co nejvíce odpovídajícího muniční aplikaci s následným sledováním změny důležitých charakteristik výbušniny (stabilita, citlivost k vnějším podnětům, mechanické vlastnosti, výkonnostní parametry). U vybraných typů výbušnin může být umělé stárnutí rovněž provedeno namáháním teplotními cykly, zvýšenou vlhkostí nebo kombinací těchto podmínek. Volbu metodiky umělého

stárnutí a následného zkoušení provádí národní autorita pro každý jednotlivý případ zvlášť na základě chemického složení a role nové vojenské výbušniny takovým způsobem, aby bylo možno charakterizovat vlastnosti výbušniny ve stavu odpovídajícímu stáří minimálně na konci výrobcem garantované životnosti výbušniny.

**6.5.4** Metody a postupy provedení a vyhodnocení jednotlivých povinných zkoušek jsou uvedeny v kapitole 6 a jejích podkapitolách. Tyto metody a postupy jsou považovány za standardní, odpovídající příslušným standardizačním dohodám NATO (STANAG), pokud není uvedeno jinak. V odůvodněných případech může národní autorita upravit požadavky na provedení určité zkoušky, odchylka od standardního postupu však musí být zaznamenána do protokolu o zkoušce.

**6.6 Formulář certifikátu o způsobilosti výbušniny pro vojenské účely**

<b>CERTIFIKÁT O ZPŮSOBILOSTI VÝBUŠNINY PRO VOJENSKÉ ÚČELY DLE ČOS 137601</b>	
Název výbušniny:	Země původu:
Materiálová specifikace:	Výrobce:
Chemické složení:	Určení výbušniny:
Jedná se o:	Omezení pro použití:
a) Zcela novou výbušninu (ano/ne)	Odkaz na protokoly s výsledky a hodnocením:
b) Upravenou výbušninu (ano/ne) - název původní výbušniny:	Národní autorita:
c) Zavedenou výbušninu (ano/ne)	Razítko, podpis:
	Datum:

## 7 Metody zkoušení výbušnin v procesu schvalování způsobilosti

### Varování:

Tento standard popisuje postupy zkoušení látek, které mohou být zdraví nebezpečné, pokud nejsou přijata příslušná bezpečnostní opatření. Standard se zabývá pouze technickou vhodností jednotlivých postupů a nezprošťuje uživatele povinností týkajících se ochrany zdraví a bezpečnosti práce při manipulaci s výbušninami a jinými nebezpečnými látkami.

### 7.1 Stanovení termické stability pomocí DTA

#### 7.1.1 Princip

**7.1.1.1** Diferenční termická analýza (DTA) je termoanalytická metoda zaznamenávající rozdíl teplot (či termoelektrického napětí) mezi měřenou látkou a termicky inertní referenční látkou zahříváných za stejných podmínek programovanou rychlostí vzrůstu teploty. Teplota obou látek je obvykle měřena termočládky, jejichž výstupní signál je přenášen do počítače nebo zapisovače a vyjadřován v podobě grafické závislosti (termogramu) rozdílu teplot mezi měřenou a referenční látkou na teplotě referenční látky. Rovnoměrný ohřev vzorků je obvykle zajišťován pískou řízenou regulátorem teploty.

**7.1.1.2** Pokud v měřené látce nedochází k žádným endotermickým či exotermickým dějům, je rozdíl mezi teplotou vzorku a referenční látky nulový. Při endotermických dějích (tání, var, polymorfní přechody aj.) látka pohlcuje z okolí teplo a dochází tedy ke vzniku rozdílu teplot mezi měřenou a referenční látkou. Podobně při exotermických dějích (např. termický rozklad výbušniny) látka uvolňuje teplo do okolí a opět dochází ke vzniku rozdílu teplot, ovšem s opačnou polaritou. Tyto změny vedou k odklonu zaznamenávané křivky od nulové linie a vzniku píků na křivce – termogramu.

**7.1.1.3** Termická stabilita vzorku výbušniny se obvykle hodnotí z teplot odpovídajících počátku, onsetu a maximu píku exotermického rozkladu vzorku. Kromě charakteristik exotermického rozkladu se z křivky DTA hodnotí i poloha tání a ostatních dějů, které by mohly ovlivnit aplikační vlastnosti výbušniny.

**7.1.1.4** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení termické stability výbušnin pomocí DTA, jsou v souladu s požadavky STANAG 4515.

#### 7.1.2 Zkušební zařízení

**7.1.2.1** Přístroj pro DTA musí být schopen dosáhnout stabilní rychlosti zahřívání (až  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ) a s dostatečnou přesností a citlivostí automaticky zaznamenávat teploty vzorku a referenční látky.

**7.1.2.2** Misky pro vzorky (vzorkovnice) musí být vyrobeny z materiálu inertního v podmínkách zkoušky. Musí být dostatečně velké (až 30 mg vzorku) a dostatečně robustní pro vydržení mechanických sil a vysokých teplot při termickém rozkladu vzorků. Při některých stanoveních (např. autokatalytických dějů) může být miska se vzorkem přikryta volně těsnícím nebo propíchnutým víčkem.

**POZNÁMKA 2** Vhodným typem misek jsou misky keramické (z oxidu hlinitého) či platinové, přičemž keramické misky jsou obvykle preferovány pro snadné čištění v muflové peci nebo varem v koncentrovaných kyselinách.

**7.1.2.3** Jako referenční látka se používá oxid hlinitý, vyžíhaný při teplotě 1000 °C po dobu 1 hodiny.

**7.1.2.4** Přístroj pro DTA musí být připojen k přívodu proplachovacího plynu s průtokoměrem. Měření se obvykle provádí v atmosféře inertního plynu, zejména z důvodu ochrany měřicího prostoru proti korozivním produktům a odstranění vzduchu působícího oxidačně. Měření látek (např. některých typů pyrotechnických složí) vyžadujících přítomnost vzduchu k proběhnutí požadované reakce může probíhat i v atmosféře vzduchu.

**7.1.2.5** Navažování vzorků se provádí na analytických vahách s přesností navážení 0,1 mg.

**7.1.2.6** V blízkosti přístroje je vhodné umístit zařízení pro odtah plyných škodlivin vznikajících při rozkladných reakcích výbušnin.

### **7.1.3 Provedení zkoušky**

**7.1.3.1** Z hlediska bezpečnosti obsluhy i přístrojového vybavení je nutno měření provádět s minimálními navážkami. Ze stejných důvodů musí být rychlosti zahřívání vybrány tak, aby nemohlo dojít k prudkému výbuchu vzorku za poškození přístroje a možného ohrožení obsluhy.

**POZNÁMKA 3** Pro analýzu trhavin, bezdýmných prachů, tuhých pohonných hmot a kapalných pohonných hmot se doporučuje použít navážka maximálně 5 mg a rychlost zahřívání maximálně 10 °C · min<sup>-1</sup>. Pro analýzu pyrotechnických složí se doporučuje maximální navážka 10 mg při maximální rychlosti 10 °C · min<sup>-1</sup> nebo 20 mg při 5 °C · min<sup>-1</sup>. Pro analýzu neznámé třaskaviny se doporučuje maximální navážka 1 mg a rychlost zahřívání maximálně 10 °C · min<sup>-1</sup>. U dostatečně charakterizovaných třaskavin by navážka neměla překročit 2 mg při rychlosti zahřívání 5 °C · min<sup>-1</sup>.

**7.1.3.2** Příprava vzorku k analýze může ovlivnit výsledek zkoušky, a proto je nutno důkladně zvážit způsob přípravy a uvést jej do protokolu o zkoušce. Heterogenní látky je nezbytné před analýzou dobře promísit a vzít z nich reprezentativní vzorek. Příprava vzorku k analýze musí být prováděna nejiskřivými nástroji. Vzorek musí být zpracován tak, aby bylo dosaženo dobrého tepelného kontaktu mezi vzorkem a miskou. Každý vzorek se měří dvakrát, avšak pro dosažení reprodukovatelných výsledků může být v některých případech nutné provést více měření.

**7.1.3.3** Kalibrace přístroje se provádí postupem doporučeným výrobcem přístroje pro DTA. Teplotní kalibrace musí být provedena s použitím minimálně dvou standardních kalibračních látek, jejichž body tání se blíží limitům používaného teplotního rozsahu přístroje. Mezi vhodné standardní kalibrační látky pro DTA patří např. bifenyl (bod tání 69,3 °C), indium (156,6 °C), zinek (419,5 °C), hliník (660,2 °C) nebo stříbro (960,8 °C). Teploty onsetu děje tání kalibračních látek zjištěné pomocí DTA se upravují dle uvedených bodů tání. Kalibrace se provádí s použitím stejného typu misek pro vzorky, rychlosti zahřívání, typu a průtoku proplachovacího plynu jako pro skutečná měření. Odchylna v kalibračním stanovení bodů tání před a po skončení měření nesmí překročit ±1 °C.

**7.1.3.4** Při vlastní zkoušce se zvolené množství reprezentativního podílu vzorku naváží do vyvážené misky, zaznamená se hmotnost vzorku a miska se vzorkem se spolu s miskou s referenční látkou vloží do přístroje. Zapne se přívod



proplachovacího plynu a nastaví zvolený průtok. Spustí se zahřívání vzorku zvolenou rychlostí ve zvoleném teplotním rozsahu a zaznamenává se příslušný termogram.

**7.1.3.5** Po skončení zkoušky a ochlazení píčky na okolní teplotu se měření ještě jednou zopakuje s dalším reprezentativním podílem vzorku.

#### **7.1.4 Zpracování výsledků**

**7.1.4.1** Ze získaného termogramu se odečtou teploty odpovídající počátku ( $T_i$  – první odklon od nulové linie), onsetu ( $T_e$  – průsečík dvou tangent, jedné z oblasti před započítím děje, druhé z bodu nejstrmější části děje – u dějů tání čistých krystalických látek odpovídá bodu tání –  $T_m$ ), maximum píku ( $T_p$  – maximum nebo minimum děje) a konci ( $T_f$  – stabilní návrat křivky na nulovou linii) jednotlivých termických dějů a provede se identifikace jejich charakteru. Stanovit lze i teplotu skelného přechodu polymerů ( $T_g$  – průsečík tangent nulové linie a nejstrmější části děje), případně teplo tání ( $\Delta H_f$  – odpovídá ploše pod píkem tání, za konstantního tlaku je shodné se skupenským teplem tání  $\Delta H_m$  – u DTA se obvykle nestanovuje pro malou přesnost měření). Pro stanovení termické stability vzorku jsou zvláště důležité teploty počátku, onsetu a píku exotermického rozkladu vzorku. Jednotlivé údaje se do protokolu zaznamenávají v podobě aritmetického průměru ze dvou provedených měření.

**7.1.4.2** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.1 STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ DTA</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Typ přístroje: Teplotní rozsah: Rychlost ohřevu: Miska pro vzorky (vzorkovnice): (materiál, uzavřená-propíchnutá- otevřená) Proplachovací plyn: Průtok plynu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Označení vzorku: Zdroj/výrobce vzorku: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Forma vzorku: Navážka vzorku: Velikost částic:	<b>ZPŮSOB PŘÍPRAVY VZORKU</b>
	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.1  
STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ DTA**

Číslo protokolu:

Strana ze

**SOUHRN VÝSLEDKŮ**

**TEPLOTA (°C)**

**POZOROVANÉ DĚJE**

Zkratky:  $T_g$  = Teplota skelného přechodu       $T_p$  = Teplota maxima píku  
 $T_i$  = Počáteční teplota                       $T_e$  = Teplota onsetu rozkladu  
 $T_m$  = Teplota tání                               $T_f$  = Konečná teplota  
 $H_f$  = Teplo tání

**TEPLOTNÍ KŘIVKA**

**POZNÁMKY**

## 7.2 Stanovení termické stability pomocí DSC

### 7.2.1 Princip

**7.2.1.1** Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) je termoanalytická metoda, měřící tepelný tok uvolňovaný nebo přijímaný vzorkem při termických dějích, které v něm probíhají při zahřívání programovanou rychlostí vzrůstu teploty. Měření tepelného toku může být zajištěno kompenzační metodou, při níž je teplo vyměňované vzorkem s okolím vyrovnáváno změnou příkonu topného tělíska pod miskou se vzorkem. Tepelný tok může být stanoven i matematicky s použitím aparatury podobné přístroji pro DTA, ovšem s přesnou znalostí kalorimetrických parametrů přístroje. Signál odpovídající tepelnému toku vyměňovaného vzorkem s okolím je spolu s teplotou referenční látky přenášen do počítače nebo zapisovače a vyjadřován v podobě grafické závislosti tepelného toku vyměňovaného vzorkem s okolím na teplotě referenční látky. Rovnoměrný ohřev vzorků je obvykle zajišťován píčkou řízenou regulátorem teploty.

**7.2.1.2** Pokud ve vzorku nedochází k žádným endotermickým či exotermickým dějům, je rozdíl mezi tepelnými toky vzorku a referenční látky nulový. Při endotermických dějích (tání, var, polymorfní přechody aj.) látka pohlcuje z okolí teplo a dochází tedy ke vzniku rozdílu tepelných toků mezi vzorkem a referenční látkou. Podobně při exotermických dějích (např. termický rozklad výbušniny) vzorek uvolňuje teplo do okolí a opět dochází ke vzniku rozdílu tepelných toků, ovšem s opačnou polaritou. Tyto změny vedou k odklonu zaznamenávané křivky od nulové linie a vzniku píků na teplotní křivce.

**7.2.1.3** Termická stabilita vzorku výbušniny se obvykle hodnotí z teplot odpovídajících počátku, onsetu a maximu píku exotermického rozkladu vzorku. Kromě charakteristik exotermického rozkladu se z termogramu DSC hodnotí i poloha tání a ostatních dějů, které by mohly ovlivnit aplikační vlastnosti výbušniny. Na rozdíl od DTA odpovídá u DSC plocha pod píkem skutečné hodnotě tepla vyměňovaného vzorkem s okolím (např. tepla tání).

**7.2.1.4** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení termické stability výbušnin pomocí DSC, jsou v souladu s požadavky STANAG 4515.

### 7.2.2 Zkušební zařízení

**7.2.2.1** Přístroj pro DSC musí být schopen dosáhnout požadované rychlosti zahřívání (až  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ), automaticky a s dostatečnou přesností a citlivostí zaznamenávat rozdíl tepelného toku mezi vzorkem a referenční látkou a mít teplotní mez minimálně  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**7.2.2.2** Misky pro vzorky musí být vyrobeny z materiálu inertního v podmínkách zkoušky a majícího vysokou tepelnou vodivost.

POZNÁMKA 4 Vhodným materiálem jsou hliník, zlato nebo platina. Hliník je pro svou nízkou cenu nejčastěji používaným materiálem.

**7.2.2.3** Referenční látka, pokud je použita, musí být termicky inertní v teplotním rozsahu zkoušky.

POZNÁMKA 5 Pro většinu aplikací je vhodný oxid hlinitý. Obecně je však možno použít jako referenční látku i prázdnou misku.

**7.2.2.4** Přístroj pro DSC musí být připojen k přívodu proplachovacího plynu s průtokoměrem. Měření se obvykle provádí v atmosféře inertního plynu, zejména z důvodu ochrany měřicího prostoru před korozivními produkty a odstranění vzduchu působícího oxidačně. Měření látek (např. některých typů pyrotechnických složí) vyžadujících přítomnost vzduchu k proběhnutí požadované reakce může probíhat i ve vzdušné atmosféře.

**7.2.2.5** Navažování vzorků se provádí na vahách s přesností navážení 0,01 mg.

**7.2.2.6** Potřebným příslušenstvím pro DSC je i lis pro uzavírání misek se vzorky.

**7.2.2.7** V blízkosti přístroje je vhodné umístit zařízení pro odtah plyných škodlivin, vznikajících při rozkladných reakcích výbušnin.

### **7.2.3 Provedení zkoušky**

**7.2.3.1** Bezpečností požadavky pro měření DSC jsou shodné s měřením DTA – viz čl. 7.1.3.1.

**7.2.3.2** Příprava vzorku k analýze je u DSC shodná s DTA – viz čl. 7.1.3.2.

**7.2.3.3** Kalibrace přístroje se provádí měřením tepel tání a bodů tání standardních kalibračních látek. Mezi vhodné standardní kalibrační látky pro DSC patří bifenyl (bod tání 69,3 °C, teplo tání 120,41 J · g<sup>-1</sup>), indium (156,6 °C, 28,46 J · g<sup>-1</sup>), olovo (327,5 °C, 23,1 J · g<sup>-1</sup>) nebo zinek (419,5 °C, 111,18 J · g<sup>-1</sup>). Teploty onsetu děje tání standardních kalibračních látek, zjištěné pomocí DSC, se upravují dle uvedených bodů tání. Podobně se korelují zjištěné plochy pod píky tání s uvedenými teplotami tání standardních kalibračních látek. Kalibrace se provádí postupem doporučeným výrobcem přístroje s použitím stejného typu misek pro vzorky, rychlosti zahřívání, typu a průtoku proplachovacího plynu jako pro skutečná měření. Odchyłka v kalibračním stanovení nesmí u bodu tání překročit ±0,5 °C, u tepla tání ±2 %.

**7.2.3.4** Při vlastní zkoušce se zvolené množství reprezentativního podílu vzorku naváží do vyvážené misky s víčkem. S použitím lisu se víčko zalisuje do misky. Miska se spolu s případnými odřezky znovu převáží a zaznamená se navážka vzorku. Pro látky zvláště citlivé k oxidaci vzdušným kyslíkem může být nezbytné provádět hermetické uzavření misky v inertní atmosféře. Pro většinu měření se doporučuje použití standardních misek a víček, které obvykle nevydrží větší vnitřní tlak než 0,2 MPa a umožňují tedy uvolnění vznikajících plynů bez rizika prudké exploze. Alternativně může být víčko propíchnuto jehlou, což však může způsobit deformaci misky a její špatný kontakt se senzorem.

**7.2.3.5** Misky se vzorkem a referenční látkou se vloží do přístroje, zapne se přívod proplachovacího plynu a nastaví průtok na hodnotě doporučené výrobcem přístroje. Spustí se zahřívání vzorku zvolenou rychlostí ve zvoleném teplotním rozsahu a zaznamenává se příslušná teplotní křivka.

**7.2.3.6** Po skončení zkoušky a ochlazení píčky na okolní teplotu se měření ještě jednou zopakuje s dalším reprezentativním podílem vzorku.

### **7.2.4 Zpracování výsledků**

**7.2.4.1** Ze získaného termogramu se odečtou teploty odpovídající počátku ( $T_i$  – první odklon od nulové linie), onsetu ( $T_e$  – průsečík dvou tangent, jedné z oblastí před začátkem děje, druhé z bodu nejstrmější části děje – u dějů tání čistých krystalických látek odpovídá bodu tání –  $T_m$ ), maximum píky ( $T_p$  – maximum nebo minimum děje)

a konci ( $T_f$  – stabilní návrat křivky na nulovou linii) jednotlivých termických dějů a provede se identifikace jejich charakteru. Stanovit lze i teplotu skelného přechodu polymerů ( $T_g$  – průsečík tangent nulové linie a nejstrmější části děje) a teplo tání ( $\Delta H_f$  – odpovídá ploše pod píkem tání, za konstantního tlaku je shodné se skupenským teplem tání  $\Delta H_m$ ). Pro stanovení termické stability vzorku jsou zvláště důležité teploty počátku, onsetu a píku exotermického rozkladu vzorku. Jednotlivé údaje se do protokolu zaznamenávají v podobě aritmetického průměru ze dvou provedených měření.

**7.2.4.2** DSC může být rovněž využita pro stanovení čistoty látek na základě určení bodu tání, ke kvantitativní analýze směsí na základě stanovení tepel tání, pro stanovení specifické tepelné kapacity látek či sledování kinetických parametrů rozkladných reakcí výbušnin.

**7.2.4.3** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.2 STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ DSC</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
Zkušebna:	Typ přístroje:
Datum vydání protokolu:	Teplotní rozsah:
Zkušební postup:	Rychlost ohřevu:
Datum provedení zkoušky:	Miska pro vzorky (vzorkovnice): (materiál, uzavřená-propíchnutá- otevřená)
Zodpovědná osoba:	Proplachovací plyn:
	Průtok plynu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	<b>ZPŮSOB PŘÍPRAVY VZORKU</b>
Označení vzorku:	
Zdroj/výrobce vzorku:	
Číslo šarže, série nebo dodávky:	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>
Datum výroby nebo obdržení:	
Forma vzorku:	
Navážka vzorku:	
Velikost částic:	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.2  
STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ DSC**

Číslo protokolu:

Strana ze

**SOUHRN VÝSLEDKŮ**

<b>TEPLOTA (°C)</b>	<b>POZOROVANÉ DĚJE</b>
	Zkratky: $T_g$ = Teplota skelného přechodu $T_p$ = Teplota maxima píku $T_i$ = Počáteční teplota $T_e$ = Teplota onsetu rozkladu $T_m$ = Teplota tání $T_f$ = Konečná teplota $H_f$ = Teplo tání

**TEPLOTNÍ KŘIVKA**

**POZNÁMKY**



## 7.3 Stanovení termické stability pomocí TGA

### 7.3.1 Princip

**7.3.1.1** Termogravimetrická analýza (TGA) je termoanalytická metoda měřící změny hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě nebo na čase. Miska se vzorkem se umísťuje na mikrováhy a pomocí píčky se zahřívá programovanou rychlostí vzrůstu teploty nebo se udržuje na konstantní teplotě. Kontinuálně se zaznamenávají hodnoty hmotnosti a teploty vzorku a do termogramu se vyjadřuje závislost změny hmotnosti vzorku (v podobě absolutní hodnoty či v procentuálním vyjádření) na teplotě či čase. Pro přesnější vyhodnocení naměřeného termogramu se využívá derivace původní křivky.

**7.3.1.2** Termická stabilita vzorku výbušniny se obvykle hodnotí z teplot odpovídajících počátku, onsetu, maximu a konci derivace křivky závislosti úbytku hmotnosti na teplotě v oblasti exotermického rozkladu vzorku.

**7.3.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení termické stability výbušnin pomocí TGA, jsou v souladu s požadavky STANAG 4515.

### 7.3.2 Zkušební zařízení

**7.3.2.1** Přístroj pro TGA musí být schopen dosáhnout požadované rychlosti zahřívání (až  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ), mít citlivost termovah minimálně 0,01 mg, automaticky zaznamenávat změny hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě či čase a mít dostatečnou horní teplotní mez.

**7.3.2.2** Misky pro vzorky musí být vyrobeny z materiálu inertního v podmínkách zkoušky.

**POZNÁMKA 6** Vhodnými materiály jsou keramika (oxid hlinitý), platina a hliník. Keramika je pro tento účel preferována, neboť misky z ní vyrobené se snadno čistí v muflové peci nebo varem v koncentrovaných kyselinách. Použití hliníku omezuje horní teplotní mez na  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**7.3.2.3** Přístroj pro TGA musí být připojen k přívodu proplachovacího plynu s průtokoměrem. Měření se obvykle provádí v atmosféře inertního plynu, zejména z důvodu ochrany měřicího prostoru před korozivními produkty a odstranění vzduchu působícího oxidačně. Měření látek (např. některých typů pyrotechnických složí) vyžadujících přítomnost vzduchu k proběhnutí požadované reakce může probíhat i v atmosféře vzduchu.

**7.3.2.4** V blízkosti přístroje je vhodné umístit zařízení pro odtah plyných škodlivin vznikajících při rozkladných reakcích výbušnin.

### 7.3.3 Provedení zkoušky

**7.3.3.1** Bezpečností požadavky pro měření TGA jsou shodné s měřením DTA – viz čl. 7.1.3.1. Oproti DTA se u TGA nedoporučuje provádět prvotní měření neznámých třaskavin.

**7.3.3.2** Příprava vzorku k analýze je u TGA shodná s DTA – viz čl. 7.1.3.2.

**7.3.3.3** Kalibrace mikrovah přístroje se provádí postupem doporučeným výrobcem. Teplotní kalibrace může být provedena stanovením bodu tání nebo Curieho bodu standardních kalibračních látek. Stanovení bodu tání se provádí s pomocí krátkých tavných drátků z čistého kovu, spojených s miskou vah a nesoucích malé závaží.

Při roztavení drátků dojde ke skokové změně načítané hmotnosti závaží. Vhodnými materiály drátku jsou indium (bod tání 156,6 °C), cín (232,0 °C), zinek (419,5 °C) nebo hliník (660,2 °C). Kalibrace pomocí Curieho bodu je založena na změně feromagnetických vlastností kalibračních látek při určité teplotě. Tato změna je převáděna na signál TGA s použitím vnějšího permanentního magnetu. Vhodnou kalibrační látkou pro tento účel je nikl (Curieho bod 357,0 °C) nebo trafoperm (kalibrační standard firmy Mettler Toledo: 745,6 °C). V případě přímého spojení TGA s přístroji pro DTA nebo DSC se teplotní kalibrace provádí stejnými postupy jako pro samotné DTA či DSC – viz 7.1.3.3 nebo **7.2.3.3**. Kalibrace se provádí postupem doporučeným výrobcem přístroje. Odchylka v kalibračním stanovení nesmí u kalibračních teplot překročit  $\pm 5$  °C.

**7.3.3.4** Při vlastní zkoušce se spustí proplachování měřicího prostoru plynem o zvoleném průtoku. Po ustálení průtoku se mikrováhy vytárují, do misky se vloží vzorek, zaznamená se příslušná navážka vzorku a spustí se zahřívání zvolenou rychlostí vzrůstu teploty ve zvoleném teplotním rozsahu. Současně se zaznamenává závislost změny hmotnosti vzorku na teplotě.

**7.3.3.5** Po skončení zkoušky a ochlazení pípky na okolní teplotu se měření ještě jednou zopakuje s dalším reprezentativním podílem vzorku.

### **7.3.4 Zpracování výsledků**

**7.3.4.1** Ze získaného termogramu se odečte procentuální změna hmotnosti vzorku odpovídající jednotlivým dějům spolu s identifikací charakteru těchto dějů (např. ztráta těkavých složek, rozklad aj.). Zaznamenává se rovněž derivační křivka, z níž se vyhodnocují teploty odpovídající počátku ( $T_i$  – první odklon od nulové linie), onsetu ( $T_e$  – průsečík dvou tangent, jedné z oblastí před započítáním děje, druhé z bodu nejstrmější části děje), maxima píku ( $T_p$  – maximum nebo minimum děje) a konce ( $T_f$  – stabilní návrat křivky na nulovou linii) jednotlivých termických dějů. Jednotlivé údaje se do protokolu zaznamenávají v podobě aritmetického průměru ze dvou provedených měření.

**7.3.4.2** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.3 STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ TGA</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
Zkušebna:	Typ přístroje:
Datum vydání protokolu:	Teplotní rozsah:
Zkušební postup:	Rychlost ohřevu:
Datum provedení zkoušky:	Miska pro vzorky (vzorkovnice): (materiál, uzavřená-propíchnutá- otevřená)
Zodpovědná osoba:	Proplachovací plyn:
	Průtok plynu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	<b>ZPŮSOB PŘÍPRAVY VZORKU</b>
Označení vzorku:	
Zdroj/výrobce vzorku:	
Číslo šarže, série nebo dodávky:	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>
Datum výroby nebo obdržení:	
Forma vzorku:	
Navážka vzorku:	
Velikost částic:	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.3  
STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ TGA**

Číslo protokolu:

Strana ze

**SOUHRN VÝSLEDKŮ**

**TEPLOTA (°C)**

**POZOROVANÉ DĚJE**

Zkratky:  $T_i$  = Počáteční teplota  
 $T_e$  = Teplota onsetu rozkladu  
 $T_p$  = Teplota maxima píku  
 $T_f$  = Konečná teplota

**TEPLOTNÍ KŘIVKA**

**POZNÁMKY**

**7.4 Stanovení chemické stability vakuovým stabilním testem**

**7.4.1 Princip**

**7.4.1.1** Vakuový stabilitní test je zkouška chemické stability výbušnin založená na měření objemu plynů uvolněných po určité době při zahřívání vzorku výbušniny za konstantní teploty a počátečního vakua.

**7.4.1.2** Navážka vzorku, teplota a doba trvání zkoušky, stejně jako kritéria pro hodnocení výsledku, mohou být stanoveny materiálovou specifikací zkoušené výbušniny. Standardně aplikované podmínky zkoušky jsou:

- a) doba zkoušky – 40 hodin.
- b) teplota temperace – trhaviny a třaskaviny 100 °C nebo 120 °C;  
– jednosložkové bezdýmné prachy 100 °C;  
– heterogenní tuhé pohonné hmoty 100 °C;  
– pyrotechnické slože 100 °C;  
– dvousložkové a trojsložkové hnací hmoty 90 °C;  
– výbušniny s polymerními pojivy (PBXs) 100 °C.
- c) standardní navážka – výbušniny  $5,00 \pm 0,01$  g  
– třaskaviny nebo podobně citlivé výbušniny 0,20 až 0,50 g.

**7.4.1.3** Každý vzorek musí být měřen minimálně dvakrát. Zkouška není vhodná pro výbušniny s vysokou tenzí par. Omezenou vypovídací schopnost má zkouška rovněž pro hnací hmoty na bázi nitrocelulózy a pyrotechnické slože.

**7.4.1.4** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení chemické stability výbušnin vakuovým stabilitním testem, jsou v souladu s požadavky STANAG 4556.

## **7.4.2 Zkušební zařízení**

**7.4.2.1** Temperační blok pro provedení zkoušky je vyroben z hliníku se svislými otvory o průměru 19,5 mm a délce 145 mm. Blok je elektricky vyhříván odporovým topením na teplotu 90 °C až 120 °C a regulován na požadované teplotě s přesností  $\pm 0,2$  °C. Regulace temperačního bloku musí obsahovat teplotní pojistku vypínající vyhřívání bloku v případě, že teplota v bloku překročí nastavenou pracovní teplotu o více než 5 °C. Teplota v temperačním bloku je měřena kalibrovaným teploměrem, s dělením minimálně 0,2 °C, usazeným v pískem naplněné zkumavce v jednom z otvorů v bloku.

**7.4.2.2** Temperační aparát pro zkoušku se skládá ze zkumavky, s tloušťkou stěny 2 mm a vnějším průměrem 18 mm, a snímače tlaku. Upevnění snímače tlaku ke zkumavce může být provedeno dvěma způsoby. Buď s využitím ocelového nástavce kovové spojky, která je přivařena přímo ke snímači tlaku, v ocelovém nástavci je otvor umožňující odsátí zkumavky – metoda A (viz obrázek 1), nebo pomocí skleněného nástavce s o-kroužky, zábrusem pro nasunutí nástavce snímače tlaku a ventilem s teflonovou kuželkou pro uzavírání zkumavky při odsávání – metoda B (viz obrázek 2). V obou případech musí mít celá sestava temperačního aparátu volný vnitřní objem  $(25 \pm 2)$  cm<sup>3</sup>.

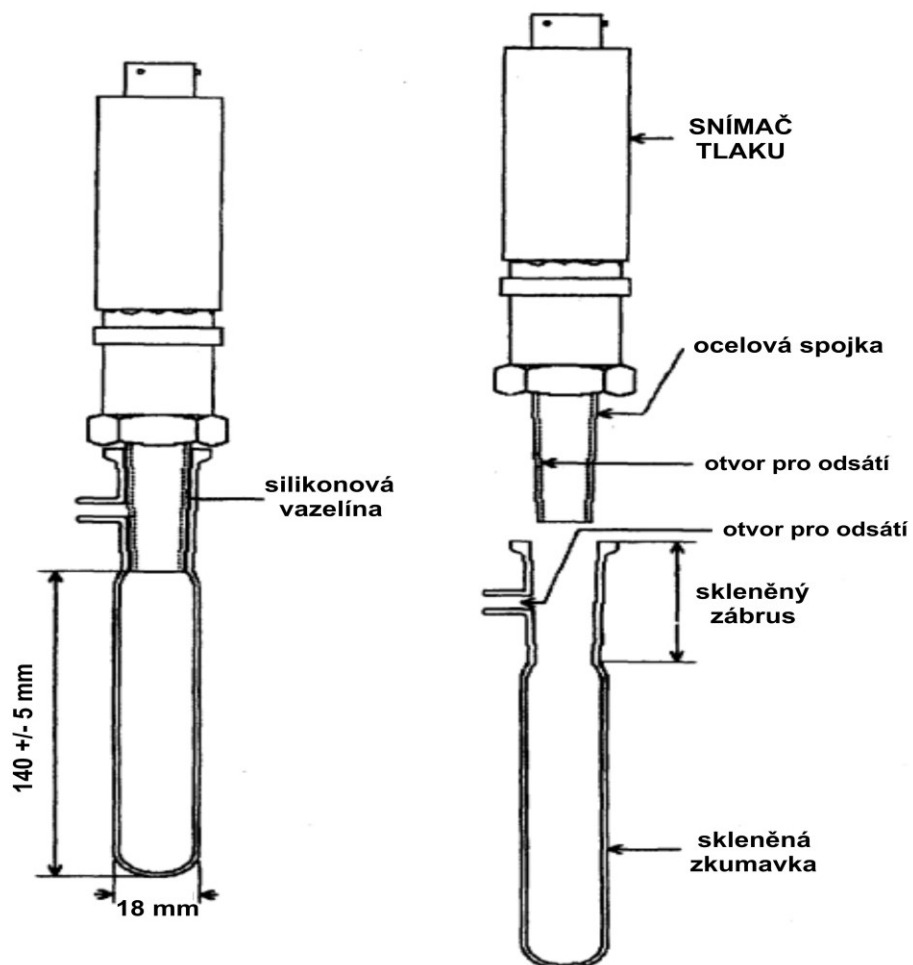
**7.4.2.3** Vývoj plynů ve zkumavkách se vzorkem je monitorován tlakovými čidly pracujícími v rozsahu tlaků (0 - 0,1) MPa a schopnými převádět měřený tlak na elektrické napětí. Čidla musí mít dostatečnou citlivost pro stanovení změn v objemu uvolněných plynů o  $\pm 0,02$  cm<sup>3</sup>. Po zapnutí napájení je nutno nechat tlaková čidla přibližně 30 minut ustálit.

**7.4.2.4** K načítání napěťového výstupu z tlakových čidel se používají digitální voltmetry nebo voltmetrické měřicí karty do počítačů, schopné zaznamenávat hodnoty výstupního napětí čidel.

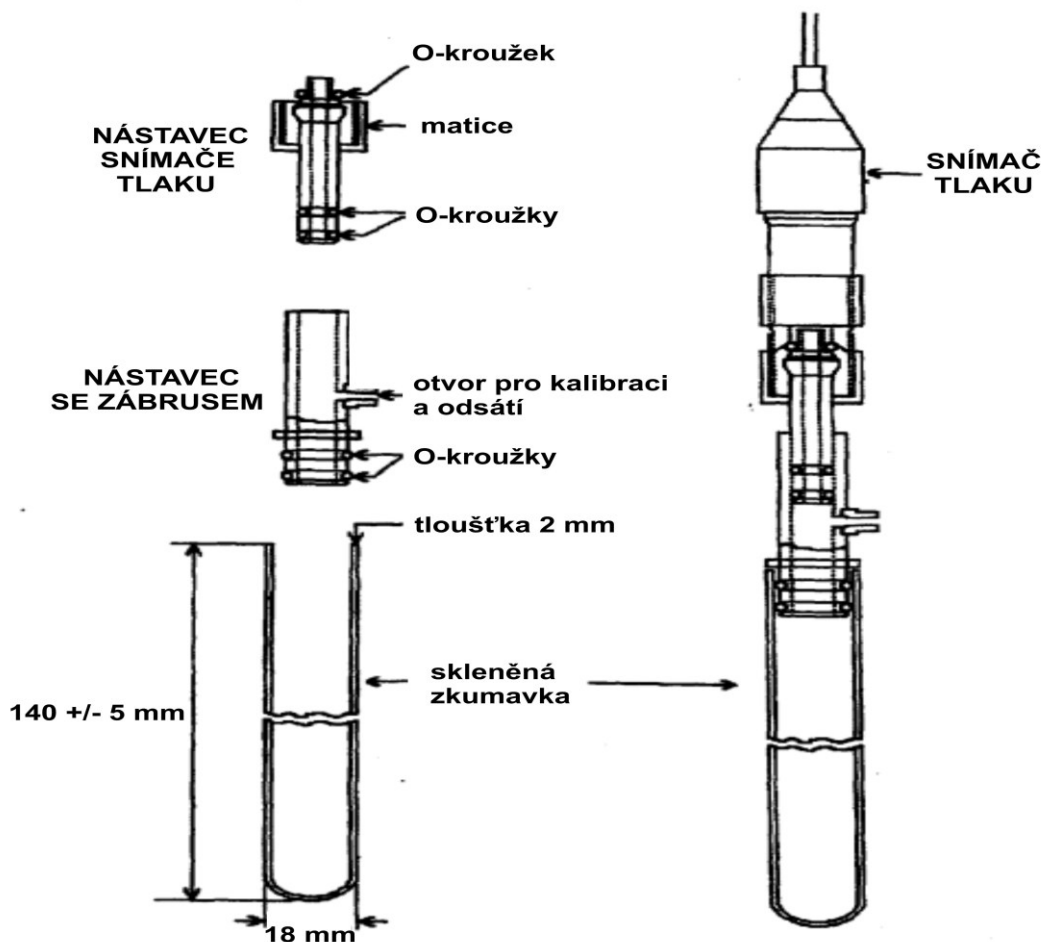
**7.4.2.5** K odsávání temperačních aparátků se používá vývěva, schopná dosáhnout v aparátce zbytkového tlaku menšího než 670 Pa. Pro měření zbytkového tlaku při odsávání aparátků se používá tlakový snímač, schopný měřit v rozsahu tlaků 0 Pa až 2700 Pa.

**7.4.2.6** Pro přípravu vzorků ke zkoušce se používají analytické váhy s citlivostí minimálně 1 mg, síta s průměrem otvorů 2 mm a 0,2 mm, kalibrovaná plynotěsná injekční stříkačka o objemu 5 cm<sup>3</sup>.

**7.4.2.7** Pro mazání spojů mezi jednotlivými součástmi temperačního aparátce se používá silikonová vazelína neuvolňující plyny při teplotě zkoušky a snášitelná se zkoušenou výbušninou. Snášitelnost s výbušninou může být zjištěna provedením vakuového stabilitního testu se směsí 0,015 g vazelíny a (5,0 ± 0,1) g výbušniny, s paralelním provedením této zkoušky se samotnou vazelínou a samotnou výbušninou. Rozdíl objemů plynů uvolněných ze směsi a součtu objemů uvolněných ze samotné vazelíny a výbušniny nesmí překročit 1,0 cm<sup>3</sup>.



**OBRÁZEK 1 – Sestava temperačního aparátu – metoda A**



**OBRÁZEK 2 – Sestava temperačního aparátu – metoda B**

### 7.4.3 Provedení zkoušky

**7.4.3.1** Vzorek výbušniny se před zkouškou suší, s výjimkou pyrotechnických složí, jejichž reaktivitu může ovlivňovat přítomnost vlhkosti.

**7.4.3.2** Vzorek se nadrtí, napiluje nebo jiným způsobem dezintegruje a ke zkoušce se z něj bere síťová frakce 0,2 mm až 2 mm. Pokud výbušina obsahuje jako hlavní složku látku, která roztaje při teplotě zkoušky (např. trinitrotoluen), je ke zkoušce povoleno vzít i větší kusy vzorku. Vzorky výbušnin, které bez drcení projdou sítem o průměru otvoru 2 mm, se neprosívají pro odstranění jemných částic.

**7.4.3.3** Připravený vzorek výbušniny se vsype do minimálně dvou zkumavek temperačního aparátu tak, aby nedošlo ke znečištění závitů zkumavek (např. s použitím násypky).

**7.4.3.4** U metody A se na zkumavku nasadí ocelový nástavec kovové spojky připojené ke snímači tlaku. Spojovací závitů mezi zkumavkou a ocelovým nástavcem jsou namazány silikonovou vazelínou. Zkumavka se pootočí tak, aby se otvory pro odsátí v nástavci a zkumavce překrývaly (viz obrázek 2), přičemž tyto nesmí být znečištěny vazelínou. Zkumavka se hadicí připojí k vývěvě a temperační aparát se



odsaje na zbytkový tlak menší než 670 Pa. Vhodné je odsávané zkumavky lehce poklepat, aby se uvolnil vzduch okludovaný na vzorcích.

**7.4.3.4.1** Po ukončení odsávání, se zkumavka opatrně pootočí o 180°. Odpojí se vývěva a sleduje se, zda nedochází ke změně hodnot voltmetrem načítaného napětí signalizující možnou netěsnost aparátku. Pokud je výstupní napětí ustálené, zaznamená se jako hodnota  $E_1$  (mV) a současně se zaznamená i teplota okolí  $t_1$  (°C).

**7.4.3.4.2** Kalibrace temperačního aparátku se u metody A provádí před samotnou zkouškou (sestavením aparátku), kdy zvlášť se kalibrují zkumavky a zvlášť snímače tlaku s připojenou kovovou spojkou. Kalibrační se stanovuje objem zkumavky  $V_t$  (cm<sup>3</sup>) resp. objem snímače tlaku s kovovou spojkou  $V_c$  (cm<sup>3</sup>) s přesností  $\pm 0,1$  cm<sup>3</sup>. Při kalibraci se zkumavka i snímač tlaku se spojkou naplní vhodnou kapalinou, určí se hmotnost této kapaliny  $m$  v gramech s přesností na 10 mg a určí se její hustota  $d$  (g/cm<sup>3</sup>) vztažená na okolní teplotu stanovenou s přesností  $\pm 0,5$  °C. Objem zkumavky ( $V_t$ ) resp. snímače se spojkou ( $V_c$ ) se poté vypočítá jako poměr zjištěné hmotnosti a hustoty kapaliny ( $m/d$ ). Pro přesnou kalibraci je nutné naplnit zkumavku kapalinou až do výše kam dosahuje kónická část ocelového nástavce kovové spojky a tlakový snímač s kovovou spojkou naplnit až po okraj kónické části ocelového nástavce, přičemž odsávací otvor v nástavci se utěsní např. pomocí lepicí pásky.

**7.4.3.5** U metody B se na zkumavku nasadí skleněný nástavec s připojeným tlakovým čidlem. Spojovací závity mezi zkumavkou, nástavcem a tlakovým čidlem jsou namazány silikonovou vazelínou. Povolí se ventil s teflonovou kuželkou, nástavec se hadicí připojí k vývěvě a temperační aparátek se odsaje na zbytkový tlak menší než 670 Pa.

**7.4.3.5.1** Po ukončení odsávání, signalizovaném stálou hodnotou na digitálním voltmetru, se zašroubuje ventil na skleněném nástavci aparátku. Odpojí se vývěva a sleduje se, zda nedochází ke změně hodnot voltmetrem načítaného napětí signalizující možnou netěsnost aparátku. Pokud je výstupní napětí ustálené, zaznamená se jako hodnota  $R_0$  (mV).

**7.4.3.5.2** Kalibrace temperačního aparátku probíhá u metody B ve srovnání s metodou A odlišným způsobem. Do kalibrované injekční stříkačky se nasaje 3,0 cm<sup>3</sup> vzduchu, stříkačka se připojí ke skleněnému nástavci aparátku a po povolení ventilu se tyto 3 cm<sup>3</sup> vzduchu vstříknou dovnitř aparátku. Po ustálení se odečte hodnota výstupního napětí  $R_3$  (mV). Následně se stejným způsobem vstříkne dalších 5,0 cm<sup>3</sup> vzduchu a zaznamená se hodnota výstupního napětí  $R_5$  (mV), atmosférický tlak  $P_1$  (mm Hg) a teplota místnosti  $t_1$  (°C). Uvedeným postupem je provedena kalibrace volného prostoru v temperačním aparátku se vzorkem. Pro každou další zkoušku se kalibrace znovu opakuje.

**POZNÁMKA 7** Rozdíl v hodnotách výstupního napětí  $R_3$  a  $R_5$  představuje výstupní odezvu pro 2,0 cm<sup>3</sup> vzduchu při atmosférickém tlaku  $P_1$  a teplotě  $t_1$ . Tímto způsobem je kompenzován mrtvý objem ve spoji mezi stříkačkou a nástavcem.

**7.4.3.5.3** Po odstranění stříkačky se nástavec temperačního aparátku hadicí připojí k vývěvě a aparátek se odsaje na maximální tlak 670 Pa. Vhodné je odsávané zkumavky lehce poklepat, aby se uvolnil vzduch okludovaný na vzorcích. Sledováním výstupního napětí z tlakového čidla po dobu minimálně 1 minuty se zjistí, zda aparátek dobře těsní. Pokud je výstupní napětí stabilní, zaznamená se jeho hodnota jako  $E_1$  (mV).

**7.4.3.6** Po sestavení a kalibraci temperačního aparátu se u obou metod zkontroluje, zda je temperační blok vyhřát na požadovanou teplotu a v kladném případě se temperační aparát vloží do otvoru v bloku. Vzorek se nechá temperovat po určenou dobu zkoušky. Teplota v temperačním bloku se po dobu zkoušky kontroluje každý den.

**7.4.3.7** Po uběhnutí určené doby zkoušky se temperační aparát vytáhne z temperačního bloku a nechá se ochladit na teplotu místnosti. Po ochlazení aparátu a ustálení hodnoty napěťového výstupu se z tlakového čidla odečte příslušná hodnota  $E_2$  (mV) a teplota místnosti na konci zkoušky  $t_2$  (°C). Zaznamenají se rovněž změny v barvě nebo fyzikálním stavu výbušniny po zkoušce, stejně jako přítomnost kondenzačních produktů na stěnách zkumavky.

**7.4.3.8** Po zkoušce se do temperačního aparátu se vzorkem připustí vzduch, aparát se rozebere, vzorek se vysype a jeho zbytky se vymyjí vhodným rozpouštědlem. Následně se zkumavka vymyje acetonem a vodou, naplní vhodným roztokem pro čištění skla a nechá stát po dobu 24 hodin. Po této době se zkumavka promyje vodou a acetonem a nechá se vysušit suchým vzduchem. Před použitím se zkumavky skladují v exsikátoru. Tlaková čidla se čistí dle doporučení výrobce.

#### 7.4.4 Zpracování výsledků

**7.4.4.2** U metody A se nejprve naměřené hodnoty napětí  $E_1$  a  $E_2$  přepočítají na hodnoty tlaků  $P_1$  a  $P_2$  (bar). Pro přepočet se využijí kalibrační grafy a certifikáty dodávané spolu s tlakovými snímači, přičemž je nutné provést korekci výpočtů na teplotu měření, liší-li se tato od teploty v kalibračních grafech. Příslušné přepočtení vzorce musí být součástí dodaných kalibračních certifikátů.

**7.4.4.2.1** Objem plynů uvolněných ze vzorku, přepočítaný na standardní podmínky (273 K, 1,013 bar), se pak vypočte dle následujícího vzorce:

$$V = \left[ V_c + V_t - \frac{m}{d} \right] \times \left[ \frac{P_2 \times 273}{273 + t_2} - \frac{P_1 \times 273}{273 + t_1} \right] \times \frac{1}{1,013}$$

**7.4.4.2.2** Objem plynů uvolněný ze vzorku se do protokolu zaznamenává v podobě aritmetického průměru ze dvou nebo více současně provedených měření.

**7.4.4.1** U metody B se pro každý temperační aparát se vzorkem spočítá kalibrační faktor  $f$  dle následujícího vzorce:

$$f = \frac{(R_5 - R_3) - (R_3 - R_0)}{2} \cdot \frac{760}{P_1} \cdot \frac{(273 + t_1)}{273}$$

**7.4.4.1.1** Objem plynů uvolněných ze vzorku při zkoušce, přepočítaný na standardní podmínky (273 K, 101,325 kPa), se vypočte dle následujícího vzorce:

$$V = \frac{E_2 (273 + t_1)}{f (273 + t_2)} - \frac{E_1}{f}$$

**7.4.4.1.2** Objem plynů uvolněný ze vzorku se do protokolu zaznamenává v podobě aritmetického průměru ze dvou nebo více současně provedených měření.

**7.4.4.3** U obou metod se o provedené zkoušce sestaví protokol dle následujícího vzoru:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.4  
STANOVENÍ CHEMICKÉ STABILITY VAKUOVÝM STABILITNÍM TESTEM**

Číslo protokolu:

Strana ze

<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	Navážka vzorku (g): Doba zkoušky (hodin): Teplota zkoušky (°C): Metoda (A/B): Způsob přípravy vzorku:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	<b>TYPICKÉ VÝSLEDKY</b>
Typ výbušniny: Obchodní název nebo kód: Výrobce: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování:	Objem uvolněných plynů (cm <sup>3</sup> ): Fyzikální změny vzorku: Odchyly od standardního postupu:
<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>	
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>	<b>POZNÁMKY</b>

## 7.5 Předpověď životnosti na základě úbytku stabilizátoru

### 7.5.1 Princip

**7.5.1.1** Předpověď životnosti střeliviny (zejména bezdýmných prachů a homogenních tuhých pohonných hmot) se provádí stanovením úbytku obsahu stabilizátoru v mase střeliviny po umělém stárnutí za zvýšené teploty, odpovídající deseti letům přirozeného stárnutí za normálních skladovacích podmínek. Úbytek obsahu účinného stabilizátoru je projevem stárnutí střeliviny a nejspolehlivějším stanovením jejich chemické stability. Po úplné spotřebě stabilizátoru dochází k prudké akceleraci rozkladných procesů v nitrocelulóze, které mohou skončit samovznícením. Zkouška má garantovat, že ani po několika letech skladování neklesne obsah stabilizátoru v nově vyrobené střelivě pod stanovenou bezpečnostní mez. Obsah stabilizátoru v jednotlivých vzorcích se stanovuje kapalinovou chromatografií (preferovaná metoda) nebo jinou vhodnou metodou se stejnou přesností, která je schopna rozlišit mezi různými stabilizátory, jejich degradačními produkty a dalšími složkami střeliviny.

**7.5.1.2** Umělé stárnutí střeliviny se provádí buď temperací při jedné teplotě, nebo kinetickým sledováním procesu úbytku stabilizátoru při různých teplotách (alespoň třech). Umělé stárnutí při jedné teplotě se používá pro střeliviny s přesně definovaným chemickým složením, které obsahují dobře známé a běžně používané stabilizátory a další relevantní složky, viz tabulka 8. Kinetické stanovení (více teplotní stanovení) se pak využívá u nových typů střeliviny obsahujících stabilizátory popř. další složky, které byly použity poprvé nebo nejsou běžně používány a tedy prostudovány.

**TABULKA 8 – Seznam stabilizátorů vhodných pro stárnutí při jedné teplotě**

Název	Alternativní název	Zkratka
Difenylamin		DFA
2-nitrodifenylamin		2NDFA
Etylcentralit	Centralit-I, Carbamit, 1,3-dietyl-1,3-difenyльмоčovina	EC
Metylcentralit	Centralit-I, 1,3-dimetyl-1,3-difenyльмоčovina	MC
Akardit	N'-metyl-N,N-difenyльмоčovina	AKA-II
P-nitro-n-metylanilin		pNMA, MNA
Resorcinol		

**7.5.1.3** Umělé stárnutí při jedné teplotě se může provádět při libovolné teplotě mezi 50 °C a 90 °C. Tabulka 9 uvádí odpovídající doby stárnutí, které jsou považovány za ekvivalentní 10 letům skladování při 25 °C. Doba stárnutí je při vyšších teplotách výrazně kratší, nižší teploty však lépe reprezentují přirozené stárnutí, nevýhodou je ovšem značné prodloužení potřebné doby umělého stárnutí.

**TABULKA 9 – Teploty a doby stárnutí odpovídající 10 letům skladování při 25 °C**

Teplota (°C)	Doba (dny)	Teplota (°C)	Doba (dny)
50	301	70	34,8
55	191	75	19,0
60	123	80	10,6
65	64,9	85	5,98
65,5	60,9	90	3,43

POZNÁMKA 8 Doby stárnutí pro jiné teploty (v rozmezí 50 až 90 °C) mohou být spočítány pomocí rovnice:

$$t_m = t_{25} \times \exp \{E / (R \times T_m) - C\},$$

kde  $T_m$  je teplota stárnutí,  $t_m$  je doba stárnutí,  $t_{25}$  je 3652,5 dnů (10 let),  $R = 0,00831447$  kJ/mol,  $E = 120$  kJ/mol pro teploty nad 60 °C resp. 80 kJ/mol pro teploty nižší než 60 °C,  $C = 46,713$  pro teploty nad 60 °C resp. 32,272 pro teploty nižší než 60 °C.

**7.5.1.4** Pokud střelivina není stabilizována žádným stabilizátorem uvedeným v tabulce 8, je nutno pro předpověď její životnosti provést kinetické stanovení. Kinetické stanovení úbytku stabilizátoru v masě střeliviny se provádí na základě umělého stárnutí vzorku střeliviny při minimálně třech různých teplotách a čtyřech různých dobách při každé teplotě. Zvolené teploty musí ležet v rozmezí 40 °C až 80 °C a mít mezi sebou rozdíl minimálně 10 °C. Doby stárnutí musí být zvoleny tak, aby byla co nejvíce pokryta "optimální oblast" 10 % až 90 % úbytku stabilizátoru. Ze získaných rychlostí úbytku stabilizátoru při různých teplotách se vypočtou příslušné kinetické parametry a následně se určí doba skladování při 25 °C potřebná k úbytku obsahu stabilizátoru na kritickou mez resp. teplota skladování, při které dojde po deseti letech k úbytku obsahu stabilizátoru na kritickou mez.

**7.5.1.5** Obě stanovení (kinetické stanovení i stárnutí při jedné teplotě) používají stejné metody a zařízení jak pro stárnutí a přípravu vzorků, tak i pro stanovení úbytku obsahu stabilizátorů. Údaje, popisované v této kapitole o předpovědi životnosti na základě úbytku stabilizátoru, jsou v souladu s požadavky STANAG 4620 a AOP-48.

## **7.5.2 Zkušební zařízení, činidla a chemikálie**

**7.5.2.1** Stanovení zbytkového obsahu stabilizátoru a jeho degradačních produktů v masě střeliviny se provádí vysoko účinnou kapalinovou chromatografií (HPLC). Vhodný kapalinový chromatograf musí obsahovat detektor pro ultrafialovou oblast (spodní rozsah vlnové délky alespoň 210 nm), temperační zařízení pro kolonu (maximální odchylka teploty  $\pm 0,5$  °C) a převodník pro počítačové zpracování signálu detektoru. HPLC je sice upřednostňovanou technikou, avšak pro stanovení obsahu stabilizátoru a jeho degradačních produktů lze použít i jiných analytických metod (např. plynová chromatografie pro stanovení centralitů). Tyto metody však musí vykazovat stejnou přesnost a schopnost rozlišovat mezi různými stabilizátory, jejich dceřinými produkty a jinými složkami střeliviny jako HPLC.

**7.5.2.2** Stárnutí vzorků střeliviny se provádí ve vhodné termostátované topné lázni, topném bloku nebo peci, která je schopna udržovat stanovenou střední teplotu s přesností  $\pm 0,2$  ° C po celou dobu zkoušky pro všechny vzorky. Zařízení pro stárnutí nesmí být zhotoveny z materiálů reagujících s jednotlivými složkami vzorků střeliviny či s jejich degradačními produkty. Podmínky přípravy a stárnutí vzorku by měly být co nejbližší skutečnému stavu v systému munice. Je-li to možné, střelivina by měla být podrobena procesu stárnutí v původním stavu a drcena či mleta pouze v případě potřeby, přičemž hustota vzorku by měla být co možná nejbližší reálnému stavu v systému munice. Pro drobnozrnné bezdýmné prachové náplně nábojů malých a středních ráží je doporučeno provádět umělé stárnutí přímo v nábojích či nábojnicích nebo ve zcela naplněných a hermeticky uzavřených skleněných či kovových vialkách nebo ve skleněných zkumavkách se zátkou. Pro prachové masy, tuhé pohonné hmoty či trubičkové prachy je doporučeno provádět umělé stárnutí s většími kusy hermeticky zabalenými do hliníkové folie nebo jiného vhodného snášlivého materiálu.

**7.5.2.3** K přípravě vzorků a provedení HPLC analýzy je nutná ultrazvuková lázeň nebo mechanická třepačka vzorků. Z činidel a chemikálií je k provedení zkoušky nezbytný acetonitril v HPLC čistotě, 2 % vodný roztok  $\text{CaCl}_2$ , standardy všech stabilizátorů přítomných ve vzorku (čistota > 99 %) a vzorky hlavních degradačních produktů jednotlivých stabilizátorů.

### **7.5.3 Provedení zkoušky**

**7.5.3.1** Drobnozrnné bezdýmné prachy se ke zkoušce berou v původní formě. Stárnutí těchto prachů může probíhat přímo v systému munice (nábojích), typicky bez výbušných či pyrotechnických komponent (není-li ovšem nutné ověřit celkovou stabilitu muničního systému). Tato metoda se nejvíce blíží podmínkám přirozeného stárnutí, ne vždy je však realizovatelná. Stárnutí drobnozrnných bezdýmných prachů může být realizováno také v uzavřených kovových či skleněných vialkách, standardně o objemu  $2 \text{ cm}^3$ , naplněných vzorkem až po okraj tak, aby množství vzduchu uvnitř vialky bylo co nejmenší, hustota vzorku pak činí přibližně  $0,8$  až  $1,1 \text{ g/cm}^3$ . Umělé stárnutí drobnozrnných prachů může být provedeno i s využitím skleněných zkumavek o průměru  $25,4 \text{ mm}$ , délce  $152,4 \text{ mm}$  a objemu cca.  $45 \text{ cm}^3$ , které jsou uzavřeny skleněnou zátkou. Do těchto zkumavek se umístí  $20 \text{ g}$  vzorku, jehož výsledná hustota je  $0,4$  až  $0,5 \text{ g/cm}^3$ . Je možné využít i zkumavek s jinými rozměry, avšak při zachování hustoty vzorku. Z uvedených metod stárnutí, je ovšem stárnutí ve skleněných zkumavkách nejméně vhodné, neboť nejhůře odpovídá reálným podmínkám v systému munice. Prachové masy, tuhé pohonné hmoty či trubičkové prachy se ve větších kusech hermeticky balí do hliníkové folie potažené polymerem či do hliníkových sáčků typicky o velikosti  $30 \times 30 \text{ cm}$ , přičemž vzorek tvoří  $20$  až  $30 \%$  objemu sáčku a přebytečný vzduch je vypuzen. Po stárnutí se tyto vzorky dále upravují drcením či mletím. Způsob přípravy vzorku k umělému stárnutí a způsob umělého stárnutí musí být přesně zaznamenán v protokolu o zkoušce.

**7.5.3.2** Vzorky připravené ke stárnutí se uloží do temperačního zařízení tak, aby vždy celý objem náboje, vialky, zkumavky, fólie či sáčku se vzorkem byl temperován na určenou teplotu po určenou dobu (zkumavky a vialky se temperují ve vztyčené poloze). Pro umělé stárnutí při jedné teplotě se pro každou střelivinu připraví  $4$  paralelní vzorky, pro kinetické stanovení životnosti se od každé střeliviny berou nejméně dva vzorky pro každou kombinaci teploty a doby stárnutí.

**7.5.3.3** Před samotnou HPLC analýzou (po ukončení umělého stárnutí) se vzorek (stárnutý i nestárnutý) nejprve homogenizuje. U vzorků, kde je povrchový flegmatizátor a stabilizátor jedna a táž látka je nutná speciální příprava vzorku (např. mechanické odstranění povrchové vrstvy).

**7.5.3.4** Do 500 ml baňky se naváží asi 1 g homogenizovaného vzorku, přidá se 250 ml acetonitrilu (čistota pro HPLC), baňka se zazátkuje a vzorek se nechá rozpouštět při laboratorní teplotě po dobu minimálně 4 hodin za mechanického promíchávání či v ultrazvukové lázni, v tomto případě teplota nesmí překročit 40 °C. Po úplném rozpuštění se k roztoku vzorku v acetonitrilu přidá 50 ml 2 % vodného roztoku chloridu vápenatého pro vysrážení nitrocelulózy. Sraženina nitrocelulózy se nechá usazovat po dobu minimálně 1 hodiny. Pokud se roztok vzorku neanalyzuje okamžitě po přípravě, skladuje se v chladničce při teplotě 2 °C až 8 °C za nepřístupu světla. Před vlastní analýzou se roztok vzorku nechá vytemperovat na laboratorní teplotu a část roztoku se přefiltruje nebo odstředí (0,5 µm PTFE filtr). Roztoky vzorků před analýzou nesmí být skladovány déle než 24 hodin za normální teploty nebo maximálně 5 dní při skladování v chladu a temnu.

**7.5.3.5** Stanovení obsahu stabilizátorů, a v případě difenylaminu rovněž N-nitrosodifenylaminu jako primárního degradačního produktu, se provádí kapalinovou chromatografií na přístroji splňujícím požadavky uvedené v čl. 7.5.2.1. Typ kolony a chromatografických podmínek se volí podle složení analyzovaného vzorku tak, aby stanovované stabilizátory byly spolehlivě odděleny od ostatních složek vzorku, vnitřního standardu a případných degradačních produktů stabilizátorů. Teplota kolony při analýze by měla být konstantní ( $\pm 0,5$  °C) a neměla by překročit 40 °C, vlnová délka detektoru by se měla pohybovat mezi (210 a 254) nm. Kvantifikace obsahu jednotlivých stanovovaných složek se provádí metodou vnitřního či vnějšího standardu. Vnitřní standard musí mít podobné chemické a fyzikální vlastnosti jako stanovované látky, být od nich spolehlivě na chromatogramu oddělen a mít lineární koncentrační odezvu. Vnitřní standard se do analyzovaného roztoku přidává ve fázi rozpouštění vzorku. Koncentrace použitých vnějších standardů (roztoků stabilizátoru) musí pokrývat rozsah koncentrací v analyzovaných vzorcích. Chromatografické podmínky a získané chromatogramy musí být zaznamenány v protokolu o zkoušce.

## **7.5.4 Zpracování výsledků**

**7.5.4.1** Obsah účinného stabilizátoru se pro umělé stárnutí při jedné teplotě zjistí z obsahu původních stabilizátorů uvedených v tabulce 8 (mimo případy, kdy se používají zároveň jako povrchové flegmatizátory) a z obsahu N-nitrosodifenylaminu. V případě střelivin stabilizovaných pouze difenylaminem je obsah účinného stabilizátoru roven obsahu difenylaminu + (0,85krát obsahu N-nitrosodifenylaminu). V případě střelivin bez obsahu difenylaminu popřípadě stabilizovaných směsí difenylaminu s dalšími stabilizátory je obsah účinného stabilizátoru roven  $\Sigma$  obsahů původních stabilizátorů.

**7.5.4.1.1** Aby střelivina mohla mít garantovanou životnost po dobu minimálně deseti let za definovaných skladovacích podmínek (25 °C), musí výsledek chemické analýzy úbytku obsahu účinných stabilizátorů ve vzorku, který byl podroben umělému stárnutí při jedné teplotě, splnit následující kritéria:

1) maximální pokles obsahu účinného stabilizátoru < 80 % (vyjádřeno v % obsahu původního stabilizátoru).

2) minimální zbytkový obsah účinného stabilizátoru po umělém stárnutí  $\geq 0,2 \%$ .

Skladování při teplotě vyšší než  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  vede ke zvýšené spotřebě stabilizátoru (stabilizátorů) a může vést ke snížení chemické životnosti. Skutečná životnost při skladování v teplotách nad  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  může být stanovena na základě výše uvedeného vztahu viz POZNÁMKA 8, kde E je  $80 \text{ kJ/mol}$  a  $C = 32,272$ .

**7.5.4.2** Pro předpověď životnosti na základě kinetického stanovení úbytku stabilizátoru obecně platí, že řád reakce rychlosti úbytku stabilizátoru se pohybuje mezi 0 a 2, v určitých případech (autokatalytický účinek degradačních produktů) se může objevit i negativní řád reakce. Vyhodnocování kinetických dat úbytku stabilizátoru musí být řešeno jako reakce n-tého řádu. Úbytek stabilizátoru při kinetickém stanovení je tedy dán vztahem:

$$\text{I.} \quad S = S_0 [1 - (1 - n) A e^{-E/RT} t]^{1/1-n},$$

kde S je obsah stabilizátoru (%),  $S_0$  je původní obsah stabilizátoru, n je reakční řád, A je frekvenční faktor ( $\text{s}^{-1}$ ), E je aktivační energie ( $\text{kJ/mol}$ ), T je teplota stárnutí (K), R je molární plynová konstanta ( $0.00831447 \text{ kJ/(K}\cdot\text{mole)}$ ) a t je doba stárnutí (s).

Úpravou výše uvedeného vztahu lze odvodit vztah pro výpočet doby stárnutí:

$$\text{II.} \quad t = \frac{1}{A} e^{E/RT} \left( \frac{1 - (S/S_0)^{1-n}}{1-n} \right)$$

resp. teploty stárnutí:

$$\text{III.} \quad T = \frac{E}{R \ln \left( \frac{A(1-n)t}{1 - (S/S_0)^{1-n}} \right)}$$

**7.5.4.2.1** Při vyhodnocení kinetického stanovení je nejprve nutné z údajů o úbytku stabilizátoru vypočítat pomocí sekvenční či simultánně regresní metody neznámé kinetické parametry E, A a n. Sekvenční metoda analyzuje data stárnutí (úbytky stabilizátoru pro všechny teploty) metodou nejmenších čtverců s využitím logaritmické formy rovnice pro výpočet doby stárnutí (II.). Tím je nejprve stanovena optimální hodnota n (nopt; hodnota n, která nejlépe odpovídá naměřeným údajům) a pro tuto optimální hodnotu n se vypočítají neznámé E a A. Software, který je schopen provést tento výpočet, nazvaný "AgeKin", lze získat na webových stránkách skupiny pro bezpečnost munice CNAD (<https://di.hq.nato.int/casg/>; stránka s omezeným přístupem). Při simultánní metodě jsou všechny tři parametry (n, A a E) optimalizovány současně pomocí logaritmické podoby rovnice úbytku stabilizátoru (I.) s využitím vhodného např. Levenberg-Marquardtova algoritmu. Ve většině případů však není nutné k výpočtu E, A a n používat sekvenční či simultánně regresní metody, ale stačí pracovat pouze s odhadem hodnot, konkrétně  $130 \text{ kJ/mol}$  pro E a 0,5 pro n. Dále se zvolí jedna z mezilehlých teplot skladování a zhruba se odhadne čas t potřebný pro 50% úbytek stabilizátoru ( $S/S_0 = 0,5$ ). Na základě těchto odhadů hodnot se vyřeší rovnice II. a získá se hodnota A



**7.5.4.2.2** Na základě získaných hodnot E, A a n mohou být stanoveny následující veličiny:

1) Bezpečná doba skladování při 25 °C  $t_{25}$  – doba skladování při 25 °C (uváděná v letech), po níž je dosaženo kritického úbytku stabilizátoru. Hodnota  $t_{25}$  se získá z rovnice II., výsledek je však nutno vydělit 31 556 925 (převod sekund na roky).

2) Bezpečná teplota skladování  $T_{10}$  – teplota (°C) při které se po 10 letech dosáhne kritického úbytku stabilizátoru. Hodnota  $T_{10}$  se získá z rovnice III., od výsledné hodnoty je však třeba odečíst 273,15 (převod z K na °C).

Jako kritický úbytek se bere 80 % pokles původní hodnoty stabilizátoru, počítají se však i hodnoty odpovídající 50 % poklesu stabilizátoru.

**7.5.4.2.3** Je-li střelivina stabilizována více stabilizátory, hodnotí se obvykle pouze úbytek nejreaktivnějšího z nich podle kinetiky n-tého řádu, viz výše. Takto získané hodnoty  $t_{25}$  a  $T_{10}$  jsou však velmi konzervativní a musí být pokládány za dolní limity skutečné stability a životnosti střelivin. Pro přesnější stanovení skutečné stability je možné využít komplexnějších přístupů. Pokud jsou všechny použité stabilizátory podobně reaktivní je možné k výpočtu úbytku stabilizátoru dle kinetiky n-tého řádu použít jako počáteční hodnotu obsahu stabilizátoru součet (sumu) obsahu všech výchozích stabilizátorů. V případě, že je reaktivita stabilizátorů natolik rozdílná, že k úbytku méně reaktivního z nich dochází až po vyčerpání toho reaktivnějšího (stabilizátory se vyčerpávají jeden po druhém), je možné stanovit úbytek obsahu stabilizátoru dle kinetiky n-tého řádu pro každý stabilizátor jednotlivě. Výsledná doba bezpečného skladování se poté určí na základě součtu dob úbytku stabilizátoru na kritickou mez vypočtenou pro stabilizátor 1 až X.

**7.5.4.2.4** Aby bylo kinetické stanovení úbytku stabilizátoru co nejméně zatíženo chybou, je během HPLC analýzy a především umělého stárnutí nutné dodržovat následující požadavky:

1) Konstantní teplota v průběhu umělého stárnutí – zvolené teploty umělého stárnutí by měly být konstantní v rozmezí  $\pm 0,2$  °C po požadovanou dobu a u všech vzorků. Odchyly o 0,5 °C nebo více výrazně zhorší přesnost a kvalitu výsledků.

2) Pokrytí "optimální oblasti" úbytku stabilizátoru – je nutné zvolit takové doby a teploty umělého stárnutí, aby byla co nejlépe a nejrovnoměrněji pokryta oblast úbytku stabilizátoru 10 % až 90 %. V ideálním případě by alespoň u dvou teplot umělého stárnutí měl být měřen úbytek stabilizátoru v oblasti 80 % - 95 %.

3) Optimalizace dat – data s hodnotou úbytku stabilizátoru vyšší než 95 % a nižší než 5 % je nutné z hodnocení vynechat, neboť zhoršují přesnost a kvalitu výsledků. Vynechat z hodnocení je nutné také data, u kterých jsou hodnoty obsahu stabilizátorů vyšší než počáteční (může nastat v důsledku experimentální nejistoty).

**7.5.4.3** Protokol ze zkoušky se skládá ze společného úvodního listu zahrnujícího údaje o zkušebně, vzorku a zkušebním postupu a dalšího listu s výsledky, jehož vzor se liší pro zkoušku při jedné teplotě umělého stárnutí a pro kinetické stanovení úbytku stabilizátorů. Přílohou protokolu musí být i příslušné chromatografické záznamy stanovení obsahu stabilizátorů ve standardu a ve vzorku před a po umělém stárnutí. Vzor úvodního listu protokolu je uveden na další straně:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ STŘELIVINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.5  
PŘEDPOVĚĎ ŽIVOTNOSTI NA ZÁKLADĚ ÚBYTKU STABILIZÁTORU**

Číslo protokolu:

Strana ze

<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>ÚDAJE O VZORKU</b>
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	Typ střeliviny: Název: Výrobce: Číslo šarže nebo série: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování:
<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>
Hmotnost vzorku (g): Příprava vzorku před umělým stárnutím: Použitý obal vzorku pro umělé stárnutí: Příprava vzorku po umělém stárnutí: Sledovaný stabilizátor: Postup stanovení obsahu stabilizátoru: Použité HPLC standardy (vnitřní/vnější):  Teplota(y) umělého stárnutí: Doba(y) umělého stárnutí:	<b>Poznámky:</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

**7.5.4.4** Příklady výsledkové části protokolů jsou pro zkoušku při jedné teplotě umělého stárnutí a pro kinetické stanovení úbytku stabilizátoru uvedeny dále:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ STŘELIVINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.5</b>							
<b>PŘEDPOVĚĎ ŽIVOTNOSTI NA ZÁKLADĚ ÚBYTKU STABILIZÁTORU ZKOUŠKA PŘI JEDNÉ TEPLITĚ UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>							
Číslo protokolu:				Strana    ze			
<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>							
Konfigurace vzorku (typ nádoby/způsob uzavření)				Teplota stárnutí (°C)			
Hustota vzorku (g/cm <sup>3</sup> )				Doba stárnutí (dny)			
<b>CHROMATOGRAFICKÉ PODMÍNKY</b>							
Rozměry kolony:				Mobilní fáze:			
Náplň kolony:				Průtok:			
Teplota kolony:							
Detektor a vlnová délka:							
Analyzované stabilizátory:							
<b>VÝSLEDKY</b>							
Číslo vz.	Hmotnost před stárnutím (g)	Hmotnost po stárnutí (g)	Ztráta hmotnosti (g)	Stabilizátor č.1 (%) (název)	Stabilizátor č.2 (%) (název)	N-NO-DFA (%) (*smazat, pokud neobsažen)	Obsah účinného stabilizátoru (%)
Původní/nestárnutý vzorek							
1		---	---				
2		---	---				
3		---	---				
4		---	---				
Průměrná hodnota (A)							
Uměle zestárlý vzorek							
1							
2							
3							
4							
Průměrná hodnota (B)							
U obsahu stabilizátoru po umělém stárnutí musí být provedena korekce na ztrátu hmotnosti.							
<b>Úbytek obsahu stabilizátoru (A-B):</b>							
<b>Procentuální úbytek</b> $\frac{(A - B) \cdot 100}{A}$ :							
<b>Obsah stabilizátoru po umělém stárnutí (B):</b>							

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ STŘELIVINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.5  
KINETICKÉ STANOVENÍ ÚBYTKU STABILIZÁTORU**

Číslo protokolu:

Strana ze

**PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ**

Konfigurace vzorku (typ nádoby/způsob uzavření)

Hustota vzorku(g/cm<sup>3</sup>)

Teplota stárnutí (°C)

**CHROMATOGRAFICKÉ PODMÍNKY**

Rozměry kolony:

Mobilní fáze:

Náplň kolony:

Průtok:

Teplota kolony:

Detektor a vlnová délka:

Analyzovaný stabilizátor(y):

**VÝSLEDKY**

Doba stárnutí (dny)	% ztráta hmotnosti vz.č.1	% ztráta hmotnosti vz.č.2	% ztráta hmotnosti průměr	Stabilizátor obsah (%) vz.č.1	Stabilizátor obsah (%) vz.č.2	Stabilizátor průměr (%)
---------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------

Původní/nestárnutý vzorek

	---	---				
	---	---				
	---	---				
	---	---				

T<sub>1</sub>/K


T<sub>2</sub>/K


T<sub>3</sub>/K


**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ STŘELIVINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.5  
KINETICKÉ STANOVENÍ ÚBYTKU STABILIZÁTORU**

Číslo protokolu:

Strana ze

**VÝSLEDKY**

**Řád reakce n:**

**Aktivační energie E (kJ/mol):**

**Frekvenční faktor A (s<sup>-1</sup>)**

**Pro 50 % úbytek  
stabilizátoru**

**Pro 80 % úbytek  
stabilizátoru**

**Bezpečná doba skladování  
při 25 °C – (t<sub>25</sub>)**

**Bezpečná teplota  
skladování – (T<sub>10</sub>)**

**CHROMATOGRAMY A GRAFY REGRESNÍ ANALÝZY**

## **7.6 Stanovení chemické snášenlivosti vakuovým stabilitním testem**

### **7.6.1 Princip**

**7.6.1.1** Stanovení chemické snášenlivosti výbušnin s konstrukčními materiály vakuovým stabilitním testem se provádí zahříváním směsi výbušniny s materiálem v poměru 1:1 při teplotě 100 °C po dobu 40 hodin za počátečního vakua se zaznamenáním objemu uvolněných plynů z této směsi a jeho porovnáním s objemy uvolněnými samotnou výbušninou a samotným materiálem za stejných podmínek. Větší objem plynů uvolněných ze směsi, než je prostý součet objemů plynů uvolněných ze samotných složek, vyjadřuje nesnášenlivost mezi výbušninou a konstrukčním materiálem.

**7.6.1.2** Pro výbušniny příliš rychle se rozkládající za teploty 100 °C (např. dvojsložkové bezdýmné prachy a homogenní TPH) může být režim zkoušky snášenlivosti vakuovým stabilitním testem změněn na 80 °C po dobu 240 hodin.

**7.6.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení chemické snášenlivosti vakuovým stabilitním testem, jsou v souladu s požadavky STANAG 4147.

### **7.6.2 Zkušební zařízení**

Zkušební zařízení pro tuto zkoušku je identické se zkušebním zařízením pro stanovení chemické stability vakuovým stabilitním testem – viz kapitola 7.4.2.

### **7.6.3 Provedení zkoušky**

**7.6.3.1** Testovaný konstrukční materiál musí být použit v takovém stavu, v jakém se s ním počítá pro styk s výbušninou. V případě, že materiál přichází do styku s výbušninou např. v nezesíťovaném či pouze částečně zesíťovaném stavu, nechá se materiál zesíťovat ve směsi s výbušninou a tato směs se následně použije ke zkoušce snášenlivosti. V ostatních případech se testované konstrukční materiály nařežou nebo napilují na kousky o síťové frakci mezi (0,2 a 2) mm. V případě vysokého obsahu těkavin v testovaném materiálu je možno jej před zkouškou vhodným způsobem vysušit, pokud možno ne však za zvýšené teploty.

**7.6.3.2** Vysušený vzorek výbušniny se nadrtí, napiluje nebo jiným způsobem dezintegruje a ke zkoušce se z něj bere síťová frakce (0,2 až 2) mm. Pokud obsahuje výbušnina jako hlavní složku látku, která roztaje při teplotě zkoušky (např. trinitrotoluen), je ke zkoušce povoleno vzít i větší kusy vzorku. Vzorky výbušnin, které bez drcení projdou sítím o průměru otvoru 2 mm, se neprosévají pro odstranění jemných částic.

**7.6.3.3** Před zkoušením chemické snášenlivosti výbušniny s konstrukčním materiálem o neznámé chemické reaktivitě je nutné s malým množstvím směsi ověřit, zda dlouhodobým zahříváním při teplotě zkoušky nedojde k zážehu či výbuchu směsi.

**7.6.3.4** Dobře promísená směs 2,5 g testovaného materiálu a 2,5 g výbušniny se vsype do minimálně dvou zkumavek temperačního aparátku tak, aby nedošlo k znečištění závitů zkumavek (např. s použitím násypky).

**7.6.3.5** Další postup zkoušky je identický s postupem stanovení chemické stability vakuovým stabilitním testem popsáním v článcích 7.4.3.4 až 7.4.3.8.

**7.6.3.6** Kromě měření vývinu plynů ze směsi 2,5 g výbušniny a 2,5 g testovaného materiálu se za stejných podmínek provede měření s 2,5 g samotné výbušniny a 2,5 g samotného testovaného materiálu v různých zkumavkách.

#### **7.6.4 Zpracování výsledků**

**7.6.4.1** Pro každý temperační aparát se vzorkem se spočítá kalibrační faktor  $f$  a objem plynů uvolněných ze vzorku při zkoušce přepočítaný na standardní podmínky (273 K, 101,325 kPa) dle vzorců uvedených v článku 7.4.4. Výsledky opakovaných měření stejných vzorků se zprůměrují.

**7.6.4.2** Se znalostí standardních objemů plynů (v  $\text{cm}^3$ ) uvolněných ze směsi 2,5 g výbušniny a 2,5 g materiálu (M), 2,5 g samotné výbušniny (E) a 2,5 g samotného materiálu (S) se vypočte standardní objem plynů odpovídající reakci mezi složkami směsi ( $V_R$ ) dle následujícího vzorce:

$$V_R = M - (E + S)$$

**7.6.4.3** Pokud je hodnota  $V_R$  vyšší než  $5 \text{ cm}^3$ , testovaný materiál je s výbušninou považován za nesnášenlivý. Pokud se hodnota  $V_R$  blíží  $5 \text{ cm}^3$ , doporučuje se provést zopakování zkoušky pro potvrzení výsledku.

**7.6.4.4** Pro některé typy konstrukčních materiálů a výbušnin může být jejich materiálou specifikací požadována hodnota  $V_R$  i nižší než  $5 \text{ cm}^3$ .

**7.6.4.5** O provedeném stanovení chemické snášenlivosti mezi výbušninou a testovaným materiálem se vystaví protokol následujícího vzoru:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.6  
STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI VAKUOVÝM STABILITNÍM TESTEM**

Číslo protokolu:

Strana ze

<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>		<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>								
Zkušebna:	Datum vydání protokolu:	Zkušební postup:	Datum provedení zkoušky:	Zodpovědná osoba:	Teplota zkoušky (°C):	Doba zkoušky (hodin):	Navážky vzorků:	Testovaný materiál (g):	Testovaná výbušnina (g):	Testovaná směs (1/1 g):
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>		<b>PŘÍPRAVA VZORKU KE ZKOUŠCE</b>								
Obchodní název nebo kód testovaného materiálu:	Výrobce:	Materiálová specifikace:	Číslo šarže, série nebo dodávky:	Datum výroby nebo obdržení:	Zvláštní podmínky skladování:	Testovaný materiál:	Testovaná výbušnina:			
						<b>ZKOUŠENÁ VÝBUŠNINA</b>				
						Název výbušniny:	Datum a série výroby:	Složení:		



**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.6  
STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI  
VAKUOVÝM STABILITNÍM TESTEM**

Číslo protokolu:

Strana ze

**ODCHYLKY OD STANDARDNÍHO POSTUPU:**

**VÝSLEDKY ZKOUŠKY:**

Objem plynů z 5 g směsi (M):

Objem plynů z 2,5 g výbušniny (E):

Objem plynů z 2,5 g materiálu (S):

$$V_R = M - (E + S) =$$

**SNÁŠENLIVOST:** ANO NE

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO:**

**POZNÁMKY:**

## 7.7 Stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA

### 7.7.1 Princip

**7.7.1.1** Princip měření termické stability pomocí termogravimetrické analýzy (TGA) je uveden v článcích 7.3.1.1 a 7.3.1.2.

**7.7.1.2** Stanovení chemické snášenlivosti testovaného konstrukčního materiálu s výbušninou se pomocí TGA zjišťuje na základě porovnání úbytku hmotnosti směsi výbušniny s materiálem při určité teplotě s úbytky hmotnosti odpovídajících samotné výbušniny a samotnému materiálu při téže teplotě. Větší úbytek hmotnosti směsi oproti součtu úbytků samotných komponent ukazuje na možnou nesnášenlivost. Stanovení se provádí za dynamických podmínek za rychlosti zahřívání  $2\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$  v dusíkové atmosféře.

**7.7.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA, jsou v souladu s požadavky STANAG 4147.

### 7.7.2 Zkušební zařízení

**7.7.2.1** Požadavky na přístrojové vybavení jsou identické s požadavky pro stanovení termické stability pomocí TGA uvedenými v článcích 7.3.2.1 až 7.3.2.4. Kalibrace přístroje se provádí dle čl. 7.3.3.3.

### 7.7.3 Provedení zkoušky

**7.7.3.1** Testovaný konstrukční materiál musí být použit v takovém stavu, v jakém se s ním počítá pro styk s výbušninou. V případě, že materiál přichází do styku s výbušninou např. v nezasíťovaném či pouze částečně zasíťovaném stavu, nechá se materiál zasíťovat ve směsi s výbušninou a tato směs se následně použije ke zkoušce snášenlivosti. V ostatních případech se testované konstrukční materiály dezintegrují na částice co nejmenší velikosti, aby mohlo být dosaženo dokonalého styku s výbušninou. Rovněž vzorek výbušniny se ke zkoušce nadrtí nebo odřeže za dodržení příslušných bezpečnostních opatření. Je důležité zajistit, aby odebrané vzorky výbušniny i testovaného materiálu měly reprezentativní složení.

**7.7.3.2** Vzorek pro měření snášenlivosti se připravuje vložení cca 1 mg testovaného materiálu a 1 mg výbušniny do misky pro TGA. V případě testování netěkavé kapaliny a práškového vzorku se do misky nejprve naváží práškový vzorek a na něj se přikápnou kapalina. V případě materiálu ve tvaru fólie nebo kousku a práškového vzorku se do misky nejprve vloží folie a přesype se práškem. V případě dvou látek v podobě fólie nebo prášku se do misky naváží nejprve látka, která se rozkládá při nižší teplotě a přesype se druhou látkou.

**7.7.3.3** Miska se vzorkem se vloží do přístroje pro TGA a nechá zahřívát rychlostí  $2\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$  v atmosféře bezvodého dusíku o průtoku  $50\text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ . Měření obvykle začíná při laboratorní teplotě. V případě známé termické charakteristiky použitých látek může měření začít i při teplotě vyšší.

**7.7.3.4** Za popsanych podmínek se zaznamená termogram se závislostí úbytku hmotnosti na teplotě pro směs výbušniny s testovaným materiálem, samotnou výbušninou (cca 1 mg) a samotný testovaný materiál (cca 1 mg). Do termogramu se zároveň zakreslí závislost derivace křivky úbytku hmotnosti na teplotě. Měření směsi výbušniny s testovaným materiálem je nutno provést minimálně dvakrát.

## 7.7.4 Zpracování výsledků

**7.7.4.1** Z termogramu samotné výbušniny se určí teplota  $T_p$  odpovídající maximu derivace křivky závislosti úbytku hmotnosti vzorku na teplotě při termickém rozkladu vzorku. Z termogramů testovaného materiálu a směsi testovaného materiálu s výbušninou se odečtou ztráty hmotnosti při této teplotě. Výsledky opakovaných měření stejných vzorků se zprůměrují.

**7.7.4.2** Z navážky jednotlivých komponent ( $m_A$  pro materiál,  $m_B$  pro výbušninu) se vypočte jejich procentuální obsah  $w_A$  a  $w_B$  ve směsi:

$$w_A = \frac{m_A}{m_A + m_B} \cdot 100 \quad w_B = 100 - w_A$$

**7.7.4.3** Vypočítaná ztráta hmotnosti ve směsi pro jednotlivé složky za podmínky dokonalé snášlivosti se stanoví z relativní ztráty hmotnosti (podíl změny hmotnosti vzorku v mg a jeho původní hmotnosti v mg)  $Z_A$  a  $Z_B$  při měření samotných složek za teploty  $T_p$  dle následujících rovnic:

$$A = w_A \cdot Z_A \quad (\text{pro materiál})$$

$$B = w_B \cdot Z_B \quad (\text{pro výbušninu}).$$

**7.7.4.4** Vypočítaná celková ztráta hmotnosti vzorku (v %) se stanoví součtem hodnot A a B:

$$D = A + B$$

**7.7.4.5** Vypočítaná celková ztráta hmotnosti D se porovná se skutečnou ztrátou hmotnosti M (v %), odečtenou z termogramu směsi testovaného materiálu a výbušniny při teplotě  $T_p$ .

**7.7.4.6** Pokud je rozdíl ( $M - D$ ) menší než 4 %, lze považovat testovaný materiál s výbušninou za snášlivý. Hodnota ( $M - D$ ) v intervalu mezi 4 % a 20 % ukazuje na možnou nesnášlivost vyžadující provedení jiné zkoušky snášlivosti. Hodnota ( $M - D$ ) větší než 20 % ukazuje na jednoznačnou nesnášlivost mezi testovanými látkami.

**7.7.4.7** O provedeném stanovení chemické snášlivosti mezi výbušninou a testovaným materiálem se vystaví protokol následujícího vzoru:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.7  
STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI POMOCÍ TGA**

Číslo protokolu:

Strana ze

<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	Atmosféra při měření: Rychlost zahřívání: Teplotní rozsah zkoušky: Typ misek pro TGA: Odchyly od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	<b>PŘÍPRAVA VZORKU KE ZKOUŠCE</b>
Obchodní název nebo kód testovaného materiálu: Výrobce: Materiálová specifikace: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování:	Způsob přípravy testovaného materiálu:  Navážky vzorků: Vzorek A, testovaný materiál (mg): Vzorek B, výbušnina (mg): Vzorek M, směs 1/1 (mg):
	<b>ZKOUŠENÁ VÝBUŠNINA</b>
	Název výbušniny: Datum a série výroby: Složení:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.7 STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI POMOCÍ TGA</b>	
Číslo protokolu:	Strana ze
<b>TGA TEPLOTA (°C)</b>	<b>VÝPOČTY</b>
Teplota maxima píku derivace křivky (°C):	% obsahu vzorku A ve směsi M:
Zjištěné ztráty hmotnosti (%):	% obsahu vzorku B ve směsi M:
Vzorek A, samotný:	Vypočítaná ztráta hmotnosti (A):
Vzorek B, samotný:	Vypočítaná ztráta hmotnosti (B):
Směs M:	Vypočítaná celková ztráta hmotnosti (D):
	M - D =
<b>POZNÁMKY</b>	<b>VÝSLEDKY</b>
	Snášitelnost materiálu: ANO/NE
	Nutnost potvrzení výsledku: ANO/NE
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

## 7.8 Stanovení chemické snášitelnosti pomocí DSC

### 7.8.1 Princip

**7.8.1.1** Princip měření termické stability výbušnin pomocí diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) je uveden v článcích 7.2.1.1 až 7.2.1.3.

**7.8.1.2** Stanovení chemické snášitelnosti výbušnin s konstrukčními materiály pomocí DSC je založeno na základě zjištění změny teploty maxima exotermického

rozkladu směsi výbušniny a materiálu v porovnání se samotnou výbušninou, resp. testovaným materiálem. Pokud je teplota maxima rozkladu směsi nižší, než je příslušná hodnota u samotné výbušniny, je to známkou nesnášenlivosti mezi výbušninou a materiálem. Velikost tohoto rozdílu je úměrná intenzitě nesnášenlivosti.

**7.8.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení chemické snášenlivosti pomocí DSC, jsou v souladu s požadavky STANAG 4147.

## **7.8.2 Zkušební zařízení**

Požadavky na přístrojové vybavení jsou identické s požadavky pro stanovení termické stability pomocí DSC uvedenými v člancích 7.2.2.1 až 7.2.2.7. Kalibrace přístroje se provádí dle čl. 7.2.3.3.

## **7.8.3 Provedení zkoušky**

**7.8.3.1** Příprava vzorků ke zkoušce se provádí identickým způsobem jako u stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA – viz čl. 7.7.3.1.

**7.8.3.2** Navažování jednotlivých složek vzorku do misky pro měření se provádí identickým způsobem jako u stanovení chemické snášenlivosti pomocí TGA – viz čl. 7.7.3.2.

**7.8.3.3** Miska se vzorkem se vloží do přístroje pro DSC a nechá se zahřívat rychlostí  $2\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$  v teplotním rozsahu od laboratorní teploty do minimálně  $300\text{ °C}$ . Za těchto podmínek se zaznamená termogram směsi testovaného materiálu a výbušniny v poměru 1:1, termogram samotné výbušniny a termogram samotného materiálu. Měření každého vzorku se provádí minimálně dvakrát.

## **7.8.4 Zpracování výsledků**

**7.8.4.1** Z termogramu každého měřeného vzorku se odečte teplota maxima píku prvního exotermického rozkladu vzorku. Výsledky opakovaných měření stejných vzorků se zprůměrují. Pokud vykazuje některá z látek polymorfni přechod, zjišťuje se rovněž poloha tohoto přechodu. Sleduje se rovněž tvar příslušných píků, zejména zda nedošlo k zúžení píku, naklonění píku k vyšším teplotám nebo zmizení starých píků, resp. objevení nových.

**7.8.4.2** Rozdíl mezi teplotou maxima exotermického píku samotné výbušniny a teplotou maxima exotermického píku směsi výbušniny a testovaného materiálu se označí jako  $T_d$ .

**7.8.4.3** Je-li hodnota  $T_d$  menší nebo rovna  $4\text{ °C}$ , lze výbušninu považovat za snášenlivou s testovaným materiálem. Nachází-li se hodnota  $T_d$  v rozmezí  $4\text{ °C}$  až  $20\text{ °C}$ , je zapotřebí k rozhodnutí o snášenlivosti provedení jiné zkoušky snášenlivosti. Pokud je hodnota  $T_d$  větší než  $20\text{ °C}$ , je testovaný materiál s výbušninou jednoznačně nesnášenlivý. Na nesnášenlivost mohou rovněž ukazovat změny v tvaru píku, vznik nových píků nebo zmizení píků starých. V tomto případě je nezbytné další zkoumání.

**7.8.4.4** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.8  
STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI POMOCÍ DSC**

Číslo protokolu:

Strana ze

<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	Atmosféra při měření: Rychlost zahřívání: Teplotní rozsah zkoušky: Typ misek pro DSC: Odchytky od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Obchodní název nebo kód testovaného materiálu: Výrobce: Materiálová specifikace: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování:	<b>PŘÍPRAVA VZORKU KE ZKOUŠCE</b> Způsob přípravy testovaného materiálu:  Navážky vzorků: Vzorek A, testovaný materiál (mg): Vzorek B, výbušnina (mg): Vzorek M, směs 1/1 (mg):
	<b>ZKOUŠENÁ VÝBUŠNINA</b> Název výbušniny: Datum a série výroby: Složení:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.8  
STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI POMOCÍ DSC**

Číslo protokolu:

Strana ze

<b>ÚDAJE O ZKOUŠCE</b>		<b>ZMĚNY TERMOGRAMU</b>
Vzorek (°C)	Teplota maxima píku exotermu	Zjištěné změny tvaru píku nebo jiné jevy:
A		
B		
M		
$T_d$ (°C):		
<b>VÝSLEDKY</b>		<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO:</b>
Snášenlivost: ANO/NE		
Nutnost potvrzení výsledku: ANO/NE		



## **7.9 Stanovení chemické snášenlivosti z úbytku stabilizátoru**

### **7.9.1 Princip**

**7.9.1.1** Chemická snášenlivost výbušnin na bázi nitrocelulózy (bezdýmných prachů a homogenních tuhých pohonných hmot) s konstrukčními materiály se stanovuje na základě změny úbytku stabilizátoru výbušniny ve směsi s testovaným materiálem v hmotnostním poměru 10:1 po určité době umělého stárnutí, v porovnání se samotnou výbušninou uměle stárnutou za stejných podmínek. Pokud dojde po umělém stárnutí k vyššímu úbytku stabilizátoru ve vzorku výbušniny stárnuté ve směsi s testovaným materiálem oproti výbušnině stárnuté samostatně, je to známkou nesnášenlivosti.

**7.9.1.2** Umělé stárnutí se provádí po dobu 336 hodin (14 dnů) při takové teplotě, aby u výbušniny došlo k minimálně 20procentnímu, ale maximálně 50procentnímu úbytku obsahu stabilizátoru. Pro bezdýmné prachy nebo homogenní TPH s obsahem více než 1 % difenylaminu nebo etylcentralitu je vhodnou teplotou 80 °C, pro výbušniny stabilizované 2-nitrodifenylaminem nebo obsahující kombinaci nitroglycerínu a difenylaminu je však nutno volit teplotu nižší. Teplota umělého stárnutí nesmí překročit 80 °C. Pokud je to nezbytné k dosažení alespoň 20procentního úbytku stabilizátoru, lze použít delší dobu umělého stárnutí. Stanovení zbytkového obsahu stabilizátoru ve vzorcích výbušnin se provádí kapalinovou chromatografií.

**7.9.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení chemické snášenlivosti z úbytku stabilizátoru, jsou v souladu s požadavky STANAG 4147.

### **7.9.2 Zkušební zařízení**

**7.9.2.1** Umělé stárnutí vzorků výbušnin se provádí v termostatované lázni, bloku nebo peci, schopné regulovat požadovanou teplotu s maximální odchylkou 0,2 °C po celou dobu zkoušky. V případě použití elektricky vyhřívaného bloku musí být otvory v bloku dostatečně hluboké, aby obsáhly celou délku zkumavky, a průměr otvorů nesmí být více než o 2 mm větší než je průměr zkumavek. Regulace termostatované lázně, bloku nebo pece musí být opatřena teplotní pojistkou vypínající ohřev při překročení nastavené pracovní teploty o více než 5 °C.

**7.9.2.2** K umělému stárnutí vzorků se používají zkumavky o vnějším průměru  $25,4_{-0}^{+1}$  mm a délce  $152,4_{-3}^{+3}$  mm, uzavřené zábrusovou zátkou o takových rozměrech, aby co nejméně ovlivňovala hodnotu volného objemu zkumavky.

**7.9.2.3** Stanovení zbytkového obsahu stabilizátoru a jeho degradačních produktů v mase výbušniny se provádí vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC). Požadavky na příslušné přístrojové vybavení jsou uvedeny v čl. 7.5.2.1.

### **7.9.3 Provedení zkoušky**

**7.9.3.1** Vzorek výbušniny se nadrtí, napiluje nebo jiným způsobem dezintegruje a ke zkoušce se z něj bere síťová frakce (0,2 až 2) mm. Vzorky výbušnin, které bez drcení projdou sítí o průměru otvoru 2 mm, se neprosévají pro odstranění jemných částic. Vzorky výbušnin se před zkouškou nesuší.

**7.9.3.2** Příprava testovaného materiálu ke zkoušce se provádí stejným postupem, jako byl popsán v čl. 7.6.3.1.

**7.9.3.3** Před vlastní zkouškou snášenlivosti je vhodné u potenciálních velmi reaktivních látek, jako jsou urychlovače, katalyzátory, aminy, tvrdidla nebo látky alkalické povahy, které by mohly způsobit prudký rozklad výbušniny, provést předběžnou zkoušku. Předběžná zkouška se provádí smíšením cca 25 mg výbušniny a 25 mg testovaného materiálu na hodinovém sklíčku a uložením po dobu 1 hodiny při pokojové teplotě. Pokud nenastane žádná pozorovatelná reakce, uloží se sklíčko na vroucí vodní lázeň a směs se znovu pozoruje. Dojde-li ke ztmavnutí směsi a uvolnění dýmů již za studena, je testovaný materiál zcela nesnášenlivý s výbušninou a není potřeba provádět žádné další zkoušení. Pokud dojde k reakci až po zahřátí, materiál je velmi pravděpodobně nesnášenlivý s výbušninou a rozhodnutí o dalším zkoušení je v pravomoci národní autority.

**7.9.3.4** Navážka ( $5 \pm 0,05$ ) g výbušniny a ( $0,5 \pm 0,01$ ) g testovaného materiálu se dokonale smísí, směs se nasype do zkumavky pro umělé stárnutí tak, aby neznečistila zábrus zkumavky, zkumavka se lehce uzavře zábrusovou zátkou a vloží se do temperačního zařízení nastaveného na požadovanou teplotu. V případě zkoušení snášenlivosti těkavých látek s výbušninou je zapotřebí utěsnit zkumavky tak, aby při zkoušce nedošlo k jejich úniku. Ke zkoušce mohou být použity i menší navážky výbušniny při zachování poměru výbušniny k materiálu 10:1. Každá směs testovaného materiálu s výbušninou se nechá stárnout ve dvou zkumavkách. Stejným způsobem se nechají uměle stárnout dva vzorky samotné výbušniny o navážce ( $5 \pm 0,05$ ) g v každé zkumavce. Další dva vzorky samotné výbušniny o této navážce se ve zkumavkách skladují při laboratorní teplotě.

**7.9.3.5** Po skončení stanovené doby umělého stárnutí se zkumavky se vzorky vytáhnou z temperačního zařízení a zaznamenají se případné viditelné známky vzájemné reakce složek. U všech vzorků – uměle stárnuté směsi výbušniny a materiálu, uměle stárnuté samotné výbušniny a nestárnuté výbušniny – se provede analýza zbytkového obsahu stabilizátoru kapalinovou chromatografií postupem popsáním v článku 7.5.3. Před vlastní analýzou musí být identifikovány píky extraktu testovaného materiálu, které by mohly na chromatogramu interferovat s píky stabilizátoru. Pokud to podmínky analýzy dovolují, směs výbušniny a testovaného materiálu se před extrakcí neseparuje.

## **7.9.4 Zpracování výsledků**

**7.9.4.1** Zprůměrováním výsledků dvou analytických stanovení se získá hodnota obsahu stabilizátoru v nestárnuté výbušnině (A), hodnota obsahu stabilizátoru ve směsi výbušniny a testovaného materiálu po umělém stárnutí (B) a hodnota obsahu stabilizátoru v samotné výbušnině po umělém stárnutí (C).

**7.9.4.2** Má-li být testovaný materiál považován za snášenlivý s výbušninou, nesmí pokles obsahu stabilizátoru v jejich směsi překročit jeden a půl násobek poklesu obsahu stabilizátoru v samotné výbušnině, tj. musí být splněna podmínka výrazu:

$$\frac{A - B}{A - C} \leq 1,5$$

**7.9.4.3** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.9 STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI Z ÚBYTKU STABILIZÁTORU</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (h): Navážka směsi: Testovaný materiál (g): Testovaná výbušnina (g): Hmotnost srovnávací výbušniny: Nestárnutý vzorek (g): Uměle stárnutý vzorek (g):
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Obchodní název nebo kód testovaného materiálu: Výrobce: Materiálová specifikace: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování:	<b>PŘÍPRAVA VZORKU KE ZKOUŠCE</b> Způsob přípravy testovaného materiálu:  Způsob přípravy výbušniny:  <b>ZKOUŠENÁ VÝBUŠNINA</b> Název výbušniny: Datum a série výroby: Složení:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.9  
STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI Z ÚBYTKU STABILIZÁTORU**

Číslo protokolu:

Strana ze

**ODCHYLKY OD STANDARDNÍHO POSTUPU:**

**VÝSLEDKY:**

Obsah stabilizátoru v nestárnuté výbušnině A (%):

Obsah stabilizátoru ve vzorku výbušniny s přídatkem 10 % obsahu testovaného materiálu po umělém stárnutí B (%):

Obsah stabilizátoru ve vzorku samotné výbušniny po umělém stárnutí C (%):

$$\frac{A - B}{A - C} =$$

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO:**

**POZNÁMKY:**

**SNÁŠENLIVOST: ANO/NE**

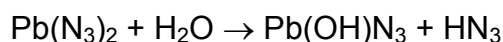
## 7.10 Stanovení chemické snášenlivosti azidů

### 7.10.1 Princip

**7.10.1.1** Chemická snášenlivost azidu olovnatého nebo stříbrného s konstrukčními materiály se stanovuje na základě určení stupně degradace azidu v kontaktu s konstrukčním materiálem po umělém stárnutí v porovnání se samotným azidem uměle stárnutým za stejných podmínek. Zvýšení stupně degradace azidu v kontaktu s materiálem oproti samotnému azidu ukazuje na jeho možnou nesnášenlivost s tímto materiálem.

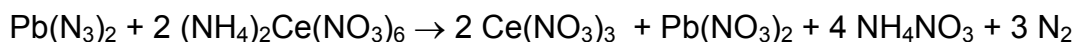
**7.10.1.2** Umělé stárnutí vzorků azidů se provádí zahříváním na teplotu 60 °C po dobu 672 hodin (28 dní) při 95procentní relativní vlhkosti. Z důvodu bezpečnosti při práci s velmi citlivými azidy a jejich obtížnou separací ze směsi se testovaný konstrukční materiál obvykle nepřivádí do přímého styku s třaskavinou, ale dává se spíše pouze do její blízkosti, pokud není vyžadováno jinak. Zkouška není vhodná pro stanovení snášenlivosti mědi a slitin s obsahem mědi, neboť tyto mohou ve styku s azidy tvořit velmi citlivý azid měďnatý a v každém případě je nutno azidy vyloučit ze styku s těmito kovy.

**7.10.1.3** Při skladování za přítomnosti vlhkosti se azidy hydrolyzují za vzniku azoimidu a v původním vzorku klesá obsah aktivního azidu:



Za normálních podmínek je tento děj rovnovážný. Nesnášenlivý materiál však může tuto rovnováhu narušit např. vnesením vody nebo kyselých produktů nebo reakcí s uvolněným azoimidem. Tyto reakce by degradaci azidů zrychlily.

**7.10.1.4** Stanovení obsahu azidového aniontu ve vzorcích azidů se provádí potenciometrickou redoxní titrací dusičnanem ceričito-amonným za pomoci automatického mikrotitrátoru s redoxní elektrodou. Stanovení probíhá dle následující rovnice (pro azid olovnatý):



K suspenzi nebo roztoku azidu se přidá standardní odměrný roztok dusičnanu ceričito-amonného a nechá zreagovat. Přebytek dusičnanu ceričito-amonného se stanoví zpětnou titrací standardním odměrným roztokem síranu železato-amonného.

**7.10.1.5** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení chemické snášenlivosti azidů, jsou v souladu s požadavky STANAG 4147.

### 7.10.2 Zkušební zařízení

**7.10.2.1** K umělému stárnutí vzorků se používá temperační box schopný udržet teplotu (60 ±0,2) °C po celou dobu zkoušky.

**7.10.2.2** Pro uchování vzorků azidů se používají 4 ks skleněných misek o průměru cca 24 mm a výšce 27 mm nebo podobné. Pro uchování testovaného materiálu a vložení 2 ks misek s navážkou vzorků azidů se používá skleněná nádoba o průměru cca 75 mm a výšce cca 43 mm nebo podobná. Misky se vzorky se vkládají do dvou exsikátorů o obsahu cca 500 cm<sup>3</sup>, obsahujících přesycený roztok síranu draselného a opatřených perforovanými úložnými keramickými deskami a skleněnými víky se zábrusy.

**7.10.2.3** Pro titrační stanovení azidů se používá vhodný typ automatického potenciometrického titrátoru schopného provést popsané stanovení a příslušné laboratorní pomůcky.

### **7.10.3 Provedení zkoušky**

**7.10.3.1** Testovaný konstrukční materiál musí být použit v takovém stavu, v jakém se s ním počítá pro styk s azidem. V případě, že materiál přichází do styku s azidem např. v nezesíťovaném či pouze částečně zesíťovaném stavu, používá se ke zkoušce v tomto výchozím stavu. Většinu pevných materiálů je zapotřebí před zkouškou dezintegrovat na malé kousky, aby je bylo možno vložit do připravené nádoby a měly co největší specifický povrch. V případě požadavku na přímý styk azidu s testovaným materiálem se z materiálu vytvoří tenké disky o průměru odpovídajícímu vnitřnímu průměru skleněné misky pro azid. Tento postup je vhodný např. pro fólie polymerů nebo tenké filmy laků. V případě vysokého obsahu těkavin v testovaném materiálu je možno jej před zkouškou vhodným způsobem vysušit, pokud možno ne však za zvýšené teploty.

**7.10.3.2** Do 4 ks malých skleněných misek se naváží po asi 50 mg azidu s přesností  $\pm 0,1$  mg. Dvě z těchto misek s azidem se uloží na keramickou desku prvního exsikátoru, obsahujícího přesycený roztok síranu draselného a vzorky v něm se nechají stárnout bez přítomnosti testovaného materiálu. Zbývající dvě misky s azidem se vloží do větší skleněné nádoby a do prostoru mezi stěnami misky a nádoby se nasype 10 g testovaného materiálu, pokud není specifikováno jinak. Celá sestava se následně vloží do druhého exsikátoru, rovněž obsahujícího přesycený roztok síranu draselného. V případě, že je požadován přímý styk testovaného materiálu s azidem, uloží se disky materiálů na dno každé ze dvou malých skleněných misek, vzorek azidu se přesně naváží na jejich povrch a přiklopí se dalšími dvěma disky materiálu. Obě takto připravené misky se poté vkládají do druhého exsikátoru přímo bez použití větší skleněné nádoby. Paralelně s těmito uměle stárnutými vzorky se skladuje srovnávací vzorek azidu při teplotě a relativní vlhkosti laboratoře po dobu trvání umělého stárnutí.

**7.10.3.3** Oba exsikátory se vzorky se bez vík vloží do temperačního boxu, nastaveného na  $(60 \pm 0,2)$  °C. Obsah exsikátorů se nechá vytemperovat na teplotu boxu po dobu asi 4 hodin, následně se exsikátory zakryjí víky a nechají temperovat 672 hodin (28 dní). Na konci této doby se exsikátory vytáhnou z boxu a u vzorků se zaznamenávají viditelné známky reakce.

**7.10.3.4** Odměrný roztok dusičnanu ceričito-amonného o molární koncentraci asi 0,1 M se připraví rozpuštěním 60 g dusičnanu ceričito-amonného o minimálně 99% čistotě v roztoku, připraveném zředěním 60 cm<sup>3</sup> (70 až 72) % kyseliny chloristé přibližně 700 cm<sup>3</sup> destilované vody. Výsledný roztok dusičnanu ceričito-amonného ve zředěné kyselině chloristé se doplní v odměrné baňce destilovanou vodou na 1 litr a dobře se promíchá.

**7.10.3.5** Dalším krokem je standardizace připraveného odměrného roztoku dusičnanu ceričito-amonného. Do titrační baňky objemu 250 cm<sup>3</sup> se přesně naváží (0,20 až 0,30) g šťavelanu sodného p.a. (skutečná navážka W v gramech, čistota A v procentech) a za míchání se rozpustí ve 100 cm<sup>3</sup> zředěné kyseliny chloristé (připravené zředěním 60 cm<sup>3</sup> 70 % až 72 % kyseliny chloristé vodou na 1 litr). Dále se připraví indikátorový roztok rozpuštěním 1,487 g monohydrátu o-fenanthrolinu

v roztoku 0,980 g hexahydrátu síranu železnato-amonného v 100 cm<sup>3</sup> vody. Do roztoku šťavelanu sodného ve zředěné kyselině chloristé se přidají 2 kapky indikátorového roztoku a vzniklá směs se titruje připraveným roztokem dusičnanu ceričito-amonného až do barevné změny ze slabě červené na slabě modrou. Zaznamená se spotřeba odměrného roztoku v bodu ekvivalence (B v cm<sup>3</sup>). Molární koncentrace odměrného roztoku dusičnanu ceričito-amonného (hodnota M v mol · dm<sup>-3</sup>) se vypočte dle následujícího vzorce:

$$M = \frac{A \times W}{6,701 \times B}$$

**7.10.3.6** Odměrný roztok síranu železnato-amonného o molární koncentraci asi 0,05 M se připraví rozpuštěním 19,6 g hexahydrátu síranu železnato-amonného v roztoku 75 cm<sup>3</sup> 70 % až 72 % kyseliny chloristé v 750 cm<sup>3</sup> destilované vody. Připravený roztok se následně v odměrné baňce doplní destilovanou vodou na 1 litr a skladuje se nad amalgámem zinku.

**7.10.3.7** Pro standardizaci připraveného roztoku síranu železnato-amonného se do titrační baňky objemu 250 cm<sup>3</sup> odměří 40 cm<sup>3</sup> standardního odměrného roztoku dusičnanu ceričito-amonného, který se zředí na 100 cm<sup>3</sup> zředěnou kyselinou chloristou (příprava popsána v čl. 7.10.3.5). Po přidání dvou kapek indikátorového roztoku se předložená směs titruje odměrným roztokem síranu železnato-amonného až do barevné změny ze světle modré na červenou. Výsledkem je hodnota C vyjadřující poměr objemu roztoku dusičnanu ceričito-amonného k objemu odměrného roztoku síranu železnato-amonného v bodě ekvivalence.

**7.10.3.8** Obsah azidového aniontu v jednotlivých vzorcích azidu se stanoví následujícím postupem. Vzorek azidu se opatrně přesype do vytárované titrační nádoby a zváží s přesností ±0,1 mg (hodnota W v mg). K azidu se přilije (35 ±0,1) cm<sup>3</sup> kyseliny chloristé o koncentraci 1 mol · dm<sup>-3</sup>. Rychlost přidání kyseliny by měla být u všech stanovení pokud možno stejná. Teplotu roztoku je vhodné vzhledem k riziku ztrát těkavého azoimidu chlazením udržovat pod 15 °C. Titrační nádoba se rychle připojí k titrátoru a k jejímu obsahu se z byrety přidá (5 ±0,1) cm<sup>3</sup> standardizovaného odměrného roztoku dusičnanu ceričito-amonného (hodnota A v cm<sup>3</sup>). Vzniklá směs se 3 minuty míchá. Přebytek dusičnanu ceričito-amonného se poté okamžitě za míchání zpětně titruje standardizovaným odměrným roztokem síranu železnato-amonného a zaznamená se spotřeba tohoto roztoku v bodě ekvivalence (hodnota B v cm<sup>3</sup>). Procentuální obsah azidu ve vzorku se pro azid olovnatý vypočte dle vzorce:

$$\% \text{Pb(N}_3)_2 = \frac{K \times (A - B \times C) \times M}{20 \times W}$$

pro azid stříbrný:

$$\% \text{AgN}_3 = \frac{K \times (A - B \times C) \times M}{20 \times W}$$

kde K je molekulová hmotnost azidu olovnatého K = 291,24 nebo stříbrného K = 149,89 (v g · mol<sup>-1</sup>).

#### **7.10.4 Zpracování výsledků**

**7.10.4.1** Zprůměrováním výsledků dvou analytických stanovení se získá hodnota procentuálního obsahu nedegradovaného azidu ve vzorcích uměle stárnutých v přítomnosti testovaného materiálu (hodnota G) a bez přítomnosti tohoto materiálu (hodnota F). Jako srovnávací výsledek se bere stanovení obsahu azidu v nestárnutém vzorku (hodnota E).

**7.10.4.2** Má-li být testovaný materiál považován za snášlivý s azidem, nesmí být rozdíl hodnot  $(F - G)$  větší než 3 % pro azid olovnatý a 2 % pro azid stříbrný.



7.10.4.3 Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.10 STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI AZIDŮ</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana _____ ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (h): Navážka směsi: Testovaný materiál (g): Testovaný azid (g): Hmotnost srovnávacího vzorku azidu: Nestárnutý vzorek (g): Uměle stárnutý vzorek (g):
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Obchodní název nebo kód testovaného materiálu: Výrobce: Materiálová specifikace: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování:	<b>PŘÍPRAVA VZORKU KE ZKOUŠCE</b> Způsob přípravy testovaného materiálu:  <b>ZKOUŠENÝ AZID</b> Typ azidu: Datum a série výroby: Složení:

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.10  
STANOVENÍ CHEMICKÉ SNÁŠENLIVOSTI AZIDŮ**

Číslo protokolu:

Strana ze

**ODCHYLKY OD STANDARDNÍHO POSTUPU:**

**VÝSLEDKY:**

Obsah azidu v nestárnutém vzorku azidu (E v %):

Obsah azidu ve vzorku samotného azidu po umělém stárnutí (F v %):

Obsah azidu ve vzorku azidu s přídavkem 10 g testovaného materiálu po umělém stárnutí  
(G v %):

F – G =

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO:**

**POZNÁMKY:**

**SNÁŠENLIVOST: ANO/NE**

## 7.11 Stanovení teploty výbuchu

### 7.11.1 Princip

**7.11.1.1** Stanovení teploty výbuchu se provádí zahříváním vzorku výbušniny rychlostí  $5\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  ve zkumavce uložené v elektrické peci. Teplota výbuchu je teplota, při níž dojde k prudkému rozkladu, vznícení nebo explozi vzorku. Při zkoušce se rovněž sleduje charakter výbuchu.

**7.11.1.2** Stanovení teploty výbuchu se spolu se stanovením termické stability pomocí DTA či DSC a stanovením intenzity výbušné reakce při pomalém a rychlém ohřevu používá k charakterizaci citlivosti zkoušené výbušniny k tepelným podnětům a její reakce na tyto podněty.

**7.11.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení teploty výbuchu výbušnin, jsou v souladu s požadavky STANAG 4491.

### 7.11.2 Zkušební zařízení

**7.11.2.1** Zařízení pro stanovení teploty výbuchu tvoří elektricky vyhřívaná pícka s otvory pro uložení zkumavek se vzorkem. Pícka musí být konstruována tak, aby byla schopna rovnoměrně zahřívát zkumavky se vzorky s rychlostí až  $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  do teploty  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Otvory musí být minimálně  $20\text{ mm}$  hluboké. Rovnoměrný ohřev pícky rychlostí  $5\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  je zajišťován digitálním regulátorem teploty. Regulační odporový platinový teploměr o průměru  $4,8\text{ mm}$  je umístěn v temperovaném bloku, v místě na obvodu kruhu s otvory pro uložení zkumavek. Teplota měřená platinovým teploměrem je zobrazována na displeji digitálního regulátoru teploty. Zařízení rovněž obsahuje ochranný štít z polymethylmetakrylátu proti možnému rozletu střepin skla.

**7.11.2.2** Zkumavky pro uložení vzorků mají délku  $(114 \pm 15)\text{ mm}$ , vnější průměr  $12\text{ mm}$  až  $16\text{ mm}$  a tloušťku stěny  $0,5\text{ mm}$  až  $1,25\text{ mm}$ .

### 7.11.3 Provedení zkoušky

**7.11.3.1** Vzorky pevných výbušnin se před zkoušku upravují tak, aby prošly sítím o velikosti oka  $3\text{ mm}$ . Kaučukovité nebo těstovité vzorky jsou nařezány nebo nasekány na takové kousky, aby  $3\text{ milimetrovým}$  sítím prošly.

**7.11.3.2** Vzorky výbušnin o hmotnosti  $(200 \pm 2)\text{ mg}$  se nasypou do zkumavek a vloží se do otvorů pícky do hloubky min.  $20\text{ mm}$ . V případě vzorků s neznámou prudkostí reakce při ohřevu nebo u třaskavin se volí nižší navážka (obvykle  $50\text{ mg}$ ). Nezaplněné otvory v pícce se zaplní prázdnými zkumavkami. Poté se zapne regulátor, řídící nárůst teploty pícky na  $5\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  a reakce vzorků se pozoruje přes ochranné sklo. Při dosažení výbuchu vzorku se z digitálního regulátoru odečte příslušná teplota. Zkouší se minimálně dva vzorky stejné výbušniny.

### 7.11.4 Zpracování výsledků

**7.11.4.1** Výsledkem zkoušky je nejnižší dosažená teplota výbuchu ze současně měřených vzorků stejné výbušniny. Současně se zaznamená charakter výbuchu vzorku jako „žádná reakce“, „rozklad“, „zážeh“, „exploze“ nebo „detonace“. Pokud se zjištěná teplota výbuchu mezi dvěma vzorky liší o  $3\text{ }^{\circ}\text{C}$  či více, zkoušku je nutno zopakovat. Vzorky, které nevykazují známky reakce do teploty  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , se nechají ochladit a poté se zkoumají. Pokud vzorek nejeví známky rozkladu, zaznamená se výsledek jako „žádná reakce nad  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ “. Pokud vzorek jeví známky rozkladu, charakter výbuchu se zaznamená jako „pomalý rozklad“.

7.11.4.2 Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.11 STANOVENÍ TEPLoty VZBUCHU</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Navážka vzorku (g): Rychlost zahřívání ( $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ): Způsob přípravy vzorku:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Typ výbušniny: Obchodní název nebo kód: Výrobce: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování:	<b>VÝSLEDKY</b> Teplota vzbuchu ( $^{\circ}\text{C}$ ): Charakter vzbuchu: Odchyly od standardního postupu:
<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>	
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>	<b>POZNÁMKY</b>

## **7.12 Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu**

### **7.12.1 Princip**

**7.12.1.1** Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu se provádí zahříváním výbušniny, zalaborované v uzavřené ocelové bombě, rychlostí  $3,3 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ . Intenzita výbušné reakce se vyhodnocuje ze stupně roztržení ocelové bomby po tepelném výbuchu obsažené výbušniny.

**7.12.1.2** Stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu umožňuje charakterizovat možné ohrožení okolí, ke kterému by mohlo dojít při havárii vyvolané postupným zahříváním zalaborované výbušniny (např. požárem ve vedlejším objektu). Spolu se stanovením intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu, stanovením termické stability pomocí DTA či DSC a stanovením teploty výbuchu slouží tato zkouška k charakterizaci citlivosti zkoušené výbušniny k tepelným podnětům a její reakce na tyto podněty.

**7.12.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení intenzity výbušné reakce při pomalém ohřevu, jsou v souladu s požadavky STANAG 4491.

### **7.12.2 Zkušební zařízení**

**7.12.2.1** Zkoušená výbušnina se nalaboruje do trubky z měkké oceli tažené za studena, o vnitřním průměru 40 mm, délky 200 mm a tloušťky stěny 4 mm, která se uzavře na obou koncích šroubovanými uzávěry na vnějších závitech trubky. Uzávěry musí být o něco silnější, než je tloušťka stěny trubky, aby docházelo k roztržení trubky nejprve v její střední části.

**7.12.2.2** K ohřevu nalaborované ocelové bomby se používá keramická pícka s elektrickým ohřevem a regulačním platinovým teploměrem. Vnitřní průměr pícky by se měl pohybovat mezi 100 až 150 mm. Konstantní rychlost vzrůstu teploty je zajišťována digitálním regulátorem.

**7.12.2.3** Zkouška se provádí v trhacím kotli nebo komoře, aby po zkoušce bylo možno shromáždit alespoň reprezentativní počet vzniklých střepin.

### **7.12.3 Provedení zkoušky**

**7.12.3.1** Před zkouškou se ocelová trubka a uzávěry odděleně zváží, do celého objemu trubky se nalaboruje výbušnina a uzávěry se pevně zašroubují. Lisované nebo obráběné vzorky výbušniny o průměru 40 mm se do trubky vkládají. Výbušniny, které je možno lít se laborují do trubky litím. Po nalaborování se vážením zjistí hmotnost obsažené výbušniny a její náložová hustota.

**7.12.3.2** Ocelová bomba obsahující výbušninu se vloží do keramické pícky tak, aby mezi stěnou bomby a pícky byla konstantní vzduchová mezera. Regulační platinový teploměr se přiloží ke stěně ocelové bomby. Trhací kotel nebo komora se uzavře tak, aby nemohlo dojít k úniku střepin a spustí se ohřev bomby rychlostí  $3,3 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ .

**7.12.3.3** Po dosažení tepelného výbuchu výbušniny v ocelové bombě a určité bezpečnostní prodlevě se trhací kotel nebo komora otevřou a shromáždí se veškeré zbytky po zkoušce, z nichž se následně oddělí střepiny z ocelové trubky. Střepiny z ocelových uzávěrů se k nim nepřidávají. V případě nedosažení tepelného výbuchu výbušniny do teploty  $360 \text{ }^\circ\text{C}$  se zkouška ukončuje, odpojí se elektrické napájení pícky a vyčká se minimálně 6 hodin, až teplota pícky poklesne na normální teplotu.

**7.12.3.4** Každá výbušnina se zkouší minimálně třikrát.

## 7.12.4 Zpracování výsledků

**7.12.4.1** Výsledkem zkoušky je počet střepin z ocelové trubky uvedený ze třech provedených zkoušek pro danou výbušninu. Hodnocení intenzity výbušného rozkladu se provádí dle parametrů uvedených v tabulce 10.

**TABULKA 10 – Hodnocení intenzity výbušného rozkladu při ohřevu výbušniny**

Kategorie	Typ výbušného rozkladu	Výsledek
0	Žádná reakce	Výbušnina nespotřebována
0/1	Hoření/rozklad	Ocelová trubka neroztržena
1	Deflagrace	Ocelová trubka roztržena na jeden kus o zhruba původní hmotnosti trubky
2	Exploze	2 až 9 střepin ocelové trubky
3	Detonace	10 až 100 střepin ocelové trubky
4	Detonace	Více než 100 střepin ocelové trubky

7.12.4.2 Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.12 STANOVENÍ INTENZITY VÝBUŠNÉHO ROZKLADU PŘI POMALÉM OHŘEVU</b>							
Číslo protokolu:				Strana ze			
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:				<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Typ výbušniny: Obchodní název nebo kód: Výrobce: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Složení:			
<b>ÚDAJE O ZKOUŠCE A VÝSLEDKY</b>							
Pokus č.	Hmotnost výbušniny (g)	Náložová hustota výbušniny ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	Hmotnost ocelové trubky (g)	Hmotnostní % nalezených střepin trubky	Hmotnostní % zbylé výbušniny	Počet nalezených střepin trubky	Typ výbušn. rozkladu
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>				<b>POZNÁMKY</b>			

## **7.13 Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu**

### **7.13.1 Princip**

**7.13.1.1** Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu se provádí zahříváním výbušniny, zalaborované v uzavřené ocelové bombě, přímým plamenem. Intenzita výbušné reakce se vyhodnocuje ze stupně roztříštění ocelové bomby po tepelném výbuchu obsažené výbušniny.

**7.13.1.2** Stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu umožňuje charakterizovat možné ohrožení okolí, ke kterému by mohlo dojít při havárii vyvolané přímým ohřevem munice se zalaborovanou výbušninou (např. při požáru ve zbraňovém systému). Spolu se stanovením intenzity výbušné reakce při pomalému ohřevu, stanovením termické stability pomocí DTA či DSC a stanovením teploty výbuchu slouží tato zkouška k charakterizaci citlivosti zkoušené výbušniny k tepelným podnětům a její reakce na tyto podněty.

**7.13.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení intenzity výbušné reakce při rychlém ohřevu, jsou v souladu s požadavky STANAG 4491.

### **7.13.2 Zkušební zařízení**

**7.13.2.1** Zkoušená výbušnina se laboruje do trubky stejných parametrů jako pro zkoušku pomalým ohřevem – viz čl. 7.12.2.1.

**7.13.2.2** Ohřev nalaborované ocelové bomby se provádí plamenem z ploché misky obsahující 2 litry benzínu.

**7.13.2.3** Zkouška se provádí v trhacím kotli nebo komoře, aby po zkoušce bylo možno shromáždit alespoň reprezentativní počet vzniklých střepin.

### **7.13.3 Provedení zkoušky**

**7.13.3.1** Laborace výbušniny do trubky se provádí stejným způsobem jako u zkoušky pomalého ohřevu – viz čl. 7.12.3.1.

**7.13.3.2** Uzavřená ocelová bomba obsahující výbušninu se uchytlí nad misku s benzínem, palivo se distančním způsobem zapálí a současně se měří doba od zapálení paliva do reakce výbušniny.

**7.13.3.3** Po dosažení tepelného výbuchu výbušniny v ocelové bombě a ochlazení obsahu nebo po dvou hodinách od začátku zkoušky v případě žádné reakce se trhací kotel nebo komora otevřou a shromáždí se veškeré zbytky po zkoušce, z nichž se následně oddělí střepiny z ocelové trubky. Střepiny z ocelových uzávěrů se k nim nepřidávají.

**7.13.3.4** Každá výbušnina se zkouší minimálně třikrát.

### **7.13.4 Zpracování výsledků**

**7.13.4.1** Jako výsledek zkoušky se uvádí počet střepin z ocelové trubky získaných ze třech provedených zkoušek pro danou výbušninu. Hodnocení intenzity výbušného rozkladu se provádí dle parametrů uvedených v tabulce 10.



7.13.4.2 Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.13 STANOVENÍ INTENZITY VÝBUŠNÉHO ROZKLADU PŘI RYCHLÉM OHŘEVU</b>								
Číslo protokolu:						Strana ze		
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:				<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Typ výbušniny: Obchodní název nebo kód: Výrobce: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Složení:				
<b>ÚDAJE O ZKOUŠCE A VÝSLEDKY</b>								
Pokus č.	Hmotnost výbušnin y (g)	Náložová hustota výbušniny ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	Hmotnost ocelové trubky (g)	Hmotnostní % nalezených střepin trubky	Hmotnostní % zbylé výbušnin y	Počet nalezených střepin trubky	Doba do reakce (s)	Typ výbušn. rozkladu
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>				<b>POZNÁMKY</b>				

## 7.14 Stanovení citlivosti k nárazu

### 7.14.1 Princip

**7.14.1.1** Stanovení citlivosti k nárazu výbušnin se provádí na pádové aparatuře typu BAM. Zkouškou se zjišťuje pádová výška  $H_{50}$  odpovídající 50procentní pravděpodobnosti aktivace výbušniny při pádu kladiva určité hmotnosti. Stanovením citlivosti k nárazu se zjišťuje manipulační bezpečnost výbušniny.

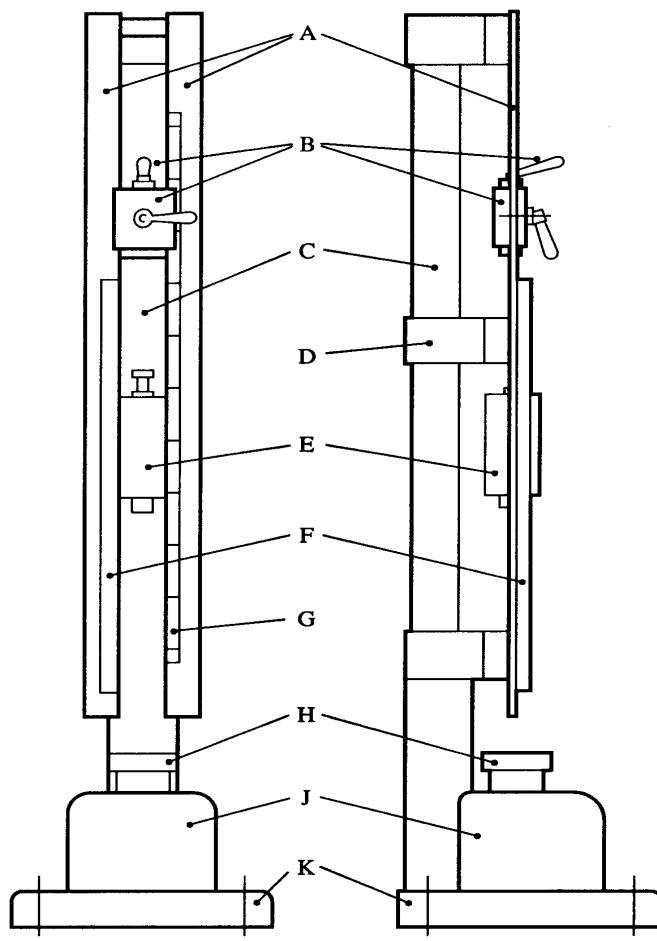
**7.14.1.2** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení citlivosti k nárazu výbušnin, jsou v souladu s požadavky STANAG 4489.

### 7.14.2 Zkušební zařízení

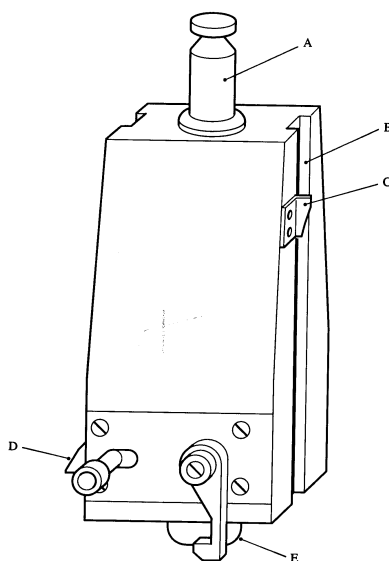
**7.14.2.1** Zkušební přístroj podle obrázku 3 sestává ze zkušebního přípravku, ocelolitinového bloku (J na obrázku č. 3) s nálitkem základové desky (K), kovadliny (H), sloupu (C), vodících lišt (A) a padacího kladiva (E) se spouštěcím a záchytným zařízením (B). Na ocelolitinovém bloku 230 mm × 250 mm × 200 mm se základovou deskou 450 mm × 450 mm × 60 mm je našroubována ocelová kovadlina o průměru 100 mm a výšce 70 mm. Kovadlina je opatřena vyměnitelnou kovadlinou o průměru 26 mm a výšce 26 mm, která je buď do hlavní kovadliny pevně zašroubována anebo se vkládá do otvoru středící objímky nasazené na kovadlině. Na zadní stranu ocelolitinového bloku je upevněn sloup z bezešvé tažené ocelové trubky (vnější průměr 90 mm, vnitřní průměr 75 mm). Vodicí lišty jsou připevněny na sloup třemi nosníky (D) a jsou opatřeny logaritmickým měřítkem (G) a ozubenou tyčí (F) k zachycení odraženého kladiva. Záchytné a spouštěcí zařízení pro kladivo je přestavitelné mezi vodícími lištami a zajišťuje se pomocí páky nebo podobného mechanismu. Zkušební přístroj spočívá na betonovém základu o rozměrech 600 mm × 600 mm × 600 mm tak, že spodní plocha základové desky je v dokonalém styku s horní plochou betonového základu a je v něm zakotvena čtyřmi šrouby do zdiva tak, aby vodící lišty byly dokonale svislé. Přístroj je nejméně do výše dolního nosníku opatřen lehce otevíratelným krytem určeným k ochraně obsluhy při případném porušení celistvosti částí zkušebního přípravku. Kryt je opatřen průzorem z organického skla o tloušťce nejméně 10 mm tak, aby bylo umožněno spolehlivé rozpoznání výbuchu zkoušeného vzorku projevujícího se plamenem. Odsávací zařízení slouží k odvádění plyných výbuchových zplodin nebo prachu z prostoru ochranného krytu.

**7.14.2.2** Měřítka začíná na pádové výšce 10 cm a vyznačuje hodnoty pádových výšek, lišících se od počáteční pádové výšky o logaritmický interval 0,05. Jednotlivé následné hodnoty výšek  $h_i$  (v cm) se získají ze vztahu:  $h_i = 10 \cdot 10^{(i \cdot 0,05)}$ , kde  $i$  dosahuje hodnot celých přirozených čísel. Po výšce 10 cm ( $i = 0$ ) tak následují pádové výšky 11,2 cm ( $i = 1$ ) a 12,6 cm ( $i = 2$ ).

**7.14.2.3** Kladivo (obrázek 4) je opatřeno dvěma vodícími drážkami (B), v nichž se pohybuje mezi vodícími lištami, dále upínacím čepem (A), úderníkem (E), polohovou značkou (C) a aretačním zařízením (D), které jsou s tělesem kladiva pevně spojeny. Úderník se zaoblenou nárazovou plochou je z oceli, má průměr nejméně 25 mm, tvrdost Rockwell C60-63 a takovou šířku osazení, že při nárazu nemůže vniknout do tělesa kladiva. Pro zkoušku je možno použít kladivo o hmotnosti (1, 2, 5 nebo 10) kg.

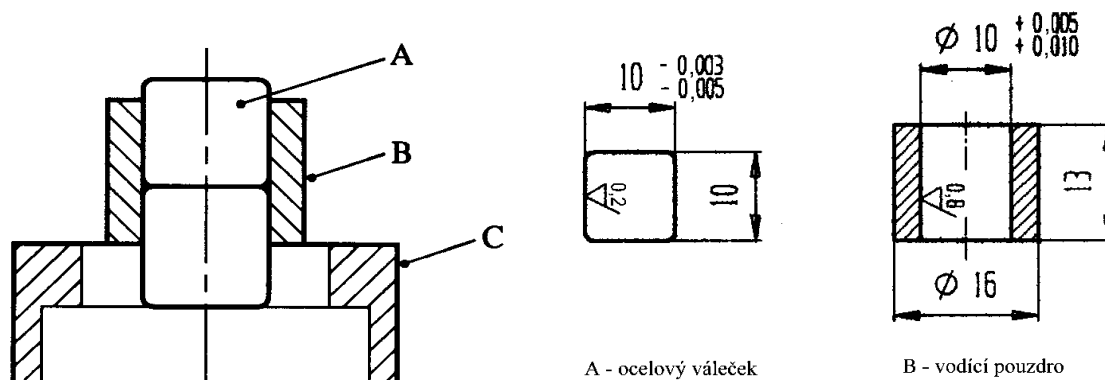


**OBRÁZEK 3 – Sestava zkušebního přístroje pro stanovení citlivosti k nárazu**



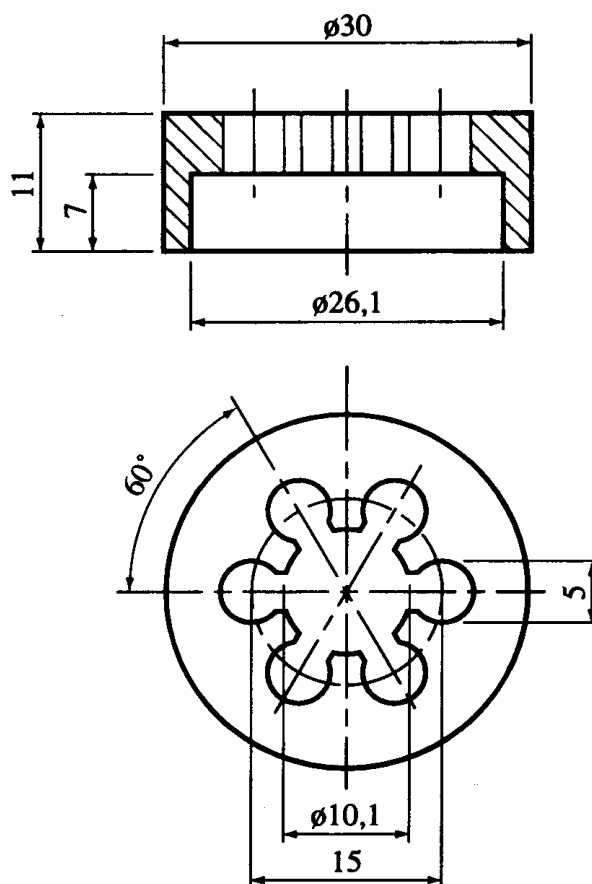
**OBRÁZEK 4 – Kladivo pro stanovení citlivosti k nárazu**

**7.14.2.4** Zkušební přípravek (obrázek 5), do kterého se vnáší zkušební vzorek, sestává z ocelového vodícího pouzdra (B) a dvou nad sebou uložených ocelových válečků (A). Používají se válečky pro valivá ložiska s leštěnými plochami a zaoblenými hranami s tvrdostí Rockwell C58 – 65. Rozměry a kvalita povrchu válečků a vodícího pouzdra jsou uvedeny na obrázku 5.



**OBRÁZEK 5 – Zkušební přípravek, váleček a vodící pouzdro**

**7.14.2.5** Zkušební přípravek se umísťuje na vyměnitelnou kovadlinu pomocí středícího kroužku s výfukovými otvory. Rozměry středícího kroužku jsou uvedeny na obrázku 6.

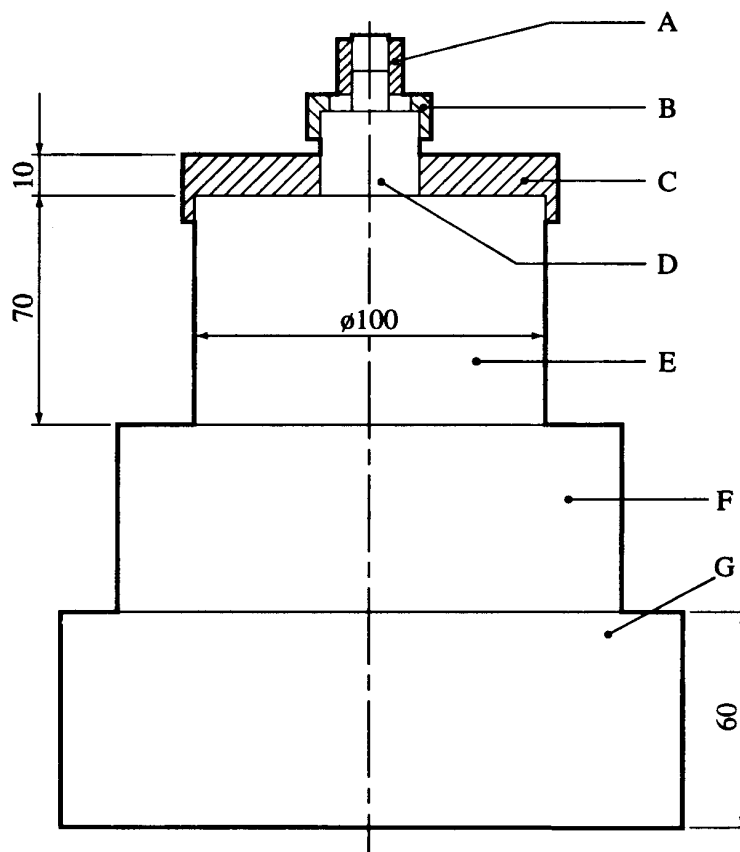


**OBRÁZEK 6 – Středicí kroužek pro zkušební přípravek**

### 7.14.3 Provedení zkoušky

**7.14.3.1** Vzorek výbušniny se před zkouškou proseje a ke zkoušce se bere síťová frakce 0,5 mm až 1,0 mm. Lisované nebo lité výbušniny se před proséváním drtí. Plastické nebo kompozitní materiály se řezou na plátky o tloušťce 3 mm a délce a šířce cca 4 mm.

**7.14.3.2** Spodní váleček zkušebního přípravku (viz obrázek 7) se vloží do vodícího pouzdra (A) a tato sestava se uloží do středícího kroužku (B) a středící objímky (C) na vyměnitelné kovadlině (D). S použitím válcové měrky o objemu 40 mm<sup>3</sup> (dutina o průměru 3,7 mm a výšce 3,7 mm) se odměří 40 mm<sup>3</sup> sypké výbušniny nebo se vezme jeden připravený plátek plastického vzorku a vpraví se do otevřeného zkušebního přípravku. Přípravek se poté uzavře vsunutím horního válečku a jeho lehkým přitlačením prstem na doraz tak, aby se vzorek tlakem nezploštil. U kapalných výbušnin se odběr vzorku o objemu 40 mm<sup>3</sup> provádí pomocí mikropipety, kterou se vzorek kápne na spodní váleček, horní váleček se zatlačí na vzdálenost 1 mm od spodního válečku a v této poloze se upevní pryžovým prstencem, který se přes něj přetáhne. Zkušební přípravek se následně umístí na hlavní kovadlinu (E) posazenou na ocelolitinovém bloku (F) a základové desce (G).



**OBRÁZEK 7 – Sestava zkušebního přípravku před zkouškou**

**7.14.3.3** Zkušební přípravek se umísťuje na vyměnitelnou kovadlinu pomocí středícího kroužku s výfukovými otvory tak, aby kladivo dopadalo vždy na střed plochy horního válečku. Každý váleček smí být použit ve zkušebním přípravku jen jednou. Dojde-li k výbuchu, nesmí být znovu použity ani válečky ani vodící pouzdro. Válečky a vodící pouzdra se před použitím odmastí acetonem.

**7.14.3.4** Po zkompletování zkušebního přípravku se kladivo zvolené hmotnosti uchytí ve zvolené výšce. Následně se uzavře ochranný kryt zkušebního přístroje a kladivo se uvolní. Po dopadu kladiva na zkušební přípravek se sleduje reakce vzorku. Za pozitivní reakce se považuje výbuch (třesk) nebo rozklad vzorku. Rozklad může být identifikován ze vzniku plamene, dýmu nebo zachycením spalných produktů mezi válečky přípravku. Současně s dopadem kladiva se spustí odsávání spalin.

**7.14.3.5** Počáteční výška se volí v blízkosti očekávané hodnoty  $H_{50}$  pro danou hmotnost kladiva. Hmotnost kladiva se volí v závislosti na citlivosti výbušniny a rozsahu zkušebního zařízení. Při zvolené počáteční pádové výšce se provede 10 předběžných pokusů metodou „up-and-down“ s logaritmickým krokem výšky 0,05. Pokud dojde při dané pádové výšce k aktivaci vzorku, pádová výška se o krok zmenší. Pokud k aktivaci nedojde, pádová výška se o krok zvýší. Tímto způsobem se provede 10 pokusů a zaznamenají se výsledky na jednotlivých pádových výškách. Výsledky by se měly uskupit okolo určité hodnoty pádové výšky. Tato hodnota se bere jako výchozí bod pro vlastní stanovení pádové výšky  $H_{50}$ . Pokud výsledky těchto 10 předběžných pokusů stále stoupají nebo klesají, je nutno zvolit novou počáteční výšku a předběžné zkoušení zopakovat.

**7.14.3.6** Počínaje na pádové výšce, určené v čl. 7.14.3.5, provede se 30 pokusů metodou „up-and-down“. S použitím kroku odpovídajícímu logaritmickému intervalu pádové výšky 0,05 se pádová výška v průběhu zkoušky postupně zvyšuje nebo snižuje, podle toho, zda předchozí pokus vykázal negativní nebo pozitivní výsledek.

#### 7.14.4 Zpracování výsledků

**7.14.4.1** Z 30 provedených pokusů se stanoví počet negativních a pozitivních výsledků. K vlastnímu výpočtu se poté používá soubor hodnot toho z obou výsledků (negativní či pozitivní), jejichž počet je menší.

**7.14.4.2** Nejnižší použité pádové výšce v daném souboru výsledků se přiřadí hodnota  $i = 0$ . Dalším vyšším pádovým výškám se přiřadí hodnoty  $i = 1, 2, 3$  atd. Pro každou pádovou výšku  $i$  se stanoví počet reakcí příslušného typu (negativních či pozitivních) a vyjádří se jako  $n_i$ .

**7.14.4.3** Se znalostí hodnot  $i$  a  $n_i$  (včetně  $i = 0$ ) se vypočtou veličiny  $N$ ,  $A$  a  $B$  dle následujících vzorců:

$$N = \sum_0^i n_i$$

$$A = \sum_0^i i n_i$$

$$B = \sum_0^i i^2 n_i$$

**7.14.4.4** Logaritmus střední pádové výšky  $\underline{M}$ , pádová výška  $H_{50}$  pro 50procentní pravděpodobnost aktivace vzorku a jeho směrodatná odchylka  $\underline{S}$  se vypočtou se znalostí veličin  $N$ ,  $A$ ,  $B$ , dekadického logaritmu pádové výšky při  $i = 0$   $\underline{C}$ , a velikosti logaritmického kroku  $\underline{D}$  (0,05), dle následujících vzorců:

$$M = C + D \left[ \frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right]$$

$$H_{50} = 10^M$$

$$S = 1,620 \cdot D \cdot [((NB - A^2) : N^2) + 0,029]$$

Ve výrazu  $\left[ \frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right]$  se kladné znaménko používá v případě, že počet negativních reakcí je menší než počet reakcí pozitivních. Záporné znaménko se používá v opačném případě. Aby bylo provedené stanovení pádové výšky  $H_{50}$  platné, velikost směrodatné odchylky musí splňovat podmínku  $0,5 \leq (S : D) \leq 2,0$ .

**7.14.4.5** Výsledkem stanovení citlivosti výbušniny k nárazu je kromě hodnoty  $H_{50}$  a směrodatné odchylky pádové výšky  $S$  rovněž dopadová energie  $E_{50}$  (J) pro 50procentní pravděpodobnost výbušniny, která se získá součinem hodnoty  $H_{50}$  (v m), hmotnosti použitého kladiva (kg) a gravitační konstanty (zaokrouhleně  $10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ ). Podobně směrodatná odchylka dopadové energie (J) se získá součinem hodnoty směrodatné odchylky pádové výšky  $\underline{S}$  (m), hmotnosti kladiva a gravitační konstanty.

**7.14.4.6** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:





## 7.15 Stanovení citlivosti ke tření

### 7.15.1 Princip

**7.15.1.1** Stanovení citlivosti výbušnin ke tření se provádí na třecím přístroji typu BAM. Zkouškou se zjišťuje síla zatížení třecího kolíku  $F_{50}$ , odpovídající 50procentní pravděpodobnosti aktivace výbušniny při tření mezi porcelánovými plochami. Stanovením citlivosti ke tření se zjišťuje manipulační bezpečnost výbušniny.

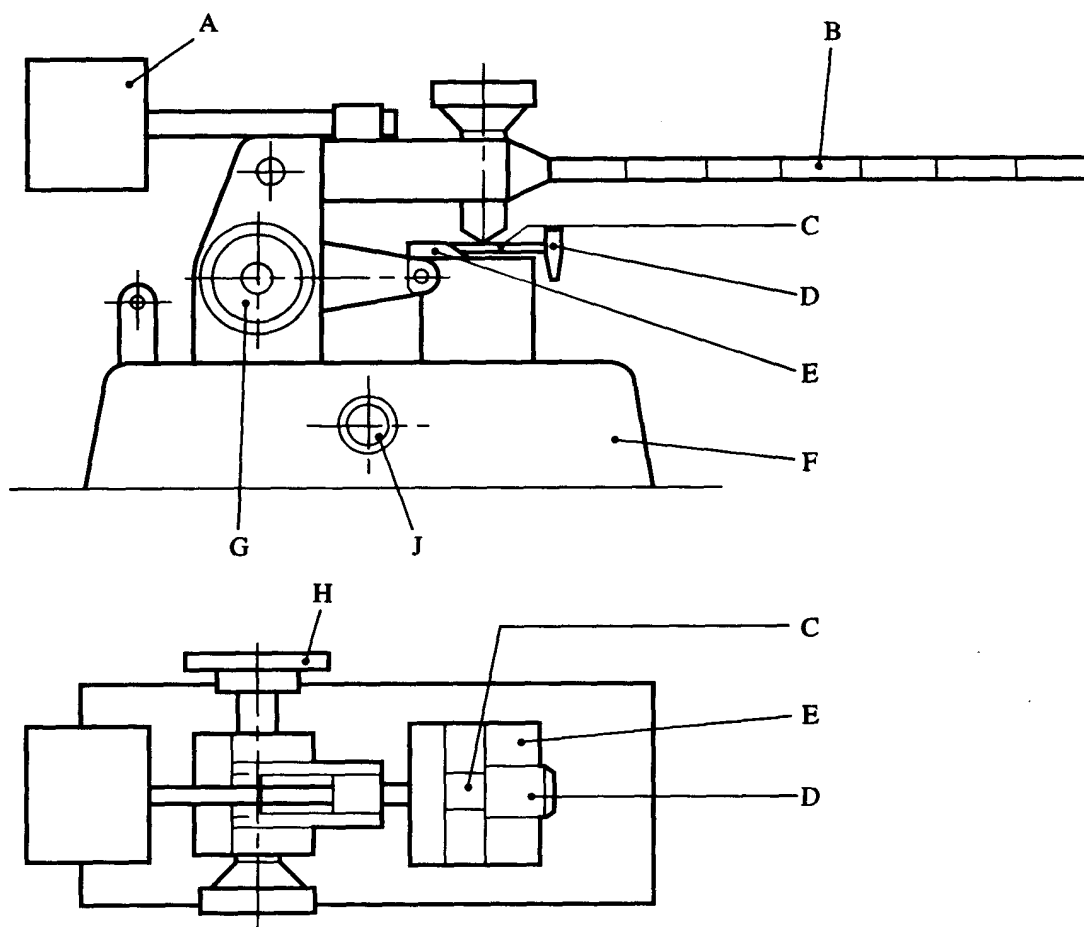
**7.15.1.2** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení citlivosti ke tření výbušnin, jsou v souladu s požadavky STANAG 4487.

### 7.15.2 Zkušební zařízení

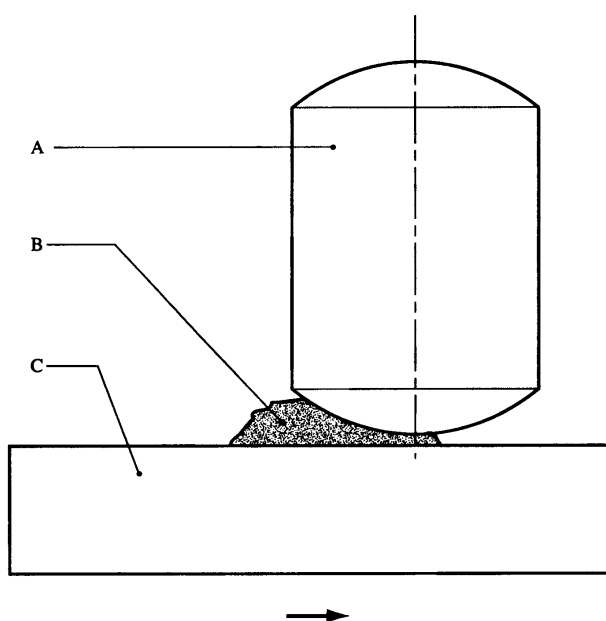
**7.15.2.1** Zkušební přístroj podle obrázku 8 sestává z litinové základny (F), na níž je uchycen křížák klikového mechanismu (E), do něž se upíná porcelánová destička (C). Klikový mechanismus, poháněný elektromotorem, způsobuje pohyb destičky vpřed a vzad, 10 mm v každém směru. Pohyb destičky je aktivován spínacím tlačítkem (J) v základně přístroje. Přístroj je dále opatřen zatěžovacím mechanismem na principu dvojramenné páky, v jejímž středu je úchyt porcelánového kolíku, doléhajícího po zatížení na porcelánovou destičku. Rameno zatěžovacího mechanismu (B) je opatřeno šesti rovnoměrně rozloženými zářezy pro zavěšení jednoho z devíti závaží a jeho rovnováha je zajištěna protizávažím (A). Hmotnost používaných závaží uvádí tabulka 11. Volbou různé hmotnosti závaží a polohy zářezu lze docílit různá zatížení kolíku v rozsahu 5, až 360 N. Umístění porcelánového kolíku na destičce se vzorkem je vyobrazeno na obrázku 9.

**TABULKA 11 – Hmotnost závaží pro zkoušku citlivosti výbušnin ke tření**

Číslo závaží	Hmotnost závaží (kg)
1	0,23
2	0,50
3	1,07
4	1,63
5	2,19
6	3,30
7	4,42
8	6,66
9	10,02



OBRÁZEK 8 – Přístroj pro zkoušku citlivosti výbušnin ke tření



OBRÁZEK 9 – Umístění vzorku mezi kolíkem a destičkou při zkoušce

**7.15.2.2** Destičky pro třecí zkoušku jsou vyrobeny z porcelánu bez polevy a mají rozměry 25 mm × 25 mm × 7 mm. Funkční plochy porcelánové destičky jsou v jednom směru speciální úpravou zdrsňeny. Kolíky pro třecí zkoušku jsou vyrobeny ze stejného typu porcelánu, mají délku 15 mm, průměr 10 mm a zakulacené konce o poloměru zakřivení 10 mm. Nepoškozený povrch třecích segmentů je základním faktorem této zkoušky. Každá strana kolíku proto může být použita pouze pro jeden pokus a každá plocha destičky pro maximálně tři pokusy na různých místech, minimálně 5 mm od kraje destičky a 5 mm od rýhy předchozího pokusu.

### **7.15.3 Provedení zkoušky**

**7.15.3.1** Práškový vzorek výbušniny se před zkouškou proseje a ke zkoušce se bere síťová frakce pod 0,5 mm. Lisované, lité nebo podobně kompaktní vzorky se před proséváním nadrtí. S pomocí odměrky z vodivého plastu se ke zkoušce nabírá 10 mm<sup>3</sup> vzorku. Z kusovitých vzorků mohou být odebrány odřezky kruhového tvaru o tloušťce maximálně 1 mm a průměru maximálně 5 mm. Z pastovitých vzorků se skleněnou tyčinkou odebírá přibližně 10 mm<sup>3</sup> vzorku a přenesení se na destičku. Metoda není vhodná pro měření citlivosti ke tření kapalných nebo pastovitých látek vykazujících mazný účinek na třecí plochy.

**7.15.3.2** Před zkouškou se do křížáku upne porcelánová destička tak, aby směr zdrsňení byl kolmý na směr pohybu křížáku. Poté se do zatěžovacího mechanismu upne porcelánový kolík a provede se vyvážení, aby byla dvojramenná páka v rovnováze. Vzorek (B na obrázku 9) se nasype na plochu porcelánové destičky tak, aby ležel mezi kolíkem (A) a destičkou (C) ve směru vratného pohybu křížáku a při pohybu destičky se dostal pod zatížený kolík. Porcelánový kolík se pomocí závaží na zatěžovacím mechanismu zatíží zvolenou silou a přístroj se uvede do činnosti.

**7.15.3.3** Reakce výbušniny na třecí impuls se rozlišuje jako „žádná reakce“, „rozklad“, „zážeh“, „třaskání“ nebo „výbuch“. Za pozitivní reakce se považuje zážeh (záblesk a dým s černou stopou na třecích plochách), třaskání (zážeh doprovázený třaskavým zvukem) nebo výbuch. Za negativní reakci se považuje rozklad (slabá černá stopa na porcelánové destičce) nebo „žádná reakce“.

**7.15.3.4** Prvním krokem metody je stanovení dolní meze citlivosti výbušniny ke tření odpovídající 1 pozitivní reakci ze 6 pokusů při konstantním zatížení. Na základě praktických zkušeností se zvolí zatížení, u kterého se nepředpokládá, že dojde k roznětu a provede se 6 zkušebních pokusů. Pokud se nevyskytne ani jeden roznět, zatížení se zvýší a provede se dalších 6 zkušebních pokusů. Takto se pokračuje se zvyšováním zatížení až do výskytu prvního roznětu, přičemž je nutno vždy dokončit všech 6 zkušebních pokusů. Pokud je zjištěná hodnota větší než 360 N, v dalším zkoušení se nepokračuje a výsledek citlivosti ke tření se zaznamená jako „více než 360 N“.

**7.15.3.5** V tabulce 12 se vyhledá výchozí zatížení, které je co nejbližší zjištěnému výsledku zatížení pro 1 aktivaci ze 6 pokusů a které se nachází přibližně ve středu některého ze sloupců Interval. Sloupce Interval popisují konfigurace hmotnosti závaží a pozice zářezu na zatěžovacím mechanismu pro dosažení určitého zatížení odstupňovaného v konstantních krocích vkládané síly (např. ve sloupci Intervalu 12 se zatížení mění v krocích po 12 N). Zkouška začíná na zatížení ve středu příslušného sloupce a zvyšuje se o daný krok v případě negativní reakce předchozího pokusu a snižuje se o daný krok v případě pozitivní reakce předchozího

pokusu. Tímto způsobem se celkem provede 25 až 30 pokusů a zaznamená se jejich výsledek.

**TABULKA 12 – Konfigurace zatížení třecího přístroje**

Interval 1		Interval 2		Interval 4		Interval 6		Interval 8		Interval 12		Interval 16		Interval 24		Interval 36	
Z/P	F	Z/P	F	Z/P	F	Z/P	F	Z/P	F	Z/P	F	Z/P	F	Z/P	F	Z/P	F
1-1	5	1-2	6	1-4	8	1-2	6	1-4	8	2-2	12	2-4	16	3-2	24	4-2	36
1-2	6	1-4	8	2-2	12	2-2	12	2-4	16	3-2	24	3-4	32	4-4	48	6-2	72
1-3	7	2-1	10	2-4	16	2-5	18	3-2	24	4-2	36	4-4	48	5-5	72	6-5	108
1-4	8	2-2	12	3-1	20	3-2	24	3-4	32	4-4	48	5-4	64	6-4	96	8-2	144
1-5	9	2-3	14	3-2	24	4-1	30	5-1	40	6-1	60	7-1	80	8-1	120	9-1	180
1-6	10	2-4	16	3-3	28	4-2	36	5-2	48	6-2	72	7-2	96	8-2	144	9-2	216
		2-5	18	3-4	32	4-3	42	5-3	56	6-3	84	7-3	112	8-3	168	9-3	252
		2-6	20	3-5	36	4-4	48	5-4	64	6-4	96	7-4	128	8-4	192	9-4	288
				3-6	40	4-5	54	5-5	72	6-5	108	7-5	144	8-5	216	9-5	324
						4-6	60	5-6	80	6-6	120	7-6	160	8-6	240	9-6	360

Pozn.: Z – číslo závaží, P – číslo pozice zářezu, F – výsledná síla (N)

#### 7.15.4 Zpracování výsledků

**7.15.4.1** Z provedených pokusů se stanoví počet negativních a pozitivních výsledků. K vlastnímu výpočtu se poté používá menší soubor hodnot z obou výsledků (negativní či pozitivní).

**7.15.4.2** Nejnižší použité třecí síle v daném souboru výsledků se přiřadí hodnota  $i = 0$ . Dalším vyšším třecím silám se přiřadí hodnoty  $i = 1, 2, 3$  atd. Pro každou třecí sílu  $i$  se stanoví počet reakcí příslušného typu (negativních či pozitivních) a vyjádří se jako  $n_i$ .

**7.15.4.3** Se znalostí hodnot  $i$  a  $n_i$  (včetně  $i = 0$ ) se vypočtou veličiny  $N$ ,  $A$  a  $B$  dle následujících vzorců:

$$N = \sum_0^i n_i$$

$$A = \sum_0^i i n_i$$

$$B = \sum_0^i i^2 n_i$$

**7.15.4.4** Třecí síla  $F_{50}$  pro 50procentní pravděpodobnost aktivace vzorku a její směrodatná odchylka  $S$  se vypočtou se znalostí veličin  $N$ ,  $A$ ,  $B$ , třecí síly při  $i = 0$  (veličina  $C$ ) a velikosti intervalu změny síly  $D$ , dle následujících vzorců:

$$H_{50} = C + D \left[ \frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right]$$

$$S = 1,620 \cdot D \cdot [((NB - A^2) : N^2) + 0,029]$$

Ve výrazu  $\left[ \frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right]$  se kladné znaménko používá v případě, že počet negativních reakcí je menší než počet reakcí pozitivních. Záporné znaménko se používá v opačném případě.

**7.15.4.5** Aby bylo provedené stanovení třecí síly  $F_{50}$  platné, velikost směrodatné odchylky musí splňovat podmínku  $0,5 \leq (S : D) \leq 2,0$ . Pokud je hodnota  $(S : D)$  menší než 0,5, zkouška se musí zopakovat s menším krokem mezi jednotlivými pokusy. Pokud je tato hodnota větší než 2, zkouška se musí zopakovat s větším krokem mezi jednotlivými pokusy, až je tato podmínka splněna.

**7.15.4.6** Výsledek zkoušky pro novou výbušninu je vhodné uvést spolu s výsledkem srovnávací výbušniny (např. hexogenem) získaným na stejném přístroji a s použitím stejné metody.

**7.15.4.7** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:



## 7.16 Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře - malá zkouška

### 7.16.1 Princip

**7.16.1.1** Malá zkouška stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře se provádí vystavením vzorků výbušniny elektrostatickému výboji o známé energii pro stanovení hodnot energie jiskry  $E_{50}$  a  $E_{min}$ .  $E_{50}$  (J) odpovídá střední hodnotě citlivosti výbušniny k elektrostatické jiskře, tj. 50procentní pravděpodobnosti aktivace vzorku danou energií.  $E_{min}$  odpovídá dolní mezi citlivosti vzorku, tj. maximální energii, při které ještě nedochází k aktivaci vzorku. Stanovením citlivosti k elektrostatické jiskře se zjišťuje relativní úroveň bezpečnosti výbušniny proti elektrostatickým výbojům produkovaným člověkem nebo strojním zařízením.

**7.16.1.2** Střední hodnota citlivosti  $E_{50}$  (J) se vyhodnocuje statisticky metodou „up-and-down“ z celkové energie vkládané na jiskřiště  $E_v$  (J), za podmínky netlumeného výboje náboje vypočítané se znalostí kapacity obvodu  $C$  (F) a napětí v obvodu  $U$  (V) dle vzorce:

$$E_v = \frac{1}{2} \cdot C \cdot U^2$$

Střední hodnota citlivosti  $E_{50}$  se stanovuje zejména u výbušnin, u nichž je převažujícím iniciačním mechanismem působení intenzivní rázové vlny doprovázené krátkodobým nárůstem teploty (např. u trhavin). Při praktické interpretaci výsledku  $E_{50}$  je nutno vzít v úvahu, že tato hodnota odpovídá celkové energii vkládané na jiskřiště a nikoliv energii předané vzorku, která je pouze zlomkem celkové vkládané energie.

**7.16.1.3** Dolní mez citlivosti  $E_{min}$  (J) se vyhodnocuje z energie skutečně předané vzorku  $E_s$ , která se získá z osciloskopického záznamu časového průběhu proudu  $I(t)$  (A, s) a napětí  $U(t)$  (V, s) na jiskřišti, za tlumení výboje předřazeným odporem, pomocí vztahu:

$$E_s = \int_0^t U(t) \cdot I(t) \cdot dt$$

Stanovení dolní meze citlivosti není použitelné u látek, u nichž je převažujícím mechanismem iniciace působení rázové vlny doprovázené krátkodobým intenzivním nárůstem teploty. Vhodné je naopak pro látky, u nichž je převažujícím iniciačním mechanismem déle trvající tepelný impulz.

**7.16.1.4** Údaje, popisované v této kapitole o malé zkoušce stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře, jsou v souladu s požadavky STANAG 4490.

### 7.16.2 Zkušební zařízení

**7.16.2.1** Přístroj pro malou zkoušku citlivosti k elektrostatické jiskře využívá vysokonapěťový zdroj o pracovním napětí (4 až 10) kV a soustavu kondenzátorů o celkové kapacitě 100 pF až 350 nF, produkující při svém vybití elektrostatický výboj, jehož energie je nastavitelná v rozsahu 10  $\mu$ J až 16 J. Podle očekávané citlivosti látky se nastavují hodnoty kapacity soustavy kondenzátorů, vkládaného napětí a předřazeného odporu. Vzorek se při zkoušce plní do komůrky z izolační trubičky nasazené na spodní válcovou kovovou elektrodu. Vrchní elektroda je opatřena vertikálním mikroposuvem. Pomocí osciloskopu se zaznamenává časový

průběh proudu a napětí na jiskřišti, a z něj se počítačově vyhodnocuje skutečná energie jiskry předaná vzorku.

### 7.16.3 Provedení zkoušky

**7.16.3.1** Práškový vzorek výbušniny se před zkouškou proseje a ke zkoušce se bere síťová frakce pod 0,5 mm. Lisované, lité nebo podobně kompaktní vzorky se před proséváním nadrtí. Z kusovitých vzorků mohou být odebrány odřezky kruhového tvaru o tloušťce maximálně 1 mm. Ke zkoušce se odebírá vzorek o objemu 5 mm<sup>3</sup>. Vzorek se před zkouškou temperuje minimálně 1 hodinu při laboratorní teplotě za relativní vlhkosti nižší než 50 %.

**7.16.3.2** Při vlastní zkoušce se navážka vzorku nasype do izolační trubičky, do pracovní polohy se nastaví horní elektroda a po nabití kondenzátorů na zvolené napětí se provede vybití kondenzátorů do vzorku. Po vybití se smyslově vyhodnocuje stupeň aktivace vzorku, zaznamená se hodnota kapacity kondenzátorové soustavy C (F) a vkládaného napětí U (V), z nichž se vypočte celková energie jiskry E<sub>v</sub> (J) a pomocí osciloskopického záznamu časových závislostí napětí U(t) (V, s) a proudu I(t) (A, s) na jiskřišti se vypočte skutečná energie jiskry předaná vzorku E<sub>s</sub> (J).

**7.16.3.3** Reakce výbušniny na elektrostatický impuls se rozlišuje jako „žádná reakce“, „rozklad“ nebo „výbuch“. Za pozitivní reakci se považuje rozklad (vizuálně zjištěné očazení, změna krystalového tvaru vzorku) a výbuch (zaznamenaný akustický a vizuální efekt, roztržení izolační trubičky). Za negativní reakci se považuje „žádná reakce“.

**7.16.3.4** Pro stanovení střední hodnoty citlivosti E<sub>50</sub> se postupuje metodou „up-and-down“ se stejným krokem velikosti vkládané energie E<sub>v</sub> volené změnou vkládaného napětí při konstantní velikosti kapacity soustavy kondenzátorů. Počáteční vkládaná energie jiskry se volí v blízkosti očekávané hodnoty E<sub>50</sub> pro danou výbušninu, kterou je vhodné orientačně stanovit několika předběžnými pokusy. Pokud dojde při dané energii k aktivaci vzorku, vkládaná energie se o krok zmenší. Pokud k aktivaci nedojde, energie se o krok zvýší. Tímto způsobem se provede 30 pokusů, přičemž předběžné pokusy se do tohoto souboru dat nezapočítávají.

**7.16.3.5** S použitím konstantního napěťového kroku o velikosti 0,5 kV při konstantní kapacitě kondenzátorové soustavy se rovněž stanovuje maximální hodnota vkládané energie E<sub>v</sub>, při níž z 20 pokusů nedojde k žádné aktivaci vzorku. Této energii se přiřadí příslušná hodnota E<sub>s</sub>, vyhodnocená osciloskopicky, která odpovídá dolní mezi citlivosti vzorku E<sub>min</sub>.

### 7.16.4 Zpracování výsledků

**7.16.4.1** Zjištění hodnoty střední citlivosti vzorku k elektrostatické jiskře E<sub>50</sub> (J) se provádí identickým způsobem, jako byl popsán u stanovení citlivosti ke tření – viz články 7.15.4.1 až 7.15.4.4. Místo hodnot třecí síly se k výpočtu berou hodnoty vkládaných energií jiskry E<sub>v</sub>. Hodnota E<sub>min</sub> (J) se zaznamenává postupem dle čl. 7.16.3.5 bez dalších úprav.

**7.16.4.2** Výsledek zkoušky pro novou výbušninu je vhodné uvést spolu s výsledkem referenčních výbušnin (hexogen, pentrit, tetryl) získaných na stejném přístroji s použitím stejné metody.



7.16.4.3 Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.16 STANOVENÍ CITLIVOSTI K ELEKTROSTATICKÉ JISKŘE – MALÁ ZKOUŠKA</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana _____ ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
Zkušebna:	Teplota (°C):
Datum vydání protokolu:	Relativní vlhkost (%):
Zkušební postup:	Typ horní elektrody:
Název:	Typ dolní elektrody:
Číslo v AOP-7:	Vzdálenost mezi elektrodami:
Národní reference:	Typ držáku vzorku:
Datum provedení zkoušky:	Napětí:
Zodpovědná osoba:	Kapacita:
	Odpor vedení:
	Další podmínky:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	<b>VÝSLEDKY</b>
Obchodní název nebo kód:	Výsledek měřené výbušniny:
Výrobce:	
Číslo šarže, série nebo dodávky:	
Datum výroby nebo obdržení:	
<b>FORMA A PŘÍPRAVA VZORKU</b>	Výsledky referenčních výbušnin:
Fyzikální stav:	Tetryl:
Velikost částic:	RDX:
Hustota:	PETN:
Teplotní a vlhkostní podmínky teploty:	
Obsah vlhkosti:	

## 7.17 Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře - velká zkouška

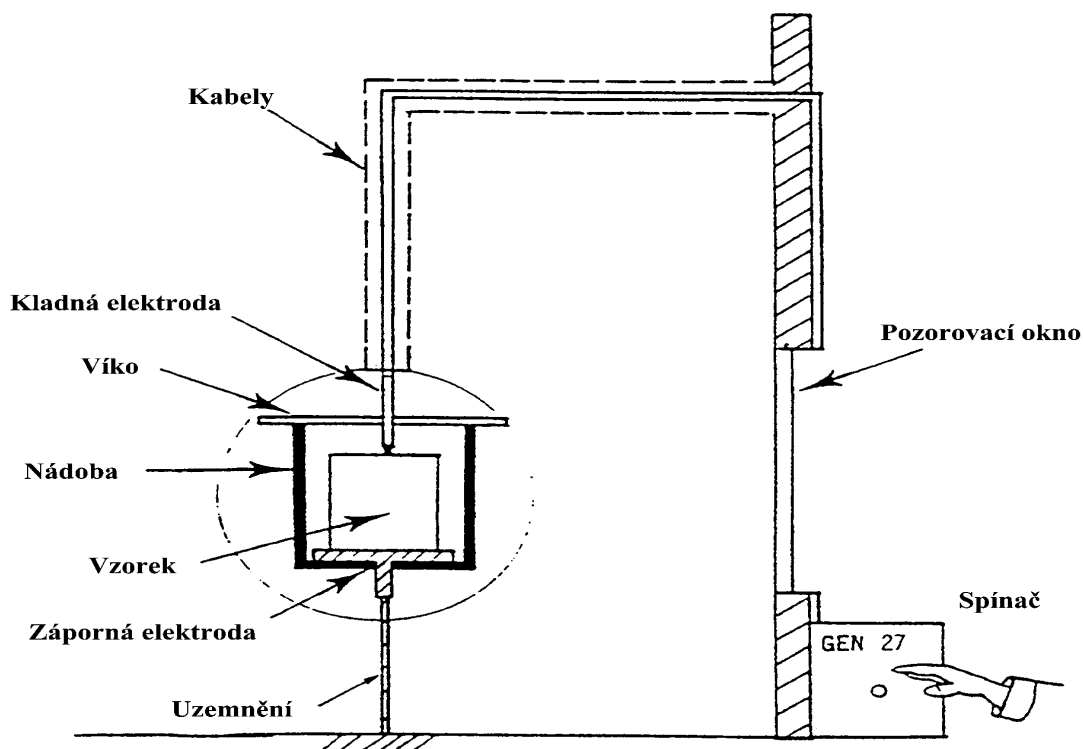
### 7.17.1 Princip

**7.17.1.1** Velká zkouška stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře se provádí vystavením vzorku výbušniny o hmotnosti několika stovek gramů sérii až 30 elektrostatických výbojů o konstantní energii jiskry 15,6 J. Zkouška simuluje možnost havarijního zážehu trhavin, raketových tuhých pohonných hmot a bezdýmných prachů při jejich výrobě, laboraci nebo manipulaci s nimi, způsobenou nabíjením špatně vodivých povrchů a následným výbojem statické elektřiny. Zkouška není použitelná pro třaskaviny nebo pyrotechnické slože. Zkouška se provádí při normální teplotě, a pokud je požadováno i při teplotě při výrobě, zpracování či operačním použití výbušniny (citlivost k elektrostatické jiskře se obecně zvyšuje se snížením teploty).

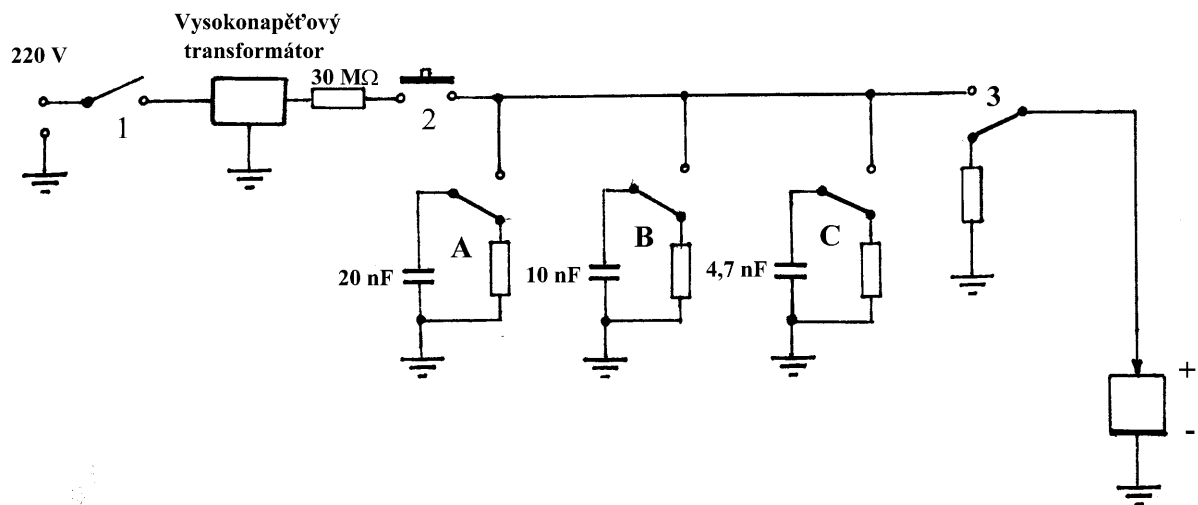
**7.17.1.2** Údaje, popisované v této kapitole o velké zkoušce stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře, jsou v souladu s požadavky STANAG 4490.

### 7.17.2 Zkušební zařízení

**7.17.2.1** Zkouška se provádí v zařízení schematicky vyobrazeném na obrázku 10. Přes kladnou elektrodu se do vzorku vybíjí elektrostatická jiskra o energii 15,6 J, vytvářena pomocí obvodu s vysokonapěťovým transformátorem s výstupním napětím 30 kV, maximálním proudem 2 mA (získaném např. zapojením odporu 30 M $\Omega$ ) a systémem kondenzátorů o kapacitě 34,7 nF (vytvořeném např. paralelním spojením 3 kondenzátorů o kapacitě 4 nF, 7 nF, 10 nF a 20 nF). Vývoj se provádí sepnutím dvoupolohového spínače. Příklad elektrického zapojení vybíjecího obvodu je uveden na obrázku 11.

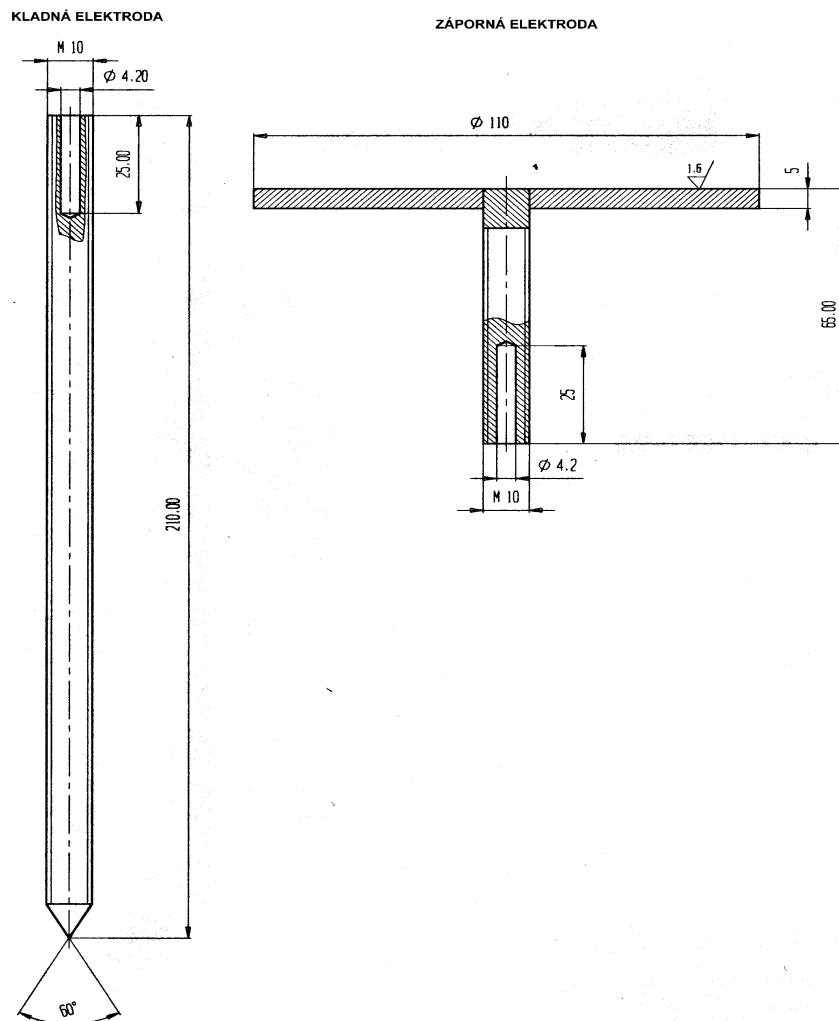


**OBRÁZEK 10 – Schéma zařízení pro velkou zkoušku citlivosti k elektrostatické jiskře**



**OBRÁZEK 11 – Příklad zapojení vybíjecího obvodu**

**7.17.2.2** Záporná elektroda je vyrobena z mosazného plechu o tloušťce 5 mm a má tvar disku o průměru 88 mm pro zkoušení kompaktních vzorků nebo 110 mm pro zkoušení sypkých vzorků a vespod má připájenou mosaznou tyč pro spojení s uzemněním. Kladná tyčovitá elektroda je rovněž vyrobena z mosazi o průměru 10 mm a délce 210 mm. Na svém konci má kladná elektroda hrot s vrcholovým úhlem 60°. Kladná elektroda je spojena se zdrojem vysokonapěťovým měděným kabelem (např. průřez 1,34 mm<sup>2</sup>, odpor 72 Ω) o maximální délce 10 m. Schéma elektrod je vyobrazeno na obrázku 12.



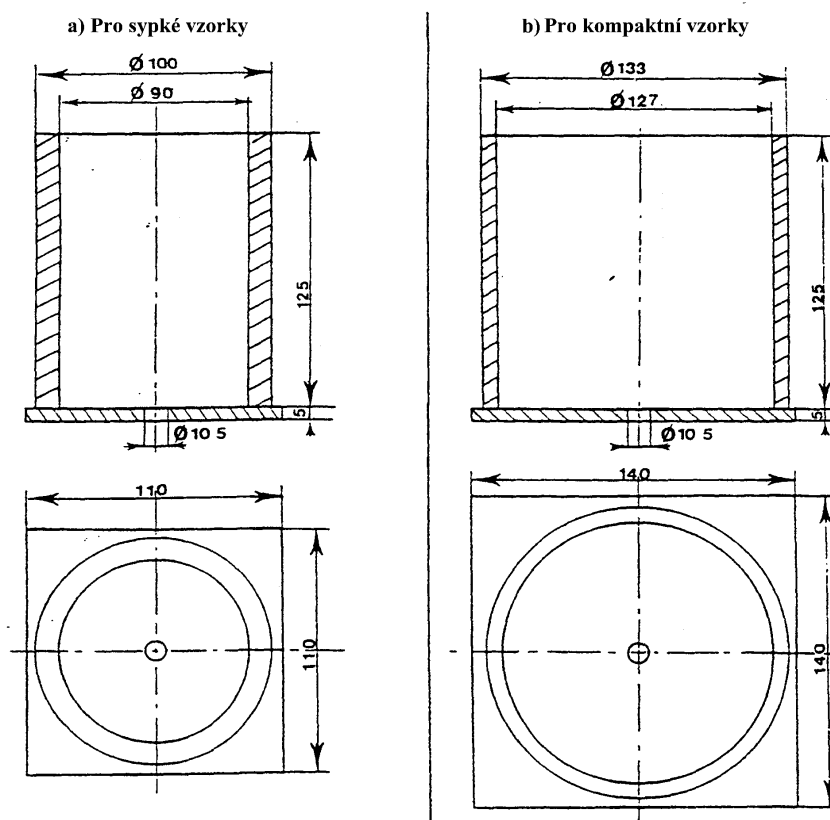
Obrázek 12 – Elektrody pro velkou zkoušku citlivosti k elektrostatické jiskře

### 7.17.3 Provedení zkoušky

**7.17.3.1** Z kompaktních vzorků výbušnin typu raketových tuhých pohonných hmot nebo plastem pojených trhavin se připraví válec o průměru  $(90 \pm 0,5)$  mm a výšce  $(100 \pm 0,5)$  mm. Lisované vzorky výbušnin mají mít takovou náložovou hustotu, jaká je předpokládána pro jejich aplikaci v munici. Vzorek se při zkoušce vkládá do nádoby z polymethylmetakrylátu o vnitřním průměru 127 mm, vnějším průměru 133 mm a výšce 125 mm, na jejímž dně je silikonovou pryskyřicí přilepena záporná elektroda o průměru 110 mm. Styčná plocha vzorku výbušnin, která dosedá na elektrodu, je nastříkána vodivým stříbrným lakem. Do výšky maximálně 10 mm se okolo vzorku nasype vysoušecí látka (např. silikagel) snášitelná s výbušninou.

**7.17.3.2** Sypké vzorky výbušnin (např. granulované trhaviny nebo bezdýmné prachy) se bez udusávání nasypou až po okraj do válcové nádoby z polymethylmetakrylátu o vnějším průměru 100 mm, vnitřním průměru 90 mm a výšce 125 mm, na jejímž dně je přilepena záporná elektroda o průměru 88 mm.

**7.17.3.3** Nádoba se vzorkem se uzavře víkem z PVC s centrálním otvorem a nechá se 15 hodin až 20 hodin temperovat při  $(20 \pm 2)$  °C nebo jiné zvolené teplotě. Z každé výbušnin se pro zkoušku připraví 3 vzorky. Schéma nádob pro uchovávání zkoušených vzorků je uvedeno na obrázku 13.



**Obrázek 13 – Schéma nádob pro uchovávání vzorků výbušnin při zkoušce**

**7.17.3.4** Po skončení temperace se nádoba se vzorkem a zápornou elektrodou nasadí na držák, záporná elektroda se uzemní a kladná elektroda se skrze víko přivede do kontaktu se vzorkem. Sepnutím spínačů 1, 2, A, B a C (viz obrázek 11) se přivede 30 kV vysokého napětí do kondenzátorů a za 5 sekund (pětinásobek časové konstanty kondenzátorového obvodu) dojde sepnutím spínače 3 k vybití energie kondenzátorů na kladnou elektrodu.

**7.17.3.5** Při vybití elektrostatické jiskry se sleduje reakce vzorku. Výsledek se zaznamenává jako bez reakce (N), zvednutí víka bez záblesku (S), zvednutí víka se slabým zábleskem (L), roztříštění vzorku (F), zahoření (C) nebo výbuch (E). V případě dosažení reakce typu F, C nebo E se zkoušení výbušniny zastavuje. V opačném případě se výboj jiskry každých 5 sekund opakuje až do docílení reakce typu F, C, E nebo do dosažení 30 pokusů s jedním vzorkem. Postup se opakuje se 3 vzorky zkoušené výbušniny.

#### **7.17.4 Zpracování výsledků**

**7.17.4.1** Pokud po 30 opakovaných výbojích u všech 3 vzorků vykazuje zkoušená výbušnina pouze reakce typu N, je považována za necitlivou k elektrostatické jiskře. Při dosažení libovolné jiné reakce je považována za citlivou k elektrostatické jiskře.

**7.17.4.2** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.17 STANOVENÍ CITLIVOSTI K ELEKTROSTATICKE JISKRE – VELKÁ ZKOUŠKA</b>	
Číslo protokolu:	Strana ze
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
Zkušebna:	Teplota (°C):
Datum vydání protokolu:	Relativní vlhkost (%):
Zkušební postup: Název: Číslo v AOP-7: Národní reference:	<b>VÝSLEDKY</b>
Datum provedení zkoušky:	<i>Podrobné výsledky: viz strana 2</i>
Zodpovědná osoba:	Stav vzorku po zkoušce:  - vzorek č.1: - vzorek č.2: - vzorek č.3:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	Počet výbojů pro dosažení první reakce:  - vzorek č.1: - vzorek č.2: - vzorek č.3:
Obchodní název nebo kód:	Typ nejprudší reakce:  - vzorek č.1: - vzorek č.2: - vzorek č.3:
Výrobce:	
Číslo šarže, série nebo dodávky:	
Datum výroby nebo obdržení:	
<b>FORMA A PŘÍPRAVA VZORKU</b>	<b>KONEČNÝ VÝSLEDEK:</b>
Fyzikální stav:	- citlivá nebo necitlivá:
Velikost částic:	- nejprudší reakce z 3 vzorků:
Hustota:	
Teplotní a vlhkostní podmínky temperace:	
Obsah vlhkosti:	

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.17  
STANOVENÍ CITLIVOSTI K ELEKTROSTATICKÉ JISKŘE – VELKÁ ZKOUŠKA**

Číslo protokolu:

Strana ze

**PODROBNÉ VÝSLEDKY**

Číslo výboje	Vzorek č. 1	Vzorek č. 2	Vzorek č. 3
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			
18			
19			
20			
21			
22			
23			
24			
25			
26			
27			
28			
29			
30			

## 7.18 Stanovení citlivosti k rázové vlně

### 7.18.1 Princip

**7.18.1.1** Stanovení citlivosti výbušniny k rázové vlně se provádí s pomocí jedné ze čtyř sestav zkoušek s mezerou (tzv. gap-testů, v textu dále označeno jako „zkouška“) – malá, střední, velká nebo super velká zkouška. Společným principem těchto zkoušek je stanovení tloušťky přepážky pod definovanou trhavinovou náloží (donorem), která s 50procentní pravděpodobností způsobí iniciaci detonace nálože zkoušené výbušniny (akceptoru) projevující se definovaným poškozením svědečné desky. Tloušťka přepážky mezi donorem a akceptorem při tom koreluje s velikostí tlaku rázové vlny dopadající přes přepážku na akceptor.

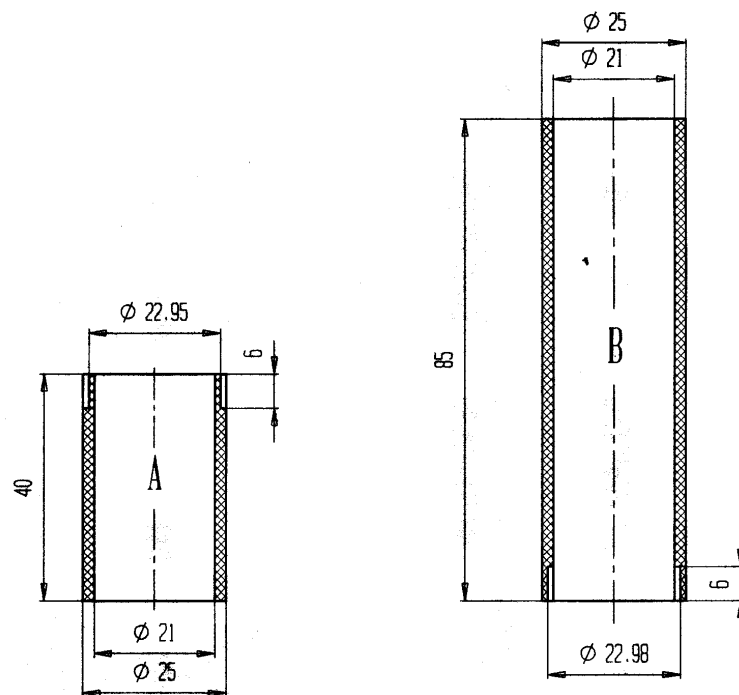
**7.18.1.2** Pro charakterizaci nové výbušniny v rámci procesu schvalování způsobilosti se používá pouze jedna z těchto čtyř zkoušek. Volba vhodné zkoušky závisí na hodnotě dolního mezního průměru výbušniny – dolní mezní průměr zkoušené výbušniny při srovnatelném utěsnění musí být menší, než je náložový průměr akceptoru v dané zkoušce. Pokud není hodnota dolního mezního průměru známa, provádí se příslušná zkouška s nulovou tloušťkou přepážky. Pokud nedojde k detonaci akceptoru, je nutno použít zkoušku s větším náložovým průměrem akceptoru. Malá zkouška využívá náložového průměru akceptoru 21 mm, střední 40 mm, velká 73 mm a super velká 181,6 mm. Malá zkouška není vhodná pro zkoušení citlivosti k rázové vlně bezdýmných prachů a tuhých pohonných hmot.

**7.18.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení citlivosti k rázové vlně, jsou v souladu s požadavky STANAG 4488.

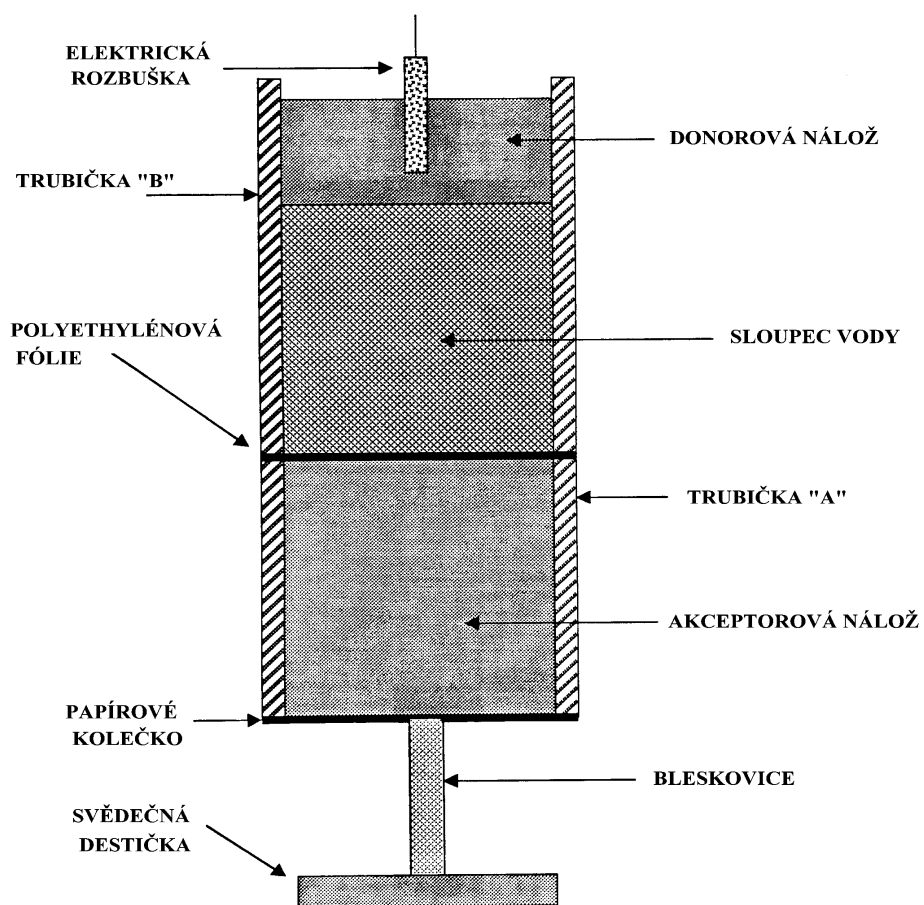
### 7.18.2 Zkušební zařízení

**7.18.2.1** Malá zkouška využívá jako donorovou nálož tělísko trhaviny o složení 95 % RDX + 5 % vosku, o náložové hustotě  $(1,60 \pm 0,02) \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ , průměru 21 mm, výšce 20,3 mm, s centrálním otvorem pro rozbušku o průměru 7,3 mm a hloubce 16,2 mm. Přepážkou, tlumící rázovou vlnu, je sloupec vody. Akceptorová nálož má průměr 21 mm a výšku 40 mm. Sestava donorové nálože, sloupce vody a akceptorové nálože je uzavřena ve dvou vzájemně spojených trubičkách z polymethylmetakrylátu o rozměrech a konfiguraci uvedených na obrázku 14. Do spoje mezi oběma trubičkami se vkládá polyetylenová fólie o síle 0,013 mm a do prostoru trubičky B se nalévá sloupec vody požadované výšky. Spoj mezi trubičkami a fólií musí být natolik těsný, aby byla zajištěna vodotěsnost celé sestavy. Přesně na hladinu sloupce vody se vkládá donorová náložka, která je fixována těsným kontaktem se stěnami sestavy. Akceptorová nálož se vkládá pod polyetylenovou fólii do trubičky A a uzavírá se papírovým kolečkem o průměru 25 mm. Celá sestava je fixována k ocelové tyči na podstavě tak, aby nedošlo k rozpadu sestavy. Ke spodní části akceptorové náložky se umístí jeden konec bleskovice, jehož spodní konec se přichytí k hliníkové nebo olověné svědečné destičce. Celá konfigurace sestavy malé zkoušky je uvedena na obrázku 15.



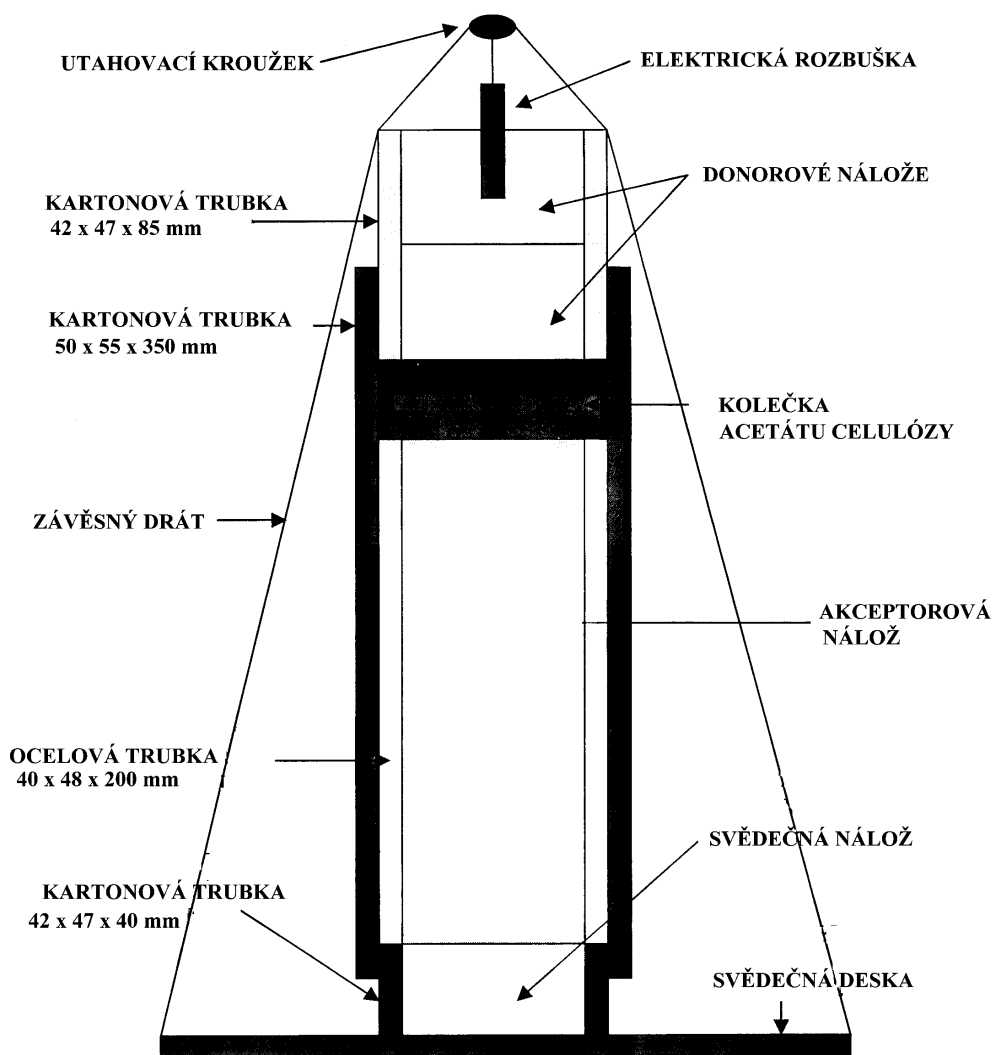


**OBRÁZEK 14 – Trubičky pro sestavu malé zkoušky**



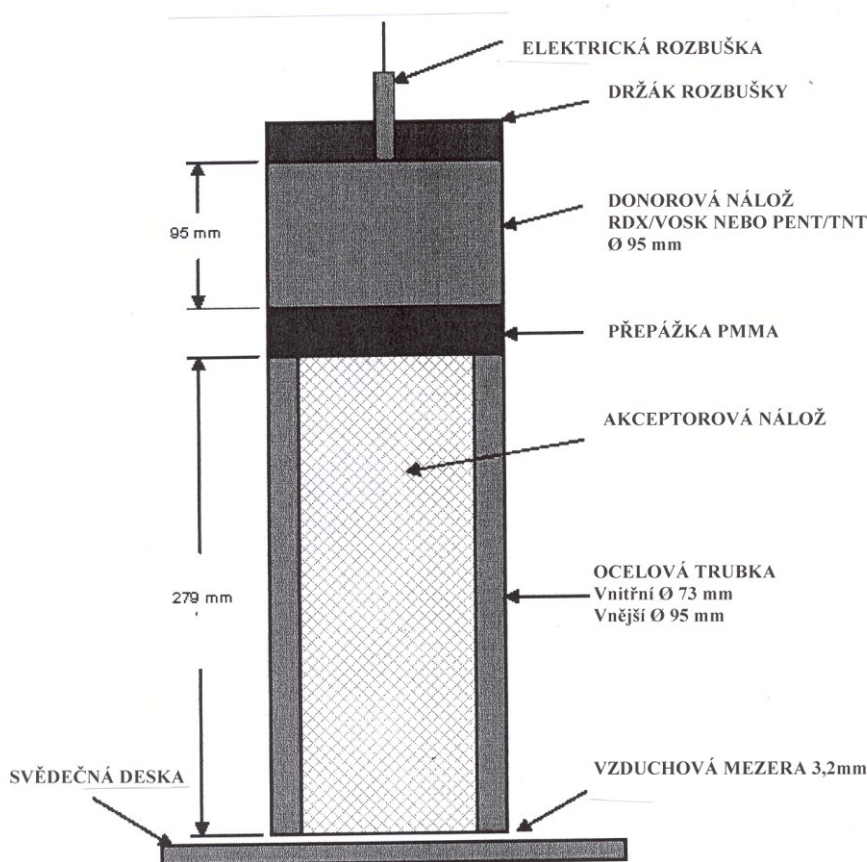
**OBRÁZEK 15 – Schéma konfigurace malé zkoušky**

**7.18.2.2** Střední zkouška využívá jako donorovou nálož 2 náložky trhaviny o složení 95 % RDX + 5 % vosku, o náložové hustotě  $(1,60 \pm 0,02) \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ , průměru 40 mm a výšce 40 mm. Horní donorová náložka má v sobě centrální otvor pro rozbušku o hloubce  $(25 \pm 5) \text{ mm}$  a průměru  $7,3_{-0,1}^{+0,2} \text{ mm}$ . K iniciaci donorové náložky se používá standardní rozbuška UN/EXTEST nebo ekvivalentní, s obsahem 0,6 g sekundární náplně PETN. Jako přepážka zkoušky slouží kolečka acetátu celulózy o průměru  $(46 \pm 0,5) \text{ mm}$  a tloušťce  $0,19_{-0,01}^{+0,02} \text{ mm}$ . Donorová nálož je umístěna v kartónové trubce o vnitřním průměru 42 mm, vnějším průměru 47 mm a délce 85 mm. Akceptorová nálož je nalaborována v bezešvé, za studena tažené ocelové trubce o vnitřním průměru  $40_{-0,0}^{+0,4} \text{ mm}$ , vnějším průměru 48 mm a délce  $200_{-1}^{+0} \text{ mm}$ . Pod akceptorovou nálož se vkládá svědečná nálož o parametrech stejných jako má donorová nálož bez otvoru pro rozbušku. Svědečná nálož se vkládá do kartónové trubky o vnitřním průměru 42 mm, vnějším průměru 47 mm a délce 40 mm. Celá sestava zkoušky je fixována kartónovou trubkou o vnitřním průměru 50 mm, vnějším průměru 55 mm a délce 350 mm. Sestava se pomocí drátů (délka asi 4 m) a drátěného utahovacího kroužku fixuje ke svědečné desce čtvercového tvaru z měkké oceli o straně 150 mm a tloušťce 10 mm. Schéma konfigurace střední zkoušky je uvedeno na obrázku 16.



### OBRÁZEK 16 – Schéma konfigurace střední zkoušky

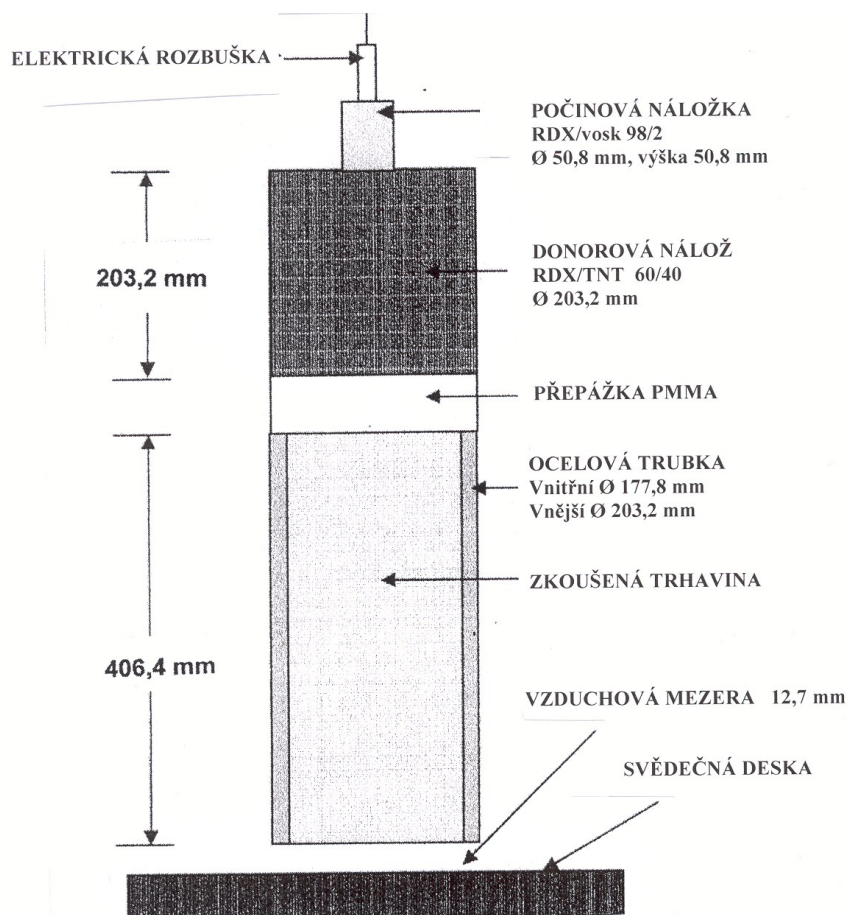
7.18.2.3 Sestava velké zkoušky je vyobrazena na obrázku 17. Trhavina akceptoru je buď litá, nebo lisovaná do trubky (ocel 4340) délky 279 mm, vnitřního průměru 73,2 mm a vnějšího průměru 95,3 mm (povolená tolerance je 10%). Donor se skládá ze dvou tělísek obsahující buď 50 % PETN + 50 % TNT nebo 95 % RDX + 5 % vosku o průměru 95,3 mm a výšce 47,6 mm. Přepážku tvoří kotouče z polymethylmetakrylátu (PMMA) o průměru 95,3 mm. Pro iniciaci donorových tělísek se použije elektrická rozbuška umístěná v umělohmotném držáku. Jako svědečná deska slouží deska z měkké oceli o rozměrech 304,8 mm × 304,8 mm × 19 mm. Mezi akceptorem a svědečnou deskou je vzduchová mezera 3,2 mm.



### OBRÁZEK 17 – Schéma konfigurace velké zkoušky

7.18.2.4 Super velká zkouška využívá jako donorovou nálož válec lité trhaviny o složení 60 % RDX + 40 % TNT o průměru 203 mm, výšce 203 mm, náložové hustotě  $(1,68 \pm 0,01) \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ . Donorová nálož je iniciována elektrickou rozbuškou přes počinovou náložku trhaviny s 98 % RDX + 2 % vosku o průměru 50,8 mm a výšce 50,8 mm. Jako přepážka se používají kolečka z polymethylmetakrylátu (PMMA) o průměru 203 mm a různé tloušťky, pohybující se od 1,6 mm do 50,8 mm. Akceptorová nálož je nalaborována v ocelové trubce o vnitřním průměru  $(181,6 \pm 2,5) \text{ mm}$ , vnějším průměru  $(203 \pm 2,5) \text{ mm}$  a délce  $(406,4 \pm 3,8) \text{ mm}$ . K indikaci proběhlé detonace v akceptoru se používá ocelová svědečná deska

o rozměrech (182 × 91 × 5) cm. Schéma konfigurace super velké zkoušky je uvedeno na obrázku 18.



**OBRÁZEK 18 – Schéma konfigurace typické super velké zkoušky**

### 7.18.3 Provedení zkoušky

**7.18.3.1** Pro stanovení citlivosti k rázové vlně malou zkouškou se volí následující postup:

**7.18.3.1.1** Dle obrázku 15 a požadavků dle čl. 7.18.2.1 se připraví sestava malé zkoušky. Zkoušená výbušnina se do podoby akceptorové nálože buď nalisuje a tělísko se vloží do trubičky A nebo se výbušnina nalaboruje do trubičky A přímo litím. Čelo akceptorové nálože musí být v rovině s koncem trubičky A. Do donorové nálože se vloží elektrická rozbuška a nálož se odpálí.

**7.18.3.1.2** První pokus se provede s použitím výšky vodního sloupce zvolené dle předpokládané citlivosti zkoušené výbušniny. Pokud nedojde k detonaci akceptoru, pro další pokus se použije poloviční výška vodního sloupce. Naopak, pokud k detonaci akceptoru dojde, pro následující pokus se použije dvojnásobná výška vodního sloupce oproti předchozímu pokusu. Tímto způsobem se provede s jedním typem zkoušené trhaviny celkem 25 pokusů, jejichž výsledky na jednotlivých výškách vodního sloupce se zaznamenávají.

**7.18.3.1.3** Za pozitivní výsledek se považuje zářez ve svědečné desce způsobený detonací bleskovice připojené k akceptorové náloži.

**7.18.3.2** Pro stanovení citlivosti k rázové vlně střední zkouškou se volí následující postup:

**7.18.3.2.1** Trubka akceptorové nálože se nalaboruje zkoušenou výbušninou buď litím nebo vložením válcového vzorku o průměru  $40_{-0,4}^{+0,0}$  mm a délce  $200_{-0,0}^{+1,0}$  mm. Čela akceptorové nálože musí být v rovině s konci trubky. Donorové i akceptorové nálože musí být před zkouškou defektoskopicky zkontrolovány pomocí rentgenové defektoskopie nebo jiné vhodné metody, aby bylo prověřeno, zda neobsahují dutiny.

**7.18.3.2.2** Do kartónové trubky vnitřního průměru 50 mm a délky 350 mm se postupně vloží sestava svědečné nálože v kartónové trubce vnitřního průměru 42 mm, akceptorová nálož v ocelové trubce, zvolený počet destiček z acetátu celulózy a donorové nálože v kartónové trubce vnitřního průměru 42 mm.

**7.18.3.2.3** Sestava náloží se vertikálně umístí na střed svědečné desky a zafixuje se pomocí drátů a utahovacího kroužku (viz obrázek 16). Kompletní sestava se pomocí kroužku zavěsí tak, aby ocelová deska byla více než 20 cm nad zemí. Do vrchní donorové nálože se zasune rozbuška a nálož se odpálí.

**7.18.3.2.4** Za pozitivní výsledek se považuje vyražení kruhového otvoru ve svědečné desce. Nepoškozená nebo rozlomená svědečná deska nebo deska s neúplným otvorem ukazují na negativní výsledek.

**7.18.3.2.5** Celkem se provede 12 pokusů pro jednu zkoušenou výbušninu. První pokus se provádí s použitím přepážky z 200 destiček. Pokud je výsledek pozitivní, počet destiček se dvakrát zvyšuje, pokud je výsledek negativní, počet destiček se dvakrát snižuje. Totéž se opakuje i v dalších krocích.

**7.18.3.3** Pro stanovení citlivosti k rázové vlně velkou zkouškou se volí následující postup:

**7.18.3.3.1** Trubka akceptorové nálože se nalaboruje zkoušenou výbušninou buď litím, nebo vložením válcového vzorku příslušných rozměrů. Čela donorové i akceptorové nálože musí být v rovině s konci trubky. Donorové i akceptorové nálože musí být před zkouškou defektoskopicky zkontrolovány pomocí rentgenové defektoskopie nebo jiné vhodné metody, aby bylo prověřeno, zda neobsahují dutiny.

**7.18.3.3.2** Celá sestava velké zkoušky s donorovou náloží, přepážkou zvolené tloušťky a akceptorovou náloží se souosým způsobem zafixuje tak, aby mezi dnem akceptorové nálože a svědečnou deskou byla vzduchová mezera 3,2 mm. Poté se provede odpálení nálože.

**7.18.3.3.3** Pro dosud netestovanou výbušninu se zkouška provede bez přítomnosti přepážky. Pokud nedojde k detonaci akceptoru, stejný pokus se dvakrát zopakuje. Pokud k detonaci akceptoru dojde, další pokus se provede s tloušťkou přepážky 10 mm. Následně se tloušťka přepážky zdvojnásobuje v případě předchozího pozitivního výsledku, anebo dvakrát zmenšuje v případě negativního výsledku. Další pokusy se provádí s tloušťkou přepážky odpovídající průměrné hodnotě tloušťky nejbližšího pozitivního a negativního výsledku, dokud není získán jeden pozitivní a jeden negativní výsledek, lišící se od sebe o 1 mm v případě tloušťky přepážky (5 až 50) mm, 2 mm při (51 až 80) mm, 3 mm při (81 až 150) mm nebo 5 mm

při tloušťce přepážky větší než 150 mm. Pro tento účel je obvykle zapotřebí okolo dvanácti pokusů.

**7.18.3.3.4** Za pozitivní výsledek se považuje vyražení kruhového otvoru ve svědečné desce. Nepoškozená nebo rozlomená svědečná deska nebo deska s neúplným otvorem ukazují na negativní výsledek.

**7.18.3.4** Pro stanovení citlivosti k rázové vlně super velkou zkouškou se volí následující postup:

**7.18.3.4.1** Trubka akceptorové nálože se nalaboruje zkoušenou výbušninou. Donorová nálož se připravuje litím a odlitek se na požadované rozměry opracovává. Čela donorové i akceptorové nálože musí být v rovině s konci trubky. Akceptorové nálože musí být před zkouškou defektoskopicky zkontrolovány pomocí rentgenové defektoskopie nebo jiné vhodné metody, aby bylo prověřeno, zda neobsahují dutiny.

**7.18.3.4.2** Celá sestava super velké zkoušky s donorovou náloží, přepážkou zvolené tloušťky a akceptorovou náloží se zafixuje tak, aby mezi dnem akceptorové nálože a svědečnou deskou byla vzduchová mezera 12,7 mm. Poté se provede odpálení nálože.

**7.18.3.4.3** Pro dosud netestovanou výbušninu se zkouška provede bez přítomnosti přepážky. Pokud nedojde k detonaci akceptoru, stejný pokus se dvakrát zopakuje. Pokud k detonaci akceptoru dojde, další pokus se provede s tloušťkou přepážky 50,8 mm. Následně se tloušťka přepážky zdvojnásobuje v případě předchozího pozitivního výsledku, anebo dvakrát zmenšuje v případě negativního výsledku. Další pokusy se provádí s tloušťkou přepážky odpovídající průměrné hodnotě tloušťky přepážky nejbližšího pozitivního a negativního výsledku, pokud nejsou získány jeden pozitivní a jeden negativní výsledek lišící se od sebe o tloušťku maximálně 1,6 mm. Pro tento účel je obvykle zapotřebí osm až dvanáct pokusů.

**7.18.3.4.4** Za pozitivní výsledek se považuje vyražení kruhového otvoru ve svědečné desce. Nepoškozená nebo rozlomená svědečná deska nebo deska s neúplným otvorem ukazují na negativní výsledek.

#### **7.18.4 Zpracování výsledků**

**7.18.4.1** Výsledek všech zkoušek se vyjadřuje jako tloušťka vrstvy materiálu přepážky pro dosažení 50procentní pravděpodobnosti iniciace výbušniny rázovou vlnou  $H_{50}$ . Postup stanovení hodnoty  $H_{50}$  je identický jako u stanovení citlivosti ke tření – viz čl. 7.15.4.1 až 7.15.4.4 – s tím rozdílem, že místo hodnot třecí síly se k výpočtu berou hodnoty tloušťky přepážky. Směrodatná odchylka měření  $S$  se u stanovení citlivosti k rázové vlně nevypočítává.

**7.18.4.2** Tloušťka přepážky  $H_{50}$  se následně přepočítává na hodnotu tlaku dopadající rázové vlny způsobující 50procentní pravděpodobnost iniciace akceptorové nálože  $P_{50}$ . Přepočet tloušťky přepážky na hodnotu tlaku rázové vlny, dopadající na akceptor přes přepážku pro zkoušky různých velikostí, uvádí tabulka 13:

**TABULKA 13 – Přepočtení tloušťky přepážky na tlak rázové vlny pro různé typy zkoušky**

Malá zkouška		Střední zkouška		Velká zkouška		Super velká zkouška	
Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)	Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)	Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)	Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)
7	4,95	1,90	18,54	5	12,89	0,0	20,86
8	4,58	3,80	16,86	10	11,50	12,7	13,96
9	4,22	5,70	15,32	15	10,33	25,4	11,36
10	3,88	7,60	13,93	20	9,42	38,1	10,06
11	3,57	9,50	12,67	25	8,53	50,8	9,27
12	3,29	11,40	11,51	30	7,36	63,5	8,66
13	3,04	13,30	10,47	35	6,14	76,2	8,07
14	2,81	15,20	9,52	40	5,13	88,9	7,42
15	2,60	17,10	8,65	45	4,24	101,6	6,68
16	2,41	19,00	7,87	50	3,53	114,3	5,90
17	2,24	19,95	7,50	55	2,94	127,0	5,12
18	2,09	20,90	7,15	60	2,50	139,7	4,38
19	1,96	21,85	6,82	65	2,13	152,4	3,72
20	1,84	22,80	6,50	70	1,84	165,1	3,15
21	1,72	23,75	6,20	75	1,60	177,8	2,67
22	1,62	24,70	5,91	80	1,42	190,5	2,27
23	1,52	25,65	5,64	85	1,29	203,2	1,94
24	1,43	26,60	5,37	90	1,19	215,9	1,68
25	1,33	27,55	5,12	95	1,10	228,6	1,46
26	1,24	28,50	4,88	100	1,03	241,3	1,28
27	1,15	29,45	4,66	105	0,97	254,0	1,13
28	1,07	30,40	4,44	110	0,91	266,7	1,01
29	0,99	31,35	4,23	115	0,86	279,4	0,90
30	0,91	32,30	4,04	120	0,82	292,1	0,82
31	0,84	33,25	3,85	125	0,77	304,8	0,75
32	0,78	34,20	3,67	130	0,72		
33	0,72	35,15	3,50	135	0,68		
34	0,67	36,10	3,34	140	0,64		
35	0,62	37,05	3,18	145	0,60		
36	0,58	38,00	3,03	150	0,56		
37	0,54	38,95	2,89	155	0,52		
38	0,50	39,90	2,76	160	0,49		
39	0,47	40,85	2,63	165	0,46		
40	0,44	41,80	2,51	170	0,42		
41	0,41	42,75	2,39	175	0,39		
42	0,38	43,70	2,28	180	0,36		
43	0,35	44,65	2,17	185	0,337		

Malá zkouška		Střední zkouška		Velká zkouška		Super velká zkouška	
Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)	Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)	Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)	Tloušťka přepážky (mm)	Tlak rázové vlny (GPa)
44	0,33	45,60	2,07	190	0,315		
45	0,31	46,55	1,97	195	0,288		
46	0,29	47,50	1,88	200	0,270		
47	0,27	48,45	1,80	205	0,248		
48	0,25	49,40	1,71	210	0,232		
49	0,24	50,35	1,63	215	0,215		
50	0,22	51,30	1,56	220	0,200		
51	0,21	52,25	1,48				
52	0,19	53,20	1,41				
53	0,18	54,15	1,35				
54	0,17	55,10	1,29				
55	0,16	56,05	1,23				
56	0,15	57,00	1,17				
57	0,14	57,95	1,11				
58	0,13	58,90	1,06				
59	0,12	59,85	1,01				
60	0,11	60,80	0,97				
61	0,10	61,75	0,92				
62	0,09	62,70	0,88				
		63,65	0,84				
		64,60	0,80				
		65,55	0,76				
		66,50	0,72				
		67,45	0,69				
		68,40	0,66				
		69,35	0,63				
		70,30	0,60				
		71,25	0,57				
		72,20	0,54				
		73,15	0,52				
		74,10	0,50				
		75,05	0,47				
		76,00	0,45				

**7.18.4.3** Pokud se vypočtená tloušťka přepážky  $H_{50}$  liší od tabelovaných hodnot, provede se výpočet odpovídajícího tlaku rázové vlny pro 50 procentní pravděpodobnost iniciace zkoušené výbušniny  $P_{50}$  interpolací mezi nejbližší větší a nejbližší menší tabelovanou hodnotou tloušťky přepážky.

**7.18.4.4** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:



**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.18  
STANOVENÍ CITLIVOSTI K RÁZOVÉ VLNĚ**

**ZKOUŠENÁ VÝBUŠNINA:** \_\_\_\_\_  
**NALOŽOVÁ HUSTOTA**  
 (g.cm<sup>-3</sup>, % teoretické hustoty) \_\_\_\_\_  
**TYP ZKOUŠKY** \_\_\_\_\_  
**ZKUŠEBNÍ ČINNOST:** \_\_\_\_\_  
**ZPŮSOB PŘÍPRAVY VZORKU:** \_\_\_\_\_

**VÝSLEDKY**

**POČET ZKOUŠENÝCH VZORKŮ:** \_\_\_\_\_ **POZNÁMKY:** \_\_\_\_\_  
**VÝSLEDEK 5 PROCENTNÍ PRAVDĚPODOBNOСТИ AKTIVACE: (mm)** \_\_\_\_\_ **(GPa)** \_\_\_\_\_

TLOUŠŤKA PŘEPÁŽKY (mm)	TLAK RÁZOVÉ VLNY (GPa)	Pokus číslo																										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25		

## **7.19 Stanovení dolního mezního průměru**

### **7.19.1 Princip**

**7.19.1.1** Stanovením dolního mezního průměru se zjišťuje hodnota nejmenšího průměru nálože výbušniny, v němž ještě probíhá detonace výbušniny stabilně. Zkouška se provádí iniciací nálože výbušniny v dlouhých ocelových trubkách různého průměru a s vizuální kontrolou, zda detonace nálože proběhla stabilně po celé její délce. V odůvodněných případech, dle charakteru zkoušené výbušniny a její předpokládané aplikace, může být pro stanovení dolního mezního průměru zvolena i jiná konfigurace zkoušky.

### **7.19.2 Zkušební zařízení**

Zkouška se provádí v bezešvých ocelových trubkách délky 1000 mm, s odstupňovanými vnitřními průměry a tloušťkami stěn odpovídajícími  $(10 \pm 5) \%$  vnitřního průměru.

### **7.19.3 Provedení zkoušky**

**7.19.3.1** Do suchého a čistého vnitřku ocelové trubky zvoleného průměru se po celé její délce nalaboruje zkoušená trhavina. Vzorky výbušnin určené k aplikaci v sypkém stavu (bezvýmný prach, výbuškové pyrotechnické slože) se do trubky uzavřené na jednom konci textilní páskou laborují sypáním bez udusávání. Výbušniny, které je možno lít, se laborují do ocelové trubky litím tak, aby byl minimalizován vznik dutin v náloži. Výbušniny určené k laboraci lisováním se laborují ve formě výlisků o průměru odpovídajícímu vnitřnímu průměru trubky. Výlisky většího průměru nebo masy tuhých pohonných hmot mohou být na potřebný průměr mechanicky opracovány. Ve všech případech se zvážením trubky před a po laboraci vypočte náložová hustota výbušniny v trubce na základě znalosti jejího vnitřního objemu. Náložová hustota výbušniny by měla odpovídat předpokládané laborační hustotě aplikace výbušniny.

**7.19.3.2** Trubka s nalaborovanou výbušninou se uloží vodorovně na urovnaný terén a provede se odpálení výbušniny pomocí počínové náložky plastické trhaviny Semtex 1A válcového tvaru o průměru odpovídajícímu vnitřnímu průměru trubky a délce 40 mm. Počínová náložka se přikládá na ústí nalaborované ocelové trubky a iniciuje se elektrickou rozbuškou. Při náložovém průměru menším než 7 mm se k iniciaci používá samotná rozbuška. Po zkoušce se vyhodnocuje úplnost detonace výbušniny na základě stupně roztržení trubky po celé její délce.

**7.19.3.3** První pokus se provádí v náložovém průměru, při kterém by ke stabilní detonaci zkoušené výbušniny mělo dojít. Pokud není detonace stabilní, náložový průměr se zdvojnásobí. Pokud ke stabilní detonaci dojde, náložový průměr se dvakrát zmenší. Takto se postupuje, až se docílí prvního pozitivního, resp. negativního výsledku. Za pozitivní výsledek zkoušky se považuje roztržení trubky po celé její délce. Negativním výsledkem je uhasnutí detonace v náloži, projevující se neúplným roztržením konce trubky. Další hodnoty náložového průměru se volí jako střední hodnota dvou nejbližších náložových průměrů, při nichž byl dosažen negativní a pozitivní výsledek. Pokud se tyto dvě hodnoty neliší o více než 1 mm, zkouška se ukončuje.

#### **7.19.4 Zpracování výsledků**

**7.19.4.1** Výsledkem zkoušky je nejnižší hodnota náložového průměru, při níž byla zjištěna stabilní detonace nálože zkoušené výbušniny.

**7.19.4.2** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.19 STANOVENÍ DOLNÍHO MEZNÍHO PRŮMĚRU</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Typ výbušniny: Obchodní název nebo kód: Výrobce: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Způsob přípravy náloží vzorku:
<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>	<b>VÝSLEDKY</b> Dolní mezní průměr (mm): Materiál trubky: Tloušťka stěny trubky (mm): Délka trubky (mm): Náložová hustota ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ): Teplota při zkoušce ( $^{\circ}\text{C}$ ): Odchylky od standardního postupu:
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>	<b>POZNÁMKY</b>

## **7.20 Stanovení detonační rychlosti**

### **7.20.1 Princip**

**7.20.1.1** Stanovení detonační rychlosti trhaviny se provádí měřením času, potřebného k průchodu detonační vlny mezi dvěma snímači umístěnými na náložce nebo v náložce trhaviny v přesně změřené vzdálenosti. Čas se měří pomocí elektronického chronometru.

### **7.20.2 Zkušební zařízení**

**7.20.2.1** K měření detonační rychlosti se používá elektronický chronometr s přesností a rozlišovací schopností minimálně  $1 \cdot 10^{-6}$  s. Zapnutí a vypnutí odečítání času chronometrem je založeno na detekci zkratu v měřících čidlech.

**7.20.2.2** Měřícími čidly jsou dvojice tenkých, vzájemně spletených izolovaných měděných vodičů nebo dvojice tenké, měděné fólie odizolované od sebe nevodivou fólií. Měřící čidla drátěná se vkládají do náložce trhaviny nebo se omotávají kolem ní. Měřící fólie se vkládají mezi sestavu několika náložek. Čidla se průchodem detonační vlny odizolují a zkratují, čímž vyšlou signál elektronickému chronometru. Zkratováním prvního čidla se chronometr spouští a zkratováním druhého čidla vypíná.

### **7.20.3 Provedení zkoušky**

**7.20.3.1** Zkouška se provádí se vzorkem zkoušené trhaviny o náložkové hustotě a náložkovém průměru odpovídajícím předpokládané aplikaci. Rovněž obal náložce při zkoušce by měl odpovídat předpokládané aplikaci. Délka trhavinové náložce nesmí být menší než desetinásobek jejího průměru.

**7.20.3.2** Na povrch náložce nebo přímo do masy trhaviny se ve zvolené vzdálenosti od sebe, odpovídající minimálně čtyřnásobku náložkového průměru, umístí dva snímače, přičemž snímač uvádějící elektronický chronometr v činnost je nutno umístit od místa iniciace náložce ve vzdálenosti odpovídající nejméně šestinásobku průměru zkoušené trhaviny. Vzdálenost mezi snímači se změří s přesností 1,0 mm.

**7.20.3.3** K čelu náložce se umístí počinová náložka plastické trhaviny Semtex 1A válcového tvaru, o průměru odpovídajícímu vnitřnímu průměru trubky a délce 40 mm. Při náložkovém průměru menším než 7 mm se k iniciaci používá samotná elektrická rozbuška. Po adjustaci rozbušky se do snímačů zavede elektrický proud a nálož se poté přivede k detonaci. Na elektronickém chronometru se odečte doba průchodu detonační vlny mezi oběma snímači. Detonační rychlost ( $m \cdot s^{-1}$ ) se získá z podílu vzdálenosti mezi snímači (m) a času potřebného k průchodu detonační vlny mezi snímači (s). Elektronický chronometr může mít tuto výpočtovou funkci zabudovanou.

**7.20.3.4** Zkouška se pro každou výbušninu provede třikrát.

### **7.20.4 Zpracování výsledků**

**7.20.4.1** Ze tří získaných výsledků se vypočte průměrná hodnota, která se zaznamenává jako detonační rychlost zkoušené výbuštiny v dané konfiguraci náložkového průměru, hustoty a utěsnění. Výsledky jednotlivých zkoušek se nesmí lišit od průměrné hodnoty o více než 3 %, jinak je nutno celé stanovení zopakovat.

**7.20.4.2** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.20 STANOVENÍ DETONAČNÍ RYCHLOSTI</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Typ výbušniny: Obchodní název nebo kód: Výrobce: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Způsob přípravy náloží vzorku:
<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>	<b>VÝSLEDKY</b> Detonační rychlost ( $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ): Náložová hustota ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ): Náložový průměr (mm): Materiál obalu: Tloušťka stěny obalu (mm): Délka měřicí základny (mm): Odchyly od standardního postupu:
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>	<b>POZNÁMKY</b>

## **7.21 Zkouška namáhání v jednoosém tlaku**

### **7.21.1 Princip**

**7.21.1.1** Zkouškou namáhání v jednoosém tlaku se zjišťují mechanické vlastnosti vzorků výbušnin při působení tlakové síly. Zkouška se obvykle provádí za normální teploty a při krajních teplotách odpovídajících operačnímu použití výbušniny.

**7.21.1.2** Údaje, popisované v této kapitole o zkoušce namáhání v jednoosém tlaku, jsou v souladu s požadavky STANAG 4443.

### **7.21.2 Zkušební zařízení**

**7.21.2.1** Ke zkoušce se používá zkušební stroj schopný současně zaznamenávat vkládanou sílu a velikosti deformace při konstantní rychlosti deformace vzorku. Při rychlosti příčnicku menší než  $10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  nesmí odchylka v rychlosti deformace překročit 25 % průměrné rychlosti. Deformace vzorku musí být měřena systémem s dostatečně rychlou odezvou pro současné zaznamenávání hodnot síly a deformace. Měření deformace musí být korigováno s ohledem na tuhost zařízení, aby byla zaznamenávána pouze deformace vzorku. Deformace musí být měřena s minimální přesností  $\pm 1 \%$  maximální hodnoty. Rovněž měření síly vkládané na vzorek musí být provedeno s přesností  $\pm 1 \%$  maximální hodnoty. Pro každé procento deformace musí být získáno minimálně 10 hodnot vkládané síly. Tlakový zatěžovací přípravek musí být posazen osově symetricky a vkládaná síla musí být rovnoběžná s osou vzorku. Součásti zkušebního přístroje se kalibrují podle doporučení výrobce. Celý systém musí být ověřen na vzorku se známými charakteristikami, za podmínek co nejbližších podmínkám zkoušky, aby bylo potvrzeno, že měření je dostatečně přesné a reprodukovatelné.

### **7.21.3 Provedení zkoušky**

**7.21.3.1** Vzorek ke zkoušce by měl mít poměr délky a průměru  $1,00 \pm 0,05$  a vnitřek vzorku by měl být homogenně plný nebo obsahovat osově symetrické otvory. Stykové plochy vzorku by měly být ploché a rovnoběžné s maximální odchylkou 0,0225 mm a kolmé ke středové ose s maximální odchylkou  $0,5^\circ$ . V odůvodněných případech může být použit i vzorek jiných rozměrů a tolerancí. Styčné plochy vzorku nesmí být poškozené. Prachové částičky vznikající při přípravě vzorku ke zkoušce musí být před zkouškou ze vzorku odstraněny. Styčné plochy vzorku nesmí být kontaminovány mazivy nebo jinými nečistotami, pokud to není speciálně požadováno.

**7.21.3.2** V případě existence otvorů ve vzorku musí být změřen průměr každého otvoru. Měření rozměrů musí být provedeno na reprezentativním počtu vzorků. Vzorky, jejichž rozměry otvorů byly měřeny kontaktními způsoby, nemohou být použity ke zkoušce. Každý rozměr vzorku se před zkouškou měří minimálně třikrát s použitím přístroje nebo metody umožňující dosáhnout přesnost minimálně 1 % měřeného rozměru. Délka a průměr vzorku se měří před temperací nebo zkouškou. Vzorek se skladuje v uzavřených nádobách.

**7.21.3.3** Před vlastní zkouškou se vzorek temperuje při teplotě zkoušky po dobu minimálně 1 hodiny s maximální odchylkou  $\pm 1^\circ\text{C}$ . Dle typu vzorku může být požadována i temperace při určité relativní vlhkosti nebo tlaku. Podmínky temperace musí být zaznamenány.

**7.21.3.4** Vytemperovaný vzorek se podrobí namáhání zvolenou rychlostí deformace při působení tlakové síly v koaxiálním směru na střed vzorku. Při každém typu zkoušky se testuje minimálně 5 vzorků. Zkouška se ukončuje v okamžiku rozdrobení vzorku nebo při dosažení trojnásobku meze kluzu. Pokud získané výsledky vykazují značné odchylky od průměrné hodnoty, je zapotřebí provést další zkoušky ke stanovení příčiny tohoto rozptylu.

#### **7.21.4 Zpracování výsledků**

**7.21.4.1** Naměřená závislost vkládané síly  $F$  (N) na deformaci vzorku  $d$  (mm) se přečte na závislost napětí  $\sigma$  (velikost vkládané síly na plochu vzorku v MPa) na poměrné deformaci  $\varepsilon$  (poměr změny délky vzorku k původní délce v %). Hodnoty poměrné deformace musí v sobě obsahovat korekci na tuhost rámu.

**7.21.4.2** Z grafické závislosti napětí  $\sigma$  (MPa) na poměrné deformaci  $\varepsilon$  (%) se odečtou následující hodnoty:

- maximální napětí  $\sigma_m$  (hodnota napětí v maximu křivky);
- poměrná deformace při maximálním napětí  $\varepsilon_m$  (hodnota poměrné deformace odpovídající na křivce maximálnímu napětí);
- mez kluzu  $\sigma_p$  (napětí v bodě, v němž dosahuje druhá derivace závislost napětí na poměrném prodloužení lokální minimum. Bod lze získat i jako průsečík dvou přímkou proložených počáteční částí křivky a lineární částí křivky následující po bodu  $\sigma_m$ );
- poměrná deformace při mezi kluzu  $\varepsilon_p$  (hodnota poměrné deformace odpovídající na křivce mezi kluzu);
- modul pružnosti v tlaku  $E_0$  (hodnota směrnice přímky proložené počáteční částí křivky, v níž má závislost napětí na poměrném prodloužení lineární průběh).

Ze závislosti poměrné deformace na čase po dobu zkoušky se dále odečte skutečná rychlost deformace  $\varepsilon_s$  ( $s^{-1}$ ) jako směrnice lineární části této křivky. U všech těchto hodnot se provede výpočet jejich směrodatné odchylky z pěti měření.

**7.21.4.3** Po zkoušce je vhodné pořídit fotografii deformovaného vzorku a spolu s fotografií vzorku před zkouškou je přiložit k protokolu.



7.21.4.4 Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<p align="center"><b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.21</b> <b>ZKOUŠKA NAMÁHÁNÍ V JEDNOOSÉM TLAKU</b></p>									
Číslo protokolu:				Strana ze					
ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ				PODMÍNKY ZKOUŠKY					
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Číslo postupu: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:				Teplota (°C): Relativní vlhkost (%): Rychlost příčnicku ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ): Typ přístroje: Typ čelistí: Tuhost přístroje ( $\text{kN} \cdot \text{mm}^{-1}$ ):					
ÚDAJE O VZORKU				TYPICKÝ VÝSLEDEK					
Rozměry: Délka: (mm) Šířka: Tloušťka (průměr): Průřez vzorku ( $\text{mm}^2$ ): Forma vzorku: Způsob přípravy vzorku: Výrobní metoda vzorku: Zdroj: Číslo série: Způsob temperace: Doba temperace: Složení:				(graf závislosti napětí na poměrné deformaci)					
<table border="0" style="width: 100%;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">složka</td> <td style="width: 50%; text-align: center;">procent</td> </tr> </table>									složka
složka	procent								
Číslo pokusu	Vzorek T (°C) S ( $\text{mm}^2$ )		Poznámky k pokusu	$\dot{\epsilon}_s$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\sigma_m$ (MPa)	$\epsilon_m$ (%)	$\sigma_p$ (MPa)	$\epsilon_p$ (%)	$E_0$ (MPa)
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>			Průměr						
			Směrodatná odchylka						

## 7.22 Zkouška namáhání v jednoosém tahu

### 7.22.1 Princip

**7.22.1.1** Zkouškou namáhání v jednoosém tahu se zjišťují mechanické vlastnosti vzorků výbušnin při působení tahové síly. Zkouška se obvykle provádí za normální teploty a při krajních teplotách odpovídajících operačnímu použití výbušniny a při různých rychlostech deformace.

**7.22.1.2** Údaje, popisované v této kapitole o zkoušce namáhání v jednoosém tahu, jsou v souladu s požadavky STANAG 4506.

### 7.22.2 Zkušební zařízení

**7.22.2.1** Zkušební přístroj pro tahovou zkoušku musí být schopen zajistit konstantní rychlost příčnicku a změna jeho polohy musí být měřena s minimální přesností 0,10 mm. Při rychlosti pohybu příčnicku pod  $1 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$  musí být přesnost rychlosti minimálně 1 % a reprodukovatelnost polohy minimálně 0,05 mm. Při rychlosti pohybu příčnicku větší nebo rovné  $1 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$  musí přesnost rychlosti být alespoň 25 %. Přístroj musí být opatřen systémem měření síly spojeným s pohyblivým nebo zafixovaným příčnickem a schopným zaznamenávat sílu vkládanou na vzorek. Přesnost měření síly musí být  $\pm 0,5$  % maximální hodnoty. Při maximální zátěži se přístroj, včetně čelistí, nesmí vychýlit o více než 0,4 mm. Čelisti musí zajistit působení síly pomyslným středem vzorku s maximální odchylkou  $1^\circ$  a kopírovat tvar koncových částí vzorku. Přístroj by měl obsahovat digitální převodník s rychlostí sběru dat dostatečnou pro detekci vrcholu a meze pevnosti na zátěžové křivce a s přesností  $\pm 0,5$  %. Pro každé procento deformace by mělo být získáno minimálně 10 hodnot a celé měření by mělo být charakterizováno minimálně 200 body. V případě použití analogového zapisovače musí proběhnout změna pozice v celém rozsahu za méně než 0,5 sekundy, přesnost polohy pera musí být  $\pm 0,5$  % a přesnost rychlosti posunu  $\pm 0,5$  %. Deformace vzorku může být průběžně měřena průtahoměrem. Přístroj musí být rovněž opatřen temperační skříní, udržující teplotu na požadované hodnotě s přesností  $\pm 1$  °C. V případě požadavku na kontrolu relativní vlhkosti musí zařízení udržovat nastavenou hodnotu s maximální odchylkou  $\pm 5$  %.

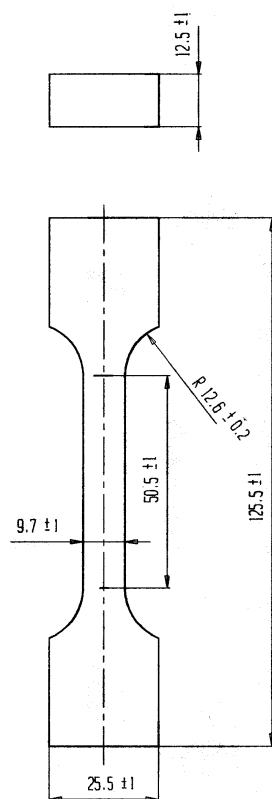
**7.22.2.2** Systém pro měření síly musí být kalibrován minimálně jednou ročně vhodným standardem. Kalibrace musí být provedena na nejcitlivějším rozsahu a na zpravidla používaném rozsahu. Ověření kalibrace musí být prováděno před měřením vlastních vzorků nejméně jedenkrát denně při teplotě zkoušky. Ověřování při různých teplotách zkoušky může být vynecháno, pokud se v minulých 120 dnech ukázalo, že měřicí systém je nezávislý na změny teploty. Systém pro měření deformace vzorku musí být korigován na tuhost rámu přístroje tak, aby byla zaznamenávána pouze deformace vzorku. Typickým postupem pro měření tuhosti přístroje je zkoušení standardního kovového vzorku za podobných podmínek zatěžování jako u vzorku výbušniny. Rám přístroje je kalibrován při nákupu a poté každoročně prověřován.

**7.22.2.3** K měření rozměrů vzorku se používají přístroje či pomůcky schopné měřit s přesností minimálně 0,025 mm. Při měření nesmí dojít k deformaci či poškození vzorku. Přesnost měřidla musí být kontrolována minimálně jednou za tři měsíce.

**7.22.2.4** Zařízení pro temperaci vzorků před zkouškou musí být schopno udržovat zvolenou teplotu s přesností  $\pm 2$  °C. V případě požadavku na kontrolu relativní vlhkosti musí zařízení udržovat nastavenou hodnotu s maximální odchylkou  $\pm 5$  %.

### 7.22.3 Provedení zkoušky

**7.22.3.1** Vzorky výbušnin mohou být z trhavinových náloží či velkých zrn tuhých pohonných hmot odebrány a připraveny ke zkoušce řezáním pilou, strojním obráběním, odkrajováním nožem, vysekáváním matricí, gilotinováním nebo řezáním drátem. Vzorky ke zkoušce se odebírají až po odstranění svrchní vrstvy materiálu do hloubky minimálně 12,5 mm, která může být ovlivněna migrací nebo jinak poškozena. Příprava vzorku má být prováděna při teplotě  $(23 \pm 5)$  °C a relativní vlhkosti nižší než 50 % (u hygroskopických materiálů nižší než 20 %). Vzorek pro tahovou zkoušku by měl mít tvar a rozměry uvedené na obrázku 19. V odůvodněných případech (zrna tuhých pohonných hmot malých rozměrů, bezdýmné prachy, obtížná zpracovatelnost masy) mohou být použity i vzorky jiného tvaru a rozměrů (např. 40procentní zmenšenina standardního vzorku). Odlišný tvar a rozměry vzorku je nutno zanést do protokolu o zkoušce.



**OBRÁZEK 19 – Tvar a rozměry vzorku pro tahovou a relaxační zkoušku (viz 7.23)**

**7.22.3.2** Připravené vzorky musí být ukládány širší stranou dolů, aby bylo zabráněno jejich poškození. Odebrané vzorky musí být reprezentativní z hlediska zkoušeného materiálu. Vystavování vzorků atmosférickým vlivům musí být minimalizováno. Pokud nebudou vzorky zkoušeny do 8 hodin od své přípravy, musí být zabaleny nebo jinak chráněny proti vlhkosti. Pokud není uvedeno jinak, vzorky se předběžně temperují

ve vhodné temperační skříni při teplotě  $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$  a relativní vlhkosti pod 30 % po dobu 48 hodin.

**7.22.3.3** Rozměry připravených vzorků se před zkouškou měří při teplotě  $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ . Měření se provádí v místě obou konců zúžené části a ve středu zúžené části vzorku. Povinným měřením v těchto bodech je šířka a tloušťka vzorku ve středu průřezu a doporučeným měřením je šířka a tloušťka vzorku na obou krajích průřezu. Vzorek nesmí vykazovat žádné defekty. Vynásobením zjištěných průměrných hodnot tloušťky a šířky vzorku v zúžené části vzorku se získá hodnota počátečního průřezu vzorku  $A_0$  ( $\text{mm}^2$ ).

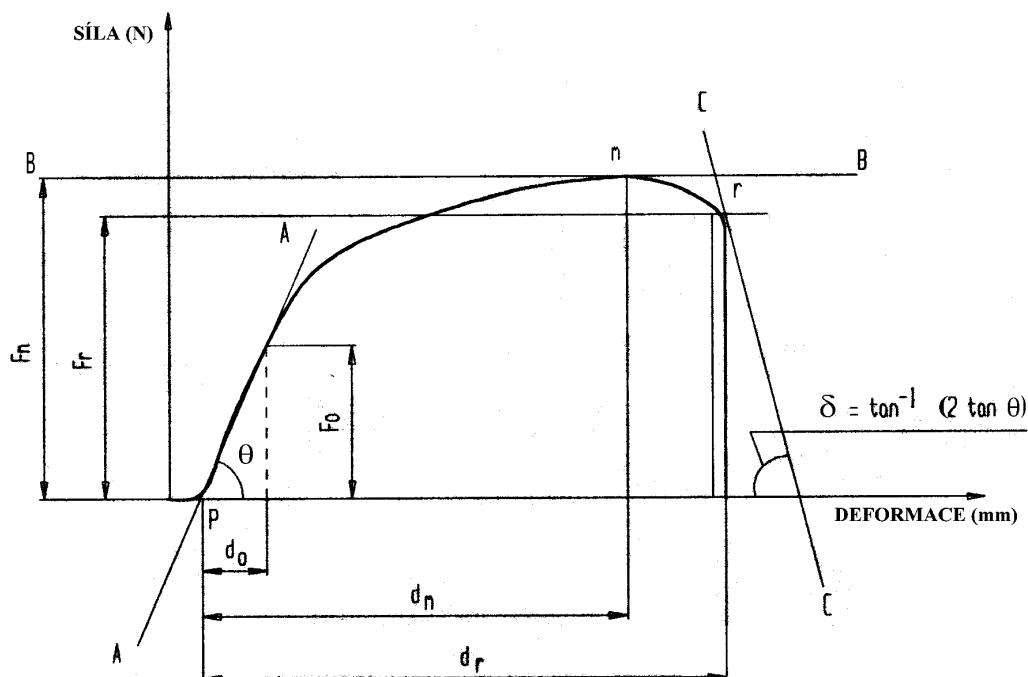
**7.22.3.4** Před vlastní zkouškou se vzorky temperují při pracovní teplotě zkoušky s maximální odchylkou  $\pm 1^\circ\text{C}$ . Čas potřebný k dosažení rovnoměrného rozdělení teplot je závislý na řadě faktorů, jako např. složení vzorků, způsobu uložení vzorků v temperační skříni a prostředí. Jedna hodina je však obvykle postačující. Pro teploty  $45^\circ\text{C}$  a vyšší je postačující půlhodinová temperace a doba temperace by neměla přesáhnout 2 hodiny. Pro teploty pod  $15^\circ\text{C}$  by doba temperace neměla překročit 24 hodin. Pro optimalizaci doby temperace je možno do slepého vzorku podobného tvaru a rozměrů zavést termočlánek a sledovat časovou závislost ustalování teploty ve vzorku. Na konci doby temperace by rozdíl teplot v temperační skříni a ve vzorku neměl překročit  $1^\circ\text{C}$ .

**7.22.3.5** K vlastní zkoušce se volí takové zatížení a rozsah, aby síla působící na vzorek dosahovala během zkoušky přesnosti  $\pm 1\%$  maximálního zatížení. Vzorek se uchytí do čelistí s co nejmenší manipulací, zejména se zúženou částí vzorku. Středová osa vzorku musí při zkoušce splývat s osou zatěžování přístroje. Po upnutí se průtahoměrem zjistí počáteční hodnota délky měřeného úseku v zúžené části vzorku, která se zaznamená jako  $L$  (mm). Vzorek se následně podrobí zkoušce se zvolenými parametry namáhání. Každý vzorek se za identických podmínek namáhání měří minimálně pětkrát.

**7.22.3.6** Po zkoušce se vzorek vizuálně zkoumá z hlediska přítomnosti trhlin, oblastí s nízkou hustotou, přebytkem pojiva, zvětšených částic, cizorodých látek, shluků aj. V případě zjištění těchto jevů se provede jejich fotografická dokumentace.

## **7.22.4 Zpracování výsledků**

**7.22.4.1** Naměřená závislost vkládané síly  $F$  (N) na deformaci vzorku  $d$  (mm) se vynese do grafické podoby. Typická křivka této závislosti, spolu s body pro vyhodnocení, je vyobrazena na obrázku 20.



**OBRÁZEK 20 – Typická křivka závislosti vkládané síly na deformaci vzorku při tahové zkoušce**

**7.22.4.2** Se znalostí počáteční délky měřené části vzorku  $L$  (mm), počátečního průřezu vzorku  $A_0$  (mm<sup>2</sup>), síly  $F_0$  (N) odečtené v bodě odklonu křivky od tangenty AA a odpovídající velikosti deformace  $d_0$  (mm) se vypočte hodnota počátečního modulu pružnosti vzorku v tahu  $E_0$  (MPa):

$$E_0 = \frac{L \cdot F_0}{A_0 \cdot d_0}$$

**7.22.4.3** Se znalostí velikosti síly vkládané na vzorek v místě maxima křivky  $F_m$  (N) a počátečního průřezu  $A_0$  (mm<sup>2</sup>) se vypočte maximální napětí  $\sigma_m$  (MPa):

$$\sigma_m = \frac{F_m}{A_0}$$

**7.22.4.4** Se znalostí velikosti deformace v místě maxima křivky  $d_m$  (mm) a počáteční délky měřené části vzorku  $L$  (mm) se vypočte poměrná deformace při maximálním napětí  $\varepsilon_m$  (%):

$$\varepsilon_m = \frac{d_m}{L} \cdot 100$$

Pokud je rozsah deformace při maximu napětí široký díky plochosti křivky v této části, zaznamená se minimální a maximální poměrná deformace při maximálním napětí.

**7.22.4.5** Se znalostí velikosti síly vkládané na vzorek v místě přetržení vzorku  $F_r$  (N) odečteného v místě dotyku tangenty CC s původní křivkou a počátečního průřezu  $A_0$  (mm<sup>2</sup>) se vypočte hodnota napětí při přetržení  $\sigma_r$  (MPa):

$$\sigma_r = \frac{F_r}{A_0}$$

**7.22.4.6** Se znalostí velikosti deformace  $d_r$  (mm) v místě, odpovídající síle  $F_r$  (N) a počáteční délky měřené části vzorku  $L$  (mm) se vypočte poměrná deformace při přetržení  $\varepsilon_r$  (%):

$$\varepsilon_r = \frac{d_r}{L} \cdot 100$$

**7.22.4.7** V případě existence více lokálních maxim na křivce závislosti vkládané síly na deformaci vzorku se jednotlivé píky označí čísly ve vzestupném pořadí a hodnoty pro každý jednotlivý pík se stanoví dle článků 7.22.4.2 až 7.22.4.6.

**7.22.4.8** Ze závislosti poměrné deformace na čase po dobu zkoušky se dále odečte skutečná rychlost deformace  $\varepsilon_s$  ( $s^{-1}$ ) jako směrnice lineární části této křivky. U všech stanovených hodnot se provede výpočet jejich směrodatné odchylky z pěti měření.

**7.22.4.9** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.22 ZKOUŠKA NAMÁHÁNÍ V JEDNOOSÉM TAHU</b>												
Číslo protokolu:					Strana ze							
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>					<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>							
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Číslo postupu: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:					Teplota (°C): Relativní vlhkost (%): Rychlost přičníku ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ): Typ přístroje: Typ čelistí: Tuhost přístroje ( $\text{kN} \cdot \text{mm}^{-1}$ ): Průtahoměr (ANO/NE):							
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>					<b>TYPICKÝ VÝSLEDEK</b>							
Rozměry: Délka měřené části: (mm) Šířka: Tloušťka (průměr): Průřez vzorku ( $\text{mm}^2$ ): Forma vzorku: Způsob přípravy vzorku: Výrobní metoda vzorku: Zdroj: Číslo série: Doba temperace: Složení:					(graf závislosti napětí na poměrné deformaci)							
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: right;">složka</td> <td style="width: 50%; text-align: left;">procent</td> </tr> </table>					složka	procent						
složka	procent											
Číslo pokusu	Vzorek T (°C) A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )		$\varepsilon_s$ (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_m$ (MPa)	$\varepsilon_m$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	E <sub>0</sub> (MPa)	$\varepsilon_m^*$ (%)	$\varepsilon_r^*$ (%)	E <sub>0</sub> <sup>*</sup> (MPa)	
Průměr												
Směrodatná odchylka												
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>				<b>POZNÁMKY</b> Hodnoty s indexem * odpovídají měření s průtahoměrem.								

## **7.23 Zkouška relaxace napětí v tahu**

### **7.23.1 Princip**

**7.23.1.1** Zkouškou relaxace napětí v tahu se zjišťují mechanické vlastnosti vzorků výbušnin při dlouhodobém působení tahové síly za udržování konstantní úrovně deformace. Výsledkem zkoušky je závislost relaxačního modulu na čase.

**7.23.1.2** Údaje, popisované v této kapitole o zkoušce relaxace napětí v tahu, jsou v souladu s požadavky STANAG 4507.

### **7.23.2 Zkušební zařízení**

**7.23.2.1** Zkušební přístroj pro relaxační zkoušku musí být opatřen průtahoměrem pro měření skutečné hodnoty deformace vzorku, dosáhnout zvolené hodnoty deformace v určeném čase a následně udržovat hodnotu deformace konstantní po celou dobu zkoušky s odchylkou maximálně  $\pm 2\%$  nastavené hodnoty. Poziční přesnost příčnicku přístroje by měla být  $\pm 0,05$  mm. Měření vkládané síly musí být provedeno s přesností do  $\pm 5\%$  síly na konci zkoušky. Rychlost načítání signálu musí být minimálně 1 hodnota síly za 1 sekundu. Čelisti musí zajistit působení síly pomyslným středem vzorku a kopírovat tvar koncových částí vzorku.

**7.23.2.2** Systém pro měření síly musí být kalibrován minimálně jednou ročně vhodným standardem. Kalibrace musí být provedena na nejcitlivějším rozsahu a na obvykle používaném rozsahu. Ověření kalibrace musí být prováděno před měřením vlastních vzorků nejméně jedenkrát denně při teplotě zkoušky. Ověřování při různých teplotách zkoušky může být vynecháno, pokud se v minulých 120 dnech ukázalo, že měřící systém je nezávislý na změny teploty.

### **7.23.3 Provedení zkoušky**

**7.23.3.1** Vzorky výbušnin mohou být z trhavinových náloží či velkých zrn tuhých pohonných hmot odebrány a připraveny ke zkoušce řezáním pilou, strojním obráběním, odkrajováním nožem, vysekáváním matricí, gilotinováním nebo řezáním drátem. Doporučeným způsobem přípravy vzorků je frézování na požadovaný tvar a rozměr. Vzorky ke zkoušce se odebírají až po odstranění svrchní vrstvy materiálu do hloubky minimálně 12,5 mm, který může být ovlivněn migrací nebo jinak poškozen. Příprava vzorku má být prováděna při laboratorní teplotě a relativní vlhkosti nižší než 50 % (u hygroskopických materiálů nižší než 20 %). Vzorek pro relaxační zkoušku by měl mít tvar a rozměry uvedené na obrázku 19. V odůvodněných případech (zrna tuhých pohonných hmot malých rozměrů, bezdýmné prachy, obtížná zpracovatelnost masy) mohou být použity i vzorky jiného tvaru a rozměrů (např. 40procentní zmenšenina standardního vzorku). Odlišný tvar a rozměry vzorku je nutno zanést do protokolu o zkoušce.

**7.23.3.2** Připravené vzorky musí být ukládány širší stranou dolů, aby bylo zabráněno jejich poškození. Odebrané vzorky musí být reprezentativní z hlediska zkoušeného materiálu. Vystavování vzorků atmosférickým vlivům musí být minimalizováno. Stanovené podmínky skladování připravených vzorků před zkouškou musí být důsledně dodržovány.

**7.23.3.3** Rozměry připravených vzorků se měří před temperací a vlastní zkouškou s použitím přístroje nebo zařízení schopného stanovit požadované rozměry s přesností do 1 % měřeného rozměru. Vynásobením zjištěných průměrných hodnot



tloušťky a šířky vzorku v zúžené části vzorku se získá hodnota počátečního průřezu vzorku  $A_0$  (mm<sup>2</sup>).

**7.23.3.4** Před vlastní zkouškou se vzorky temperují při pracovní teplotě zkoušky s maximální odchylkou  $\pm 1$  °C. Čas potřebný k dosažení rovnoměrného rozdělení teplot je závislý na řadě faktorů, jako např. typu materiálu, způsobu uložení vzorků v temperační skříni a prostředí, jedna hodina je však obvykle postačující. Teplota v temperační komoře musí být měřena v blízkosti vzorku. Pro optimalizaci doby temperace je možno do slepého vzorku podobného tvaru a rozměrů zavést termočlánek a sledovat časovou závislost ustalování teploty ve vzorku. Na konci doby temperace by rozdíl teplot v temperační skříni a ve vzorku neměl překročit 1 °C.

**7.23.3.5** Z každého typu výbušniny se za stejných podmínek proměří minimálně tři vzorky, lépe však pět vzorků. Pokud jsou zjištěny velké odchylky od průměrné hodnoty, je nutno provést další zkoušky pro odhalení příčiny těchto odchylek.

#### **7.23.4 Zpracování výsledků**

**7.23.4.1** Naměřená závislost vkládané síly na čase  $F(t)$  se transformuje na závislost napětí na čase:

$$\sigma(t) = \frac{F(t)}{A_0}$$

**7.23.4.2** Se znalostí deformace vzorku  $dL$  v průběhu zkoušky a původní délky měřené části vzorku  $L$  se vypočte hodnota poměrné deformace v průběhu zkoušky:

$$\varepsilon = \frac{dL}{L}$$

**7.23.4.3** Závislost relaxačního modulu na čase  $E(t)$  se získá z následujícího vztahu:

$$E(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon}$$

**7.23.4.4** Závislost relaxačního modulu na čase se prezentuje v grafické podobě v logaritmických souřadnicích. Do grafu se začínají vynášet údaje až po uplynutí pěti až desetinásobku doby náběhu na pracovní hodnotu deformace vzorku.

**7.23.4.5** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.23 ZKOUŠKA RELAXACE NAPĚTÍ V TAHU</b>		
Číslo protokolu:		Strana ze
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>	
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Číslo postupu: Datum provedení zkoušky:	Teplota (°C): Relativní vlhkost (%): Poměrná deformace (%): Typ přístroje: Průtahoměr (ANO/NE): Typ čelistí:	
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>		
Rozměry (mm): Délka měřené části: Šířka: Tloušťka (průměr): Průřez vzorku (mm <sup>2</sup> ): Forma vzorku: Způsob přípravy vzorku: Výrobní metoda vzorku: Zdroj: Číslo série: Doba temperace:	Název vzorku:  Složení: složka	procent
<b>TYPICKÝ VÝSLEDEK</b> (logaritmická grafická závislost relaxačního modulu na čase)		

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.23  
ZKOUŠKA RELAXACE NAPĚTÍ V TAHU**

Číslo protokolu:

Strana ze

**ČÍSLO ZKOUŠKY**

**ZPŮSOB VÝPOČTU**

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

**POZNÁMKY**

**Závislost relaxačního modulu (MPa) na čase (s)**

t (s)	Zkouška 1	Zkouška 2	Zkouška 3	Zkouška 4	Zkouška 5	Průměr

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO**

## 7.24 Stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA

### 7.24.1 Princip

**7.24.1.1** Pomocí termomechanické analýzy (TMA) se u vzorků výbušnin zjišťuje jejich teplotní součinitel délkové roztažnosti  $\alpha$  a závislost hodnoty tohoto součinitele na teplotě  $\alpha = f(t)$ . Teplotní součinitel délkové roztažnosti je definován jako poměr závislosti změny délky vzorku  $dL$  na změně teploty  $dT$  a počáteční délky vzorku  $L_0$  (měřené při referenční teplotě – obvykle laboratorní):

$$\alpha(T) = \frac{dL}{dT} \cdot \frac{1}{L_0}$$

**7.24.1.2** Při zkoušce se měří vratná tepelná roztažnost pevného vzorku. Vlivy působící nevratnou tepelnou roztažnost, např. změna obsahu vlhkosti nebo ztráta plastifikátoru, musí být pokud možno minimalizovány.

**7.24.1.3** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA, jsou v souladu s požadavky STANAG 4525.

### 7.24.2 Zkušební zařízení

**7.24.2.1** Přístroj pro TMA musí být schopen temperace vzorku v teplotním rozsahu od  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $+100\text{ }^{\circ}\text{C}$  a udržovat teplotu na konstantní hodnotě nebo ji měnit definovanou rychlostí. Systém pro měření změny délky vzorku nesmí ovlivňovat deformaci vzorku a měl by kopírovat jeho délkové změny. Zařízení musí současně registrovat změny v délce vzorku a teplotu vzorku. Odchylka v přesnosti měření teploty může být maximálně  $0,2\text{ K}$  a odchylka v měření délky maximálně  $0,5\text{ }\mu\text{m}$ . Každá měřicí součástka přístroje musí být kalibrována dle doporučení výrobce.

### 7.24.3 Provedení zkoušky

**7.24.3.1** Vzorky mohou být do požadovaného tvaru připraveny přímo litím nebo lisováním nebo mohou být připraveny opracováním větších kusů. Povrch všech vzorků musí být hladký. Tvar vzorku závisí na typu použitého přístroje. Typický vzorek je válcového tvaru o průměru a délce  $10\text{ mm}$ . Konce vzorku musí být ploché, vzájemně rovnoběžné s maximální odchylkou  $5\%$  šířky vzorku a kolmé k vertikální ose vzorku. Při zkoušení izotropních látek se měří minimálně tři vzorky a pro anizotropní materiály minimálně tři vzorky v každém směru.

**7.24.3.2** Vzorky se před zkouškou  $24$  hodin temperují na teplotě  $(23 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$  při zvolené úrovni relativní vlhkosti (závislé na typu zkoušené látky).

**7.24.3.3** Počáteční délka vzorku  $L_0$  se měří při referenční teplotě ve středu vzorku. Odchylka přesnosti měření délky musí být menší než  $1\%$  počáteční délky. Při vkládání vzorku do přístroje musí být vertikální osa vzorku umístěna v ose přístroje. Při upnutí délkového čidla musí být upínací síla pečlivě volena, aby bylo minimalizováno poškození vzorku v místě upnutí v průběhu zkoušky.

**7.24.3.4** Temperační komora přístroje se ochladí na teplotu o  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  nižší, než je nejnižší požadovaná pracovní teplota. Teplota se udržuje na konstantní úrovni po dostatečně dlouhou dobu, aby se zajistilo, že se ve vzorku neuchovává teplotní gradient. Vzorek se poté zahřívá konstantní rychlostí nebo krokovým způsobem a za současného zaznamenávání změny délky vzorku při příslušné teplotě. Rychlost změny teploty musí být dostatečně nízká, aby bylo umožněno dostatečné protemperování měřeného vzorku. Směr změny teploty při zkoušce by za normálních

podmínek neměl ovlivnit výsledek stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti. Zkouška tedy může začít i při nejvyšší teplotě a chlazením postupně klesat. Některé výbušniny ovšem mohou v tomto směru zkoušky ovlivňovat výsledek měknutím, krystalizací nebo fázovou změnou ve vzorku.

**7.24.3.5** Po zkoušce se délka každého vzorku změří při referenční teplotě. Změna v délce oproti počáteční délce  $L_0$  je známkou, že ve vzorku proběhly nevratné procesy. Rovněž, pokud je ve výsledcích stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti při jednotlivých pokusech velká odchylka, je to známkou nevratných procesů ve vzorku. Přítomnost nevratných procesů musí být zaznamenána.

#### **7.24.4 Zpracování výsledků**

**7.24.4.1** Z naměřených hodnot závislosti změny délky vzorku na teplotě se vypočte teplotní součinitel délkové roztažnosti vzorku pro různé teploty dle rovnice:

$$\alpha(T) = \frac{dL}{dT} \cdot \frac{1}{L_0}$$

**7.24.4.2** Výsledky se rovněž vynesou v podobě grafických závislostí  $dL/L_0 = f(T)$  a  $\alpha = f(T)$ . Do protokolu o měření je rovněž nutno zaznamenat teploty případných zlomů křivek těchto závislostí.

**7.24.4.3** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.24 STANOVENÍ TEPLOTNÍHO SOUČINITELE DÉLKOVÉ ROZTAŽNOSTI</b>					
Číslo protokolu:			Strana ze		
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>			<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>		
Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Číslo postupu dle AOP-7: Datum provedení zkoušky:			Počáteční teplota (°C): Konečná teplota (°C): Rychlost změny teploty (°C · min <sup>-1</sup> ): Typ přístroje: Hmotnost měřící sondy (g): Typ měřící sondy:		
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>			<b>GRAFICKÝ VÝSLEDEK</b>		
Rozměry: Délka: (mm) Šířka: Tloušťka (průměr): Teplota (K): Forma vzorku: Způsob přípravy vzorku: Výrobní metoda vzorku: Zdroj: Číslo série: Způsob temperace: Doba temperace: Složení:			Poznámky k měření:		
<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;"></td> <td style="width: 33%; text-align: center;">složka</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">procent</td> </tr> </table>					
	složka	procent			
T (K)	dT (K)	dL/L <sub>0</sub> (10 <sup>-3</sup> )	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> · 10 <sup>-6</sup> )		
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>			$\alpha =$ < T >		

## 7.25 Stanovení teploty skelného přechodu pomocí DMA

### 7.25.1 Princip

**7.25.1.1** Pomocí dynamické mechanické analýzy (DMA) se u vzorků výbušnin s obsahem polymerních hmot zjišťuje jejich teplota skelného přechodu. Při zkoušce DMA je vzorek podroben cyklickým deformacím, obvykle sinusového průběhu se současným zaznamenáváním velikosti deformace a vkládané síly při regulované změně teploty. Z výsledků deformace a vkládané síly se vypočte reálná a ztrátová složka modulu pružnosti a stanoví se jejich závislost na teplotě nebo frekvenci deformace. Teplota, při níž dosahuje křivka závislosti ztrátové složky modulu pružnosti na teplotě maxima, odpovídá teplotě skelného přechodu  $T_g$ , tj. teplotě, při níž by měl ustát pohyb hlavních řetězců molekuly.

**7.25.1.2** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení teploty skelného přechodu pomocí DMA, jsou v souladu s požadavky STANAG 4540.

### 7.25.2 Zkušební zařízení

**7.25.2.1** Přístroj pro DMA musí být schopen měření vzorku v teplotním rozsahu  $-120\text{ °C}$  až  $+100\text{ °C}$  při minimálně 3 frekvencích např. (0, 1, 1 a 10) Hz a různých způsobech namáhání např. (tah, smyk, ohyb). Maximální odchylka regulace teploty v měřeném prostoru musí být  $\pm 1\text{ °C}$ . Úchyty musí vzorek v přístroji pevně fixovat. Kalibrace přístroje musí být prováděna pravidelně, dle instrukcí výrobce. Chyba v měření deformace a síly musí být v limitu dle specifikace přístroje.

**7.25.2.2** Zařízení pro měření rozměrů vzorků musí mít přesnost alespoň 0,5 % nejmenšího rozměru. Zařízení nesmí způsobovat poškození vzorku při měření. Přesnost měřícího zařízení musí být kontrolována minimálně každé 3 měsíce.

**7.25.2.3** Zařízení pro temperaci vzorku před zkouškou musí být schopno udržovat nastavenou teplotou s maximální odchylkou  $\pm 2\text{ °C}$  a v případě kontroly relativní vlhkosti udržovat její nastavenou hodnotu v rozmezí 10 % až 90 % s maximální odchylkou  $\pm 5\text{ %}$ .

### 7.25.3 Provedení zkoušky

**7.25.3.1** Vzorky výbušnin mohou být z trhavinových náloží či velkých zrn tuhých pohonných hmot odebrány a připraveny ke zkoušce řezáním pilou, strojním obráběním, odkrajováním nožem, vysekáváním maticí, gilotinováním nebo řezáním drátem. Doporučeným způsobem přípravy vzorků je frézování na požadovaný tvar a rozměr. Vzorky ke zkoušce se odebírají pokud možno až po odstranění svrchní vrstvy materiálu do hloubky minimálně 12,5 mm, který může být ovlivněn migrací nebo jinak poškozen. Příprava vzorku má být prováděna při laboratorní teplotě a relativní vlhkosti nižší než 50 % (u hygroskopických materiálů nižší než 20 %). Ke zkoušce se používá vzorek tvaru tyče obdélníkového nebo kruhového průřezu, jejíž rozměry závisí na typu použitého přístroje. Rozměrová tolerance opracovaného vzorku může být maximálně 0,5 % nejmenšího rozměru.

**7.25.3.2** Připravené vzorky musí být ukládány širší stranou dolů, aby bylo zabráněno jejich poškození. Vzorky musí být uchovávány při takové teplotě a relativní vlhkosti, které nebudou významně ovlivňovat jejich původní mechanické vlastnosti. Vzorky je doporučeno uchovávat v prostředí s regulovanou vlhkostí. Pokud se vzorky nemají podrobit zkoušce do dvou hodin od přípravy, musí být důkladně zabaleny nebo jinak chráněny proti napadení vlhkostí.

**7.25.3.3** Vzorek se uchytí do úchytů přístroje s co nejmenší manipulací a dostatečně pevně, aby se z nich v průběhu zkoušky neuvolňoval a zároveň, aby se vzorek příliš nedeformoval. Vhodné je vzorek upínat do úchytů po ustálení na nejnižší pracovní teplotu. Způsob uchycení vzorku a jeho deformace tepelnou roztažností mohou ovlivnit výsledek zkoušky. Vzorek musí být v přístroji temperován na výchozí pracovní teplotě po dobu 15 minut před zahájením vlastní zkoušky.

**7.25.3.4** DMA může být provedena s různými způsoby namáhání – např. tahem, smykem nebo ohybem, při různých frekvencích oscilačního pohybu, dle možností přístroje. Postup zkoušky se obvykle řídí instrukcemi výrobce. Vzorek je vhodné zkoušet v teplotním rozsahu  $-120\text{ °C}$  až  $+100\text{ °C}$  při třech frekvencích. Hodnota vkládané deformace musí být volena tak, aby nedocházelo k nevratným změnám ve vzorku. U smykového namáhání se doporučuje hodnota deformace 0,1 %. V průběhu zkoušky se ve zvolených teplotních intervalech ( $5\text{ °C}$  a méně) vypočítávají z naměřených hodnot deformace a vkládané síly hodnoty reálné a ztrátové složky modulu pružnosti ( $E'$ ,  $E''$ ) a tangenta ztrátového úhlu ( $\tan \delta$ ). Vzorek by měl být v každém kroku udržován po dobu minimálně 3 minut, resp. tak dlouho, aby byl vzorek dostatečně protemperován na měřenou teplotu. Kromě krokového nárůstu teploty je možno provést i zkoušku za teploty konstantní rychlostí, jejíž velikost musí být ovšem volena tak, aby umožnila dostatečné protemperování zkoušeného vzorku.

**7.25.3.5** Po zkoušce se vzorek vizuálně zkoumá z hlediska přítomnosti trhlin, oblastí s nízkou hustotou, přebytkem pojiva, zvětšených částic, cizorodých látek, shluků aj. V případě zjištění těchto jevů se provede jejich fotografická dokumentace.

#### **7.25.4 Zpracování výsledků**

**7.25.4.1** Výsledkem zkoušení vzorku pomocí DMA je závislost reálné ( $E'$  v tahu,  $G'$  ve smyku) a ztrátové ( $E''$  v tahu,  $G''$  ve smyku) složky modulu pružnosti a tangenty ztrátového úhlu  $\tan \delta$  (poměr ztrátové a reálné složky) na teplotě vzorku.

**7.25.4.2** Teplota skelného přechodu  $T_g$  se získá vyhodnocením grafické závislosti ztrátové složky modulu na teplotě, jako teplota odpovídající maximu píku na křivce. Hodnota teploty skelného přechodu je závislá na frekvenci oscilačního pohybu vkládaného na vzorek. Hodnota  $T_g$  se standardně stanovuje při frekvenci 1 Hz.



7.25.4.3 Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.25 STANOVENÍ TEPLoty SKELNÉHO PŘECHODU POMOCÍ DMA</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>	<b>ÚDAJE O VZORKU</b>
Počáteční/konečná teplota (°C):	Rozměry (mm):
Teplota temperace (°C):	Délka:
Doba temperace (min):	Šířka:
Amplituda oscilace:	Tloušťka (průměr):
Frekvence oscilace (Hz):	Účinná délka vzorku:
Rychlost změny teploty (°C.min <sup>-1</sup> ):	Geometrie vzorku:
Typ přístroje:	Název vzorku:
Typ úchytu:	Způsob přípravy vzorku:
Typ namáhání:	Výrobní metoda vzorku:
	Zdroj:
	Číslo série, šarže nebo dodávky:
	Způsob temperace:
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>
Zkušebna:	
Datum vydání protokolu:	
Datum provedení zkoušky:	
Zkušební postup:	
Číslo postupu dle AOP-7:	
Zodpovědná osoba:	

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.25  
STANOVENÍ TEPLoty SKELNÉHO PŘECHODU POMOCÍ DMA**

Číslo protokolu:

Strana ze

**VÝSLEDKY**

T (°C)	E' (GPa)	E'' (GPa)	G' (GPa)	G'' (GPa)	Tan $\delta$	f (Hz)

**SPEKTRUM DMA**

(grafická závislost reálné a ztrátové složky modulu pružnosti na teplotě)

$T_g =$  při Hz

**POZNÁMKY**

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO**

## 7.26 Zkoušky stárnutí heterogenních tuhých pohonných hmot

### 7.26.1 Princip

**7.26.1.1** Zkoušky stárnutí heterogenních tuhých pohonných hmot (TPH) na bázi inertních pojiv se provádějí s cílem zjistit charakter změn těchto výbušnin při jejich dlouhodobém uložení ve výzbroji. Stárnutí vzorků je urychleno temperací za zvýšené teploty (60 °C) po dobu několika měsíců. Chemické a mechanické vlastnosti zrychleně stárnutého vzorku jsou následně porovnávány se vzorkem nestárnutým a mohou sloužit i k porovnání odolnosti vůči stárnutí různých vzorků těchto výbušnin navzájem. Použité postupy mohou být v některých případech vhodné i pro trhavinu pojené inertním polymerním pojivem.

**7.26.1.2** Vzhledem k použití pouze jedné teploty a dvou dob zrychleného stárnutí nejsou výsledky těchto zkoušek přímo aplikovatelné pro hodnocení celkové životnosti TPH. Pro tento účel by bylo zapotřebí provést zrychlené stárnutí při více teplotách a dobách (analogicky kinetickému stanovení úbytku stabilizátoru dle kapitoly 7.5).

**7.26.1.3** Protože heterogenní tuhé pohonné hmoty mají různá chemická složení, ne všechny metody zkoušení popsané v této kapitole musí být vhodné pro daný vzorek. Volba metod zkoušení nebo jejich případná změna se řídí rozhodnutím národní autority. Protože mechanismus stárnutí může být významně ovlivněn přítomností výbušných nitroesterů v pojivu, jsou uvedené zkoušky použitelné pouze pro heterogenní tuhé pohonné hmoty pojené inertním pojivem, např. karboxylem terminovaným poly(butadien-akrylonitrilem) (PBAN), karboxylem terminovaným polybutadienem (CTPB) a hydroxylem terminovaným polybutadienem (HTPB). Okysličovadlem těchto heterogenních tuhých pohonných hmot je většinou chloristan amonný.

**7.26.1.4** Zkoušky chemických a mechanických vlastností vzorků TPH uvedené v této kapitole jsou vybrány tak, aby byly s co největší přesností a reprezentativností schopny popsat změny probíhající v TPH při stárnutí. Stanovení zbytkového obsahu antioxidantu v TPH umožňuje kvalitativní posouzení stavu degradace pojiva. Nicméně se nedá vždy nalézt přímý vztah mezi zbytkovým obsahem antioxidantu a mechanickými vlastnostmi TPH. Stanovení rozpustného podílu nebo hustoty zesíťování umožňují posouzení jak daleko degradační reakce pojiva TPH postoupily z hlediska roztržení polymerních řetězců nebo zvýšení hustoty zesíťování. Tyto fyzikálně-chemické vlastnosti mají přímý vztah k mechanickým vlastnostem TPH. Stanovení obsahu plastifikátoru v různých místech vzorku TPH umožňuje posoudit migraci plastifikátoru v zrnu TPH. Je ale potřeba vzít v potaz, že v zrnu TPH mohou migrovat i další složky jako např. kapalné katalyzátory, jejichž stanovení však není obsahem tohoto dokumentu. Stanovení pevnosti vzorků TPH v tahu umožňuje posouzení pevnostních parametrů TPH při různých teplotách a rychlostech deformace. Pomocí dynamické mechanické analýzy (DMA) se stanovují viskoelastické vlastnosti TPH. Měření tvrdosti metodou Shore A umožňuje charakterizaci změn mechanických vlastností polymerního pojiva v průběhu stárnutí. Stárnutí TPH může být charakterizováno i dalšími metodami, které jsou popsány v jiných kapitolách, jako např. stanovením termické stability pomocí DSC (viz kapitola 7.2) nebo DTA (viz 7.1) nebo stanovením citlivosti k vnějším podnětům – nárazu (viz 7.14), tření (viz 7.15), elektrostatické jiskře (viz 7.16) či tepelným podnětům (viz 7.11, 7.12 a 7.13) nebo zkouškami stárnutí výbušnin s polymerními pojivy (viz 7.28).

**7.26.1.5** Chování heterogenních TPH různého chemického složení při zkouškách popsaných v této kapitole může být velmi odlišné. Při hodnocení výsledků je potřeba vzít v potaz, že se ještě nepodařilo nalézt jednoznačný vztah mezi změnami v chemických vlastnostech a změnami v mechanických vlastnostech heterogenních TPH. Z těchto důvodů není možné ustanovit jednotná hodnotící kritéria pro výsledky popsaných zkoušek platná pro všechny typy heterogenních TPH. Kritéria hodnocení jednotlivých zkoušek proto musí být dohodnuta mezi výrobcem a odběratelem konkrétní TPH. Získané výsledky mohou rovněž sloužit k výběru složení TPH vhodného pro konkrétní aplikaci.

**7.26.1.6** Tuhé pohonné hmoty jsou vyvíjeny pro rozličné aplikace, které kladou zvýšené požadavky na strukturní vlastnosti zrn TPH. Je všeobecně známo, že životnost konkrétní TPH nemůže být stanovena bez znalosti její konfigurace v raketovém systému. Havárie raketového motoru s TPH je obvykle způsobena vadou ve strukturních vlastnostech zrna TPH jako jsou praskliny v mase TPH nebo její odlepení od stěny motoru. Metodiky pro předpověď životnosti TPH jsou proto založeny na měření a předpovědích mechanických vlastností TPH, zejména s použitím stanovení pevnosti v tahu a dynamické mechanické analýzy. Předpověď životnosti raketového motoru s TPH je poté možno provést spojením znalostí o degradaci mechanických vlastností TPH se strukturní analýzou konfigurace raketového motoru metodou konečných prvků.

**7.26.1.7** Údaje, popisované v této kapitole o zkouškách stárnutí heterogenních tuhých pohonných hmot, vycházejí z požadavků STANAG 4581.

## **7.26.2 Vlivy na průběh stárnutí heterogenních TPH**

**7.26.2.1** Stárnutí heterogenních TPH může být doprovázeno různými jevy, které mohou ovlivňovat celkový mechanismus tohoto děje, například:

- Oxidace pojiva vedoucí k jeho tvrdnutí je obecně vyšší za přítomnosti vzduchu a tedy větší na povrchu než ve středu vzorku.
- Degradace pojiva přetržením jeho řetězců působením zvýšené teploty.
- Migrace složek (plastifikátoru nebo kapalného katalyzátoru) k volným povrchům vedoucí k tvrdnutí materiálu a ke zvýšení jeho citlivosti.
- Krystalická plniva jako dusičnan amonný nebo chloristan amonný mohou podléhat různým interakcím, jako jsou absorpce vlhkosti, částečné rozpouštění s následnou rekrystalizací nebo fázovým změnám.

**7.26.2.2** Protože některé vlastnosti (zejména mechanické) mohou být významně ovlivněny vlhkostí a přítomností vzdušného kyslíku, je důležité pečlivě dodržet stanovené podmínky umělého stárnutí:

- Obal pro umělé stárnutí vzorku musí být hermeticky utěsněn a musí být chemicky snášenlivý se vzorkem.
- Obsah vlhkosti ve vzorku musí být před zkouškou stanoven vhodnou metodou a zaznamenán.
- Vzorek TPH musí být podroben zrychlenému stárnutí v prostředí co nejvíce odpovídajícímu jeho konfiguraci v raketovém motoru. Pokud tato konfigurace není známa, je doporučeno použít poměr 80/20 objemu TPH k objemu vzduchu v obalu.

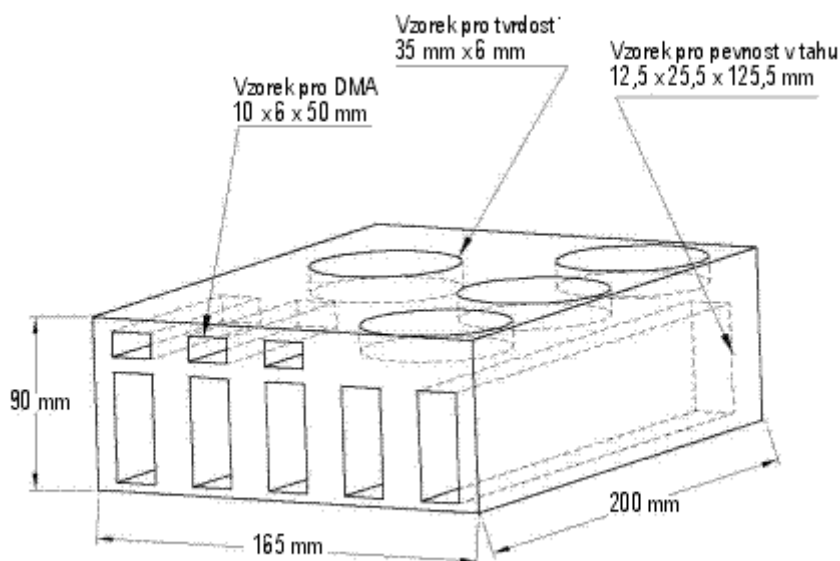
- Pro minimalizaci vlivu povrchové oxidace by vzorky TPH měly být stárnuty ve formě celistvých bloků, ne jako několik malých kousků.

**7.26.2.3** Stopy přechodových kovů (např. železa) ve vzorku TPH mohou katalyzovat rozklad polymerního pojiva v průběhu stárnutí a způsobovat vznik prasklin v tomto materiálu. Doporučuje se proto před vlastním zkoušením provést analýzu vzorku na přítomnost přechodových kovů, s využitím např. atomové emisní spektrometrie s iontově vázanou plazmou.

### 7.26.3 Postup umělého stárnutí

**7.26.3.1** Dva vzorky TPH ve formě celistvých bloků se uloží do uzavřených obalů a nechají se temperovat při teplotě 60 °C po dobu 3 a 6 měsíců. Předpokládá se, že teplota 60 °C umožňuje akceleraci stárnutí ve vzorku beze změny mechanismu rozkladných procesů. Pro podrobnější charakterizaci mechanismu stárnutí TPH je možno rozšířit počet teplot a dob umělého stárnutí, což si ovšem vyžádá příslušně vyšší počet vzorků.

**7.26.3.2** Vzorky TPH by měly být nechány temperovat ve formě celistvých bloků, které by měly být dostatečně velké, aby z nich bylo možno připravit alespoň 5 vzorků pro zkoušky pevnosti v tahu, 3 vzorky pro dynamickou mechanickou analýzu a 4 vzorky pro stanovení tvrdosti metodou Shore A. Příklad vhodného bloku TPH s vyznačením míst pro odběr zkušebních vzorků po temperaci je uveden na obrázku 21. Vzorky TPH by měly být před umělým stárnutím temperovány po dobu 1 měsíce při laboratorní teplotě a vlhkosti nižší než 15 %.



**OBRÁZEK 21 – Příklad bloku heterogenní TPH pro umělé stárnutí**

**7.26.3.3** Vzorky TPH se ukládají na plochu do vhodného obalu. Jako obal pro vzorky TPH mohou sloužit krabice nebo sáčky odpovídajícího objemu, hermeticky uzavíratelné. Pokud není vhodný obal k dispozici, vzorek může být v krajním případě zabalen i do hliníkové fólie a tato zalepena.

**7.26.3.4** Uzavřené obaly se vzorky TPH se nechají temperovat v sušárně při teplotě (60 ± 1) °C po dobu 3 a 6 měsíců. Po skončení příslušné doby se obal se vzorkem vyjme ze sušárny a nechá ochladit na laboratorní teplotu. Po vyjmutí z obalu se

vzorky vizuálně zkontrolují na přítomnost prasklin, dutin nebo jiných vad a jejich případná přítomnost se zaznamená do protokolu o zkoušení.

**7.26.3.5** Pro eliminaci povrchových efektů, které nemusí reprezentovat skutečný mechanismus stárnutí TPH, musí být odstraněny všechny svrchní vrstvy bloku TPH do hloubky minimálně 20 mm. Tyto povrchové vrstvy nicméně mohou být použity ke zkoumání vlivu povrchových efektů, je-li toto zkoumání požadováno.

**7.26.3.6** Z bloků TPH (nestárnutých, stárnutých po dobu 3 měsíců a po dobu 6 měsíců) se mechanickým opracováním připraví potřebné tvary a počty vzorků pro stanovení pevnosti v tahu, dynamickou mechanickou analýzu a stanovení tvrdosti. Zbytky bloku mohou být použity pro chemické zkoušky a případně i pro stanovení migrace plastifikátorů a (nebo) antioxidantů ve vzorku.

#### **7.26.4 Stanovení rozpustného podílu**

**7.26.4.1** Obsah rozpustného podílu ve vzorku má vztah k hustotě zesíťování polymerní sítě pojiva. Čím je větší obsah nezesíťovaného polymeru ve vzorku, tím vyšší je i obsah rozpustného podílu. Obsah rozpustného podílu má rovněž vztah k hodnotě deformace při maximálním napětí ve zkoušce pevnosti v tahu. Hodnota rozpustného podílu může být použita k výpočtu hustoty zesíťování pomocí upravené Charlesby-Pinnerovy rovnice.

**7.26.4.2** Obsah rozpustného podílu se stanovuje extrakcí vzorku organickým rozpouštědlem za laboratorní teploty nebo při varu rozpouštědla v Soxhletově extraktoru. Tato metoda může vést k nesprávným výsledkům u vzorků heterogenních TPH obsahujících plniva významně rozpustná v použitých rozpouštědlech. V tomto případě se doporučuje provést stanovení hustoty zesíťování postupem dle kapitoly 7.26.5.

**7.26.4.3** Při extrakci za laboratorní teploty se (1 až 2) gramy vzorku heterogenní TPH (hmotnost  $W_i$ ) naváží do baňky, přidá se 100 ml toluenu nebo dichlormetanu a směs se nechá 24 hodin stát. Poté se rozpouštědlo dekantuje od vzorku a přidá se nový podíl rozpouštědla. Po dalších 24 hodinách se tento postup opakuje. Po 4 dnech zkoušky se nerozpustný zbytek vzorku odfiltruje a vysuší se v sušárně při teplotě 50 °C do konstantní hmotnosti ( $W_s$ ). Extrakt je možno použít pro stanovení obsahu plastifikátorů (viz kapitola 7.26.7). Obsah rozpustného podílu ve vzorku ( $S$ ) se vypočítá s použitím vztahu:

$$S = \frac{W_i - W_s}{W_i}$$

**7.26.4.4** Alternativně lze extrakci provádět za varu rozpouštědla v Soxhletově extraktoru. Keramická extrakční patrona se nechá sušit v sušárně při teplotě 60 °C po dobu 3 hodin za sníženého tlaku, poté se nechá 1 hodinu ochladit ve vakuovaném exsikátoru a přesně se zváží (hmotnost  $W_1$ ). Do patrony se naváží ( $3 \pm 0,1$ ) g kousků TPH o rozměrech přibližně 1 mm × 2 mm × 2 mm a zaznamená se celková hmotnost patrony se vzorkem  $W_2$ . Vzorek v patroně se následně 16 hodin extrahuje 200 ml dichlormetanu v Soxhletově extraktoru. Po této době se patrona vyjme a nechá sušit v digestoři v proudu vzduchu za normální teploty po dobu 2 hodin. Předsušená patrona se vzorkem se následně vloží do vakuové sušárny a nechá se zde sušit přes noc za normální teploty při tlaku menším než 133 Pa. Poté se přenese do vakuovaného exsikátoru se silikagelem, nechá se 1 hodinu temperovat

na laboratorní teplotu a patrona se vzorkem se zváží (hmotnost  $W_3$ ). Extrakt je možno použít pro stanovení obsahu plastifikátorů (viz kapitola 7.26.7). Stanovení se provádí třikrát a výsledek se průměruje. Obsah rozpustného podílu ve vzorku ( $S$ ) se vypočítá s použitím vztahu:

$$S = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1}$$

**7.26.4.5** Hustota zasíťování pojiva v TPH může být se znalostí obsahu rozpustného podílu ( $S$ ) vypočítána ze vztahu:

$$C = \frac{(1 - S) \cdot [2 - (S + \sqrt{S})]}{(S + \sqrt{S})}$$

**7.26.4.6** Výsledek zkoušky se zaznamená do protokolu následujícího vzoru:

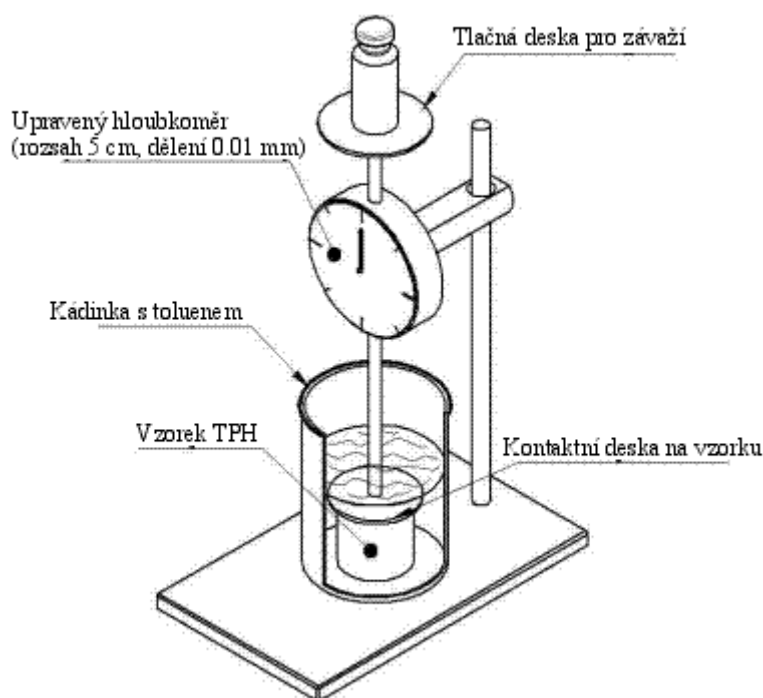
<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.4 STANOVENÍ ROZPUSTNÉHO PODÍLU V HETEROGENNÍ TPH</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet měsíců):  <b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Odchyly od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Název nebo označení vzorku: Výrobce: Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i> Číslo série, šarže nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b> Obsah rozpustného podílu: <ul style="list-style-type: none"><li>- před umělým stárnutím:</li><li>- po 3 měsících umělého stárnutí:</li><li>- po 6 měsících umělého stárnutí:</li></ul> Hustota zesíťování: <ul style="list-style-type: none"><li>- před umělým stárnutím:</li><li>- po 3 měsících umělého stárnutí:</li><li>- po 6 měsících umělého stárnutí:</li></ul> <b>POZNÁMKY</b>  <b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>



### 7.26.5 Stanovení hustoty zasíťování

**7.26.5.1** Vzorek heterogenní TPH známého objemu se nechá bobtnat v toluenu po dobu několik dní při stálé laboratorní teplotě. Po dosažení ustáleného stavu nabobtnání (typicky za 1 týden) se měří tlakový modul materiálu a z něj vypočte hustota zasíťování.

**7.26.5.2** Ke stanovení se kromě běžných laboratorních pomůcek používají váhy s přesností 0,1 mg a přístroj na měření tlakového modulu vyobrazený na obrázku 22 a tvořený hloubkoměrem měřícím deformaci nabobtnalého vzorku stlačovaného závažím známé hmotnosti.



**OBRÁZEK 22 – Přístroj na měření tlakového modulu vzorku v toluenu**

**7.26.5.3** Vzorky TPH se přesně nařežou na válečky o výšce cca 15 mm a průměru cca 25 mm a přesně změří mikrometrem. Každý vzorek se uloží do samostatné baňky a zalije 60 ml až 100 ml toluenu (čistota p.a.) tak, aby byl po celou dobu zkoušky zcela ponořen.

**7.26.5.4** Vzorek se nechá bobtnat v toluenu až do dosažení rovnovážného stavu. Dosažení rovnovážného stavu může být kontrolováno vážením vzorku každých 30 sekund po dobu 5 minut. Za čas nula se považuje okamžik, při kterém byl vzorek vytažen z rozpouštědla. Následně se vynese grafická závislost hmotnosti vzorku na čase, která se proloží přímkou a stanoví se extrapolovaná hmotnost v čase nula. Rovnovážný stav nabobtnání vzorku je dosažen, pokud se extrapolovaná hmotnost vzorku v čase nula dalším máčením v toluenu již nemění (typicky po jednom týdnu).

**7.26.5.5** Dokonale nabobtnalý vzorek TPH se vloží do kádinky s toluenem a zatíží kontaktní deskou přístroje (viz obrázek 22). Přístroj se vynuluje a vzorek se postupně zatěžuje 10 závažími různé hmotnosti, od 40 do 400 gramů. Po každém vložení závaží se zaznamená příslušná hodnota deformace. Mezi měřeními se vzorek nechá

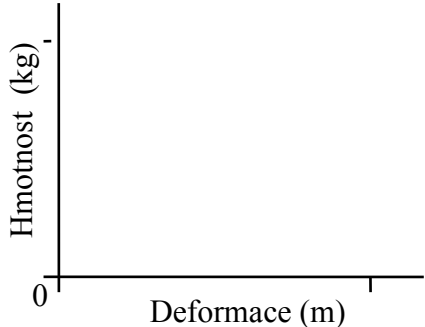
relaxovat po dobu 2 minut až 5 minut. Před každým dalším měřením se přístroj musí znovu vynulovat.

**7.26.5.6** Ze získaných hodnot se vynese graf závislosti hmotnosti závaží (kg) na deformaci vzorku (m) a stanoví se směrnice jeho přímk. Hustota zesíťování ( $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$ ) se následně vypočte ze vzorce:

$$C = \frac{h_0 \times S \times g}{3 \times A_0 \times R \times T}$$

kde  $h_0$  je původní výška vzorku (m),  $S$  je směrnice grafu ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1}$ ),  $g$  je gravitační konstanta ( $9,807 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ ),  $A_0$  je původní styčná plocha vzorku ( $\text{m}^2$ ),  $R$  je univerzální plynová konstanta ( $8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ) a  $T$  je teplota zkoušky (K).

7.26.5.7 Výsledky zkoušky se zaznamenají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.5 STANOVENÍ HUSTOTY ZESÍŤOVÁNÍ POJIVA HETEROGENNÍ TPH</b>			
Číslo protokolu: Strana ze			
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>		
Zkušebna:	Teplota umělého stárnutí (°C):		
Datum vydání protokolu:	Doba umělého stárnutí (počet měsíců):		
Zkušební postup:	<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>		
Datum provedení zkoušky:	Teplota (°C):		
Zodpovědná osoba:	Relativní vlhkost (%):		
	Použité rozpouštědlo:		
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	<b>TYPICKÉ VÝSLEDKY</b>		
Rozměry: - výška $h_0$ (m): - průměr (m): - styčná plocha vzorku $A_0$ (m <sup>2</sup> ): Forma vzorku: Metoda přípravy vzorku: Výrobní metoda: Zdroj: Číslo série nebo jiné identifikační číslo: Doba kondicionování vzorku: Složení: <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">Složka</td> <td style="width: 50%; text-align: center;">Procent</td> </tr> </table>	Složka	Procent	Jedna křivka pro každou dobu umělého stárnutí (0, 3 a 6 měsíců)  Směrnice (kg · m <sup>-1</sup> ) pro - nestárnutý vzorek: - vzorek stárnutý 3 měsíce: - vzorek stárnutý 6 měsíců:
Složka	Procent		
Výpočet hustoty zesíťování (mol · m <sup>-3</sup> ): $C = \frac{h_0 \times S \times g}{3 \times A_0 \times R \times T}$ $h_0$ : původní výška vzorku (m); $A_0$ : původní styčná plocha vzorku (m <sup>2</sup> ); S: směrnice grafu (kg · m <sup>-1</sup> ); R: univerzální plynová konstanta (8,314 J · mol <sup>-1</sup> · K <sup>-1</sup> ); g: gravitační konstanta (9,807 m · s <sup>-2</sup> ); T: teplota zkoušky (K)			
Hustota zesíťování před umělým stárnutím: Hustota zesíťování po 3 měsících umělého stárnutí: Hustota zesíťování po 6 měsících umělého stárnutí:			
<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>	<b>POZNÁMKY</b>		

## 7.26.6 Stanovení obsahu antioxidantů

**7.26.6.1** Stanovení obsahu antioxidantů popsané v této kapitole je založeno na extrakci vzorku heterogenní TPH vhodným rozpouštědlem (dle složení TPH) s následnou chemickou analýzou extraktu kapalinovou chromatografií.

**7.26.6.2** Popsaný postup nemusí být vhodný pro všechny používané typy antioxidantů. Byl ověřen na 2,2'-metylen-bis(4-metyl-6-t-butylfenolu) (obchodní názvy CALCO, AO-2246 nebo MBP5) a 2,6-di-t-butyl-p-kresolu (obchodní název IONOL). Některé antioxidanty však reagují s izokyanáty a jsou poté kovalentní vazbou navázány na konec řetězce hydroxylem terminovaného polybutadienu (HTPB) a nejsou tedy extrahovatelné rozpouštědlem. Příkladem těchto neextrahovatelných antioxidantů je N-fenyl-N'-cyklohexyl-p-fenylendiamin (Flexzone 6H), jehož aminoskupina reaguje s izokyanáty. Fenolické antioxidanty jako 2,5-di-t-butylhydrochinon (DTBHQ) rovněž vykazují určité kovalentní vazby s polymerním řetězcem v závislosti na poměru izokyanátů a hydroxylových skupin ve směsi při výrobě heterogenních TPH.

**7.26.6.3** Ke zkoušce se kromě běžných laboratorních pomůcek používají váhy s přesností 0,1 mg, odstředivka, filtrační aparatura a kapalinový chromatograf (HPLC) s UV detektorem, integrátorem a vhodnou chromatografickou kolonou. Z chemikálií je potřebný standard příslušného antioxidantu (čistota p.a.), vhodný vnitřní standard (např. trifenylamin, čistota p.a.) a vhodné rozpouštědlo (např. metanol, čistota pro HPLC).

**7.26.6.4** Kalibrační roztok se připraví rozpuštěním přibližně 10 mg standardu antioxidantu a 10 mg vnitřního standardu v 50 ml metanolu nebo jiného vhodného rozpouštědla v odměrné baňce. Látky se navažují s přesností 0,1 mg a navážky se zaznamenávají. Kalibrační roztok by měl být uchováván v chladném a tmavém prostředí a neskladován déle než 2 týdny od přípravy.

**7.26.6.5** Roztok vzorku k analýze se připraví extrakcí přibližně 5 gramů vzorku TPH (nařezaného na kousky o velikosti 2 mm až 3 mm) a přibližně 10 mg vnitřního standardu v 50 ml metanolu nebo jiného vhodného rozpouštědla. Látky se navažují s přesností 0,1 mg a navážky se zaznamenávají. Extrakce probíhá za míchání po dobu minimálně 6 hodin, poté se směs nechá několik minut usadit a odpipetuje se z ní 10 ml až 15 ml extraktu. Extrakt se odstředí v odstředivce pro získání čírého roztoku nebo se přefiltruje přes filtr o porozitě 3  $\mu\text{m}$ .

**7.26.6.6** Pomocí kapalinové chromatografie se postupně analyzují nástříky 3  $\mu\text{l}$  kalibračního roztoku a roztoku vzorku za stejných analytických podmínek. Vhodnými podmínkami analýzy pro stanovení antioxidantů IONOL a MBP5 s trifenylaminem jako vnitřním standardem mohou být např. použití chromatografické kolony Lichrosorb RP 18 (5  $\mu\text{m}$ ) o rozměrech (250 x 4) mm, mobilní fáze metanol/voda 80/20, průtok 1,3 ml  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, teplota kolony 35 °C, UV detektor s vlnovou délkou 205 nm, celková doba analýzy 15 minut (retenční časy IONOL 8,68 min, trifenylamin 10,02 min a MBP5 13,37 min).

**7.26.6.7** Vyhodnocení se provádí stanovením plochy pod píky jednotlivých analyzovaných látek s následným výpočtem procentuálního obsahu antioxidantu ve vzorku metodou vnitřního standardu.

7.26.6.8 Výsledky analýzy se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.6 STANOVENÍ OBSAHU ANTIOXIDANTŮ V HETEROGENNÍ TPH</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>  Zkušebna:  Datum vydání protokolu:  Zkušební postup:  Datum provedení zkoušky:  Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>  Teplota umělého stárnutí (°C):  Doba umělého stárnutí (počet měsíců):  <b>PODMÍNKY ANALÝZY HPLC</b>  Stanovovaný antioxidant:  Chromatografická kolona:  Mobilní fáze:  Použitý vnitřní standard:  Odchytky od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>  Název nebo označení vzorku:  Výrobce:  Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i>  Číslo série, šarže nebo dodávky:  Datum výroby nebo obdržení:  Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b>  Obsah antioxidantu: - před umělým stárnutím: - po 3 měsících: - po 6 měsících:  Rozdíl v obsahu antioxidantu: - po 3 měsících: - po 6 měsících:
	<b>POZNÁMKY</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

## 7.26.7 Stanovení obsahu plastifikátorů

**7.26.7.1** Stanovení obsahu plastifikátorů se provádí plynovou chromatografií dichlormetanového extraktu vzorku TPH s detekcí plamenovým ionizačním detektorem (FID) nebo hmotnostním spektrometrem (MS). Extrakt TPH může být použit z předchozího stanovení rozpustného podílu popsaného v kapitole 7.26.4 nebo být připraven speciálně pro tento účel extrakcí vzorku v Soxhletově extraktoru.

**7.26.7.2** Metoda popsaná v této kapitole byla vyvinuta pro stanovení izodecylpelargonátu (IDP, 8-metylnonylesteru kyseliny nonanové), principiálně je ale použitelná i pro další plastifikátory jako např. bis(2-etylhexyl)adipát nebo dioktylazelát (dioktyl ester kyseliny nonandiové).

**7.26.7.3** Ke stanovení se kromě běžných laboratorních pomůcek používají váhy s přesností 0,1 mg, filtrační aparatura, plynový chromatograf s FID nebo MS detektorem a vhodnou chromatografickou kolonou a dalším nezbytným příslušenstvím.

**7.26.7.4** K analýze lze použít dichlormetanový extrakt vzorku připravený postupem dle kapitoly 7.26.4 nebo připravený speciálně pro tento účel některou ze tří následujících metod extrakce v Soxhletově extraktoru. Standardní extrakční metoda používá navážku vzorku 3 gramy, 200 ml dichlormetanu (čistota p.a.), extrakční dobu 16 hodin a keramickou extrakční patronu. Extrakční metoda I používá navážku vzorku 0,3 g, objem dichlormetanu 30 ml, extrakční dobu 4 hodiny a skleněnou extrakční patronu s fritou o stupni porozity 3. Extrakční metoda II používá 10 gramů vzorku, 100 ml dichlormetanu, extrakční dobu 17 hodin a celulózovou extrakční patronu.

**7.26.7.5** Ze standardu stanovovaného plastifikátoru čistoty p.a. se připraví kalibrační roztoky o koncentraci  $1 - 4 \text{ mg} \cdot \text{ml}^{-1}$  ve směsi acetonitrilu a acetonu v poměru 80/20 obj. (čistota obou rozpouštědel p.a.).

**7.26.7.6** Dichlormetanový extrakt vzorku obsahuje plastifikátor, antioxidanty a volné řetězce polymeru uvolněné ze zesíťované struktury pojiva a před chromatografickou analýzou je nutno jej přečistit pro odstranění rozpuštěných polymerů, které by mohly ucpávat chromatografickou kolonu. Dichlormetanový extrakt se nechá odpařit v kádince do sucha v digestoři (minimálně 6 hodin). Kádinka s odparkem se následně přesuší ve vakuované sušárně při teplotě 50 °C po dobu 2 hodin. K odparku se poté přidá 100 ml směsi acetonitrilu a acetonu v poměru 80/20 obj. a vzniklý roztok se před nástřikem do plynového chromatografu přefiltruje pomocí injekční stříkačky s teflonovým filtrem o porozitě 0,45 μm.

**7.26.7.7** 1 μl kalibračních roztoků a roztoku vzorku se postupně a za stejných analytických podmínek nastříkuje do plynového chromatografu opatřeného FID nebo MS detektorem. Z výsledků kalibračních roztoků se vytvoří kalibrační křivka. Pokud se některé plastifikátory (jako např. IDP) skládají ze směsi izomerů, používá se v tomto případě pro kvantifikaci výsledku celková plocha pod všemi píky odpovídajícími těmto izomerům.

**7.26.7.8** Vhodnými analytickými podmínkami pro stanovení IDP (retenční čas 28 minut) mohou být např. kolona DB-5 (délka 30 m, vnitřní průměr 0,53 mm), helium jako mobilní fáze s průtokem  $5 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ , teplotní program začínající na 160 °C s výdrží 5 minut a s následným nárůstem na 250 °C s rychlostí  $2 \text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$ , teplotou nástřiku 220 °C a teplotou detektoru 250 °C.

**7.26.7.9** Výsledek analýzy roztoku vzorku se pomocí kalibrační křivky a se znalostí navážky vzorku k extrakci a celkového objemu finálního extraktu (100 ml) vyjádří jako procentuální obsah plastifikátorů ve vzorku.

**7.26.7.10** Výsledek analýzy se zaznamená do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.7 STANOVENÍ OBSAHU PLASTIFIKÁTORŮ V HETEROGENNÍ TPH</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>
Zkušebna:	Teplota umělého stárnutí (°C):
Datum vydání protokolu:	Doba umělého stárnutí (počet měsíců):
Zkušební postup:	<b>PODMÍNKY ANALÝZY GC</b>
Datum provedení zkoušky:	Stanovovaný plastifikátor:
Zodpovědná osoba:	Typ detektoru (FID nebo MS):
	Typ a rozměry kolony:
	Typ a průtok nosného plynu:
	Objem nástřiku:
	Teplotní program kolony:
	Teplota nástřiku:
	Teplota detektoru:
	Odchylky od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b>
Název nebo označení vzorku:	Obsah plastifikátoru:
Výrobce:	- před umělým stárnutím:
Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i>	- po 3 měsících:
Číslo série, šarže nebo dodávky:	- po 6 měsících:
Datum výroby nebo obdržení:	Rozdíl v obsahu plastifikátoru:
Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	- po 3 měsících:
	- po 6 měsících:
	<b>POZNÁMKY</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

## 7.26.8 Stanovení pevnosti v tahu

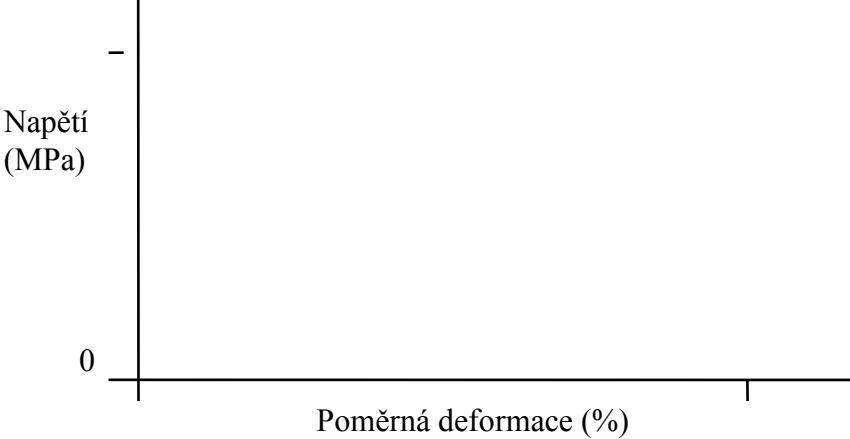
**7.26.8.1** Stanovení pevnosti v tahu se u heterogenních TPH provádí pro zjištění vlivu umělého stárnutí na modul pružnosti v tahu ( $E_0$ ), maximální napětí ( $\sigma_m$ ) a poměrnou deformaci při maximálním napětí ( $\epsilon_m$ ).

**7.26.8.2** Zkouška se provádí postupem popsaným v kapitole 7.22 s následujícími podmínkami:

- Vzorky se odebírají ze středu bloku uměle stárnutého vzorku TPH, jak je vyobrazeno na obrázku 21.
- Vzorky se před zkouškou nechají kondicionovat 48 hodin při teplotě ( $23 \pm 5$ ) °C při 12% relativní vlhkosti.
- Zkušební teplota by měla být ( $20 \pm 1$ ) °C. Další zkoušky při jiných teplotách v rozmezí  $-46$  °C až  $+60$  °C mohou být vyžadovány pro komplexnější zkoumání vlivu stárnutí na vlastnosti TPH. V tomto případě je nezbytné podrobit umělému stárnutí vzorky TPH větších rozměrů.
- Rychlost příčnicku by měla být  $50 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ .
- Zkouška se provádí vždy s pěti vzorky nestárnutých TPH a s pěti vzorky stárnutých TPH.



7.26.8.3 Výsledky se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.8 STANOVENÍ PEVNOSTI V TAHU STÁRNUTÝCH HETEROGENNÍCH TPH</b>	
Číslo protokolu:	Strana ze
<p style="text-align: center;"><b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b></p> <p>Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Číslo postupu: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:</p> <p style="text-align: center;"><b>ÚDAJE O VZORKU</b></p> <p>Rozměry: Délka měřené části: (mm) Šířka: Tloušťka (průměr): Průřez vzorku (mm<sup>2</sup>):</p> <p>Forma vzorku: Způsob přípravy vzorku: Výrobní metoda vzorku: Zdroj: Číslo série: Doba temperace: Složení:</p> <p style="text-align: center;">složka                      procent</p>	<p style="text-align: center;"><b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b></p> <p>Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet měsíců):</p> <p style="text-align: center;"><b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b></p> <p>Teplota (°C): Relativní vlhkost (%): Rychlost příčnicku (mm · s<sup>-1</sup>): Typ přístroje: Typ čelistí: Tuhost přístroje (kN · mm<sup>-1</sup>): Průtahoměr (ANO/NE):</p>
<p><b>TYPICKÉ VÝSLEDKY</b></p> <p><i>(typické výsledky nestárnutého vzorku a stárnutých vzorků ve společném grafu)</i></p> <div style="text-align: center;">  </div>	

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.8  
STANOVENÍ PEVNOSTI V TAHU STÁRNUTÝCH HETEROGENNÍCH TPH**

Číslo protokolu:

Strana ze

**VÝSLEDKY NESTÁRNUTÉHO VZORKU**

Číslo pokusu	Vzorek T (°C) A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )		$\varepsilon_s$ (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_m$ (MPa)	$\varepsilon_m$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	E <sub>0</sub> (MPa)	$\varepsilon_m^*$ (%)	$\varepsilon_r^*$ (%)	E <sub>0</sub> <sup>*</sup> (MPa)
Průměr											
Směrodatná odchylka											

**VÝSLEDKY VZORKU STÁRNUTÉHO 3 MĚSÍCE**

Číslo pokusu	Vzorek T (°C) A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )		$\varepsilon_s$ (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_m$ (MPa)	$\varepsilon_m$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	E <sub>0</sub> (MPa)	$\varepsilon_m^*$ (%)	$\varepsilon_r^*$ (%)	E <sub>0</sub> <sup>*</sup> (MPa)
Průměr											
Směrodatná odchylka											

**VÝSLEDKY VZORKU STÁRNUTÉHO 6 MĚSÍCŮ**

Číslo pokusu	Vzorek T (°C) A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )		$\varepsilon_s$ (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_m$ (MPa)	$\varepsilon_m$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	E <sub>0</sub> (MPa)	$\varepsilon_m^*$ (%)	$\varepsilon_r^*$ (%)	E <sub>0</sub> <sup>*</sup> (MPa)
Průměr											
Směrodatná odchylka											

**PROTOKOL VYSTAVEN  
PRO**

**POZNÁMKY**

Hodnoty s indexem \* odpovídají měření s průtahoměrem.

## 7.26.9 Dynamická mechanická analýza

**7.26.9.1** Dynamickou mechanickou analýzou se měří viskoelastické mechanické vlastnosti TPH v širokém rozmezí teplot a frekvencí pro získání teplotních a frekvenčních závislostí reálné ( $E'$  nebo  $G'$ ) a ztrátové ( $E''$ ,  $G''$ ) složky modulu pružnosti a tangenty ztrátového úhlu  $\tan \delta$ .

**7.26.9.2** Ve výsledném grafu teplotní závislosti heterogenních TPH jsou hodnoty reálné složky modulu pružnosti nejvyšší při nízkých teplotách (např. pod  $-75$  °C). V této oblasti jsou vzorky TPH tvrdé, s nízkou deformační kapacitou před prasknutím. Se zvýšením teploty modul pružnosti klesá. Z teplotní závislosti ztrátové složky modulu pružnosti lze odečíst hodnotu teploty maxima píku, která odpovídá teplotě skelného přechodu charakterizujícího přechod mezi křehkým a pružným stavem TPH.

**7.26.9.3** Umělé stárnutí heterogenních TPH může vést ke změnám reálné složky modulu pružnosti v celé teplotní oblasti, zejména však při vyšších teplotách. S délkou umělého stárnutí a postupem degradace TPH se tyto změny v modulu pružnosti zvětšují. Umělé stárnutí může mít vliv i na hodnotu teploty skelného přechodu. Ke změnám v mechanických vlastnostech TPH dochází umělým stárnutím pozvolna a postupně. V případě, že dojde ke zjištění značné změny ve vlastnostech TPH, je zapotřebí provést další zkoušky pro odhalení příčin těchto změn.

**7.26.9.4** Pro zkoušku se používá postup a přístrojové vybavení popsané v kapitole 7.25, s následujícími zkušebními podmínkami:

- Je-li to požadováno, vzorky se před zkouškou kondicionují.
- Zkouška se provádí v teplotním rozsahu  $-120$  °C až  $+100$  °C s jednou vkládanou frekvencí (např. 1 Hz). Teplotní rozmezí může být zvoleno odlišně dle chemického složení TPH.
- Rychlost ohřevu se volí s ohledem na homogenitu distribuce teploty ve vzorku.
- Měření se za stejných instrumentálních podmínek provádí s nestárnutým vzorkem i se všemi uměle stárnutými vzorky.

**7.26.9.5** Výsledky se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.9 DYNAMICKÁ MECHANICKÁ ANALÝZA HETEROGENNÍCH TPH</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Počáteční/konečná teplota (°C): Teplota temperace (°C): Doba temperace (min): Amplituda oscilace: Frekvence oscilace (Hz): Rychlost změny teploty (°C.min <sup>-1</sup> ): Typ přístroje: Typ úchytu: Typ namáhání:  <b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet měsíců):	<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Rozměry (mm): Délka: Šířka: Tloušťka (průměr): Účinná délka vzorku: Geometrie vzorku: Název vzorku: Způsob přípravy vzorku: Výrobní metoda vzorku: Zdroj: Číslo série, šarže nebo dodávky: Způsob temperace:
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Datum provedení zkoušky: Zkušební postup:  Zodpovědná osoba:	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.9  
DYNAMICKÁ MECHANICKÁ ANALÝZA HETEROGENNÍCH TPH**

Číslo protokolu:

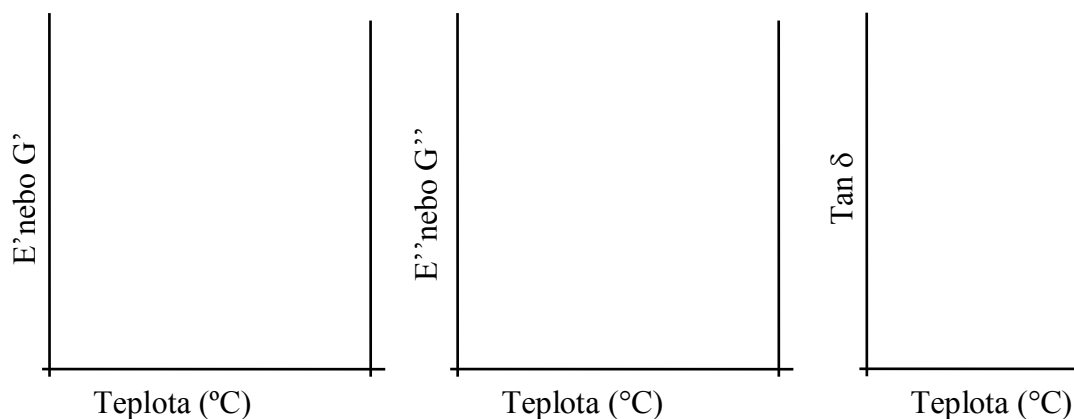
Strana ze

**VÝSLEDKY**

T (°C)	Před umělým stárnutím		Po 3 měsících umělého stárnutí		Po 6 měsících umělého stárnutí	
	E'nebo G' (MPa)	Tan δ	E'nebo G' (MPa)	Tan δ	E' nebo G' (MPa)	Tan δ

**SPEKTRA DMA**

*(příslušné grafy nestárnutého vzorku a stárnutých vzorků ve společném grafu)*



**TEPLOTA SKELNÉHO PŘECHODU  $T_g$  (°C)**

Před umělým stárnutím:

Po 3 měsících umělého stárnutí:

Po 6 měsících umělého stárnutí:

při frekvenci Hz

**POZNÁMKY**

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO**

### **7.26.10 Stanovení tvrdosti metodou Shore A**

**7.26.10.1** Stanovením se sledují změny v tvrdosti vzorku TPH, které mohly být vyvolány jeho stárnutím.

**7.26.10.2** Ke stanovení se používá postup a přístroj popsané ve standardu ASTM D2240-00 s následujícími podmínkami:

- Zkušební vzorek by měl mít průměr minimálně 35 mm, tloušťku minimálně 6 mm, povrch hladký a rovný.
- Před zkouškou by vzorky měly být kondicionovány minimálně po dobu 30 minut při zkušební teplotě, pokud je tato odlišná od  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

**7.26.10.3** Přístroj se opatrně a bez nárazu dotkne vzorku a provede se měření tvrdosti v alespoň třech místech vzdálených minimálně 5 mm od sebe a minimálně 13 mm od okraje vzorku. Hodnota Shore A se odečte na displeji přístroje po 3 sekundách ustalování.

**7.26.10.4** Aby mohlo být měření pokládáno za platné, nesmí být rozdíl ve výsledcích dvou měření provedených stejnou osobou stejným přístrojem větší než 2 jednotky Shore A. Rozdíl mezi dvěma měřeními prováděnými dvěma osobami s dvěma různými přístroji nesmí být větší než 3 jednotky Shore A.

7.26.10.5 Výsledky měření se zaznamenají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.10 STANOVENÍ TVRDOSTI HETEROGENNÍCH TPH</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>  Zkušebna:  Datum vydání protokolu:  Datum provedení zkoušky:  Zkušební postup:  Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>  Teplota umělého stárnutí (°C):  Doba umělého stárnutí (počet měsíců):  <b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>  Teplota zkoušky (°C):  Podmínky kondicionování:  Výrobce přístroje:  Typ přístroje:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>  Rozměry (mm): <ul style="list-style-type: none"><li>- délka:</li><li>- šířka:</li><li>- tloušťka:</li></ul> Geometrická forma vzorku:  Název nebo označení vzorku:  Metoda přípravy vzorku:  Výrobce:  Zdroj:  Číslo série, šarže nebo dodávky:	<b>CHEMICKÉ SLOŽENÍ VZORKU</b>

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.26.10  
STANOVENÍ TVRDOSTI HETEROGENNÍCH TPH**

Číslo protokolu:  
Strana ze

**VÝSLEDKY**

(v jednotkách Shore A)

**Před umělým stárnutím**

Vzorek/měření	1	2	3	Průměr	Směrodatná odchylka
1					
2					
3					
4					

**Po 3 měsících umělého stárnutí**

Vzorek/měření	1	2	3	Průměr	Směrodatná odchylka
1					
2					
3					
4					

**Po 6 měsících umělého stárnutí**

Vzorek/měření	1	2	3	Průměr	Směrodatná odchylka
1					
2					
3					
4					



## 7.27 Stanovení termické stability pomocí HFC

### 7.27.1 Princip

**7.27.1.1** HFC kalorimetrie je termoanalytická metoda, měřící tepelný tok uvolňovaný nebo přijímaný vzorkem při termických dějích, které v něm probíhají při zahřívání konstantní teplotou. Signál odpovídající tepelnému toku vyměněného vzorkem s okolím je přenášen do počítače nebo zapisovače a vyjadřován v podobě grafické závislosti tepelného toku vyměněného vzorkem s okolím na době provádění zkoušky. Rovnoměrný ohřev vzorků je obvykle zajišťován zařízením s přesnou regulací teploty. HFC je, ve srovnání s jinými termoanalytickými metodami (DTA, DSC), citlivější a mnohem lépe schopna popsat přirozený mechanismus stárnutí, jelikož pracuje s větším množstvím vzorku (gramy) při nižší teplotě.

**7.27.1.2** Kvantitativní odhad chemické stability bezdýmných prachů (BP) a homogenních pohonných hmot se provádí výpočtem na základě zjištění mezních hodnot doby a teploty vzbuchu. Zda je stabilita dostačující, závisí na složení BP a pohonné hmoty (na obsahu vlhkosti) a jejím tvaru, době a teplotě skladování a na tepelné izolaci munice, ve které je pohonná hmota zalaborována. Hlavními problémy při získávání údajů pro výpočet jsou odhad tepelné vodivosti pohonné hmoty a okolních materiálů a stanovení rychlosti tepelného rozkladu jako funkce teploty a času. Tento „kinetický model“ musí platit pro nejvyšší izotermickou reakční rychlost z možných probíhajících reakcí.

Z důvodu nitrace a nitrosace různých stabilizátorů jsou tvary křivky HFC (termogramy) většinou odlišné. Teplotní závislost těchto reakcí se však liší v malém rozsahu, protože všechny jsou závislé na pomalejším rozkladu nitrocelulózy a nitroglycerinu. Z toho důvodu je pro určení nevyhovující prachové náplně dostačující metoda zjištění tepelného toku při jedné teplotě, pokud zavádíme předpoklad, že lze extrapolací stanovit dobu trvání zkoušky při zkušební teplotě odpovídající skladování při teplotě okolního prostředí. Pak může být vypočítána doba trvání zkoušky odpovídající skladování po dobu 10 let při teplotě 25 °C. V souladu s předchozím lze vypočítat mez tepelného toku pro zkušební teplotu a použít ho jako kritérium dostatečné chemické stability.

**7.27.1.3** Výpočet doby trvání zkoušky odpovídající stejnému stupni rozkladu, jako při skladování po dobu 10 let při 25 °C, je následující:

$$t_m = t_{25} \cdot e^{\frac{E_1 \cdot (1/T_m - 1/T_{60}) + E_2 \cdot (1/T_{60} - 1/T_{25})}{R}} \quad (1)$$

$t_m$  = doba trvání zkoušky (dny)

$t_{25}$  = doba skladování při 25 °C (3652,5 dny = 10 let)

$T_m$  = teplota zkoušky (K)

$T_{60}$  = teplota změny hodnoty aktivační energie (AE) (333,15 K = 60 °C)

$T_{25}$  = teplota skladování (298,15 K = 25 °C)

$E_1$  = AE pro vyšší teplotní rozsah (120 kJ/mol)

$E_2$  = AE pro nižší teplotní rozsah (80 kJ/mol)

$R$  = plynová konstanta (0,0083143 kJ/K · mol)

Vložením konstant  $T_{25} = 298,15$  K,  $T_{60} = 333,15$  K a  $E_2 = 80$  kJ/mol se vzorec (1) zjednodušuje na

$$t_m = t_{25} \cdot e^{\frac{E_1}{(R \cdot T_m) - C}} \quad (2)$$

$$C = 46,713$$

Vzorec (2) se použije pro výpočet doby trvání zkoušky pro různé teploty.

**7.27.1.4** Jednotný limit pro množství uvolněného tepla je odvozen ze vztahu (3):

$$P_1 = P_{71} \cdot e^{\frac{E_1 \cdot (1/T_{71} - 1/T_m)}{R}} \quad (3)$$

$T_m$ = teplota zkoušky	(K)
$T_{71}$ = 344,15 K	(= 71 °C)
$E_1$ = aktivační energie	(120 kJ/mol)
$P_{71}$ = limit tepelného toku při 71 °C	(39 μW/g)
$P_1$ = limit tepelného toku při $T_m$	(μW/g)

**7.27.1.5** Pro teploty pod 50 °C může být vypočítána doba skladování odpovídající teplotě 25 °C ze vztahu (4):

$$t_{25} = t_s \cdot e^{\frac{E_2 \cdot (1/T_{25} - 1/T_s)}{R}} \quad (4)$$

$T_s$ = teplota skladování	(K)
$t_s$ = doba skladování	(roky)
$t_{25}$ = doba skladování při 298,15 K	(roky)
$E_2$ = 80 kJ/mol	

Vypočítané příklady jsou uvedeny v tabulce 14.

**Tabulka 14 – Výpočet doby skladování  $t_{25}$  pro různé skladovací teploty**

$T_s$ (°C)	$t_s$ (roky)	$t_{25}$ (roky)
40	0,1	0,47
35	0,4	1,14
30	1,5	2,55
25	3	3,00
20	4	2,31
15	1	0,33
SUM	10	9,80

**7.27.1.6** Údaje, popisované v této kapitole o stanovení termické stability bezdýmných prachů a homogenních pohonných hmot pomocí HFC, jsou v souladu s požadavky STANAG 4582 a STANAG 4515.

## 7.27.2 Zkušební zařízení

**7.27.2.1** Vzorky jsou měřeny při konstantní teplotě v rozmezí od 60 °C do 90 °C po stanovenou dobu závislou na zvolené teplotě. Tato doba odpovídá nejméně 10 letům skladování při teplotě 25 °C. Maximálně přípustná mez tepelného toku, která je rovněž dána zkušební teplotou, je kritériem pro dostatečnou chemickou stabilitu. Pro některé bezdýmné prachy a homogenní pohonné hmoty při měřící teplotě blízké se 90 °C může být aktivační energie podstatně vyšší než stanovená hodnota 120 kJ/mol a kritérium stability nemusí platit. V těchto případech se zkouška opakuje při nižší teplotě (např. při 60 °C). Výsledky obou měření by měly být z důvodu poskytnutí více informací zaznamenány.

POZNÁMKA 9 U neznámých či nedostatečně charakterizovaných vzorků výbušnin je pro nalezení bezpečné teploty zkoušky nutno provést předběžné stanovení pomocí DSC (uzavřená vzorkovnice, dynamické podmínky, rychlost zahřívání  $2\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$ ). Bezpečná teplota zkoušky se získá odečtením  $60\text{ °C}$  od extrapolované teploty onsetu první exotermie.

**7.27.2.2** Kalorimetr musí mít měřicí rozsah od 10 do 500  $\mu\text{W/g}$ . Chyba měření musí být menší než 2% v průběhu celé doby měření. Pokud je to nezbytné, musí být provedena oprava pro kolísání základní linie. Pokud je to možné, kalorimetr musí být obsluhován dálkově.

**7.27.2.3** Používají se vzorkovnice o minimálním objemu  $2\text{ cm}^3$  s hermetickým uzávěrem. Materiál vzorkovnice nesmí reagovat se zkušební vzorkem ani s jeho rozkladnými produkty.

**7.27.2.4** Měřicí aparatura musí být vybavena zařízením pro sběr dat a výpočet včetně integrace.

**7.27.2.5** V blízkosti přístroje je vhodné umístit zařízení pro odtah plyných škodlivin, vznikajících při rozkladných reakcích výbušnin.

**7.27.2.6** Pokud je to možné, bezdýmné prachy a homogenní pohonné hmoty musí být zkoušeny v původním stavu. Vzorek musí být reprezentativním zástupcem výrobní série nebo určitého množství. Rozměrově větší vzorky musí být upraveny (např. drcením, řezáním apod.) a z dobře promíseného množství vybrány frakce velikosti od 1 do 2 mm.

**7.27.2.7** Vzhledem k tomu, že tepelný tok je závislý na obsahu vlhkosti, je žádoucí stanovit její velikost odpovídající metodou (např. titrací dle K. Fischera) a zkoušet vzorky v původním stavu bez úpravy.

**7.27.2.8** Vzorkovnice musí být naplněna až po horní okraj, aby objem vzduchu byl minimální. Sypná hustota vzorku je tak přibližně  $0,8$  až  $1,1\text{ g/cm}^3$ . Přibližně stejná sypná hustota se musí dodržet i při dalších měřeních. Různé atmosférické podmínky /tlak/ mohou způsobovat, že tvar HFC křivek rozkladné reakce se může mírně lišit. Z bezpečnostních důvodů se může velikost vzorku snížit. V takovém případě se musí celý volný objem vyplnit inertním materiálem (je možno použít např. skleněnou tyčinku stejného průměru jako je vnitřní průměr vzorkovnice). Neměl by se použít zrnitý materiál, protože má nižší sypnou hustotu.

### **7.27.3. Provedení zkoušky**

**7.27.3.1** Kalibrace musí být provedena velmi pečlivě. U kalorimetrů, které mají elektricky vyhřívané zařízení umístěné vně, se použije prázdná vzorkovnice na vzorek a standard. Pro kalibraci zařízení, u kterého je elektricky vyhřívané zařízení jeho součástí, se postupuje v souladu s pokyny výrobce. Před provedením kalibrace se provede po dobu min. 12 hod ustálení zařízení. Odhadne se maximální tepelný tok měření a zvolí se odpovídající nejcitlivější rozsah přístroje.

**7.27.3.2** Zkušební teplota by měla být v rozsahu od  $60\text{ °C}$  do  $90\text{ °C}$  (viz tabulka 15). Z důvodu rychlejšího provedení měření se doporučují teploty bližší horní hranici. Měření se provádí minimálně dvakrát. Doba měření závisí na zvolené teplotě a je vypočítána ze vztahu (2) (viz. tabulka 15). Pro sledování a kontrolu kvality použitelných bezdýmných prachů a pohonných hmot může být doba zkoušky zkrácena až o 30%.

## 7.27.4 Zpracování výsledků

7.27.4.1 Výsledky musí být přepočítány na 1 gram zkoušeného vzorku. Hodnoty maximálního tepelného toku společně s dobou provádění zkoušky pro různé teploty jsou uvedeny v tabulce 15.

**Tabulka 15 – Vypočítaná doba zkoušky  $t_m$  (vztah 2) a mezní hodnota tepelného toku  $P_I$  (vztah 3) pro různé teploty  $T_m$**

$T_m$ (°C)	$t_m$ (dny)	$P_I$ (μW/g)	$T_m$ (°C)	$t_m$ (dny)	$P_I$ (μW/g)
60	123	9.8	76	16.9	71.1
61	108	11.1	77	15.0	80.0
62	95.0	12.6	78	13.4	90.0
63	83.6	14.4	79	11.9	101
64	73.6	16.3	80	10.6	114
65	64.9	18.5	81	9.43	127
66	57.2	21.0	82	8.41	143
67	50.5	23.8	83	7.50	160
68	44.6	27.0	84	6.70	179
69	39.4	30.5	85	5.98	201
70	34.8	34.5	86	5.35	225
71	30.8	39.0	87	4.78	251
72	27.3	44.0	88	4.28	281
73	24.2	49.7	89	3.83	314
74	21.5	56.0	90	3.43	350
75	19.0	63.1			

**7.27.4.2** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru.  
K protokolu musí být přiloženy kopie teplotní křivky každého vzorku.

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.27 STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ HFC</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Označení vzorku: Zdroj/výrobce vzorku: Číslo šarže, série nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Forma vzorku: Navážka vzorku: Velikost částic:
<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Typ přístroje: Teplotní rozsah: Způsob přípravy vzorku: Obsah vlhkosti:	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.27  
STANOVENÍ TERMICKÉ STABILITY POMOCÍ HFC**

Číslo protokolu:

Strana ze

**SOUHRN VÝSLEDKŮ**

<b>3</b>	<b>Vzorek č.</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
<b>Materiál vzorkovnice</b>			
<b>Objem vzorkovnice (cm<sup>3</sup>)</b>			
<b>Hmotnost vzorku (g)</b>			
<b>Rozsah kalibrace (Mw)</b>			
<b>Zkušební teplota (°C)</b>			
<b>Celková doba zkoušky (dny)</b>			
<b>Doba <math>t_m</math> vypočítaná dle vzorce 2 (dny)</b>			
<b>Množství uvolněného tepla za dobu <math>t_m</math> (J/g)</b>			
<b>Maximální hodnota tepelného toku (<math>P_m</math>) uvolněného za dobu <math>t_m</math> (μW/g)</b>			
<b>Mez tepelného toku vypočítaná dle vzorce 3 (μW/g)</b>			

**HFC TEPLOTNÍ KŘIVKA**

**POZNÁMKY**

## **7.28 Zkoušky stárnutí výbušnin s polymerními pojivy (PBXs)**

### **7.28.1 Princip**

**7.28.1.1** Zkoušky stárnutí litých výbušnin s polymerními pojivy využívajících inertní či energetická pojiva (dále jen PBXs) se provádějí s cílem zjistit charakter změn těchto výbušnin při jejich dlouhodobém uložení ve výzbroji. Stárnutí vzorků je urychleno temperací za zvýšené teploty (60 °C) po dobu 4 a 8 měsíců. Chemické, tepelné, mechanické a další vlastnosti zrychleně stárnutého vzorku jsou následně porovnávány se vzorkem nestárnutým a mohou sloužit i k porovnání odolnosti vůči stárnutí různých vzorků těchto výbušnin navzájem.

**7.28.1.2** Vzhledem k použití pouze jedné teploty a dvou dob zrychleného stárnutí nejsou výsledky těchto zkoušek přímo aplikovatelné pro hodnocení celkové životnosti PBXs. Pro tento účel by bylo zapotřebí provést zrychlené stárnutí při více teplotách a dobách (analogicky kinetickému stanovení úbytku stabilizátoru dle kapitoly 7.5).

**7.28.1.3** Protože výbušniny s polymerními pojivy mají různá chemická složení, ne všechny metody zkoušení popsané v této kapitole musí být vhodné pro daný vzorek. Mechanismus stárnutí může být také významně ovlivněn typem pojiva obsaženého ve výbušnině (inertní/energetické). Volba metod zkoušení nebo jejich případná změna se proto řídí rozhodnutím národní autority.

**7.28.1.4** Zkoušky chemických, tepelných a mechanických vlastností vzorků PBXs uvedené v této kapitole jsou vybrány tak, aby byly s co největší přesností a reprezentativností schopny popsat změny probíhající v PBXs při stárnutí. Stanovení zbytkového obsahu antioxidantu v PBXs umožňuje kvalitativní posouzení stavu degradace pojiva. Nicméně se nedá vždy nalézt přímý vztah mezi zbytkovým obsahem antioxidantu a mechanickými vlastnostmi PBXs. Stanovení rozpustného podílu nebo hustoty zesíťování umožňují posouzení jak daleko degradační reakce pojiva v PBXs postoupily z hlediska roztržení polymerních řetězců nebo zvýšení hustoty zesíťování. Tyto fyzikálně-chemické vlastnosti mají přímý vztah k mechanickým vlastnostem PBXs. Stanovení obsahu plastifikátoru v různých místech vzorku PBXs umožňuje posoudit migraci plastifikátoru v PBXs. Stanovení pevnosti vzorků PBXs v tahu umožňuje posouzení pevnostních parametrů PBXs při různých teplotách a rychlostech deformace. Pomocí dynamické mechanické analýzy (DMA) se stanovují viskoelastické vlastnosti PBXs. Měření tvrdosti metodou Shore A umožňuje charakterizaci změn mechanických vlastností polymerního pojiva v průběhu stárnutí. Stárnutí PBXs může být charakterizováno i dalšími metodami, které jsou popsány v jiných kapitolách, jako např. stanovením termické stability pomocí DSC (viz kapitola 7.2) DTA (viz 7.1) nebo HFC (viz 7.27), stanovením chemické stability vakuovým stabilitním testem (viz 7.4), stanovením teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA (viz 7.24) nebo stanovením citlivosti k vnějším podnětům – nárazu (viz 7.14), tření (viz 7.15), elektrostatické jiskře (viz 7.16) rázové vlně (viz 7.18), či tepelným podnětům (viz 7.11, 7.12 a 7.13).

**7.28.1.5** Údaje, popisované v této kapitole o zkouškách stárnutí výbušnin s polymerními pojivy, vycházejí z požadavků STANAG 4666.

### **7.28.2 Vlivy na průběh stárnutí PBXs**

**7.28.2.1** Stárnutí PBXs může být doprovázeno různými jevy, které mohou ovlivňovat celkový mechanismus tohoto děje, například:

- Oxidace pojiva vedoucí k jeho tvrdnutí je obecně vyšší za přítomnosti vzduchu a tedy větší na povrchu než ve středu vzorku.
- Degradace pojiva přetržením jeho řetězců působením zvýšené teploty.
- Migrace složek (plastifikátoru) k volným povrchům vedoucí k tvrdnutí materiálu a ke zvýšení jeho citlivosti.
- Krystalická plniva mohou podléhat různým interakcím, jako jsou absorpce vlhkosti, částečné rozpouštění s následnou rekrystalizací, nebo fázovým změnám.
- Ztráta vlhkosti na rozhraní pojiva a výbušniny vedoucí k vyšší citlivosti PBXs.

**7.28.2.2** Protože některé vlastnosti (zejména mechanické) mohou být významně ovlivněny vlhkostí a přítomností vzdušného kyslíku, je důležité pečlivě dodržet stanovené podmínky umělého stárnutí:

- Obsah vlhkosti ve vzorku musí být před zkouškou stanoven vhodnou metodou (např. Karl Fischer) a zaznamenán.
- Vzorek PBXs musí být podroben zrychlenému stárnutí v prostředí co nejvíce odpovídajícímu jeho konfiguraci v municí. Pokud tato konfigurace není známa, je doporučeno snížit objem vzduchu v okolí PBXs na méně než 5 %.

**7.28.2.3** Stopy přechodových kovů (např. železa) ve vzorku PBXs mohou katalyzovat rozklad polymerního pojiva v průběhu stárnutí a způsobovat vznik prasklin v tomto materiálu. Doporučuje se proto před vlastním zkoušením provést analýzu vzorku na přítomnost přechodových kovů s využitím např. atomové emisní spektrometrie s iontově vázanou plazmou či jiné vhodné metody.

### **7.28.3 Postup umělého stárnutí**

**7.28.3.1** Dva vzorky PBXs ve formě celistvých bloků se uloží do uzavřených obalů a nechají se temperovat při teplotě 60 °C po dobu 4 a 8 měsíců, což např. pro pojiva na bázi HTPB odpovídá 5-6 resp. 10-12 letům působení okolní teploty. Pro podrobnější charakterizaci mechanismu stárnutí PBXs je možno rozšířit počet teplot a dob umělého stárnutí, což si ovšem vyžádá příslušně vyšší počet vzorků. Zvolené teploty a doby stárnutí musí být v každém případě přesně zaznamenány do protokolu o zkoušení.

**7.28.3.2** Vzorky PBXs by měly být nechány temperovat ve formě celistvých bloků, které by měly být dostatečně velké, aby z nich bylo možno připravit alespoň 5 vzorků pro zkoušky pevnosti v tahu, 3 vzorky pro dynamickou mechanickou analýzu a 4 vzorky pro stanovení tvrdosti metodou Shore A. Příklad vhodného bloku PBXs s vyznačením míst pro odběr zkušebních vzorků po temperaci je uveden na obrázku 21 (viz 7.26.3.2). Vzorky PBXs by měly být před umělým stárnutím temperovány po dobu 1 měsíce při laboratorní teplotě a vlhkosti nižší než 15 %.

**7.28.3.3** Vzorky PBXs se ukládají na plochu do plastem pokrytého, pružného a teplem hermeticky uzavíratelného hliníkového sáčku, odolného vůči mastnotě a vodní páře. Volí se sáčky odpovídající velikosti tak, aby vzorek zabíral 20-30 % objemu sáčku, přičemž přebytečný vzduch se vytlačí a sáček se hermeticky uzavře.



Pokud z nějakého důvodu není vhodné použít hliníkový sáček, může být vzorek PBXs v krajním případě zabalen i do hliníkové fólie a tato zalepena.

**7.28.3.4** Uzavřené obaly se vzorky PBXs se nechají temperovat v sušárně při teplotě  $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$  po dobu 4 a 8 měsíců. Po skončení příslušné doby se obal se vzorkem vyjme ze sušárny a nechá ochladit na laboratorní teplotu. Po vyjmutí z obalu se vzorky vizuálně zkontrolují na přítomnost prasklin, dutin nebo jiných vad a jejich případná přítomnost se zaznamená do protokolu o zkoušení.

**7.28.3.5** Pro eliminaci povrchových efektů, které nemusí reprezentovat skutečný mechanismus stárnutí PBXs, musí být odstraněny všechny svrchní vrstvy bloku PBXs do hloubky minimálně 20 mm. Tyto povrchové vrstvy nicméně mohou být použity ke zkoumání vlivu povrchových efektů, je-li toto zkoumání požadováno.

**7.28.3.6** Z bloků PBXs (nestárnutých, stárnutých po dobu 4 měsíců a po dobu 8 měsíců) se mechanickým opracováním připraví potřebné tvary a počty vzorků pro stanovení pevnosti v tahu, dynamickou mechanickou analýzu a stanovení tvrdosti. Zbytky bloku mohou být použity pro chemické zkoušky a případně i pro stanovení migrace plastifikátorů a (nebo) antioxidantů ve vzorku. Před mechanickým opracováním bloku PBXs je doporučeno provést detekci skrytých vad a prasklin pomocí nedestruktivních metod, jako jsou rentgenová či ultrazvuková defektoskopie, a jejich případnou přítomnost zaznamenat do protokolu o zkoušení.

#### **7.28.4 Stanovení rozpustného podílu**

**7.28.4.1** Obsah rozpustného podílu ve vzorku má vztah k hustotě zasíťování polymerní sítě pojiva. Čím je větší obsah nezasíťovaného polymeru ve vzorku, tím vyšší je i obsah rozpustného podílu. Obsah rozpustného podílu má rovněž vztah k hodnotě deformace při maximálním napětí ve zkoušce pevnosti v tahu. Hodnota rozpustného podílu může být použita k výpočtu hustoty zasíťování pomocí upravené Charlesby-Pinnerovy rovnice.

**7.28.4.2** Postup stanovení rozpustného podílu ve vzorku PBXs je až na následující odchylku shodný se stanovení u vzorků heterogenních TPH (viz kapitola 7.26.4). Při extrakci za laboratorní teploty se, namísto 1 až 2 gramů, naváží do baňky  $2 \pm 0,1$  gramu vzorku PBXs (hmotnost  $W_i$ ), přidá se 100 ml toluenu nebo dichlormetanu a směs se nechá 24 hodin stát.

**7.28.4.3** Výsledek zkoušky se zaznamená do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.4 STANOVENÍ ROZPUSTNÉHO PODÍLU V PBXs</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet měsíců):  <b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>  Odchyly od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Název nebo označení vzorku: Výrobce: Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i> Číslo série, šarže nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b> Obsah rozpustného podílu: <ul style="list-style-type: none"><li>- před umělým stárnutím:</li><li>- po 4 měsících umělého stárnutí:</li><li>- po 8 měsících umělého stárnutí:</li></ul> Hustota zesíťování: <ul style="list-style-type: none"><li>- před umělým stárnutím:</li><li>- po 4 měsících umělého stárnutí:</li><li>- po 8 měsících umělého stárnutí:</li></ul>
	<b>POZNÁMKY</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

### **7.28.5 Stanovení hustoty zasíťování**

**7.28.5.1** Vzorek PBXs známého objemu se nechá bobtnat v toluenu po dobu několik dní při stálé laboratorní teplotě. Po dosažení ustáleného stavu nabobtnání (typicky za 1 týden) se měří tlakový modul materiálu a z něj se vypočte hustota zasíťování.

**7.28.5.2** Postup pro stanovení hustoty zasíťování PBXs, včetně přístroje na měření tlakového modulu, je shodný s měřením heterogenní TPH – viz kapitola 7.26.5.



### **7.28.6 Stanovení obsahu antioxidantů**

**7.28.6.1** Stanovení obsahu antioxidantů popsané v této kapitole je založeno na extrakci vzorku PBXs vhodným rozpouštědlem (dle složení PBXs), s následnou chemickou analýzou extraktu kapalinovou chromatografií.

**7.28.6.2** Popsaný postup nemusí být vhodný pro všechny používané typy antioxidantů. Byl ověřen na 2,2'-metylen-bis(4-metyl-6-t-butylfenolu) (obchodní názvy CALCO, AO-2246 nebo MBP5) a 2,6-di-t-butyl-p-kresolu (obchodní název IONOL). Některé antioxidanty však reagují s izokyanáty a jsou poté kovalentní vazbou navázány na konec řetězce hydroxylem terminovaného polybutadienu (HTPB) a nejsou tedy extrahovatelné rozpouštědlem. Příkladem těchto neextrahovatelných antioxidantů je N-fenyl-N'-cyklohexyl-p-fenylendiamin (Flexzone 6H), jehož aminoskupina reaguje s izokyanáty. Fenolické antioxidanty jako 2,5-di-t-butylhydrochinon (DTBHQ) rovněž vykazují určité kovalentní vazby s polymerním řetězcem v závislosti na poměru izokyanátů a hydroxylových skupin ve směsi při výrobě PBXs.

**7.28.6.3** Postup stanovení je shodný se stanovením antioxidantů v heterogenní TPH – viz kapitola 7.26.6.

**7.28.6.4** Výsledky analýzy se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.6 STANOVENÍ OBSAHU ANTIOXIDANTŮ V PBXs</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet měsíců):  <b>PODMÍNKY ANALÝZY HPLC</b> Stanovovaný antioxidant: Chromatografická kolona: Mobilní fáze: Použitý vnitřní standard: Odchyly od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Název nebo označení vzorku: Výrobce: Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i> Číslo série, šarže nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b> Obsah antioxidantu: <ul style="list-style-type: none"><li>- před umělým stárnutím:</li><li>- po 4 měsících:</li><li>- po 8 měsících:</li></ul> Rozdíl v obsahu antioxidantu: <ul style="list-style-type: none"><li>- po 4 měsících:</li><li>- po 8 měsících:</li></ul> <b>POZNÁMKY</b>  <b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

## **7.28.7 Stanovení obsahu plastifikátorů**

**7.28.7.1** Stanovení obsahu plastifikátorů se provádí plynovou chromatografií dichlormetanového extraktu vzorku PBXs s detekcí plamenovým ionizačním detektorem (FID) nebo hmotnostním spektrometrem (MS). Extrakt PBXs může být použit z předchozího stanovení rozpustného podílu popsaného v kapitole 7.28.4 nebo být připraven speciálně pro tento účel extrakcí vzorku v Soxhletově extraktoru.

**7.28.7.2** Metoda popsaná v této kapitole byla vyvinuta pro stanovení izodecylpelargonátu (IDP, 8-metylnonylesteru kyseliny nonanové), principiálně je ale použitelná i pro další plastifikátory jako např. bis(2-etylhexyl)adipát nebo dioktylazelát (dioktyl ester kyseliny nonandiové).

**7.28.7.3** Postup stanovení je shodný se stanovením popsaným v článku 7.26.7.

**7.28.7.4** Výsledky analýzy se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.7 STANOVENÍ OBSAHU PLASTIFIKÁTORŮ V PBXs</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>  Zkušebna:  Datum vydání protokolu:  Zkušební postup:  Datum provedení zkoušky:  Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>  Teplota umělého stárnutí (°C):  Doba umělého stárnutí (počet měsíců):  <b>PODMÍNKY ANALÝZY GC</b>  Stanovovaný plastifikátor: Typ detektoru (FID nebo MS): Typ a rozměry kolony: Typ a průtok nosného plynu: Objem nástřiku: Teplotní program kolony: Teplota nástřiku: Teplota detektoru: Odchyly od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>  Název nebo označení vzorku:  Výrobce:  Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i>  Číslo série, šarže nebo dodávky:  Datum výroby nebo obdržení:  Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b>  Obsah plastifikátoru: - před umělým stárnutím: - po 4 měsících: - po 8 měsících:  Rozdíl v obsahu plastifikátoru: - po 4 měsících: - po 8 měsících:  <b>POZNÁMKY</b>  <b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>



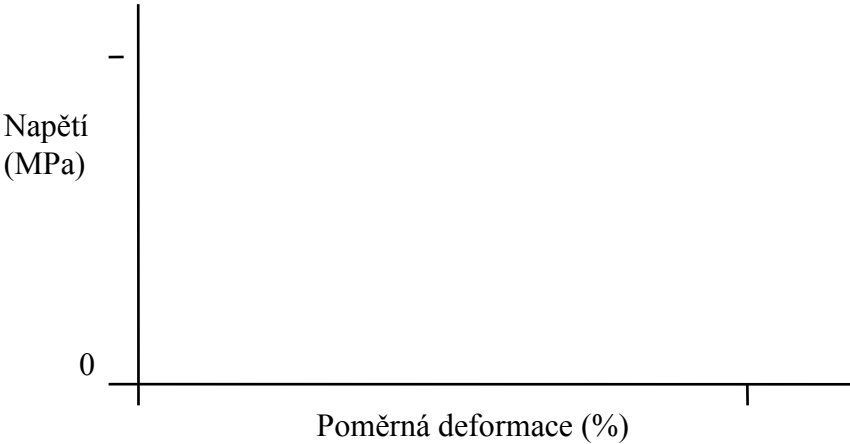
## 7.28.8 Stanovení pevnosti v tahu

**7.28.8.1** Stanovení pevnosti v tahu se u vzorků PBXs provádí pro zjištění vlivu umělého stárnutí na modul pružnosti v tahu ( $E_0$ ), maximální napětí ( $\sigma_m$ ) a poměrnou deformaci při maximálním napětí ( $\epsilon_m$ ).

**7.28.8.2** Zkouška se provádí postupem popsaným v kapitole 7.22 s následujícími podmínkami:

- Vzorky se odebírají ze středu bloku uměle stárnutého vzorku PBXs, jak je vyobrazeno na obrázku 21.
- Vzorky se před zkouškou nechají kondicionovat 48 hodin při teplotě ( $23 \pm 5$ ) °C při 12 % relativní vlhkosti.
- Zkušební teplota by měla být ( $20 \pm 1$ ) °C. Další zkoušky při jiných teplotách v rozmezí  $-46$  °C až  $+60$  °C mohou být vyžadovány pro komplexnější zkoumání vlivu stárnutí na vlastnosti PBXs. V tomto případě je nezbytné podrobit umělému stárnutí vzorky PBXs větších rozměrů.
- Rychlost příčnicku by měla být  $50 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ .
- Zkouška se provádí vždy s pěti vzorky nestárnutých PBXs a pěti vzorky stárnutých PBXs.

**7.28.8.3** Výsledky se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.8 STANOVENÍ PEVNOSTI V TAHU STÁRNUTÝCH PBXs</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Číslo postupu: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet měsíců):  <b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Teplota (°C): Relativní vlhkost (%): Rychlost přičníku ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ): Typ přístroje: Typ čelistí: Tuhost přístroje ( $\text{kN} \cdot \text{mm}^{-1}$ ): Průtahoměr (ANO/NE):
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Rozměry: Délka měřené části: (mm) Šířka: Tloušťka (průměr): Průřez vzorku ( $\text{mm}^2$ ): Forma vzorku: Způsob přípravy vzorku: Výrobní metoda vzorku: Zdroj: Číslo série: Doba temperace: Složení: složka                      procent	
<b>TYPICKÉ VÝSLEDKY</b> ( <i>typické výsledky nestárnutého vzorku a stárnutých vzorků ve společném grafu</i> )	
	

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.8**

**STANOVENÍ PEVNOSTI V TAHU STÁRNUTÝCH PBXs**

Číslo protokolu:

Strana ze

**VÝSLEDKY NESTÁRNUTÉHO VZORKU**

Číslo pokusu	Vzorek		$\dot{\varepsilon}_s$ (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_m$ (MPa)	$\varepsilon_m$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	$E_0$ (MPa)	$\varepsilon_m^*$ (%)	$\varepsilon_r^*$ (%)	$E_0^*$ (MPa)
	T (°C)	A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )									
Průměr											
Směrodatná odchylka											

**VÝSLEDKY VZORKU STÁRNUTÉHO 4 MĚSÍCE**

Číslo pokusu	Vzorek		$\dot{\varepsilon}_s$ (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_m$ (MPa)	$\varepsilon_m$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	$E_0$ (MPa)	$\varepsilon_m^*$ (%)	$\varepsilon_r^*$ (%)	$E_0^*$ (MPa)
	T (°C)	A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )									
Průměr											
Směrodatná odchylka											

**VÝSLEDKY VZORKU STÁRNUTÉHO 8 MĚSÍCŮ**

Číslo pokusu	Vzorek		$\dot{\varepsilon}_s$ (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_m$ (MPa)	$\varepsilon_m$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	$E_0$ (MPa)	$\varepsilon_m^*$ (%)	$\varepsilon_r^*$ (%)	$E_0^*$ (MPa)
	T (°C)	A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )									
Průměr											
Směrodatná odchylka											

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO**

**POZNÁMKY**

Hodnoty s indexem \* odpovídají měření s průtahoměrem.

## 7.28.9 Dynamická mechanická analýza

**7.28.9.1** Dynamickou mechanickou analýzou se měří viskoelastické mechanické vlastnosti PBXs v širokém rozmezí teplot a frekvencí pro získání teplotních a frekvenčních závislostí reálné ( $E'$  nebo  $G'$ ) a ztrátové ( $E''$ ,  $G''$ ) složky modulu pružnosti a tangenty ztrátového úhlu  $\tan \delta$ .

**7.28.9.2** Ve výsledném grafu teplotní závislosti PBXs jsou hodnoty reálné složky modulu pružnosti nejvyšší při nízkých teplotách (např. pod  $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). V této oblasti jsou vzorky PBXs tvrdé, s nízkou deformační kapacitou před prasknutím. Se zvýšením teploty modul pružnosti klesá. Z teplotní závislosti ztrátové složky modulu pružnosti lze odečíst hodnotu teploty maxima píku, která odpovídá teplotě skelného přechodu charakterizujícího přechod mezi křehkým a pružným stavem PBXs.

**7.28.9.3** Umělé stárnutí PBXs může vést ke změnám reálné složky modulu pružnosti v celé teplotní oblasti, zejména však při vyšších teplotách. S délkou umělého stárnutí a postupem degradace PBXs se tyto změny v modulu pružnosti zvětšují. Umělé stárnutí může mít vliv i na hodnotu teploty skelného přechodu. Ke změnám v mechanických vlastnostech PBXs dochází umělým stárnutím pozvolna a postupně. V případě, že dojde ke zjištění značné změny ve vlastnostech PBXs, je zapotřebí provést další zkoušky pro odhalení příčin těchto změn.

**7.28.9.4** Pro zkoušku se používá postup a přístrojové vybavení popsané v kapitole 7.25.

7.28.9.5 Výsledky se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.9 DYNAMICKÁ MECHANICKÁ ANALÝZA PBXs</b>	
Číslo protokolu: _____ Strana ze _____	
<b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>	<b>ÚDAJE O VZORKU</b>
Počáteční/konečná teplota (°C):	Rozměry (mm):
Teplota temperace (°C):	Délka:
Doba temperace (min):	Šířka:
Amplituda oscilace:	Tloušťka (průměr):
Frekvence oscilace (Hz):	Účinná délka vzorku:
Rychlost změny teploty (°C.min <sup>-1</sup> ):	Geometrie vzorku:
Typ přístroje:	Název vzorku:
Typ úchytu:	Způsob přípravy vzorku:
Typ namáhání:	Výrobní metoda vzorku:
<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>	Zdroj:
Teplota umělého stárnutí (°C):	Číslo série, šarže nebo dodávky:
Doba umělého stárnutí (počet měsíců):	Způsob temperace:
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>	<b>SLOŽENÍ VZORKU</b>
Zkušebna:	
Datum vydání protokolu:	
Datum provedení zkoušky:	
Zkušební postup:	
Zodpovědná osoba:	

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.9  
DYNAMICKÁ MECHANICKÁ ANALÝZA PBXs**

Číslo protokolu:

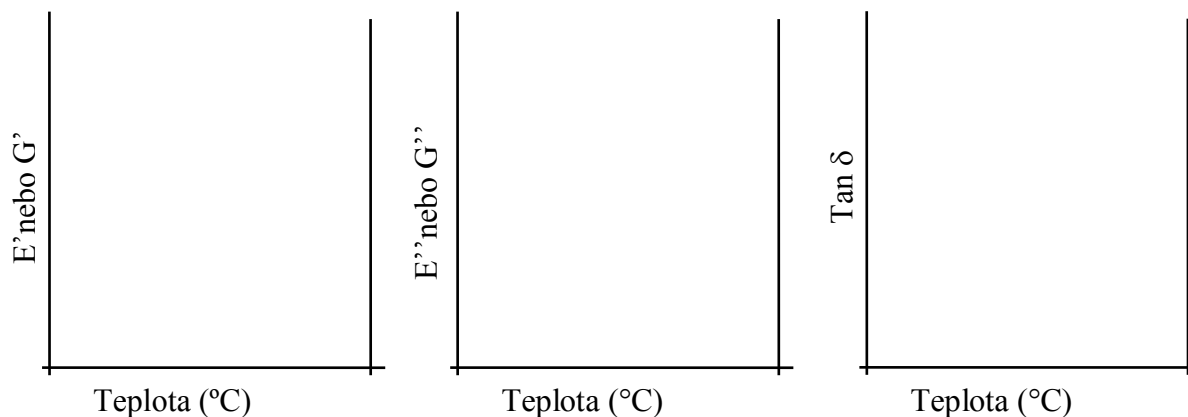
Strana ze

**VÝSLEDKY**

	<b>Před umělým stárnutím</b>		<b>Po 4 měsících umělého stárnutí</b>		<b>Po 8 měsících umělého stárnutí</b>	
T (°C)	E'nebo G' (MPa)	Tan δ	E'nebo G' (MPa)	Tan δ	E' nebo G' (MPa)	Tan δ

**SPEKTRA DMA**

*(příslušné grafy nestárnutého vzorku a stárnutých vzorků ve společném grafu)*



**TEPLOTA SKELNÉHO PŘECHODU T<sub>g</sub> (°C)**

Před umělým stárnutím:

Po 4 měsících umělého stárnutí:

Po 8 měsících umělého stárnutí:

při frekvenci Hz

**POZNÁMKY**

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO**

### **7.28.10 Stanovení tvrdosti metodou Shore A**

**7.28.10.1** Stanovením se sledují změny v tvrdosti vzorku PBXs, které mohly být vyvolány jeho stárnutím.

**7.28.10.2** Ke stanovení se používá postup a přístroj popsané ve standardu ASTM D2240-00 s následujícími podmínkami:

- Zkušební vzorek by měl mít průměr minimálně 35 mm, tloušťku minimálně 6 mm, povrch hladký a rovný.
- Před zkouškou by vzorky měly být kondicionovány minimálně po dobu 30 minut při okolní teplotě (18-25) °C.

**7.28.10.3** Přístroj se opatrně a bez nárazu dotkne vzorku a provede se měření tvrdosti v alespoň třech místech vzdálených minimálně 5 mm od sebe a minimálně 13 mm od okraje vzorku. Hodnota Shore A se odečte na displeji přístroje po 3 sekundách ustalování.

**7.28.10.4** Aby mohlo být měření pokládáno za platné, nesmí být rozdíl ve výsledcích dvou měření provedených stejnou osobou stejným přístrojem větší než 2 jednotky Shore A. Rozdíl mezi dvěma měřeními prováděnými dvěma osobami s dvěma různými přístroji nesmí být větší než 3 jednotky Shore A.

**7.28.10.5** Výsledky měření se zaznamenají do protokolu následujícího vzoru:

Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Datum provedení zkoušky: Zkušební postup: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet měsíců): <b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Teplota zkoušky (°C): Podmínky kondicionování: Výrobce přístroje: Typ přístroje:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Rozměry (mm): <ul style="list-style-type: none"><li>- délka:</li><li>- šířka:</li><li>- tloušťka:</li></ul> Geometrická forma vzorku: Název nebo označení vzorku: Metoda přípravy vzorku: Výrobce: Zdroj: Číslo série, šarže nebo dodávky:	<b>CHEMICKÉ SLOŽENÍ VZORKU</b>



**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.10  
STANOVENÍ TVRDOSTI PBXs**

Číslo protokolu:  
Strana ze

**VÝSLEDKY**

(v jednotkách Shore A)

**Před umělým stárnutím**

Vzorek/měření	1	2	3	Průměr	Směrodatná odchylka
1					
2					
3					
4					

**Po 4 měsících umělého stárnutí**

Vzorek/měření	1	2	3	Průměr	Směrodatná odchylka
1					
2					
3					
4					

**Po 8 měsících umělého stárnutí**

Vzorek/měření	1	2	3	Průměr	Směrodatná odchylka
1					
2					
3					
4					

### **7.28.11 Stanovení teplotního součinitele délkové roztažnosti pomocí TMA**

**7.28.11.1** Pomocí termomechanické analýzy (TMA) se u vzorků výbušnin zjišťuje jejich teplotní součinitel délkové roztažnosti  $\alpha$  a závislost hodnoty tohoto součinitele na teplotě  $\alpha = f(t)$ . Teplotní součinitel délkové roztažnosti je definován jako poměr závislosti změny délky vzorku  $dL$  na změně teploty  $dT$  a počáteční délky vzorku  $L_0$  (měřené při referenční teplotě – obvykle laboratorní):

$$\alpha(T) = \frac{dL}{dT} \cdot \frac{1}{L_0}$$

**7.28.11.2** Při zkoušce se měří vratná tepelná roztažnost pevného vzorku. Vlivy působící nevratnou tepelnou roztažnost, např. změna obsahu vlhkosti nebo ztráta plastifikátoru, musí být pokud možno minimalizovány.

**7.28.11.3** Pro zkoušku se používá postup a přístrojové vybavení popsané v kapitole 7.24.

**7.28.11.4** Údaje o měření se zaznamenávají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.11 STANOVENÍ TEPLOTNÍHO SOUČiniteLE DÉLKOVÉ ROZTAŽNOSTI</b>			
Číslo protokolu:	Strana ze		
<p style="text-align: center;"><b>ÚDAJE O VZORKU</b></p> <p>Rozměry (mm):</p> <p>Délka:</p> <p>Šířka:</p> <p>Tloušťka (průměr):</p> <p>Teplota (K):</p> <p>Forma vzorku:</p> <p>Způsob přípravy vzorku:</p> <p>Výrobní metoda vzorku:</p> <p>Zdroj:</p> <p>Číslo série:</p> <p>Způsob temperace:</p> <p>Doba temperace:</p>	<p style="text-align: center;"><b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b></p> <p>Počáteční teplota (°C):</p> <p>Konečná teplota (°C):</p> <p>Rychlost změny teploty (°C.min<sup>-1</sup>):</p> <p>Typ přístroje:</p> <p>Hmotnost měřicí sondy (g):</p> <p>Typ měřicí sondy:</p> <p style="text-align: center;"><b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b></p> <p>Teplota umělého stárnutí (°C):</p> <p>Doba umělého stárnutí (počet měsíců):</p>		
<p style="text-align: center;"><b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b></p> <p>Zkušebna:</p> <p>Datum vydání protokolu:</p> <p>Datum provedení zkoušky:</p> <p>Zkušební postup:</p> <p>Číslo postupu dle AOP-7:</p> <p>Zodpovědná osoba:</p>	<p style="text-align: center;"><b>SLOŽENÍ VZORKU</b></p> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">složka</td> <td style="width: 50%; text-align: center;">procent</td> </tr> </table>	složka	procent
složka	procent		

**PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.11  
STANOVENÍ TEPLOTNÍHO SOUČINITELE DÉLKOVÉ ROZTAŽNOSTI**

Číslo protokolu:

Strana ze

**VÝSLEDKY**

Před umělým stárnutím				Po 4 měsících umělého stárnutí				Po 8 měsících umělého stárnutí			
T (K)	dT (K)	dL/L <sub>0</sub> (10 <sup>-3</sup> )	α (K <sup>-1</sup> ·10 <sup>-6</sup> )	T (K)	dT (K)	dL/L <sub>0</sub> (10 <sup>-3</sup> )	α (K <sup>-1</sup> ·10 <sup>-6</sup> )	T (K)	dT (K)	dL/L <sub>0</sub> (10 <sup>-3</sup> )	α (K <sup>-1</sup> ·10 <sup>-6</sup> )

**SPEKTRA TMA**

*(příslušné grafy nestárnutého vzorku a stárnutých vzorků ve společném grafu)*

**TEPLOTNÍ SOUČINTEL DÉLKOVÉ ROZTAŽNOSTI α <T>**

Před umělým stárnutím:

Po 4 měsících umělého stárnutí:

Po 8 měsících umělého stárnutí:

**POZNÁMKY**

**PROTOKOL VYSTAVEN PRO**

#### **7.28.12 Stanovení termické stability pomocí DSC**

Zkouška se provádí postupem popsaným v kapitole 7.2 s následující podmínkou:

- Do protokolu o zkoušce je kromě podmínek zkoušky nutno uvést také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

#### **7.28.13 Stanovení termické stability pomocí TGA**

Zkouška se provádí postupem popsaným v kapitole 7.3 s následující podmínkou:

- Do protokolu o zkoušce je kromě podmínek zkoušky nutno uvést také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

#### **7.28.14 Stanovení chemické stability a snášenlivosti vakuovým stabilitním testem**

Stanovení chemické stability se provádí postupem popsaným v kapitole 7.4 a stanovení chemické snášenlivosti postupem popsaným v kapitole 7.6, obě s následující podmínkou:

- Do protokolů o jednotlivých zkouškách je kromě podmínek zkoušky nutno vždy uvést také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

#### **7.28.15 Stanovení termické stability pomocí HFC**

Mimo bezdýmných prachů a homogenních pohonných hmot je HFC vhodnou metodou i pro stanovení termické stability výbušnin s polymerními pojivy. Zkouška se provádí postupem popsaným v kapitole 7.27 s následujícími podmínkami:

- Vzorky jsou měřeny při konstantní teplotě v rozmezí od 40 °C do 160 °C po stanovenou dobu závislou na zvolené teplotě.
- Do protokolu o zkoušce je kromě podmínek zkoušky nutno uvést také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

#### **7.28.16 Mikroskopická charakterizace vad PBXs**

**7.28.16.1** Mikroskopická charakterizace vad popsaná v této kapitole, se provádí pomocí světelné (optické) či skenovací elektronové mikroskopie (SEM). Hustota vnitřních a vnějších (povrchových) vad, či vad v morfologii částic u vzorků PBXs má vliv na jejich citlivost vůči rázové vlně.

**7.28.16.2** Ke zkoušce se kromě běžných laboratorních pomůcek používá světelný mikroskop vybavený stolkem, digitální kamerou a možností propojení s počítačem, skenovací elektronový mikroskop, vakuum/argonový systém naprašování kovy s katodovým terčem ze zlata či slitiny zlato/platina (pro pokrytí nevodivých vzorků SEM tenkou vrstvou vodivého materiálu), podložní (3" x 1") a krycí (1½) mikroskopická sklíčka, imerzní kapaliny s indexem lomu  $n = 1,51$  a  $n = 1,59$ , skleněná mikropipeta, pinzeta z nerezové oceli, hliníkový terčík pro SEM a vodivá uhlíková páska.

**7.28.16.3** Stanovení morfologie částic PBXs se provádí pomocí světelného (optického) mikroskopu s využitím imerzní kapaliny s indexem lomu  $n = 1,51$ . Světelné mikroskopie se využívá i pro stanovení vnitřní vad (inkluzí) částic PBXs. Pro pozorování vnitřních vad se využívá imerzní kapalina s indexem lomu  $n = 1,59$ .

Ke stanovení povrchových vad, s vysokou přesností a rozlišením, se využívá skenovací elektronová mikroskopie.

**7.28.16.4** Vzorky pro světelnou mikroskopii se připraví náležitým rozsuspendováním suchých částic PBXs v imerzní kapalině. Kapka suspenze se pomocí skleněné mikropipety přenesse na podložní sklo a překryje krycím sklíčkem. Provede se zaostření světelného mikroskopu tak, aby se Beckeho linka nepohybovala směrem k či od hranice částic v zorném poli mikroskopu a nastaví se Köhlerovo osvětlení. Počáteční zvětšení mikroskopu se volí zpravidla takové, aby v zorném poli mikroskopu bylo viditelných 50 samostatných částic PBXs. Pomocí digitální kamery a se poté vytvoří fotografie tohoto zorného pole a uloží do počítače. Následně se zvýší zvětšení tak, aby se v zorném poli nacházelo 3-5 samostatných částic a vytvoří a uloží se fotografie 5 různých zorných polí při tomto.

**7.28.16.5** Vzorky pro SEM se připraví umístěním dobře rozptýlených suchých částic PBXs na terčík pro SEM (pomocí oboustranné lepící uhlíkové pásky) s následným zvýšením jejich vodivosti pokrytím zlatem či slitinou zlato/platina pomocí systému pro naprašování kovů. U takto připraveného vzorku se náhodně vybere „velká“ částice (~400 μm) viditelná v celém svém rozsahu, zabírající alespoň 50 % obrazovky zobrazovacího zařízení (počítače) a stanoví se její povrchová charakteristika. Nastavení podmínek SEM závisí především na rozlišení přístroje a zobrazovacího zařízení, pro analýzu PBXs se obecně používá elektronový svazek o energii 5 až 10 keV a zvětšení 500x až 1000x. Zaznamená se digitální fotografie vybrané částice PBXs, tento postup se opakuje pro dalších 9 vybraných částic.

POZNÁMKA 10 Naprašování částic vzorků vrstvou kovu není nezbytné, pokud i při nízkém urychlovacím napětí elektronů (~ 1 kV či nižší) je rozlišení povrchu těchto částic dostatečné.

**7.28.16.6** Na základě digitálních mikrofotografií získaných světelnou mikroskopií a SEM se provádí analýza morfologie částic, analýza vnitřních vad a analýza vad povrchových. Jedná se o semi-kvantitativní analýzy založené na porovnávání digitálních mikrofotografií jednotlivých vzorků před a po umělém stárnutí. Obecně se předpokládá, že čím je množství vad vzorku větší, tím je větší i jeho citlivost vůči rázové vlně, ačkoli přesný příspěvek jednotlivých typů vad k citlivosti k rázové vlně není dosud ještě zcela objasněn. Analýza morfologických vad zahrnuje stanovení odchylek od běžné morfologie částic PBXs jako jsou ostré rohy, hladký povrch či sférický tvar. U vnitřních vad se hodnotí především množství a velikost inkluzí. Stanovení poruch krystalové mřížky není na základě mikrofotografií získaných světelnou mikroskopií možné, ale existuje kvalitativní vztah mezi počtem inkluzí a přítomností poruch krystalové mřížky. U povrchových vad se stanoví množství a velikost hrbolů, prohlubní, děr (černé kruhové ostře ohraničené oblasti) a prasklin. U hrbolů se rozlišuje, zda jsou pevně či pouze volně vázány k povrchu částice. Jako povrchové vady se započítávají pouze pevně vázané hrboly, nikoliv volně vázané (agregované), jelikož se zpravidla jedná o fragmenty jiných částic PBXs. V rámci povrchových vad se hodnotí i celková hrbolatost povrchu částice jako: velmi hrbolatá, hrbolatá a nepatrně hrbolatá (včetně hladké).

7.28.16.7 Výsledky analýzy se zaznamenají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.16 MIKROSKOPICKÁ CHARAKTERIZACE VAD PBXs</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b>  Zkušebna:  Datum vydání protokolu:  Zkušební postup:  Datum provedení zkoušky:  Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b>  Teplota umělého stárnutí (°C):  Doba umělého stárnutí (počet dnů):  <b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b>
<b>ÚDAJE O VZORKU</b>  Název nebo označení vzorku:  Výrobce:  Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i>  Číslo série, šarže nebo dodávky:  Datum výroby nebo obdržení:  Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b>  Morfologie:  Povrchové vady:  Vnitřní vady:
	<b>POZNÁMKY</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

### 7.28.17 Stanovení citlivosti k rázové vlně

Zkouška se provádí postupem popsáním v kapitole 7.18 s následujícími podmínkami:

- Volba vhodné zkoušky závisí na hodnotě dolního mezního průměru testované PBXs.
- Do protokolu o zkoušce se kromě způsobu přípravy vzorku uvede také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

### 7.28.18 Zkouška odolnosti – měření změn vlastností stárnutých PBXs

**7.28.18.1** Použití PBXs jako výbušné náplně munice snižuje citlivost a tendenci této munice explozivně reagovat, je-li vystavena různým bojovým ohrožením. Komplexní charakter PBXs vede nicméně k nutnosti ověřit, zda počáteční vlastnosti tohoto typu výbušnin zůstávají zachovány v průběhu celého životního cyklu munice. Zkouška odolnosti popsaná v této kapitole slouží k detekci změn vlastností PBXs, ke kterým může dojít v průběhu životního cyklu munice a k určení zda a jaký vliv mají tyto změny na chování PBXs.

**7.28.18.2** Zkouška odolnosti sestává ze dvou částí a provádí se vždy min. 3x. V první části se hodnotí reakce zkoušené PBXs na náraz, kdy vzorek výbušniny o hmotnosti 9,0 g je vystřelen proti ocelové desce s dopadovou rychlostí 150 m/s. Ve druhé části, je tento poškozený vzorek testován v manometrické bombě (uzavřené nádobě) pro stanovení maxima rychlosti nárůstu tlaku  $(dp/dt)_{max}$ , to se získá jako průměr ze tří stanovení a nesmí být větší než 15,2 MPa/ms. Srovnání výsledků zkoušky odolnosti u stárnutých a nestárnutých vzorků poté umožňuje stanovit relativní změny materiálových vlastností zkoumané PBXs. Zkouška je určena především k hodnocení extrémně necitlivých výbušných látek (PBXs), u kterých se nepředpokládá, že po nárazu dojde k jejich deflagraci či detonaci.

**7.28.18.3** Ke zkoušce se kromě běžných laboratorních pomůcek používají váhy s přesností 0,01 g, odpalovací zařízení pro urychlení vzorku výbušniny na dopadovou rychlost 150 m/s (např. plynové dělo), optická hradla pro měření dopadové rychlosti, zařízení pro záchyt výbušniny po dopadu, ocelová deska (Z30C 13) o tloušťce 20 mm s drsností čelní stěny 3,2  $\mu\text{m}$  (dle standardů NF E 05-015 a NF E 05-016), manometrická bomba (uzavřená nádoba) s převodníkem tlaku a zařízením pro sběr dat – náložová hustota 0,1  $\text{g}/\text{cm}^3$ , zažehovač s topným drátkem obsahující 0,5 g černého prachu o složení 74 %  $\text{KNO}_3$ , 15,5 % C a 10,5 % S, s velikostí zrn 0,75 mm a s obsahem vlhkosti < 1 %, vzorek testované PBXs válcovitého tvaru o průměru  $18 \pm 0,1$  mm a hmotnosti  $9,0 \pm 0,1$  g, temperovaný na 20 °C.

**7.28.18.4** Při stanovení reakce PBXs na náraz, se nejprve zkontroluje teplota vzorku a hlavně odpalovacího zařízení, která v obou případech nesmí překročit 22 °C. Vzorek výbušniny se poté za pomoci vodícího segmentu (pouzdra) umístí do předepsané vzdálenosti od ústí hlavně odpalovacího zařízení a po přijetí standartních bezpečnostních opatření je vystřelen proti ocelové desce, přičemž se měří dopadová rychlost vzorku, která musí dosáhnout 150 m/s. Po skončení zkoušky se jednotlivé fragmenty vzorku shromáždí pro spálení v manometrické bombě. Vyčištěná manometrická bomba opatřená převodníkem pro měření tlaku (Kistler 6211 či srovnatelný) a zařízením pro sběr dat je vytemperována na teplotu  $21 \pm 2$  °C, na stejnou teplotu jsou vytemperovány i fragmenty vzorku. Po umístění fragmentů



vzorku do manometrické bomby a jejím uzavření je do stěny bomby našroubována jímka se zažehovačem a je spuštěno zařízení pro sběr dat. Po přijetí standardních bezpečnostních opatření jsou fragmenty vzorku zažehnuty a zaznamenává se časová změna tlaku v manometrické bombě. Po skončení zkoušky je tlak v manometrické bombě uvolněn vyšroubováním jímky zažehovače.

**7.28.18.5** Ze získané časové závislosti tlaku se derivací ( $dp/dt$ ) určí maximum rychlosti nárůstu tlaku, jenž odpovídá dopadové rychlosti 150 m/s. Výsledná hodnota je průměrem získaným minimálně ze tří měření a srovnává se s hodnotou nestárnutého vzorku.

**7.28.18.6** Výsledky zkoušky se zaznamenají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.18 ZKOUŠKA ODOLNOSTI – MĚŘENÍ ZMĚN VLASTNOSTÍ STÁRNUTÝCH PBXs</b>	
Číslo protokolu: Strana ze	
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet dnů): <b>PODMÍNKY ZKOUŠKY</b> Teplota odpalovacího zařízení (°C): Teplota vzorku (°C): Rychlost vzorku (m/s): Teplota manometrické bomby (°C): Odchyly od standardního postupu:
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Název nebo označení vzorku: Výrobce: Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení)</i> Číslo série, šarže nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b> Max. tlak u nestárnutého vzorku: Max. rychlost nárůstu tlaku u nestárnutého vzorku: Max. tlak po 4 měsících stárnutí: Max. rychlost nárůstu tlaku po 4 měsících stárnutí: Max. tlak po 8 měsících stárnutí: Max. rychlost nárůstu tlaku po 8 měsících stárnutí: Rozdíl: po 4 měsících: po 8 měsících:
	<b>POZNÁMKY</b>
	<b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>

### **7.28.19 FTIR spektroskopie**

**7.28.19.1** Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací (FTIR) umožňuje jak identifikaci, tak kvantifikaci komponent ve vzorcích PBXs, přičemž se využívá především pro stanovení antioxidantů. Výhodou této metody je, že pracuje s neupravenými vzorky v původní podobě, na druhou stranu omezení této metody spočívá v možnosti překryvu spekter interferujících sloučenin přítomných v matrici materiálu a/nebo v jejich příliš nízkých koncentracích.

**7.28.19.2** Stanovení jednotlivých komponent ve vzorcích PBXs se provádí porovnáním jejich vlnových spekter a integrací těchto spekter (po kalibraci) s cílem získat informace o zastoupení jednotlivých složek ve vzorku (o složení vzorku). Pro relativní stanovení je také možné srovnávat pouze stárnuté a nestárnuté vzorky.

**7.28.19.3** Ke zkoušce se kromě běžných laboratorních pomůcek používají pinzety, infračervený spektrofotometr s Fourierovou transformací a příslušenstvím umožňujícím měření technikou zeslabeného úplného odrazu, příslušné referenční látky (analytická čistota) a/nebo jejich spektra, standardy či spektra dalších komponent obsažených ve vzorku, jsou-li známy, aceton či etanol (analytická čistota).

**7.28.19.4** Příslušenství pro měření technikou zeslabeného úplného odrazu se očistí acetonem či etanolem, nechá oschnout a pořídí se záznam spektra pozadí. Následně se pořídí záznamy pásových spekter referenčních látek pro jednotlivé komponenty vzorku, za předpokladu, že je známo složení vzorku a že tato spektra již nejsou součástí spektrální knihovny. Na závěr se pak zaznamenají spektra stárnutých a nestárnutých vzorků PBXs a porovnájí se rozdíly v jednotlivých spektrech.

**7.28.19.5** Získané výsledky jsou validní pouze v případě, že nedochází k interferencím a k překryvům pásových spekter jednotlivých komponent vzorku.

**7.28.19.6** Výsledky zkoušky se zaznamenají do protokolu následujícího vzoru:

<b>PROTOKOL O ZKOUŠENÍ VÝBUŠNINY DLE ČOS 137601 – METODA 7.28.19 FTIR SPEKTROSKOPIE</b>									
Číslo protokolu: Strana ze									
<b>ÚDAJE O ZKUŠEBNĚ</b> Zkušebna: Datum vydání protokolu: Zkušební postup: Datum provedení zkoušky: Zodpovědná osoba:	<b>PODMÍNKY UMĚLÉHO STÁRNUTÍ</b> Teplota umělého stárnutí (°C): Doba umělého stárnutí (počet dnů): Specifické vlnové pásy komponent PBXs: <table border="1"><thead><tr><th>Název komponenty/ funkční skupiny/ chemické vazby</th><th>Vlnočet (cm<sup>-1</sup>)</th></tr></thead><tbody><tr><td> </td><td> </td></tr><tr><td> </td><td> </td></tr><tr><td> </td><td> </td></tr></tbody></table>	Název komponenty/ funkční skupiny/ chemické vazby	Vlnočet (cm <sup>-1</sup> )						
Název komponenty/ funkční skupiny/ chemické vazby	Vlnočet (cm <sup>-1</sup> )								
<b>ÚDAJE O VZORKU</b> Název nebo označení vzorku: Výrobce: Materiálová specifikace: <i>(uvést, zda se kontroluje chemické složení produktu)</i> Číslo série, šarže nebo dodávky: Datum výroby nebo obdržení: Zvláštní podmínky skladování: <i>(pokud byly použity)</i>	<b>VÝSLEDKY ZKOUŠKY</b> Identifikované komponenty PBXs: Kalibrační křivky komponent PBXs: Zastoupení jednotlivých komponent či jejich poměr: <i>(rozdíl mezi stárnutým a nestárnutým vzorkem)</i> Spektra vzorků a referenčních látek: <b>POZNÁMKY</b>  <b>PROTOKOL VYSTAVEN PRO</b>								

#### **7.28.20 Stanovení citlivosti k nárazu**

Zkouška se provádí postupem popsaným v kapitole 7.14 s následující podmínkou:

- Do protokolu o zkoušce je kromě formy vzorku nutno uvést také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

#### **7.28.21 Stanovení citlivosti ke tření**

Zkouška se provádí postupem popsaným v kapitole 7.15 s následující podmínkou:

- Do protokolu o zkoušce je kromě formy vzorku nutno uvést také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

#### **7.28.22 Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře – malá i velká zkouška**

Zkoušky se provádí postupem popsaným v kapitolách 7.16 a 7.17 s následující podmínkou:

- Do protokolů o zkouškách je kromě podmínek zkoušky nutno uvést také popis podmínek umělého stárnutí (teplota stárnutí, doba stárnutí).

(VOLNÁ STRANA)

(VOLNÁ STRANA)

Účinnost českého obranného standardu od: **13. března 2018**

Změny:

Změna číslo	Účinnost od	Změnu zpracoval	Datum zpracování	Poznámka
1	13. 12. 2022	Odbor obranné standardizace	14. 12. 2022	

Upozornění: Oznámení o českých obranných standardech jsou uveřejňována měsíčně ve Věstníku Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví v oddíle „Ostatní oznámení“ a Věstníku MO.

V případě zjištění nesrovnalostí v textu tohoto ČOS zasílejte připomínky na adresu distributora.

---

Rok vydání: 2022, obsahuje 100 listů  
Distribuce: Odbor obranné standardizace Úř OSK SOJ, nám. Svobody 471, 160 01 Praha 6  
Vydal: Úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a státní ověřování jakosti oos.army.cz  
NEPRODEJNÉ

---