

Univerzita Pardubice

Fakulta chemicko-technologická

Ústav energetických materiálů

Studium rychle hořících pyrotechnických složí bez práškových kovů

Štěpán Dočekal

**Diplomová práce
2019**

University of Pardubice

Faculty of Chemical Technology

Institute of Energetic Materials

Study of fast burning pyrotechnic compositions without metal fuels

Štěpán Dočekal

**Master thesis
2019**

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická
Akademický rok: 2018/2019

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Štěpán Dočekal**
Osobní číslo: **C17542**
Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**
Studijní obor: **Teorie a technologie výbušin**
Název tématu: **Studium rychle hořících pyrotechnických složí bez práškových kovů**
Zadávací katedra: **Ústav energetických materiálů**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Proveďte literární rešerši se zaměřením na vlastnosti zábleskových a rychle hořících pyrotechnických složí.
2. Na základě rešerše vytipujte vhodné pyrotechnické systémy charakteristické vysokou rychlostí hoření v práškovém stavu.
3. Vybrané slože charakterizujte z hlediska manipulační bezpečnosti a chemické stability.
4. Proměřte vybrané charakteristiky účinku hoření v modelovém systému prostředku pro generování akustického a optického efektu.
5. Výše uvedené zpracujte formou závěrečné práce.

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Vojtěch Pelikán, Ph.D.

Ústav energetických materiálů

Datum zadání diplomové práce: **28. února 2019**

Termín odevzdání diplomové práce: **10. května 2019**

L.S.

prof. Ing. Petr Kalenda, CSc.
děkan

doc. Ing. Miloš Ferjenčík, Ph.D.
vedoucí ústavu

V Pardubicích dne 28. února 2019

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně. Veškeré literární prameny a informace, které jsem v práci využil, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Byl jsem seznámen s tím, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména se skutečností, že Univerzita Pardubice má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona, a s tím, že pokud dojde k užití této práce mnou nebo bude poskytnuta licence o užití jinému subjektu, je Univerzita Pardubice oprávněna ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložila, a to podle okolností až do jejich skutečné výše.

Souhlasím s prezenčním zpřístupněním své práce v Univerzitní knihovně.

V Pardubicích dne 10.5.2019

Štěpán Dočekal

PODĚKOVÁNÍ:

Tímto bych rád poděkoval svému vedoucímu práce Ing. Vojtěchu Pelikánovi, Ph.D. za jeho odbornou pomoc, cenné rady a poskytnuté materiály. Dále bych rád poděkoval Ing. Jaroslavu Schusterovi a Ing. Martinu Zahálkovi za jejich pomoc a rady. Nelze opomenout poděkovat všem pracovníkům ÚEnM, kteří mi, jakkoliv pomohli při řešení mé diplomové práce. Na závěr bych rád poděkoval své rodině a přátelům.

ANOTACE

Práce se zabývá studiem rychle hořících pyrotechnických složí bez obsahu kovového prášku. U vybraných složí byly měřeny citlivostní charakteristiky, které byly porovnány se standardem. Následně byly slože zkoumány v modelovém systému a měřeny na vybrané charakteristiky hoření.

KLÍČOVÁ SLOVA

Benzoát sodný, benzoát draselný, hexakynoželezitan draselný, kyselina gallová, salicylát sodný, rychle hořící slože, binární slože

TITLE

Study of fast burning pyrotechnic compositions without metal fuels

ANNOTATION

The thesis deals with study of fast burning pyrotechnic compounds without metallic fuel. At the chosen compound were explosive parameters measured and compared with a standard. Chosen characteristics of burning were measured after that.

KEYWORDS

Sodium benzoate, potassium benzoate, potassium ferrikyanate, gallic acid, sodium salicylate, fast burning compounds, binary compounds

OBSAH

ÚVOD	12
1 TEORETICKÁ ČÁST.....	13
1.1 KOMPONENTY DVOUSLOŽKOVÝCH ZÁBLESKOVÝCH SLOŽÍ	13
1.1.1 Slože s hliníkem	14
1.1.2 Slože s hořčíkem	14
1.2 KOMPONENTY TROJSLOŽKOVÉ SLOŽE	14
1.2.1 Síra ve složích	15
1.2.2 Sulfid antimonitý ve složích	15
1.3 PŘEHLED ZÁBLESKOVÝCH SLOŽÍ	15
1.4 SLOŽE BEZ KOVOVÉHO PALIVA	16
1.4.1 Slože s urotripinem	16
1.4.2 Slože s přírodními materiály	17
1.4.3 Slože pikrátu a salicilátu alkalických kovů	18
1.4.4 Slože s kyselinou gallovou	19
1.4.5 Slože obsahující benzoáty	20
1.4.6 Slože s hexakvanoželezitanem a hexakvanoželeznatanem	21
1.5 SOUHRN	22
2 PRAKTICKÁ ČÁST	23
2.1 POUŽÍVANÉ SLOŽE	23
2.1 FYZIKÁLNĚ – CHEMICKÉ VLASTNOSTI JEDNOTLIVÝCH SUROVIN	24
2.1.1 Benzoát draselný	24
2.1.2 Benzoát sodný	24
2.1.3 Hexakvanoželezitan draselný	24
2.1.4 Kyselina gallová	25
2.1.5 Salicylát sodný	25
2.1.6 Chlorečnan draselný	25
2.1.7 Chloristan draselný	25
2.2 POUŽÍVANÉ ROVNICE PRO VÝPOČET KYSLÍKOVÉ BILANCE SLOŽÍ	26
2.3 PŘÍPRAVA SUROVIN	27
2.4 HOMOGENIZACE SUROVIN	28
2.5 POUŽITÉ PŘÍSTROJE VYHODNOCOVÁNÍ MANIPULAČNÍCH CHARAKTERISTIK	29
2.5.1 Citlivost k nárazu	29
2.5.2 Citlivost ke tření	29
2.5.3 Citlivost k elektrostatické jiskře	29
2.5.4 Diferenční termická analýza	29
2.6 MĚŘENÍ VZDUŠNÝCH RÁZOVÝCH VLN, TLAKOVÉ IMPULZU A SVĚTELNÉHO ZÁBLESKU	30
2.7 LABORACE SLOŽÍ DO NÁLOŽEK	34
3 VÝSLEDKOVÁ ČÁST.....	35
3.1 CITLIVOST K NÁRAZU	35
3.2 CITLIVOST KE TŘENÍ	36
3.3 CITLIVOST K ELEKTROSTATICKE JISKŘE	37
3.4 DTA	38
3.5 VZDUŠNÉ RÁZOVÉ VLNY, ČAS PŘÍCHODU NA ČIDLO A IMPULZ	38
3.6 VELIKOST SVĚTELNÉHO ZÁBLESKU	40
4 DISKUZNÍ ČÁST.....	42
4.1 MANIPULAČNÍ CHARAKTRISTIKY	42
4.1.1 Porovnání citlivostí k nárazu	42
4.1.2 Porovnání citlivostí ke tření	43
4.1.3 Porovnání citlivosti k elektrostatické jiskře	45
4.1.4 DTA	47
4.2 MĚŘENÍ DETONAČNÍCH CHARAKTERISTIK	48
4.2.1 Vzdušné rázové vlny měřených složí	48
4.2.2 Impulz přetlakové fáze	51
4.2.3 Porovnání světelných záblesků	53
4.3 SOUHRN	58

ZÁVĚR.....	59
POUŽITÁ LITERATURA	60

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1 Souhrn některých zábleskových složí.	15
Tabulka 2 Subjektivní porovnání zábleskových složí s a bez kovového paliva (1 = nejmenší výstup)[10]	17
Tabulka 3 Číselné hodnoty výstupů pro slož urotropinu s chloristanem draselným[10].	17
Tabulka 4 Rozpětí hmotnostních procent jednotlivých komponent ve směsích s kyselinou salycilovou[15].	19
Tabulka 5 Směsi složí pro pozemní simulátor M119[12].	20
Tabulka 6 Manipulační charakteristiky slože $Pb_2[Fe(CN)_6]/KClO_4$ (58/42)[16].	21
Tabulka 7 Manipulační charakteristiky slože $Pb_2[Fe(CN)_6]/KClO_4$ v závislosti na obsahu paliva[16].	22
Tabulka 8 Složení zkoumaných složí v procentuálním zastoupení jednotlivých složek.	27
Tabulka 9 Velikosti částic jednotlivých komponent.	28
Tabulka 10 Vzdálenosti jednotlivých čidel od náložky.	31
Tabulka 11 Počet iniciací po nárazu 5 kg kladiva z 10 pokusů na hladině E_{10} slože V-5.	36
Tabulka 12 Počet iniciací třením o síle 288 N.	36
Tabulka 13 Výsledky měření citlivost k elektrostatické jiskře.	37
Tabulka 14 Výsledky diferenční termické analýzy.	38
Tabulka 15 Naměřené hodnoty parametrů VRV slože V-5.	38
Tabulka 16 Naměřené hodnoty parametrů VRV chlorečnanových složí.	39
Tabulka 17 Naměřené hodnoty parametrů VRV chloristanových složí.	40
Tabulka 18 Velikost světelných záblesků pro chlorečnanové slože s porovnáním se složí V-5.	41
Tabulka 19 Velikost světelných záblesků pro chloristanové slože s porovnáním se složí V-5.	41
Tabulka 20 Souhn všech složí	58

SEZNAM ILUSTRACÍ

Obrázek 1 Propustost světelného toku produktů jednotlivých zábleskových složí. AMRL (X) 210 = $Al/KClO_4$, AMRL (X) 206 = $Mg/KClO_4$ [10].	17
Obrázek 2 Simulátor M119 se všemi komponenty k jeho použití[14].	20
Obrázek 3 Graf distribuce částic benzoátu draselného.	28
Obrázek 4 Vzorový termogram.	30
Obrázek 5 Schéma měření vzdušných rázových vln.	31
Obrázek 6 Záznam iniciace náložky se složí V-5.	32
Obrázek 7 Vzorové záznamy.	33
Obrázek 8 Ukázka hotové náložky.	34
Obrázek 9 Pádová citlivostní křivka slože V-5.	35
Obrázek 10 Grafické znázornění porovnání citlivosti k nárazu pro všechny slože.	42
Obrázek 11 Graf porovnání citlivostí chlorečnanových složí.	43
Obrázek 12 Graf porovnání citlivostí pro chloristanové slože.	43
Obrázek 13 Souhrnný graf porovnání citlivosti ke tření pro všechny slože.	44
Obrázek 14 Graf porovnání citlivostí ke tření chlorečnanových složí se složí V-5.	45
Obrázek 15 Graf porovnání citlivostí ke tření chloristanových složí se složí V-5.	45
Obrázek 16 Graf počtu iniciací při změně nastavení jiskřiště v porovnání se složí V-5.	46
Obrázek 17 Graf počtu iniciací elektrostatickou jiskrou pro chlorečnanové slože.	47
Obrázek 18 Graf počtu iniciací elektrostatickou jiskrou pro chloristanové slože v porovnání se složí V-5.	47
Obrázek 19 Náložky po neúspěšné iniciaci slože Gal/KC	49
Obrázek 20 Průměrný přetlak rázových vln složí na prvním čidle v porovnání se složí V-5.	50

Obrázek 21 Průměrný přetlak rázových vln složí na druhém čidle v porovnání se složí V-5.	51
Obrázek 22 Průměrný impulz složí na prvním tlakovém čidle s porovnáním se složí V-5.	52
Obrázek 23 Průměrný impulzu složí na druhém tlakovém čidle s porovnáním se složí V-5.	53
Obrázek 24 Fotografie a grafy přesaturování třech složí.	54
Obrázek 25 Záznam slože SalNa/KP s ukázkou odrazu slunečních paprsků na čidlo.	55
Obrázek 26 Fotografie slože SalNa/KP v časech odpovídajících maxim na obrázku 25.	56
Obrázek 27 Graf porovnání vstupujícího napětí do osciloskopu zkoumaných složí.	57

SEZNAM ROVNIC

Rovnice 1 Rovnice pasivace hořčíku vzdušnou vlhkostí	14
Rovnice 2 Rovnice rozkladu slože SalNa/KC.	26
Rovnice 3 Rovnice rozkladu slože SalNa/KP.	26
Rovnice 4 Rovnice rozkladu slože BenK/KC.	26
Rovnice 5 Rovnice rozkladu slože BenK/KP.	26
Rovnice 6 Rovnice rozkladu slože BenNa/KC.	26
Rovnice 7 Rovnice rozkladu slože BenNa/KP.	26
Rovnice 8 Rovnice rozkladu slože Gal/KC.	26
Rovnice 9 Rovnice rozkladu slože Gal/KP.	26
Rovnice 10 Rovnice rozkladu slože KFCN/KC.	26
Rovnice 11 Rovnice rozkladu slože KFCN/KP.	26

SEZNAM ZKRATEK A ZNAČEK

SalNa – Salicylát sodný

BenNa – Benzoát sodný

BenK – Benzoát draselný

Gal – Kyselina galová

KFCN – Hexakynoželezitan draselný

KC – Chlorečnan draselný

KP – Chloristan draselný

IPA – Isopropyl alkohol, butan-2-ol

D_x 10 – Hodnota velikosti částic, kdy 10 % částic je menších než tato hodnota

D_x 50 – Hodnota velikosti částic, kdy 50 % částic je menších než tato hodnota

D_x 90 – Hodnota velikosti částic, kdy 90 % částic je menších než tato hodnota

E₁₀ – Hodnota citlivostní energie odpovídající 10% pravděpodobnosti iniciace

E₅₀ – Hodnota citlivostní energie odpovídající 50% pravděpodobnosti iniciace

F₅₀ – Hodnota citlivostní síly odpovídající 50% pravděpodobnosti iniciace

MIE – minimální iniciační energie

ESD – elektrostatická jiskra

ÚVOD

Tato práce se zabývá studiem rychle hořících pyrotechnických binárních směsí s využitím organických a anorganických paliv bez práškových kovů. Tato paliva jsou v literatuře uváděna u zábleskových a pískacích složí. Tyto paliva se běžně používají v různých odvětvích průmyslové chemie a jsou komerčně dostupná. Jedná se především o soli draselné a sodné sole kyseliny benzoové (benzoáty) a salicylové (salicyláty). Jako výhodu složí s těmito palivy považovat zažehovatelnost, rychlost hoření a možnost snížení množství produktů hoření. Tyto faktory a nedostatek dat v literatuře jsou hlavním důvodem vzniku této práce. Experimentální část této práce je zaměřena na stanovení citlivostí k elektrostatické jiskře, tření, nárazu a DTA záznamů a porovnání se hořčikovo-chlorečnanovou složí vybrané jako standard. V další části experimentů jsou vybrané slože porovnány podle parametrů rázových vln, impulzu a doby trvání záblesku. Výsledky jsou poté zkompletovány do celků porovnávající slože v jednotlivých měření.

Cílem práce je změřit manipulační charakteristiky a vybrané charakteristiky účinků hoření v modelovém systému binárních směsí vybraných na základě literární rešerše.

1 TEORETICKÁ ČÁST

Zábleskové slože jsou směsi paliva a oksličovadla a mohou obsahovat další komponenty, které zvyšují či snižují jejich citlivost k mechanickým podmínkám jako je tření, náraz či elektrostatická jiskra [1], ke kterým může docházet i při jejich výrobě v jednotlivých výrobních krocích jako například míchání, prosévání, balení a další [2]. Díky těmto nízkým citlivostem mohou tyto slože přecházet z hoření v detonaci [3].

Zábleskové slože se začaly vyrábět během první světové války kdy se využívaly pro noční letecké fotografování. Tyto slože byly tolik účinné, a proto byly dále zkoumány a hledány slože nové. Ve třicátých letech dvacátého století byla poté vyvinutá nová slož nazvaná Standart Type I, která obsahovala 34 % hořčíku, 26 % hliníku a 40 % chloristanu draselného. V pozdějších letech, na začátku 2. světové války, se začali využívat slitiny hořčíku s hliníkem (magnalium) místo samotných práškových kovů. Tím byla vytvořena slož Type II Class A. Později byl chloristan draselný nahrazen dusičnanem barnatým (Type II Class B) a nakonec byla připravena slož Type III Class A, která obsahovala 40 % hliníku, 30 % dusičnanu barnatého a 30 % chloristanu draselného[4].

Zábleskové slože se v dnešní době v pyrotechnice využívají signálním zprávám, k plašení ptáků u letišť, pro bojové simulace při výcviku či v neletálních zařízeních pro potlačování demonstrací [3].

1.1 Komponenty dvousložkových zábleskových složí

Dvousložkové zábleskové slože jsou směsi paliva, kterým je nejčastěji hliník, hořčík, či jejich slitina magnalium. Mezi další paliva patří železo, zirkon a jeho slitiny. Druhou komponentou jsou oksličovadla. Mezi ty lze zařadit chloristan draselný, chlorečnan draselný, dusičnan draselný a další [1].

Nejvíce využívaná paliva jsou hliník a hořčík.

Reaktivita pyrotechnický složí je málo definována. V základu je definice taková, jak snadno lze systém iniciovat a jak rychlý bude proces po iniciaci. Z toho by se dalo usoudit, že čím menší částice budou, tím bude proces rychlejší. Záleží však na povrchu částice, která je v přímém kontaktu s částicí oksličovadla. Z toho vyplývá, že nejlepší řešení jsou malé částice s velkým specifickým povrchem[5].

1.1.1 Slože s hliníkem

V případě užití hliníku jako kovového paliva lze použít více druhů v závislosti na velikosti jeho částic. Lze použít hliník šupinkový, atomizovaný či takzvaný black pyro aluminum[1]. Dark, nebo také black pyro je velmi jemný šupinkový[5], ale i atomizovaný hliník s velikostí částic do 74 mikronů[6].

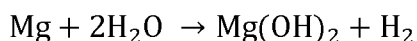
Obsah kovového paliva ve složi je různý, avšak ve většině případů nepřesahuje 50 hm% směsi. Druhou část poté tvoří okysličovadlo, které stejně jako v případě kovového paliva, je závislé na velikosti svých částic.

Další využívanou směsí je směs hliníku, dusičnanu barnatého a síry. Tato směs však není tolik efektivní jako směsi hliníku s chloristanem, popřípadě s chlorečnanem a zároveň je více citlivá k zážehu, a to díky přítomné síře [3].

1.1.2 Slože s hořčíkem

Hořčík v porovnání s hliníkem má stejnou teplotu tání, ale nižší teplotu varu (1107 °C). Hořčík hoří dobře i ve směsích obsahujících málo kyslíku, protože tvoří dlouhé jiskry, které mohou snáz reagovat se vzdušným kyslíkem. Při dlouhodobém skladování se hořčík pasivuje na svém povrchu a ztrácí tak svůj kovový lesk.

Hořčík je velmi citlivý na kyselé prostředí, které může způsobovat i kyselina boritá. V zásaditém prostředí naopak reaguje velmi pomalu a předpokládá se, že při reakci s hydroxidy vzniká na jeho povrchu tenká pasivační vrstva hydroxidu hořečnatého, která zabraňuje další reakci. Reakce (rozpustnost) s vodou je pomalá, urychluje se však zvýšením teploty. Při reakci s vodou/vzdušnou vlhkostí dochází k reakci:



Rovnice 1 Rovnice pasivace hořčíku vzdušnou vlhkostí

V případě, že hořčík je ve směsi s amonnou solí chloristanu či dusičnanu, je tato směs silně hygroskopická. V porovnání s hliníkem jsou směsi obsahující hořčík méně kompatibilní a pomalu reagují mezi sebou. V případě, že má být směs dlouhodobě skladována, musí být pečlivě vysušena a musí být zabráněno kontaktu se vzdušnou vlhkostí[7].

1.2 Komponenty trojsložkové slože

Kromě již zmíněného paliva a okysličovadla, mohou zábleskové slože obsahovat další složky, které upravují jejich vlastnosti, ať už výkonové či citlivostní. Jako třetí složkou mohou také být i další paliva či okysličovadla. Jednou z těchto složek může být vápník, který

je jednak dalším palivem ve složi a zároveň zvyšuje citlivost k mechanickým podmínkám. Vápník se může ve složi vyskytovat i ve slitině s hliníkem a tato komponenta poté zcitlivuje výslednou slož o trochu více, než v případě směsi práškového hliníku a vápníku[8].

1.2.1 Síra ve složích

Síra se iniciuje při 223 °C na vzduchu. Tato nízká teplota se využívá usnadnění iniciace v pyrotechnice. Směsi, které obsahují síru jsou obecně více citlivé ke tření a k nárazu[7].

Síra ve směsích zábleskových složí slouží jako sekundární palivo a také tyto směsi zcitlivuje díky svému nízkému bodu tání. Mechanismus iniciace spočívá směsi obsahující síru spočívá v tom, že mechanický podmět (náraz, jiskra, tření atd) způsobí roztavení síry. Při tání dochází ke zvýšení kontaktu mezi jednotlivými atomy směsi, čímž dochází k nárůstu uvolňování energie. Tak jak dochází ke zvyšování rychlosti uvolněné energie, dochází ke zvyšování samotné reakce, a to vede k „ujetí“ reakce, která vede k explozi[9].

1.2.2 Sulfid antimonitý ve složích

Sulfid antimonitý se používá jako palivo stejně jako kovové prášky. Tyto směsi jsou ovšem snadněji iniciovatelné oproti jiným složím[18].

Směsi obsahující sulfid antimonitý neboli surmu jsou obecně citlivější ke tření a elektrostatické jiskře. Tyto směsi jsou však méně citlivé k elektrostatické jiskře než slož se sírou, avšak jsou více citlivé ke tření[7].

1.3 Přehled zábleskových složí

V tabulce 1 jsou shrnuty některé zábleskové slože běžně uváděné v literatuře

Tabulka 1 Souhrn některých zábleskových složí.

Komponenta [hm %]	1 ^[7]	2 ^[7]	3 ^[18]	4 ^[18]	5 ^[17]	6 ^[17]	7 ^[17]
Chlorečnan draselný	43	–	–	–	62	–	–
Chloristan draselný	–	50	60	70	–	45	67
Dichroman draselný	–	–	–	–	–	5	–
Hliník	31	23	25	30	23	–	25
Hořčík	–	–	–	–	–	50	–
Síra	26	27	–	–	15	–	8
Sulfit antimonitý	–	–	15	–	–	–	–

1.4 Slože bez kovového paliva

Zábleskové slože, které obsahují kovové palivo mají několik nevýhod. Například slože obsahující hořčík jsou hygroskopické, kdy nepasivovaný hořčík reaguje se vzdušnou vlhkostí za vývinu vodíku, což vede ke snížení výkonnosti dané slože či její bezpečnosti. Dalším příkladem nevýhod těchto složí je jejich vysoká kouřivost způsobená pevnými částicemi hoření. Pro názornou ukázkou množství pevných produktů, které způsobují kouřivost zábleskových složí byl použit program Explo5. Při výpočtu deflagrace známé slože obsahující 30 % hliníku a 70 % chloristanu draselného byl výsledek takový, že pevné produkty hoření tvoří přes 50 hm% a to především oxid hlinitý a chlorid draselný. Pro porovnání byl proveden výpočet deflagrace směsi urotripinu s chloristanem draselným (30/70). U této směsi pak program Explo5 vypočetl, že při zahoření vznikne pouhých 6,65 hmotnostních % chloridu draselného. Všechny ostatní produkty byly plynné. Při porovnání výpočtu těchto dvou složí je patrné, že množství pevných produktů hoření se zmenšilo[10].

Alternativní slože však musí splňovat, krom nízké kouřivosti a hygroskopičnosti, další kritéria. Mezi tyto kritéria patří reakční rychlost, čehož se dosahuje použitím chloristanů alkalických zemí, především chloristanu draselného, či použitím dusičnanů draselného nebo barnatého. Při použití dusičnanu barnatého však nastává problém vznikajících produktů bária a jejich dopadu na životní prostředí. Dalším kritériem je nízká cena slože, protože zařízení, ve kterých se tyto slože používají se využívají ve velkých množstvích[10].

1.4.1 Slože s urotripinem

Jako možný kandidát náhrady kovového paliva byl panem Hancoxem vybrán urotropin, který byl ve směsi s chloristanem draselným. Této složi bylo měřeno množství hluku při výbuchu, světelný výstup a propustnost světelného toku skrze produkty výbuchu. Zároveň tato směs byla porovnávána se standartními zábleskovými složemi obsahující hliník či hořčík ve směsi s chloristanem draselným[10].

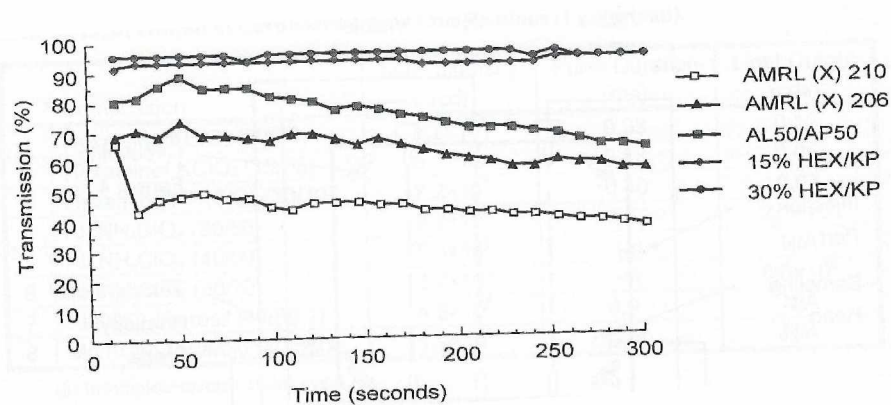
Porovnání urotropinové slože s dalšími složemi bylo porovnáno subjektivně čísly 1 a 10 (1 udává nejnižší výstup. Toto porovnání je uvedeno v tabulce 2. Jednotlivé výsledky urotropinové slože jsou uvedeny v tabulce 3. Obrázek 1 ukazuje propustnost světelného toku produkty výbuchu v závislosti na čase[10].

Tabulka 2 Subjektivní porovnání zábleskových složí s a bez kovového paliva (1 = nejmenší výstup)[10]

Slož	Hluk	Záblesk	Kouřivost
Al/KClO ₄ (50/50)	10	10	9
Mg/KClO ₄ (50/50)	10	10	10
urotropin/KClO ₄ (15/85)	6	1	4
urotropin/KClO ₄ (30/70)	7	1	6

Tabulka 3 Číselné hodnoty výstupů pro slož urotropinu s chloristanem draselným[10].

Slož	Výstup hluku			Světelný záblesk		
	Přetlak [kPa]	Doba pozitivní fáze [μs]	Impulz [kPa.s]	Maximální intenzita [cd]	Doba pulzu [ms]	Světelný výstup [cds]
urotropin/KClO ₄ (15/85)	3,8	309	0,001	$2,2 \cdot 10^2$	0,33	0,12
urotropin/KClO ₄ (30/70)	4,9	226	0,001	$8,3 \cdot 10^1$	0,13	0,05



Obrázek 1 Propustnost světelného toku produktů jednotlivých zábleskových složí. AMRL (X) 210 = Al/KClO₄, AMRL (X) 206 = Mg/KClO₄[10].

Kromě urotropinu byla zvažována nitrocelulóza jako náhrada za kovové palivo. Tato směs však testována nebyla[10].

1.4.2 Slože s přírodními materiály

Další slože, které neobsahují kovové palivo popisuje Paul Moran autor knihy The Complete book of flash powder. U slouží uvádí pouze množství jednotlivých komponent a malou poznámku k dané složi. V těchto směsích místo kovového paliva používá například kalafunu, jemné dřevěné piliny či dřevěné uhlí[11].

Jednotlivé směsi, jsou následující:

- Chloristan draselný/sírová moučka/jemné dřevěné piliny (57,14/38,1/4,76)
- Chloristan draselný/dřevěné uhlí/kalafuna (84,22/7,89/7,89)
- Chloristan draselný/síra/jemné dřevěné piliny (57,14/38,1/4,76). Tato směs je velmi podobná první zmíněné složi, liší se pouze v síře a sírové moučce. Nicméně autor u této slože doplňuje, že se jedná o nejlepší alternativu z jeho zmíněných složích, které nevyžadují práškový hliník jako palivo.
- Chloristan draselný/síra/dřevěné uhlí (60/30/10). Tato směs je velmi podobná složením černému prachu, proto možná autor k této směsi přidal poznámku, že se jedná o „explozivní směs nevhodnou pro střelné zbraně“.

1.4.3 Slože pikrátu a salicylátu alkalických kovů

Slože obsahující sole kyseliny pikrové (pikráty) se považují za nejstarší pískací slože datující se až do 18. století. Používají se především pro svůj pronikavý zvuk a černý dým při použití ve dne[17]. Známým faktem je, že pikráty jsou citlivé k nárazu. V případě, že jsou slože s pikráty málo utěsněné či nalisované může dojít při jejich iniciaci k přechodu do detonace[18]. Pikrát draselný je vhodné použít v krátkých dutinkách. Při použití ve větších dutinkách je potřeba ho míchat například dusičnanem draselným či stearinem[18]. Jako náhrada za pikrát se proto hledaly látky, které by obsahovaly benzenové jádro a oscilačně hořely v kombinaci s chlorečnanem či chloristanem. Z tohoto důvodu se především používají slože obsahující salicyláty a benzoáty, a to především sodné a draselné[17].

Ke složím obsahující salicyláty se obvykle jako okysličovadlo přidává chloristan draselný. V USA do této slože ještě přidávají pryskyřici. Tyto slože jsou velmi hygroskopické a pryskyřice navíc jejich hygroskopičnost zvětšuje. Pískot salicylátových složí nemá dlouhou periodu, za snížených teplot[18].

Japonský patent z roku 1973 udává složení směsi do petard bez kovového prášku, a to směsí chloristanu draselného a/nebo dusičnanu draselného s kyselinou salicylovou a pikrátem draselným, nebo salicylátem sodným a samotnou kyselinou salicylovou. Jako vhodné složení této směsi udává 45 % chloristanu draselného, 5 % dusičnanu draselného, 28 % pikrátu draselného a 22 % kyseliny salicylové. Pro tuto směs udává nízkou hygroskopicitu a iniciovatelnost srovnatelnou s běžnými směsmi s kovovým práškovým palivem. Rozmezí komponent však může být i následující, jak popisuje tabulka 4[15].

Tabulka 4 Rozpětí hmotnostních procent jednotlivých komponent ve směsích s kyselinou salicylovou[15].

Komponenta	Směs A	Směs B
Chloristan draselný	12–47	60–80
Dusičnan draselný	5–40	–
Pikrát draselný	23–43	–
Salicylát sodný	–	15–20
Kyselina salicylová	5–25	5–20

1.4.4 Slože s kyselinou gallovou

Pro svoji možnost přechodu hoření pikrátových složí v detonaci byla hledána náhrada[18]. Jako náhrada pikrátů měla být slož obsahující kyselinu gallovou s chlorečnanem draselným, která měla být méně citlivá ke tření než slož s pikráty. Slož obsahující 25 % kyseliny gallové a 75 % chlorečnanu draselného se používá jako pískací slož[7] a zároveň jako záblesková slož[12]. Při přípravě této slož je potřeba dbát velké bezpečnosti, a to především při jejím míchání. Další nevýhodou je také vysoká cena kyseliny gallové[18].

V reportu z roku 1980, kde autoři popisují různé směsi do simulátorů střelných zbraní různých ráží pro výcvik vojáků. Mezi tyto směsi zařadili i směs do simulátoru nástražných prostředků M119. Tato směs obsahuje 73 % chloristanu draselného, 24 % kyseliny gallové a 3 % červené gumy. Tato směs, podobně jako směs urotropinu a chloristanu draselného má menší množství pevných produktů hoření oproti klasickým zábleskovým směsím obsahující kovové palivo. Například pro směs Mg/Al/KClO₄ (36/24/40) udávají autoři množství 76 ml pevných produktů hoření z 1 g směsi. U směsi Sb₂S₃/Al/KClO₄/S (3,5/22,5/64/10) udávají dokonce 178 ml z 1 g směsi, zatímco u směsi s kyselinou gallovou pouze 53 ml z 1 g směsi. Naproti tomu, rychlost hoření udávají 0,79 s/cm, kdežto u druhých dvou zmíněných směsí 0,19 a 0,1 s/cm. Autoři dále uvádějí, některé citlivostní charakteristiky. Citlivost k nárazu udávají 9,5 cm při použití 2 kg kladiva, u tření udávají pouze „citlivé“ a citlivost k elektrické jiskře udávají 0,625 J[12].

Pro simulátor M119, který je zobrazen na obrázku 2, udává jiná literatura směs benzoátu draselného, chlorečnanu draselného, dusičnanu draselného a opět červené gumy[13]. Tabulka 5 poté udává možná složení směsí pro tento simulátor.

Pan Lancaster uvádí, že kyselina gallová nemůže být přítomna ve směsi s chloristanem draselným[18], ale jiné zdroje tuto slož uvádějí[12].

Tabulka 5 Směsi složí pro pozemní simulátor M119[12].

Komponenta	Směs A	Směs B	Směs C
Kyselina gallová	24	–	–
Benzoát draselný	–	17	17
Chloristan draselný	73	–	–
Chlorečnan draselný	–	67	80
Dusičnan draselný	–	13	–
Červená guma	3	3	3



Obrázek 2 Simulátor M119 se všemi komponenty k jeho použití[14].

1.4.5 Slože obsahující benzoáty

Slož obsahující draselnou sůl kyseliny benzoové v kombinaci s chloristanem draselným byla použita pro porovnání frekvence hoření s jinými pískacími složemi, především s 2,4-dinitrofenolátem. V tomto článku se taktéž objevují informace, o již zmíněných složích obsahující kyselinu gallovou či pikrát draselný[19]. Výhoda slož obsahující benzoát draselný je poté především její nízká citlivost k mechanickým podmínkám. V porovnání s kyselinou gallovou a pikrátem draselným je slož benzoátu draselného nejméně citlivá, ovšem za cenu slabého zvukového efektu ze všech třech[7].

Benzoát sodný či draselný může nahradit salicylát sodný ve směsi s chloristanem draselným[18].

1.4.6 Slože s hexakynoželezitanem a hexakynoželezitanem

Na základě předchozích měření rychlosti hoření se slože obsahující hexakynoželezitany a hexakynoželezitanany jeví jako zajímavé pro další studium, proto byly dále zkoumány.

Tyto směsi obsahující hexakynoželezitanany (ferrokyanidy) a hexakynoželezitany (ferrikyanidy) se využívají v rychle a energeticky deflagrujících pyrotechnických složích. Tyto pyrotechnické směsi se využívají především jako zážehové slože. Jako oxidovadla se v těchto složích využívá chloristan draselný, ale také draselné soli chromanů, dichromanů či chlorečnanů[16].

U směsi ferrokyanidu draselného s chloristanem draselným (39/61) byla měřena rychlost hoření této směsi v hliníkové trubce. Tato rychlost hoření byla poté změřena na 24,0 cm/s[16].

Jiná směs ferrokyanidu, tentokrát olovnatého, byla proměřena podobně jako již zmíněná draselná sůl. U této slože byla proměřována rychlost hoření v závislosti na obsahu paliva. Rychlost hoření byla 52 cm/s při 20 % obsahu paliva. Tato rychlost dále rostla až na 600 cm/s pro obsah paliva 40-50 hm%. S dalším zvyšováním obsahu paliva však rychlost hoření klesala[16].

Měření rychlosti ferrokyanidu olovnatého bylo provedeno i jiným způsobem, kdy byla měřena jako volně sypaná ve žlábků o rozměrech 3,2x5x300 mm. Rychlost byla snímána rychle snímající kamerou nac GX-3 a měřicí sestavou umístěnou u žlábků. Při tomto měření byl pozorován i vliv granulometrie. Jako nejvhodnější se ukázala slož ferrokyanidu olovnatého s chloristanem draselným (58/42) s velikostí částic 5 μm a to rychlostí 8,1 cm/s. Toto měření bylo poté provedeno i pro jiný procentuální obsah jednotlivých složek, kde se potvrdilo, že směsi s obsahem 40-50 hm% hoří nejrychleji, a to průměrně rychlostí 10,6 cm/s při obsahu 42 hm% ferrokyanidu olovnatého[16].

Manipulační charakteristiky slože ferrokyanidu olovnatého v závislosti na velikosti částic klesají se zmenšující se velikostí částic (viz tabulka 6)[16].

Tabulka 6 Manipulační charakteristiky slože $\text{Pb}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]/\text{KClO}_4$ (58/42)[16].

Granulometrie [μm]	F_{50} [N]	E_{50} [J]	MIE [μJ]
50	13	16,3	341,9
25	11,1	14,6	118,3
5	7,8	7,6	122,7

Manipulační charakteristiky závisí i na poměru jednotlivých složek ve složi. U citlivosti k nárazu a tření hodnoty těchto charakteristik vzrůstají, zatímco u citlivosti k elektrostatické jiskře dochází k poklesu. Tyto charakteristiky poté ukazuje tabulka 7.

Tabulka 7 Manipulační charakteristiky slože $\text{Pb}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]/\text{KClO}_4$ v závislosti na obsahu paliva[16].

Obsah paliva [%]	F_{50} [N]	E_{50} [J]	MIE [μJ]
50	18,5	16,9	90,4
42	18,2	21,2	118,3

Možným kandidátem pro zábleskové slože můžou být i směsi, které obsahují jako palivo hexakynoželezitan draselný, či hexakynoželezitan draselný. Směs hexakynoželezitanu draselného s chloristanem draselným (44/56) má citlivost ke tření 12,4 N, u citlivosti k nárazu udává 16 J pro 5 kg pádové kladivo a průměrnou rychlost hoření udává 1 m/s. Po konzultaci s autorem byla navržena slož s obsahem 50 hm% hexakynoželezitanu draselného s 50 hm% chloristanu draselného. Tato směs je však velmi citlivá ke tření s hodnotou 6,21 N[16].

1.5 Souhrn

Ze zjištěných dat v literatuře a předchozích experimentů na ÚEnM z některými látkami se nejlépe jeví slože obsahující jako oxidovadlo chlorečnany, popřípadě chloristany, především pak jejich draselné sole. Z paliv poté benzoáty a salicyláty draselné a sodné pro jejich nízkou cenu a snadnou dostupnost. Dalším zajímavým palivem je kyselina gallová pro svoje využití jak v zábleskových, tak pískacích složi. Jako poslední kandidát se poté jeví hexakynoželezitan draselný především pro svoji vysokou rychlost hoření.

2 PRAKTICKÁ ČÁST

V praktické části jsou popsány fyzikálně – chemické vlastnosti surovin, jak byly jednotlivé komponenty vybraných složí připraveny a jak byly míchány a homogenizovány. Dále jsou zde popsány metodiky měření citlivostních charakteristik:

- Citlivost k nárazu
- Citlivost ke tření
- Citlivost k elektrostatické jiskře
- DTA

V této kapitole je také popsán způsob laborace složí do těles, u kterých byly následně měřeny:

- Parametry vzdušné rázové vlny
- Doba trvání světelného záblesku
- Záznamy jednotlivých experimentů
- Velikost oblaku produktů hoření

2.1 Používané slože

Na základě teoretické části byla vybrána paliva pro další experimenty. Vybranými palivy byli:

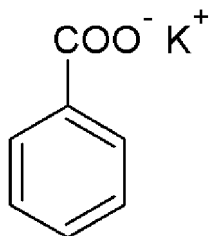
- Benzoát draselný
- Benzoát sodný
- Hexakynoželezitan draselný
- Kyselina galová
- Salicylát sodný

Tato paliva byla míchána s oxidovadly, kterými byl chlorečnan draselný a chloristan draselný. Všechny slože byly sestaveny na vyrovnanou kyslíkovou bilanci se zaokrouhlením na celá procenta počítané na konečné detonační produkty. Složení složí je uvedeno v tabulce 8.

2.1 Fyzikálně – chemické vlastnosti jednotlivých surovin

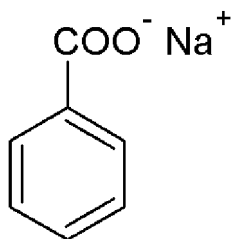
V této kapitole jsou popsány fyzikálně – chemické vlastnosti použitých surovin pro přípravu složí. Rozpustnosti látek jsou poté udávány při laboratorní teplotě.

2.1.1 Benzoát draselný



Benzoát draselný (benzoan draselný) od firmy Alfa Aesar o čistotě 99 % je bílý krystalický prášek. Sumární vzorec je $C_7H_5KO_2$. Molární hmotnost je 160,21 g/mol. Je hygroskopický, rozpustný v ethanolu nerozpustný v etheru[20].

2.1.2 Benzoát sodný

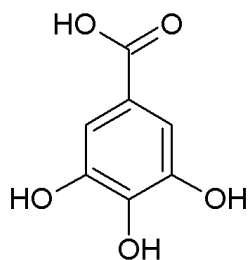


Benzoát sodný (benzoan sodný) od firmy Lach-Ner, s.r.o., technické kvality, je bílý krystalický prášek rozpustný ve vodě. Rozpustnost ve vodě je 556 g/l. Může se také vyskytovat ve formě granulí či vloček. Sumární vzorec je $C_7H_5NaO_2$. Molární hmotnost benzoátu sodného je 144,11 g/mol[21].

2.1.3 Hexakynoželezitan draselný

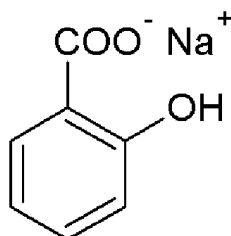
$K_3[Fe(CN)_6]$ od firmy Lachema čistý je krystalický prášek s molární hmotností 329,24 g/mol. Rozpustnost ve vodě ferrikyanidu je 329 g/l[22]. Bylo zpozorováno, že se zmenšující se velikostí částic přechází barva ferrikyanidu z červené ke žluté.

2.1.4 Kyselina gallová



Kyselina gallová od firmy Alfa Aesar s čistotou 98 % je bílá až slabě nažloutlá prášková látka. Sumární vzorec je $C_7H_6O_5$ s molární hmotností 170,12 g/mol. Kyselina gallová je hygroskopická s rozpustností ve vodě 12 g/l. Pravděpodobně nerozpustná v bezkyslíkatých rozpouštědlech[23].

2.1.5 Salicylát sodný



Salicylát sodný $C_7H_5NaO_3$ od firmy Lach-Ner v technické kvalitě je hygroskopická bílá krystalická látka s molární hmotností 160,11 g/mol. Rozpustnost salicylátu sodného je 1000 g/l[24].

2.1.6 Chlorečnan draselný

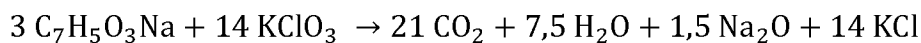
Chlorečnan draselný dodaný firmou EKA o technické kvalitě je bílá krystalická látka s molární hmotností 122,55 g/mol. Rozpustnost chlorečnanu draselného ve vodě je 8,61 g/100 ml. Je prakticky nerozpustný v alkoholech a acetonu[26].

2.1.7 Chloristan draselný

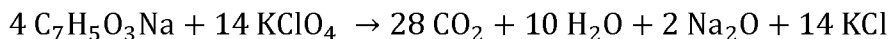
Chloristan draselný od firmy Fichema o technické kvalitě je bílá krystalická látka patřící mezi oxidační činidla. Molekulová hmotnost chloristanu draselného je 138,55 g/mol. Rozpustnost chloristanu ve vodě je 17 g/l a prakticky nerozpustný v alkoholech a etherech[25].

2.2 Používané rovnice pro výpočet kyslíkové bilance složí

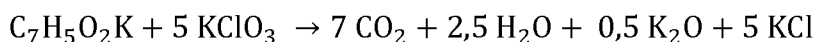
Pomocí níže uvedených rovnic rozkladu byla vypočítáno složení používaných složí. Slože jsou počítány na detonační produkty konečné oxidace. Jedná se o teoretické rovnice.



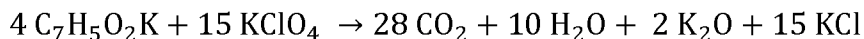
Rovnice 2 Rovnice rozkladu slože SalNa/KC.



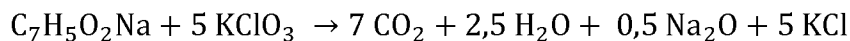
Rovnice 3 Rovnice rozkladu slože SalNa/KP.



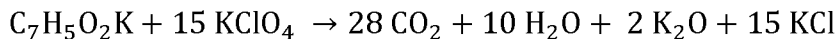
Rovnice 4 Rovnice rozkladu slože BenK/KC.



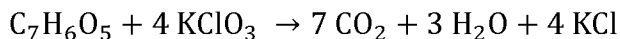
Rovnice 5 Rovnice rozkladu slože BenK/KP.



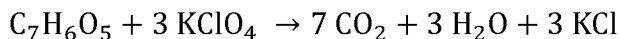
Rovnice 6 Rovnice rozkladu slože BenNa/KC.



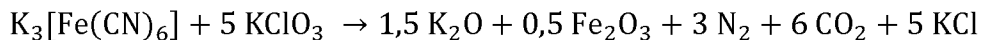
Rovnice 7 Rovnice rozkladu slože BenNa/KP.



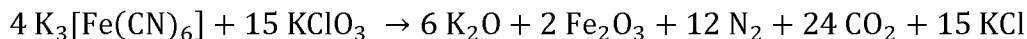
Rovnice 8 Rovnice rozkladu slože Gal/KC.



Rovnice 9 Rovnice rozkladu slože Gal/KP.



Rovnice 10 Rovnice rozkladu slože KFCN/KC.



Rovnice 11 Rovnice rozkladu slože KFCN/KP.

Tabulka 8 Složení zkoumaných složí v procentuálním zastoupení jednotlivých složek.

Komponenta [hm%]	SalNa /KP	SalNa/ KC	BenNa /KP	BenNa /KC	BenK /KP	BenK/ KC	KFCN /KP	KFCN /KC	Gal/ KP	Gal/ KC
Salicylát sodný	24	22	–	–	–	–	–	–	–	–
Benzoát sodný	–	–	21	19	–	–	–	–	–	–
benzoát draselný	–	–	–	–	23	20	–	–	–	–
KFCN	–	–	–	–	–	–	40	35	–	–
Kyselina galová	–	–	–	–	–	–	–	–	29	25
Chlorečnan draselný	–	78	–	81	–	80	–	65	–	75
chloristan draselný	76	–	79	–	77	–	60	–	71	–

2.3 Příprava surovin

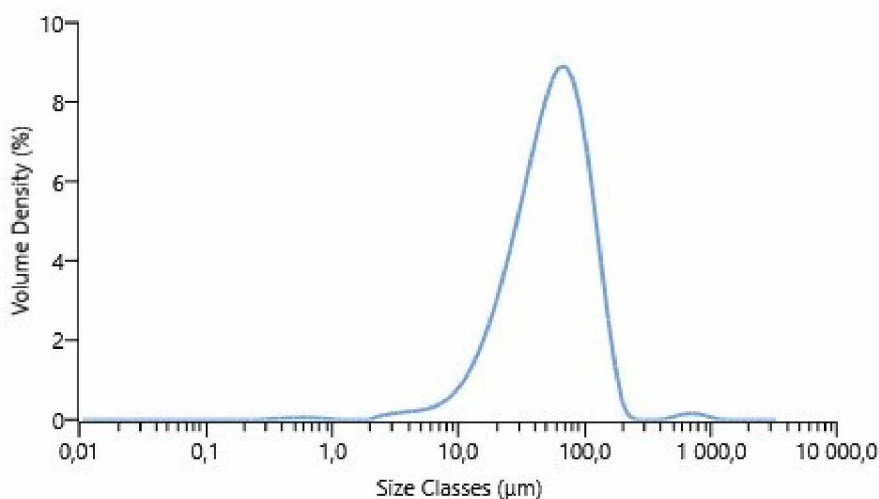
Pro přípravu složí bylo nutné vybrat velikost částic paliv a oxidovadel. Pro oxidovadla byla vybrána velikost částic 50 μm . Pro paliva byla poté zvolena velikost částic 100 μm . Tyto velikosti byly zvoleny pro snadnou dosažitelnost v laboratořích ÚEnM.

Příprava surovin byla prováděna několika po sobě jdoucími operacemi. První operace byla proměření velikosti částic vstupních surovin. Tato velikost byla proměřena na přístroji Mastersizer 3000 od společnosti Malvern. Na základě této analýzy byly suroviny nadále mlety a sítovány. Druhá operace bylo mletí na kulovém mlýně PM 100 od firmy Retsch. Po namletí byly všechny suroviny sušeny v sušárně při 60 °C po 20 minut. Po uplynutí této doby byly suroviny sítovány přes síto s velikostí oka 100 μm . Další operací byla kontrola velikosti částic propadlé frakce sítem opět pomocí přístroje Mastersizer 3000. Suroviny byly měřeny jako disperze v rozpouštědle butan-2-ol. V případě, že se daná surovina rozpouštěla v tomto rozpouštědle, byl použit jako rozpouštědlo hexan. Jako výsledek byl poté použit průměr z deseti měření, který obsahoval hodnotu Dx 10, Dx 50 a Dx 90. Čísla 10, 50 a 90 poté značí procentuální zastoupení částic, které jsou menší než hodnota daného Dx. Výsledky jednotlivých měření jsou uvedeny v tabulce 9 a ukázkový graf distribuce částic je poté na obrázku 3. Všechny grafy distribuce částic jsou poté uvedeny v příloze 1.

Tabulka 9 Velikosti částic jednotlivých komponent.

Komponenta	Rozpouštědlo	Dx10 [μm]	Dx50 [μm]	Dx90 [μm]
Benzoát sodný	IPA	18,7	55,2	119
Benzoát draselný	Hexan	5,83	26,8	96,3
KFCN	IPA	11,0	30,8	79,1
Kyselina gallová	Hexan	29,2	68,1	116
Salicylát sodný	IPA	20,9	57,6	104
Chlorečnan draselný	IPA	9,54	24,8	56,0
Chloristan draselný	IPA	25,1	47,2	86,8

Protože přístroj Mastersizer 3000 měří velikost částic jako ekvivalentní objem kulové částice, mohou být hodnoty Dx90 větší než 100 μm , jelikož částice mohli mít jehlicový tvar.

**Obrázek 3 Graf distribuce částic benzoátu draselného.**

2.4 Homogenizace surovin

Jednotlivé suroviny pro přípravu složí byly naváženy na analytických vahách s přesností na desetiny gramu. Pro přípravu složí k měření citlivostních charakteristik byla hmotnost slože 2 g. Pro přípravu složí, které byly následně laborovány do náložek byla velikost šarže maximálně 120 g. Homogenizace probíhala v třidimenzionálním mísiči Turbula při 53 otáčkách za minutu po dobu 5 minut. Homogenita slože byla po smíchání kontrolována opticky, a to především u složí obsahující KFCN. U ostatních složí, kde byly obě suroviny bílé homogenita kontrolována zkouškou plamenem.

2.5 Použité přístroje vyhodnocování manipulačních charakteristik

Pro vyhodnocení všech hodnocených charakteristik byla použita metoda porovnání. Jako porovnávací slož byla vybrána slož ze zábleskové výbušky V-5, protože se jedná o průmyslově vyráběnou slož. Tato slož je složena z hořčíku MPF4 s obsahem 60 ± 5 hm% a směsi chlorečnanu draselného a grafitu v poměru 30:1 v hmotnostním zastoupení 40 ± 4 hm%. Komponenty této slož jsou poté míchány přes síto s velikostí oka 0,5 mm.

Z důvodu časové náročnosti byly citlivostní charakteristiky slož V-5 měřeny na 10% hladinu pravděpodobnosti iniciace a ostatní slož byly poté měřeny na té stejné hladině. Výsledek poté udával, zda je slož citlivější nebo méně citlivá oproti složi V-5. Jediný rozdíl byl u měření citlivosti k elektrostatické jiskře, jelikož při určitém nastavení jiskřiště prochází vzorkem určitá energie, která se liší s každou složi. Proto byla citlivost k elektrostatické jiskře měřena na velikost energie odpovídající 10% pravděpodobnosti iniciace slož V-5.

2.5.1 Citlivost k nárazu

Měření citlivosti k nárazu bylo prováděno na přístroji BFH-12 od firmy OZM Research. Jedná se o pádové kladivo typu BAM odpovídající dle ČOS 137601 7:14[28]. K měření bylo použito 5 kg závaží. Měření bylo prováděno na pilníkových sestavičkách[27].

2.5.2 Citlivost ke tření

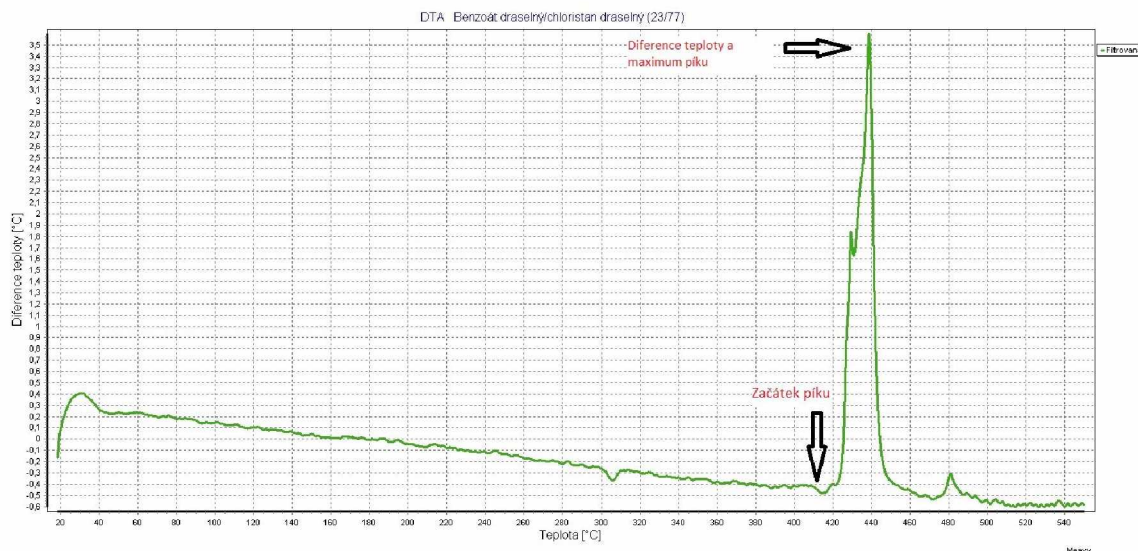
Citlivost ke tření byla stanovována na třecím přístroji typu FSA-12 od firmy OZM Research odpovídající ČOS 137601 7:15[29]. U měření citlivosti slož V-5 byla hledána hodnota třecí síly, při které došlo jednou z deseti pokusů k iniciaci. Touto třecí silou byly poté proměřovány ostatní slož.

2.5.3 Citlivost k elektrostatické jiskře

Citlivost k elektrostatické jiskře byla měřena na přístroji ESD 2008A od firmy OZM Research, který odpovídá ČOS 137601 7:16[30]. Měření bylo prováděno v tlumeném módu, který je vhodný pro pyrotechnické slož a působí spíše teplem.

2.5.4 Diferenční termická analýza

DTA byla prováděna v píčkách s lineární rychlostí ohřevu $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ a přístupu atmosféry do teploty $550\text{ }^{\circ}\text{C}$. Navážku vzorků byla 10 mg. Z výsledných termogramů byl vyhodnocován začátek exotermického píku, jeho maximum a difference teplot, jak je znázorněno na obrázku 4. Všechny výsledné termogramy jsou poté v příloze 2.



Obrázek 4 Vzorový termogram.

2.6 Měření vzdušných rázových vln, tlakové impulsu a světelného záblesku

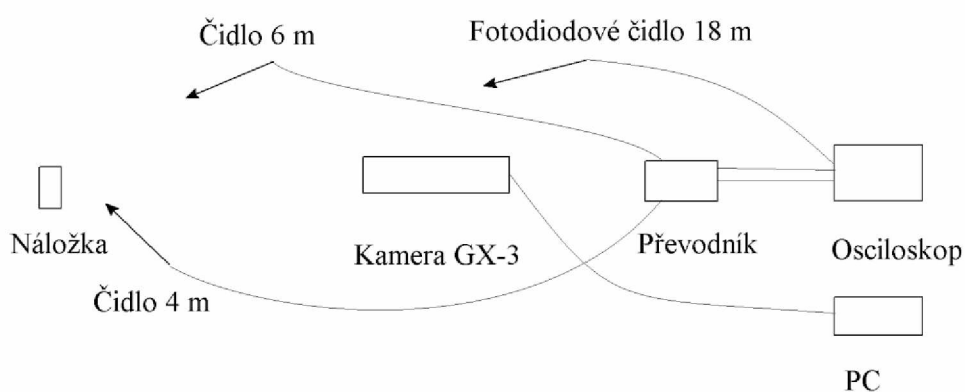
Iniciace náložek byla zaznamenávána pomocí rychlosnímkující kamery GX-3 s rychlostí snímkování 6000 snímků za sekundu. Dopadající přetlak byl měřen pomocí tlakových senzorů PCB Piezotronics ICP 137A23 (tzv. „tužek“), umístěných ve výšce 1 metru a vzdálenosti 4 a 6 metrů od náložky. Náložka byla umístěna jeden metr nad zemí, v kovové konstrukci o velikosti 2x2 metry. Tlaková čidla byla připojena na převodník PCB Piezotronics 482A22, který byl napojený na osciloskop Tektronix MDO 3034. Světelný záblesk byl měřen pomocí fotodiodového čidla umístěného ve vzdálenosti 18 metrů. V tabulce 10 jsou poté souhrnně popsány vzdálenosti jednotlivých čidel. Triggerování kamery bylo provedeno ručně, zatímco triggerování osciloskopu bylo provedeno elektromagnetickou cívkou, reagující na aktivační impuls z roznětnice. Vyhodnocení záznamu bylo provedeno pomocí scriptu napsaném v prostředí Octave 5.1.0.0. Ze záznamu přetlaku na čase byly vyhodnoceny časy příchodu rázové vlny na čidlo a velikost přetlaku. Ze záznamu přetlaku byl poté integrálním počtem generován záznam impulsu na čase, ze kterého byly vyhodnoceny velikosti impulsů první přetlakové fáze rázové vlny na čidlech a ze záznamu světelného záblesku byl vyhodnocen buď čas přesaturování čidla či maximální velikost napětí vstupujícího z čidla do osciloskopu. U složí, kde bylo zaznamenáno přesaturování čidla a maximální napětí, byly hodnoty průměrovány z hodnot k sobě příslušných. V případě, že nebyl světelný impuls zaznamenán a výsledek byl roven nule, nebyla tato hodnota počítána do průměru. Vzorové záznamy přetlaku, impulsu a světelného záblesku jsou znázorněny na obrázcích 6 až 9.

Ze záznamů z rychlosnímující kamery bylo vždy vybráno 6 snímků. První tento snímek byl vždy snímek před prvním viditelným zábleskem. Druhý snímek poté zachycuje první viditelný záblesk. Další snímky jsou poté 5, 25, 50 a 500 snímků od prvního viditelného záblesku. Toto snímkování odpovídá 0,8 ms, 4 ms, 8 ms a 80 ms. Ukázkový záznam je znázorněn na obrázku 6, záznamy všech složí jsou poté v příloze 3. Na obrázku 5 je poté stručně znázorněné schéma zapojení měřicí aparatury.

Pro měření rázových vln byly průměrovány hodnoty, pokud možno, z pěti naměřených ran. Bohužel například slože SalNa/KP se podařilo zaznamenat pouze čtyři rány a u slože BenK/KP nezaznamenal osciloskop dopadající přetlak na prvním čidle. Vzor záznamu vzdušných rázových vln, impulzu a světelného záblesku je na obrázku 7. Záznamy vzdušných rázových vln a impulzu jsou poté v příloze 5 a 6. V příloze 4 jsou souhrnně ukázány záznamy slože V-5.

Tabulka 10 Vzdálenosti jednotlivých čidel od náložky

Čidlo	Vzdálenost [m]
PCB Piezotronics ICP 137A23	4
PCB Piezotronics ICP 137A23	6
Fotodiodové čidlo	18



Obrázek 5 Schéma měření vzdušných rázových vln.



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku

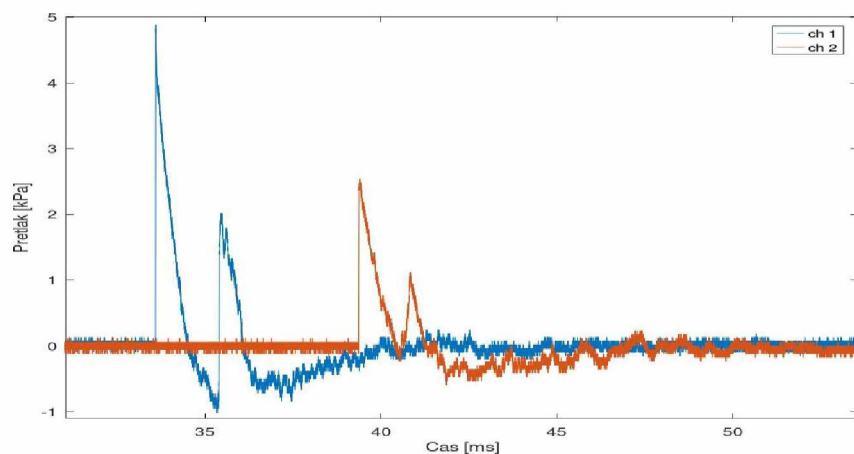


e) 8 ms po prvním záblesku

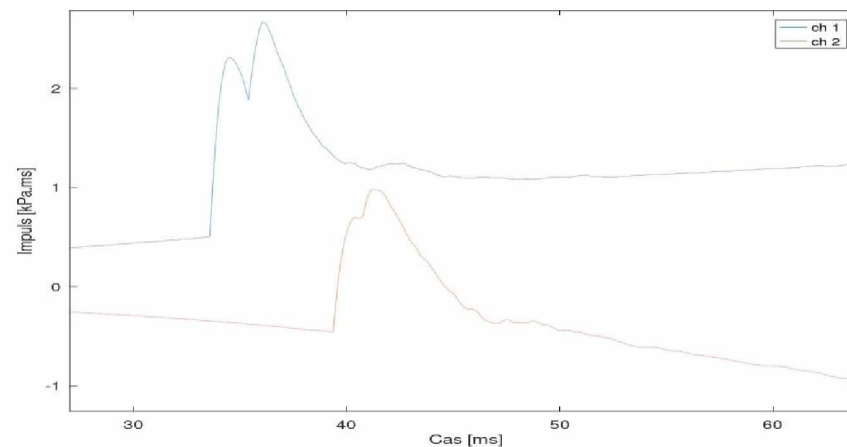


f) 80 ms po prvním záblesku

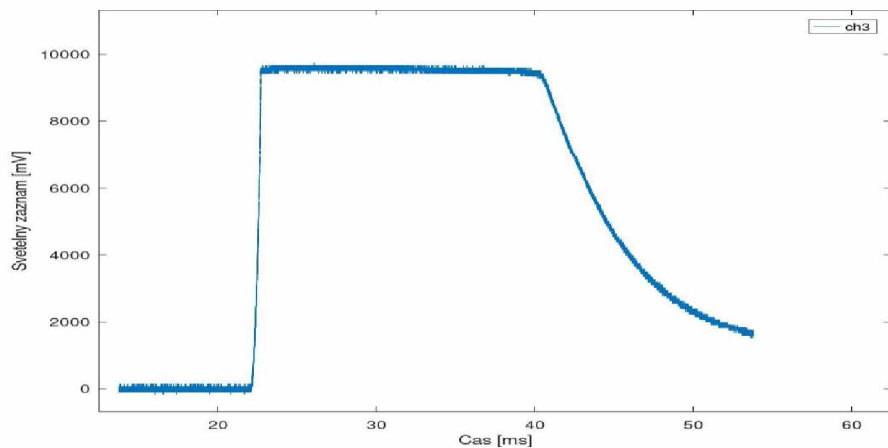
Obrázek 6 Záznam iniciace náložky se složí V-5.



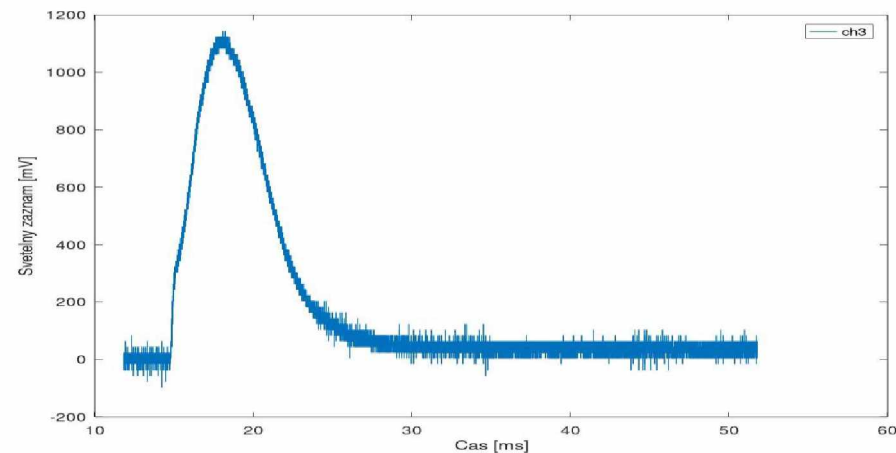
a) Záznam přetlaku na čase pro slož V-5



b) Záznam impulsu na čase pro slož V-5



c) Záznam světelného záblesku pro slož V-5. Ze záznamu je patrné přesaturování čidla.



d) Záznam světelného záblesku pro slož BenK/KC. Z tohoto typu záznamu byla vyhodnocena maximální hodnota proudu.

Obrázek 7 Vzorové záznamy.

2.7 Laborace složí do náložek

Homogenizované slože byly laborovány do papírových dutinek paralelního návínů o síle stěny 3 mm a dlouhých 10 cm. Tyto dutinky byly před laborací vysušeny v sušárně po dobu jedné hodiny při teplotě 60 °C. Po této době bylo do dutinky nalisováno papírové víko s připevněným palníkem EPZ-2S posíleným kouskem stopiny a následně přilepeno lepidlem na papír. Poté bylo do dutinky nasypáno 20 g slože a následně nalisováno a přilepeno víko tvořící dno náložky. Hloubka zálisu byla volena tak, aby slož uvnitř dutinky nebyla nalisovaná, ale volně sypaná. Lepidlo se poté nechalo minimálně 24 hodin při 22 °C schnout. Obrázek připravené náložky je na obrázku 8.



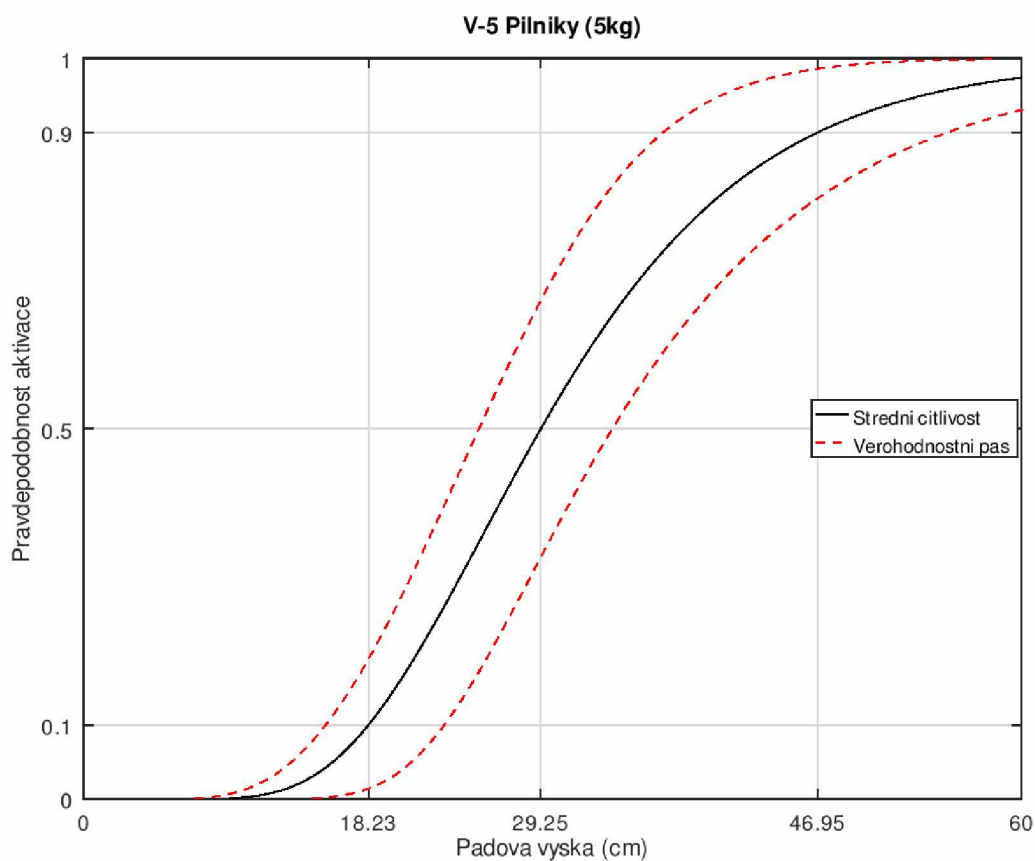
Obrázek 8 Ukázka hotové náložky.

3 VÝSLEDKOVÁ ČÁST

V této kapitole jsou popsány jednotlivé výsledky měření uvedených v experimentální části.

3.1 Citlivost k nárazu

Pro citlivost k nárazu byla nejdříve změřena citlivostní křivka složky V-5, která je zobrazena na obrázku 9, pomocí alternativní metody vyhodnocení – metodou maximálního přiblížení. Po změření citlivostní křivky byla zpětně dohledána a experimentálně potvrzena pádová energie pro 10% pravděpodobnost iniciace. Tato energie je 8,25 J (pádová výška 16,5 cm). Na této zjištěné hladině byly poté proměřeny ostatní složky. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 11.



Obrázek 9 Pádová citlivostní křivka složky V-5.

Tabulka 11 Počet iniciací po nárazu 5 kg kladiva z 10 pokusů na hladině E₁₀ slože V-5.

Slož	Počet iniciací z 10 pokusů
BenK/KC	2
BenK/KP	1
BenNa/KC	1
BenNa/KP	0
KFCN/KC	5
KFCN/KP	1
Gal/KC	0
Gal/KP	0
SalNa/KC	1
SalNa/KP	1

3.2 Citlivost ke tření

Nejdříve byla změřena hladina iniciace tření silou, při které došlo jednou z deseti pokusů k iniciaci slože V-5. Hodnota této třecí síly byla 288 N. Touto třecí silou byly poté proměřeny ostatní složky. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 12.

Tabulka 12 Počet iniciací třením o síle 288 N.

Slož	Počet iniciací z 10 pokusů
V-5	1
BenK/KC	10
BenK/KP	5
BenNa/KC	10
BenNa/KP	6
KFCN/KC	10
KFCN/KP	10
Gal/KC	10
Gal/KP	8
SalNa/KC	10
SalNa/KP	8

3.3 Citlivost k elektrostatické jiskře

Výsledky měření a jsou uvedeny v tabulce 13. U měření slože KFCN/KC a KFCN/KP došlo k iniciaci 10 pokusů z 10 již při menší energii. Proto nebyla energie dále zvedána k energii 10% pravděpodobnosti iniciace slože V-5, která byla z 10 pokusů průměrně 40 mJ. Z tohoto důvodu byly hledány takové parametry výboje, které by se co nejvíce blížily této energii. Z těchto energií byl poté brán celkový průměr z 10 pokusů.

Tabulka 13 Výsledky měření citlivost k elektrostatické jiskře.

Slož	Průměrná energie [mJ]	Iniciace z 10 pokusů
V-5	40	1
BenK/KC	40	0
BenK/KP	40	4
BenNa/KC	40	0
BenNa/KP	38	1
KFCN/KC	25	10
KFCN/KP	30	10
Gal/KC	40	6
Gal/KP	40	4
SalNa/KC	40	0
SalNa/KP	43	1

3.4 DTA

Výsledky diferenční termické analýzy jsou uvedeny v tabule 14. Zároveň jsou všechny termogramy zkoumaných složek vloženy v příloze.

Tabulka 14 Výsledky diferenční termické analýzy.

Slož	Typ píku	Start píku [°C]	Maximum píku [°C]	Maximální diference [°C]
V-5	Endo	337,29	343,96	-0,9
BenK/KC	Exo	345,34	392,10	6,65
BenK/KP	Exo	421,07	438,68	3,60
BenNa/KC	Exo	334,44	369,91	22,79
BenNa/KP	Exo	398,64	454,32	3,06
KFCN/KC	Exo	279,27	286,66	23,80
KFCN/KP	Exo	323,69	338,53	34,42
Gal/KC	Exo	202,03	216,85	8,15
Gal/KP	Exo	321,97	377,54	1,7
SalNa/KC	Exo	267,47	306,46	2,82
SalNa/KP	Exo	313,12	344,00	0,77

3.5 Vzdušné rázové vlny, čas příchodu na čidlo a impulz

Naměřené hodnoty přetlaků vzdušných rázových vln, jejich doby příchodu na čidlo a impulzu jsou znázorněny v tabulkách 15 až 17. Z rozdílů časů příchodů a vzdálenosti mezi čidly byla následně spočítána rychlost rázové vlny.

Tabulka 15 Naměřené hodnoty parametrů VRV složky V-5.

Slož-rána	čas příchodu na čidlo [ms]		Přetlak na čidle [kPa]		Impulz na čidle [kPa.ms]		Rychlost RV [m/ms]
	1	2	1	2	1	2	
V5-1	33,58	39,37	4,88	2,54	1,81	1,16	0,35
V5-2	32,83	38,85	4,17	2,38	1,79	1,12	0,33
V5-3	28,36	34,43	4,36	2,47	2,63	1,66	0,33
V5-4	31,49	37,61	4,76	2,40	1,94	1,49	0,33
V5-5	32,04	38,22	3,78	2,28	1,65	1,41	0,32
Průměr	31,66	37,69	4,39	2,41	1,96	1,37	0,33

Tabulka 16 Naměřené hodnoty parametrů VRV chlorečnanových složí.

Slož-rána	čas příchodu na čidlo [ms]		Přetlak na čidle [kPa]		Impulz na čidle [kPa.ms]		Rychlost RV [m/ms]
	1	2	1	2	1	2	
BenNa/KC-1	18,48	24,19	4,12	2,05	1,60	0,79	0,35
BenNa/KC-2	17,92	23,65	3,68	2,06	1,22	0,80	0,35
BenNa/KC-3	19,61	25,32	4,18	2,31	1,38	0,89	0,35
BenNa/KC-4	17,73	23,82	4,68	2,60	1,57	0,84	0,33
BenNa/KC-5	17,56	23,74	3,80	2,18	1,42	0,89	0,32
Průměr	18,26	24,14	4,09	2,24	1,44	0,84	0,34
KFCN/KC-1	14,90	20,63	4,18	2,35	1,35	0,87	0,35
KFCN/KC-2	14,60	20,32	4,48	2,54	1,46	0,99	0,35
KFCN/KC-3	14,88	20,61	4,36	2,56	1,44	1,01	0,35
KFCN/KC-4	14,60	20,32	3,90	2,12	1,34	0,87	0,35
KFCN/KC-5	14,72	20,47	3,97	2,39	1,29	0,81	0,35
Průměr	14,74	20,47	4,18	2,39	1,38	0,91	0,35
Gal/KC-1	20,28	25,99	3,70	2,13	1,18	0,74	0,35
Gal/KC-5	19,47	25,18	3,52	1,70	0,92	0,56	0,35
Gal/KC-6	18,78	24,52	4,79	2,51	1,20	0,78	0,35
Průměr	19,51	25,23	4,00	2,11	1,10	0,69	0,35
SalNa/KC-1	15,73	21,93	4,50	2,05	1,50	0,90	0,32
SalNa/KC-2	13,71	19,84	3,44	1,89	1,29	0,72	0,33
SalNa/KC-3	15,62	21,85	3,39	2,18	1,33	0,90	0,32
SalNa/KC-4	15,09	21,31	3,95	2,38	1,46	0,88	0,32
SalNa/KC-5	12,93	19,29	3,89	1,95	1,19	0,88	0,31
Průměr	14,62	20,85	3,83	2,09	1,35	0,86	0,32
BenK/KC-1	17,50	23,78	4,32	2,69	1,63	1,27	0,32
BenK/KC-2	16,81	23,05	5,17	2,47	1,56	1,20	0,32
BenK/KC-3	16,01	22,12	5,35	2,57	1,60	1,05	0,33
BenK/KC-4	17,59	23,83	4,53	2,48	1,61	1,07	0,32
BenK/KC-5	17,30	23,45	4,52	2,19	1,20	0,98	0,33
Průměr	17,04	23,25	4,78	2,48	1,52	1,11	0,32

Tabulka 17 Naměřené hodnoty parametrů VRV chloristanových složí.

Slož-rána	čas příchodu na čidlo [ms]		Přetlak na čidle [kPa]		Impulz na čidle [kPa.ms]		Rychlost RV [m/ms]
	1	2	1	2	1	2	
BenNa/KP-1	23,84	29,57	3,51	2,01	1,16	0,75	0,35
BenNa/KP-2	26,60	32,30	4,04	2,10	1,11	0,70	0,35
BenNa/KP-3	23,34	29,04	3,75	2,02	1,13	0,73	0,35
BenNa/KP-4	23,19	28,89	3,96	2,13	1,21	0,69	0,35
BenNa/KP-5	24,75	30,51	3,55	2,01	1,02	0,70	0,35
Průměr	24,34	30,06	3,76	2,05	1,13	0,71	0,35
KFCN/KP-1	33,71	39,48	3,24	1,90	0,95	0,62	0,35
KFCN/KP-2	38,22	43,97	2,92	1,68	0,82	0,54	0,35
KFCN/KP-3	39,60	45,36	3,38	1,50	0,76	0,42	0,35
KFCN/KP-4	32,67	38,43	3,14	1,75	0,94	0,59	0,35
KFCN/KP-5	33,04	38,81	2,72	1,64	0,83	0,53	0,35
Průměr	35,45	41,21	3,08	1,69	0,86	0,54	0,35
SalNa/KP-1	30,60	36,86	2,91	1,67	0,87	0,58	0,32
SalNa/KP-2	38,26	44,46	2,87	1,41	0,88	0,45	0,32
SalNa/KP-3	30,37	36,60	3,23	1,66	0,93	0,56	0,32
SalNa/KP-4	42,46	48,70	1,81	1,30	0,43	0,37	0,32
Průměr	35,42	41,66	2,71	1,51	0,78	0,49	0,32
BenK/KP-1	25,64	31,77	2,63	1,62	0,81	0,51	0,33
BenK/KP-2	30,92	37,05	- ¹	1,90	- ¹	0,61	0,33
BenK/KP-3	24,72	30,85	3,65	2,38	1,40	1,01	0,33
BenK/KP-4	24,72	30,86	3,66	2,37	1,30	0,99	0,33
BenK/KP-5	26,05	32,49	3,33	1,83	1,03	0,61	0,31
Průměr	26,41	32,60	3,32	2,02	1,14	0,75	0,32

3.6 Velikost světelného záblesku

Velikost světelného záblesku byla určována buď dobou přesaturování optického čidla nebo velikostí napětí vstupujícího z čidla do osciloskopu. V tabulce 18 a 19 jsou ukázány všechny záznamy.

¹ Z důvodu chyby při ukládání dat nebyl zaznamenán maximální přetlak na prvním tlakovém čidle, proto nemohl být vypočítán ani impulz této rány.

Tabulka 18 Velikost světelných záblesků pro chlorečnanové slože s porovnáním se složí V-5.

Pokus	V-5	jednotky	BenNa/KC	jednotky	BenK/KC	jednotky	KFCN/KC	jednotky	Gal/KC	jednotky	SalNa/KC	jednotky
1	6,9	ms	221,8	mV	0,0	mV	251,7	mV	0		0	
2	17,7	ms	6,9	ms	406,3	mV	250,7	mV	398,4	mV	143,1	mV
3	11,5	ms	223,5	mV	403,2	mV	308,8	mV	543,6	mV	167,9	mV
4	8,9	ms	0 ²		525,5	mV	352,5	mV	0		162,3	mV
5	11,4	ms	0		378,8	mV	334,3	mV	0		153,6	mV
Průměr	11,3	ms	222,7	mV	342,8	mV	299,6	mV	188,4	mV	125,4	mV

Tabulka 19 Velikost světelných záblesků pro chloristanové slože s porovnáním se složí V-5.

Pokus	V-5	jednotky	BenNa/KP	jednotky	BenK/KP	jednotky	KFCN/KP	jednotky	SalNa/KP	jednotky
1	6,9	ms	407,5	mV	426,5	mV	0		403,4	mV
2	17,7	ms	9,2	ms	1313,9	mV	0		304,9	mV
3	11,5	ms	887,9	mV	1112,9	mV	8,2	ms	349,9	mV
4	8,9	ms	663,3	mV	1124,4	mV	648,1	mV	200,0	mV
5	11,4	ms	0		660,7	mV	401,5	mV	0	mV
Průměr	11,3	ms	393,6	mV	927,7	mV	211,6	mV	251,6	mV

² U složí kde nebyl zaznamenán světelný záblesk je hodnota 0 bez jednotek.

4 DISKUZNÍ ČÁST

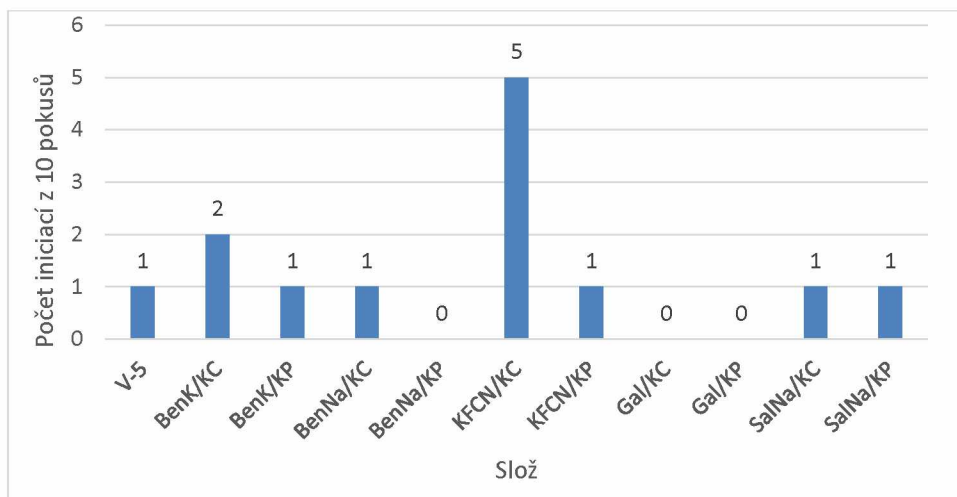
V této kapitole jsou shrnuta a diskutována všechna vyhodnocená data při porovnávání rychle hořících pyrotechnických složí zkoumaných v této práci. Nejdříve je uvedeno porovnání citlivostních charakteristik jednotlivých složí, velikost rázových vln společně s jejich časem příchodu na čidlo a na závěr porovnání těchto složí podle světelného záblesku.

4.1 Manipulační charakteristiky

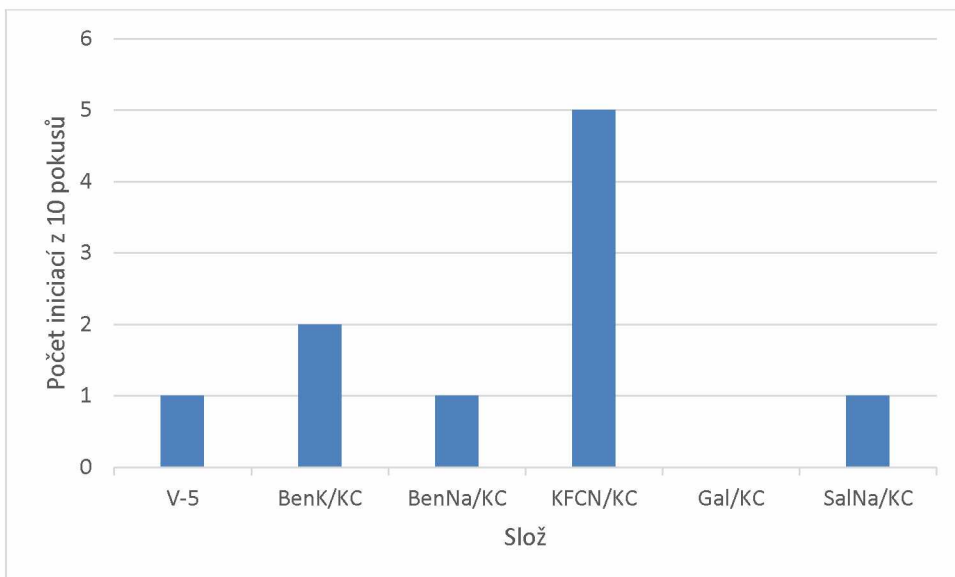
Tato kapitola porovnává citlivostní charakteristiky zkoumaných složí s citlivostmi slože V-5.

4.1.1 Porovnání citlivostí k nárazu

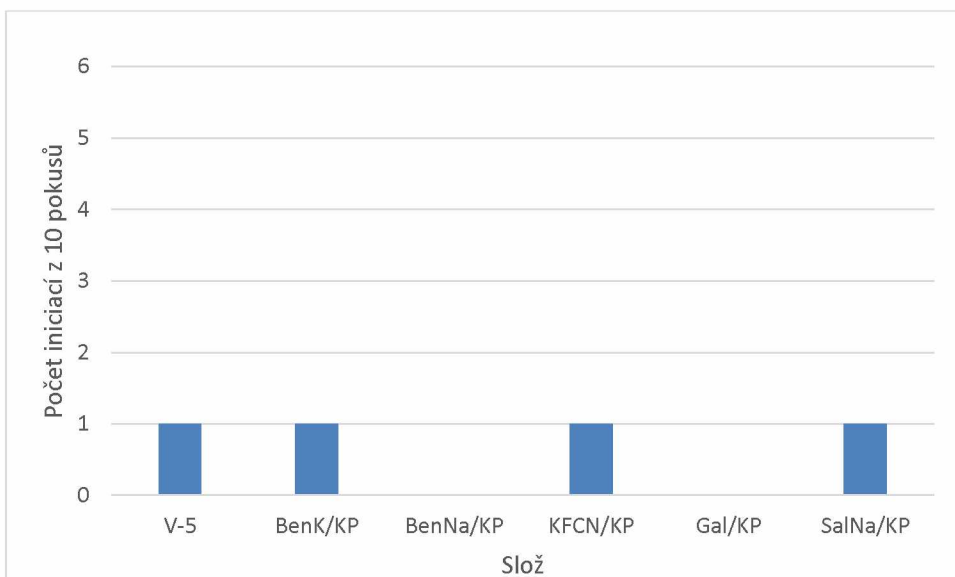
Zkoumané slože byly porovnány podle citlivosti k nárazu. Na obrázku 10 je poté graficky znázorněn výsledek porovnání všech složí. Největší citlivost k nárazu vykazoval vzorek KFCN/KC. Jako druhý poté vzorek BenK/KC. Ostatní vzorky vykazovali stejnou citlivost v porovnání se složí V-5, popřípadě byly méně citlivé. Porovnání složí podle použitého oxidovadla je uvedeno na obrázcích 11 a 12.



Obrázek 10 Grafické znázornění porovnání citlivosti k nárazu pro všechny slože.



Obrázek 11 Graf porovnání citlivostí chlorečnanových složí.



Obrázek 12 Graf porovnání citlivostí pro chloristanové slože.

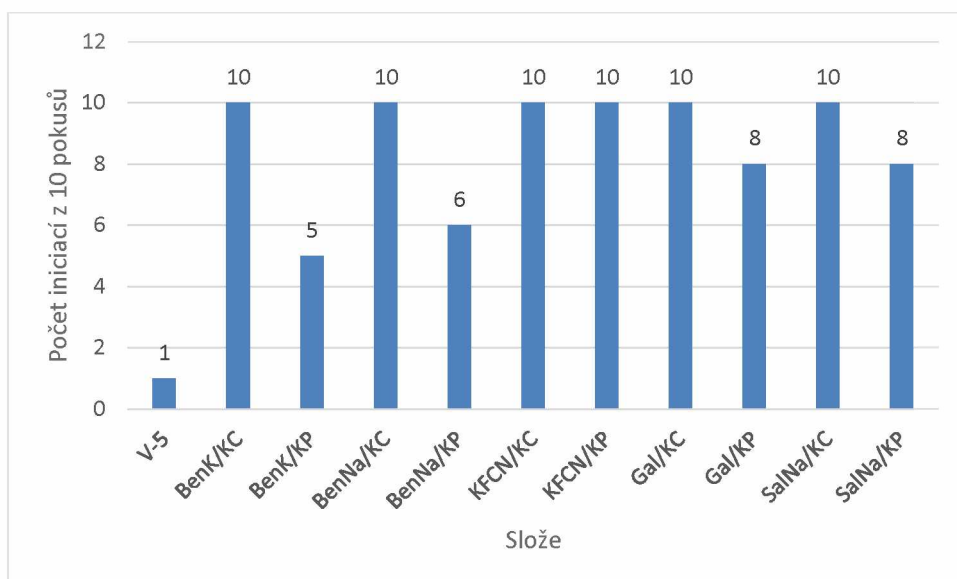
Z výše uvedených grafů je patrné, že slože obsahující chlorečnan, jsou oproti chloristanovým složím citlivější. Dalším faktem je, že u slož V-5 není známá přesná velikost částic jednotlivých komponent a za předpokladu, že jsou komponenty slože V-5 větší lze předpokládat, že v případě použití menších částic surovin pro přípravu slože V-5 by byla tato slož citlivější a na základě tohoto tvrzení říct, že jsou zkoumané slože méně citlivé k nárazu, než slož V-5.

4.1.2 Porovnání citlivostí ke tření

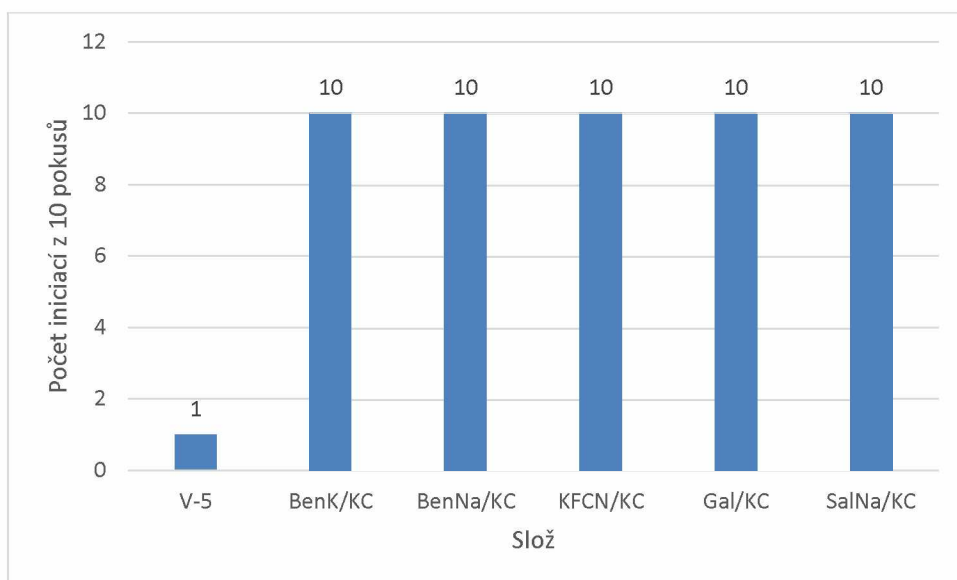
Souhrnný graf ukazující citlivosti ke tření v porovnání s 10% hladinou pravděpodobnosti iniciace slože V-5 je na obrázku 13. Na obrázcích 14 a 15 je porovnání složí s daným typem oxidovadla. Stejně jako v případě citlivosti k nárazu je vidět, že chlorečnanové slože jsou ke

tření citlivější oproti složím chloristanovým. Z uvedený grafů je také vidět, že ke tření jsou obecně nejcitlivější slože obsahující KFCN, které z 10 pokusů byly 10x iniciovány bez ohledu na použité oxidovadlo. Při porovnání dalších složí je také patrné, že například slož BenK/KP je citlivější k nárazu oproti její sodné alternativě, ale v případě citlivosti ke tření je tomu naopak. BenNa/KP je citlivější oproti složi obsahující benzoát draselný a chloristan draselný. Tento fakt lze přisoudit vlivu kationtu tvořící sůl kyseliny benzoové, z důvodu prudšího tání při nárazu, jak je vidět i při porovnání DTA křivek těchto dvou složí, kdy BenK/KP tvoří ostrý pík poměrně blízko počátku, zatímco BenNa/KP tvoří široký pík s maximem až po 50 °C od začátku.

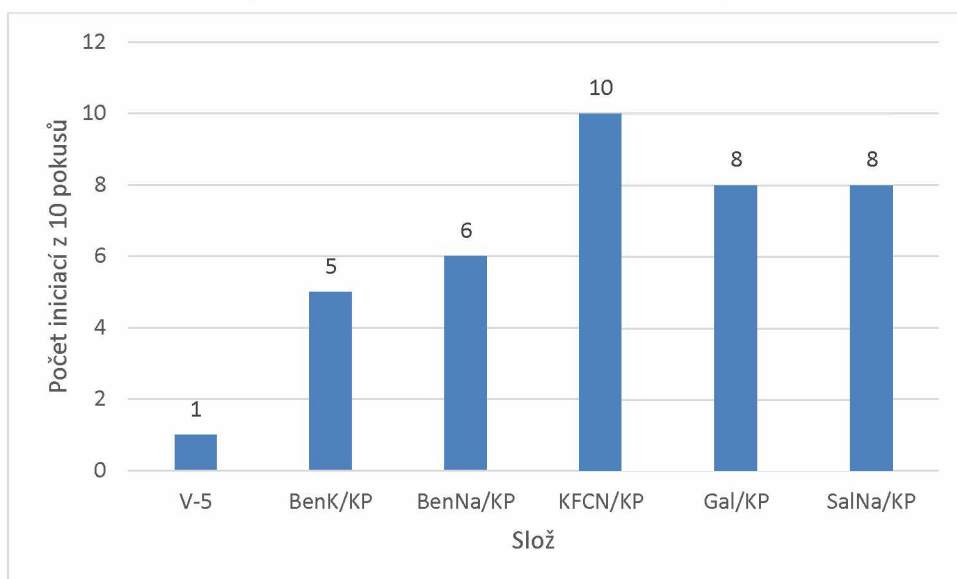
V porovnání citlivostí ke tření a k nárazu však jako nejcitlivější slož lze považovat slož BenK/KC samozřejmě s výjimkou slože KFCN/KC. Dále je nutné vzít na vědomí, že použitá třecí síla měla hodnotu 288 N, což je druhá největší použitelná síla na měřící aparatuře.



Obrázek 13 Souhrnný graf porovnání citlivosti ke tření pro všechny slože.



Obrázek 14 Graf porovnání citlivostí ke tření chlorečnanových složí se složí V-5.



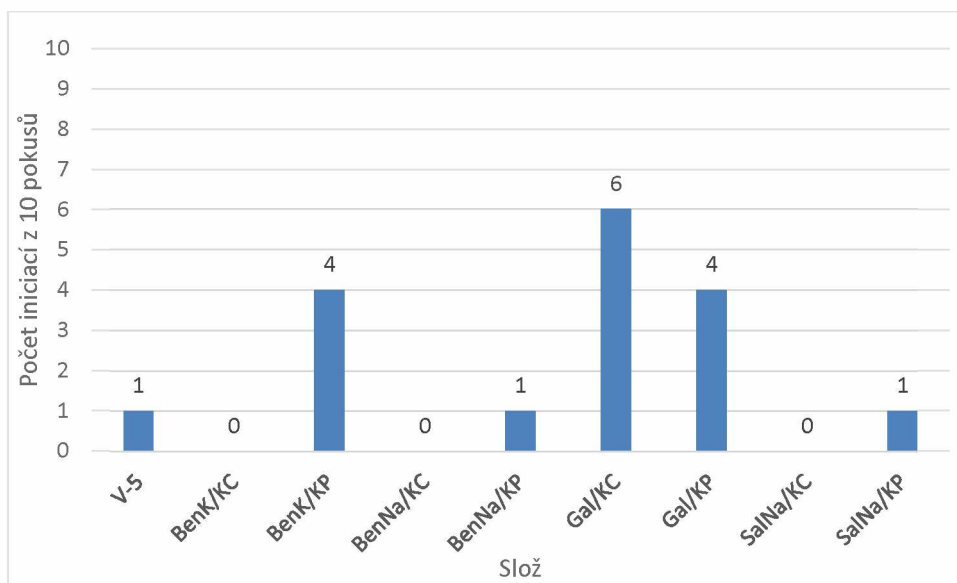
Obrázek 15 Graf porovnání citlivostí ke tření chloristanových složí se složí V-5.

Z naměřených výsledků lze konstatovat, že chlorečnanové slože jsou citlivější ke tření oproti složím chloristanovým. Z těchto složí se nejlépe jeví slože obsahující benzoáty s chloristany, které měli nejnižší počet iniciací a jsou ze zkoumaných složí nejlepší z tohoto manipulačního hlediska. Jako nejhorší (nejcitlivější) jsou poté slože obsahující KFCN.

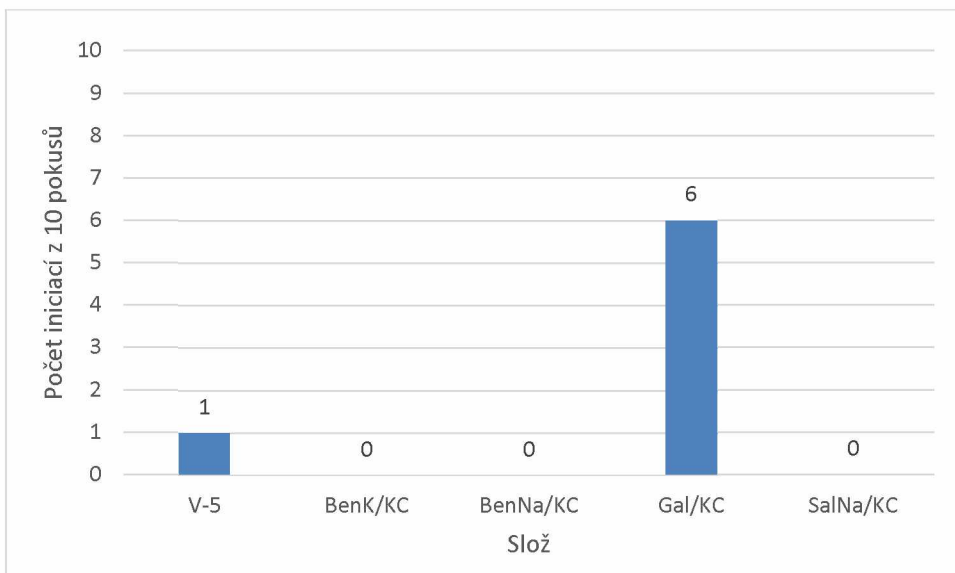
4.1.3 Porovnání citlivosti k elektrostatické jiskře

U měření citlivosti k elektrostatické jiskře byly hledány parametry výboje, které by se nejvíce přiblížily 40 mJ, kterým odpovídala E₁₀ slože V-5. Jedinou výjimkou byly slože obsahující KFCN, protože tyto slože byly již při nižší energii iniciovány 10x z deseti pokusů. Z rešeršní části je známo, že tyto slože jsou iniciovatelné jiskrou o energii v řádek μJ , proto nebylo nutné proměřovat tyto slože i pro energii přibližné hodnotě 40 mJ.

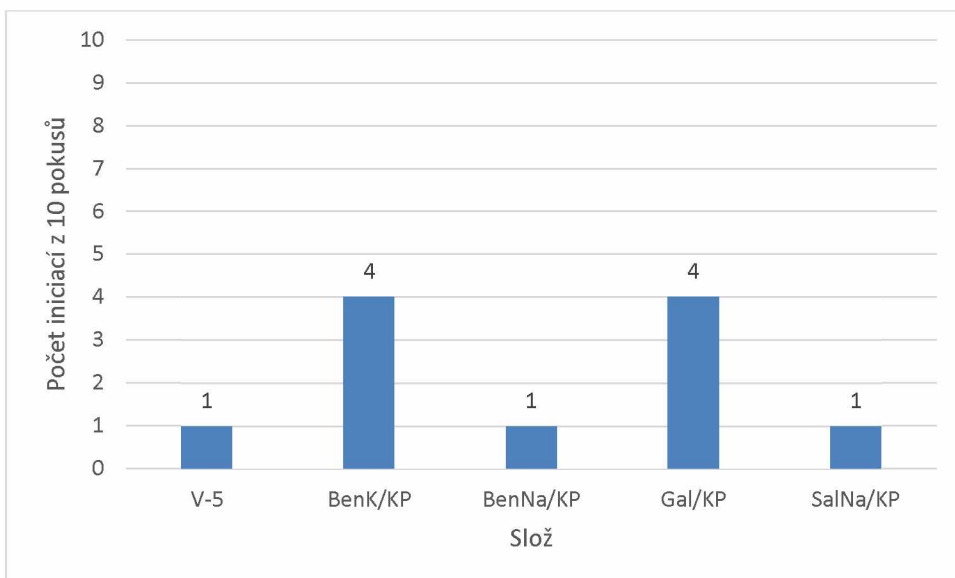
Při nastavení výboje na hodnotu energie iniciační energie slož V-5 docházelo k nárůstu počtu iniciací u některých slož jak je vidět na obrázku 16. Jako nejcitlivější slož v tomto případě vyšla směs kyseliny gallové s chloristanem draselným, která navíc jako jediná ze zkoumaných slož byla iniciována i při menší iniciační energii, které bylo dosaženo při hledání optimálního nastavení parametrů výboje. Kyselina gallová ve směsi s chloristanem draselným taktéž vykazovala větší citlivost, než slož V-5. Citlivost této slož je poté srovnatelná i se slož BenK/KP, která, stejně jako slož Gal/KP, byla iniciována 4x z 10 pokusů. Ostatní slož byly buď svojí citlivostí stejné, či méně citlivé, než standartní slož V-5. Zajímavé je, že oproti citlivostem ke tření a nárazu jsou v případě citlivosti k elektrostatické jiskře citlivější slož obsahující chloristan jako oxidovadlo. Pomineme-li slož obsahující ferrikyanid, tak jediná chlorečnanová slož, která má větší citlivost k elektrostatické jiskře, je slož Gal/KC a všechny ostatní chlorečnanové slož jsou méně citlivé, než slož V-5 jak je vidět na obrázku 17. Chloristanové slož, zobrazené na obrázku 18, jsou poté všechny citlivější, než slož V-5, či jsou procentuálně stejně citlivé. Žádná z chloristanových slož není méně citlivá, než V-5. Každá z těchto slož byla alespoň 1x iniciována z 10 pokusů což může mít za následek větší teplota tání chloristanu draselného.



Obrázek 16 Graf počtu iniciací při změněném nastavení jiskřiště v porovnání se slož V-5.



Obrázek 17 Graf počtu iniciací elektrostatickou jiskrou pro chlorečnanové slože.



Obrázek 18 Graf počtu iniciací elektrostatickou jiskrou pro chloristanové slože v porovnání se složí V-5.

Z naměřených hodnot lze usoudit, že nejlepší slože z tohoto manipulačního hlediska jsou slože obsahující chlorečnan draselný, neboť jsou nejméně citlivé k elektrostatické jiskře. Za nejcitlivější slože poté pokládat slože s obsahem ferrikyanidu draselného bez ohledu na použité oxidovadlo a stejně tak slože obsahující kyselinu gallovou. Ostatní jsou svojí citlivostí srovnatelné nebo méně citlivé, než slož V-5.

4.1.4 DTA

Při měření diferenční termické analýzy docházelo ke tvorbě širokých exotermických píků. Tyto velikosti píků mohou být způsobeny různými fázovými transformacemi použitých organických paliv a jejich pomalou reaktivitou. Jediná slož, která se tomuto trendu vymyká byla slož Gal/KC, která, podobně jako slože s ferrikyanidem, vytvořila ostrý pík a vzbuchla,

neboť také rozbila skleněnou zkumavku, ve které byla uložena v píce. Začátek tohoto píku je na teplotě 202,03 °C, což je nejméně ze všech zkoumaných složí. Tento pík dosahoval své maximální teplotní difference, která činila 8,15 °C, při teplotě 216,85 °C. Při této teplotě nebyl zaznamenán začátek píku žádné jiné slože. Ve směsi s chloristanem draselným už kyselina gallová nevykazovala takovou reaktivitu. Důkazem tohoto může být, že start reakce je při 322 °C a maxima dosahuje tento pík až při 377 °C a teplotní difference je pouhých 1,7 °C. Při porovnání teplotních diferencí mají tuto hodnotu větší obecně chlorečnanové slože v porovnání se složemi chloristanovými. Zároveň toto potvrzuje i nižší počáteční teplota píků a maximální teplota při vrcholku píků. Jako vhodný příklad tohoto tvrzení jsou slože obsahující benzoát sodný. Ten ve složí s chlorečnanem začíná reagovat při 334 °C a maximum píku při 369 °C dosahuje teplotní difference 22,79 °C, zatímco ve složí s chloristanem začíná reakce až při 398 °C a maximum píku při 454 °C dosahuje teplotní difference pouhých 3 °C. Teplotní difference slože BenNa/KC je zároveň největší ze zkoumaných organických paliv. Větší difference vykazovali pouze slože obsahující KFCN. Nejmenších teplotních diferencí dosahovaly vzorky obsahující salicylát sodný, které nepřesahovali 3 °C. V případě směsi SalNa/KP došlo pouze k necelé 0,8 °C teplotní difference, která byla nejnižší ze všech měřených složí, pomineme-li standartní slož V-5, která nebyla v rozsahu 550 °C iniciována. Na termogramu této slože se pouze objevil endotermický pík při 337 °C, což by odpovídalo fázové transformaci chlorečnanu v této složí.

Z naměřených dat lze poté přisuzovat tepelnou stabilitu složí a jejich reaktivitu při iniciaci. Jako nejvíce citlivé se proto jeví opět ferrikyanidové slože společně se složí Gal/KC a dále poté slože benzoátů s chlorečnanem draselným. Teplotně nejstabilnější slože s benzoáty, avšak ve směsích s chloristanem draselným.

4.2 Měření detonačních charakteristik

V této kapitole jsou diskutovány výsledky vyhodnocení parametrů vzdušných rázových vln, vzniklého impulzu první přetlakové fázi rázových vln a světelného záblesku iniciovaných náložek, opět v porovnání se složí V-5.

4.2.1 Vzdušné rázové vlny měřených složí

Další složí, která nebyla proměřena z 5 ran je slož Gal/KC. Tato slož sice byla připravena, ale třikrát z šesti pokusů došlo k selhávce. Po iniciaci došlo pouze k odtržení jednoho či obou vík náložky, jak je vidět na obrázku 19 a slož se pouze vysypala. Tyto selhávky mohla způsobit nadměrná velikost částic, nepřítomnost mikronových částic či tvar částic použité

kyseliny gallové. Co se velikostí částic týká, nebyly částice nijak větší než jiná paliva a například benzoát sodný měl velikost částic větší, ale z grafů distribuce částic je vidět, že benzoát sodný obsahuje malé množství částic s velikostí jednotek mikronů, zatímco kyselina gallová tyto částice neobsahovala. Z tohoto důvodu nebyla připravena slož kyseliny gallové s chloristanem draselným pro další zkoumání.

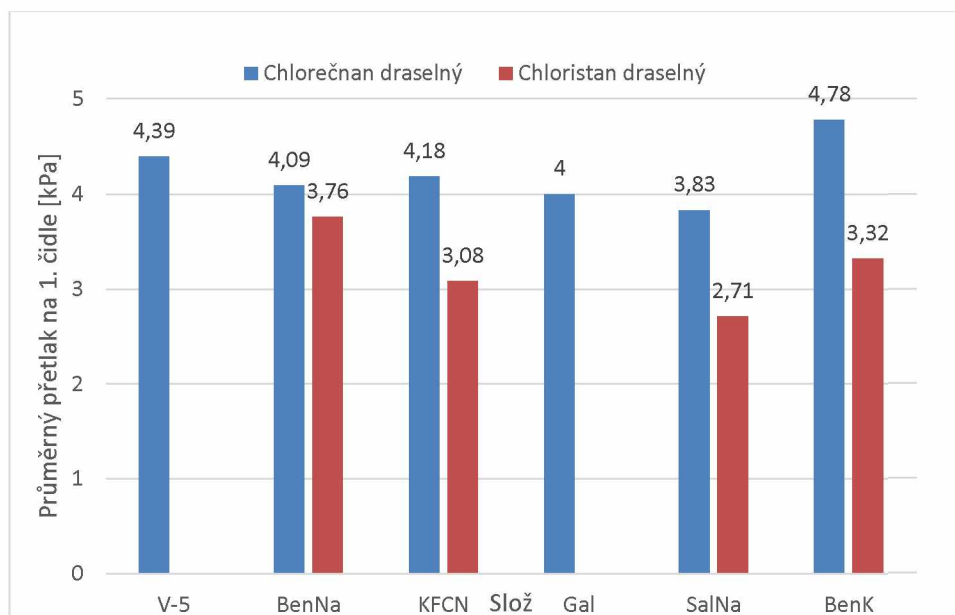


Obrázek 19 Náložky po neúspěšné iniciaci slože Gal/KC.

Z porovnání průměrných přetlaků pro použité slože, které je i graficky znázorněno na obrázku 20 patrné, že opět největších přetlaků dosahují slože obsahující chlorečnan draselný jako oxidovadlo. Z celkového porovnání všech složí svým přetlakem na prvním čidle se jeví slož benzoát draselný ve směsi s chlorečnanem draselným, která dosahuje průměrného přetlaku 4,78 kPa ve vzdálenosti 4 metrů od místa iniciace. Nejmenší hodnotu přetlaku má poté slož SalNa/KP, která má průměrný přetlak 2,71 kPa v té samé vzdálenosti. Salicylát sodný rovněž ve směsi s chlorečnanem draselným vykazoval nejmenší průměrný přetlak a to 3,83 kPa. V porovnání s touto hodnotou se této složi blíží benzoát sodný ve směsi s chloristanem, který dosahuje sice menších 3,76 kPa. Rozdíl 0,07 kPa pak lze pokládat za chybu měření. Z tohoto lze usoudit, že benzoát sodný je lepší palivo v těchto složích, než salicylát sodný. Tento fakt by mohla mít na svědomí hydroxy skupina přítomná na benzenovém jádře salicylátu, o kterou se liší s benzoátem.

Druhou složí vykazující největší přetlak na 4 metrech je slož ferrikyanidu s chlorečnanem dosahující hodnoty 4,18 kPa. Tato hodnota je dosti podobná hodnotě slože BenNa/KC, která má 4,09 kPa. Rozdíl 0,09 kPa opět není nikterak velký. Ve složi s chloristanem však ferrikyanid nedosahuje takových výsledků jako jiné chloristanové slože.

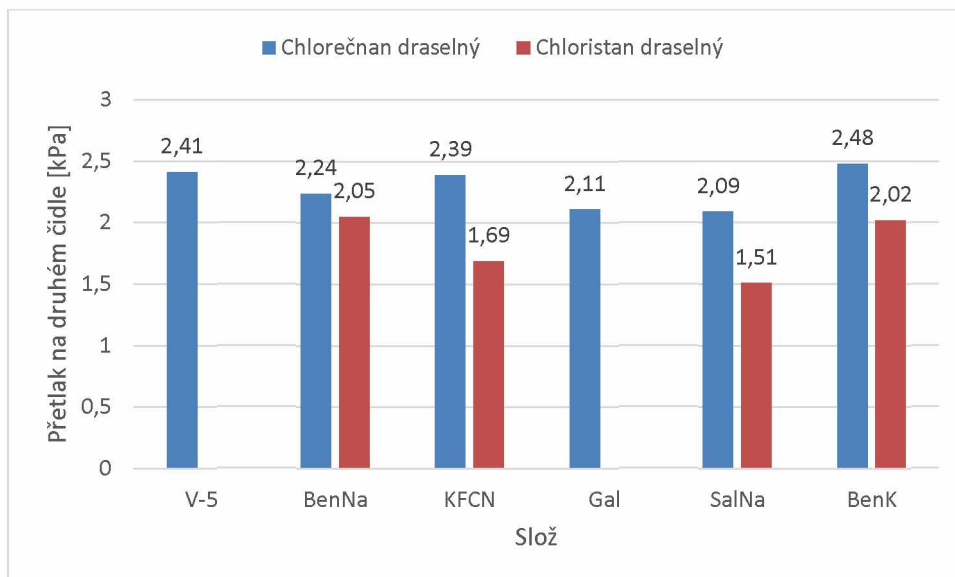
Největší pokles přetlaku na prvním čidle však zaznamenala již zmíněná slož benzoátu draselného, která z hodnoty 4,78 kPa pro směs s chlorečnanem klesla na 3,32 kPa ve složi s chloristanem.



Obrázek 20 Průměrný přetlak rázových vln složí na prvním čidle v porovnání se složí V-5.

U porovnání složí na druhém čidle, umístěném ve vzdálenosti 6 metrů nedošlo k žádné změně oproti již diskutovaným výsledkům na prvním čidle. Hodnoty přetlaku jsou menší, což je zapříčiněno postupným útlumem rázové vlny s narůstající vzdáleností od místa iniciace, ale na výsledcích to nic nemění. Porovnání těchto složí je znázorněno na obrázku 21.

Z naměřených hodnot doby příchodu rázové vlny na čidlo a vzdálenosti čidel od sebe byla vypočítána orientační rychlost rázové vlny, která byla u všech složí podobná, a to v rozmezí 0,32 až 0,35 m/ms. Nelze však s přesností určit pomocí vzdáleností tlakových čidel jakou počáteční rychlost rázová vlna měla, protože tuto hodnotu může ovlivnit jak rychlost útlumu rázové vlny, která nemusí být se vzdáleností lineární a také vliv pevnosti náložky, která může rázovou vlnu trochu zpomalit.

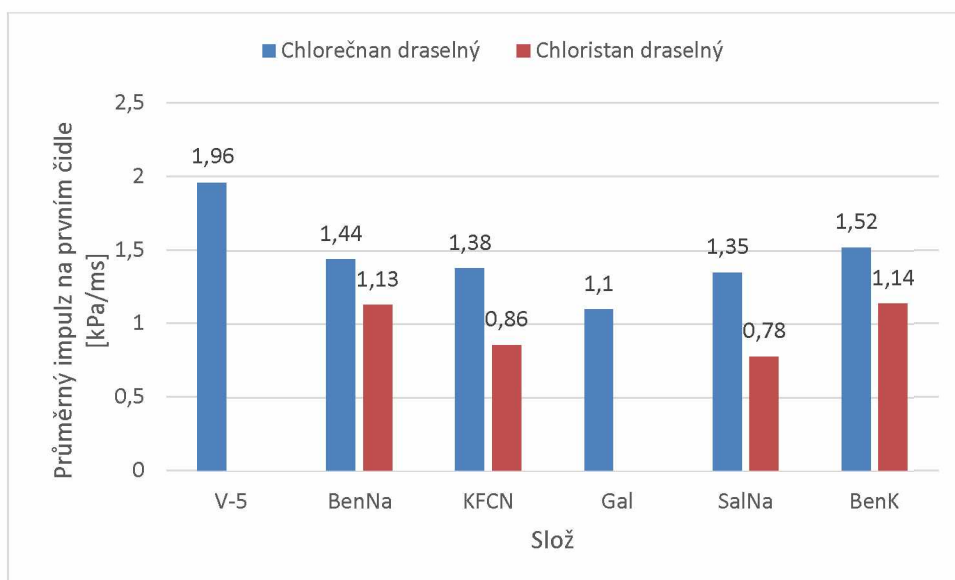


Obrázek 21 Průměrný přetlak rázových vln složí na druhém čidle v porovnání se složí V-5.

4.2.2 Impulz přetlakové fáze

Z obrázku 22, který zobrazuje průměrný impulz všech složí lze pozorovat podobné výsledky jako v případě samotných rázových vln. Protože je impulz závislý také na době trvání, v porovnání se složí V-5, tak se již objevují rozdílné výsledky oproti rázovým vlnám. Zatímco přetlak rázových vln byl u chlorečnanových složí v celku srovnatelný se složí V-5, u impulzu toto již neplatí. Doba trvání přetlakové fáze je u studovaných složí kratší, tím pádem je i menší impulz. Obdobně má největší impulz slož BenK/KC s hodnotou 1,52 kPa/ms, pravděpodobně proto, že tato slož dosahovala i největšího přetlaku na prvním tlakovém čidle. Dalším viditelným faktem z obrázku 22 je skutečnost, že chlorečnanové slože dosahují větších hodnot impulzu oproti chloristanovým, což opět zapříčiňuje větší hodnota přetlakové fáze. Při porovnání jednotlivých složí je vidět, že byť slož Gal/KC dosahovala hodnot přetlaku podobných složí V-5, při porovnání impulzu je tato hodnota téměř poloviční. Zároveň je hodnota impulzu slože Gal/KC nejmenší ze všech chlorečnanových složí a dokonce menší než některé chloristanové slože.

Naproti tomu, slože benzoátu sodného dosahují podobných výsledků jako slože benzoátu draselného. Z toho lze usoudit že doba trvání přetlakové fáze je u složí obsahujících benzoát sodný větší než u draselných analogů. Při porovnání salicylátu sodného s chlorečnanem je však doba trvání přetlakové fáze větší než u slože BenNa/KP, přestože dosahovali podobného přetlaku. Na druhou stranu, slož KFCN/KC, která dosahovala vyššího přetlaku, než slož SalNa/KC, je jejich impulz srovnatelný což znamená pouze kratší dobu trvání přetlakové fáze této slože.

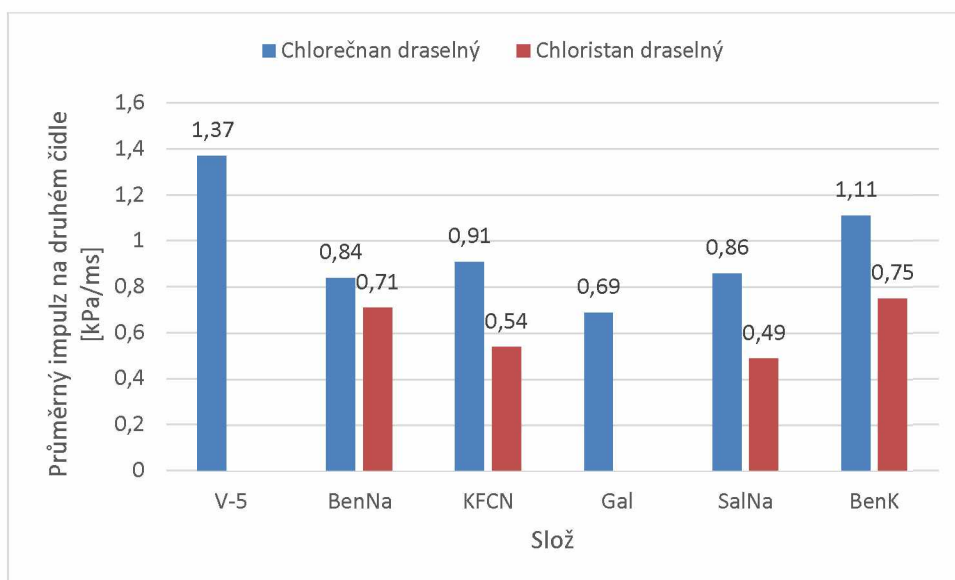


Obrázek 22 Průměrný impulz složí na prvním tlakovém čidle s porovnáním se složí V-5.

Při porovnání průměrných impulzů složí na tlakovém čidle vzdáleném 6 metrů od místa iniciace se již výsledné hodnoty liší více. Jak je vidět na obrázku 23 liší se hodnoty složí a zároveň jejich chování s narůstající vzdáleností. Prvním takovým příkladem je slož BenNa/KC. Této složi klesl impulz nejvíce ze všech zkoumaných složí. Zatímco ve vzdálenosti 4 metrů byl tento impulz druhý největší, ve vzdálenosti 6 metrů je již jeden z nejmenších. Stejně na tom je i slož SalNa/KC, která se v tomto případě chová podobně.

Porovnáním chlorečnanových složí obsahující benzoáty je patrné, že slože s benzoátem ztrácejí svůj impulz rychleji než draselná sůl benzoátu. Ta klesla z 1,52 kPa/ms na 1,11 kPa/ms, zatímco slož BenNa/KC klesla z 1,44 kPa/ms na 0,84 kPa/ms. Z hodnot impulzů lze také vidět, že slož BenK/KC má ve vzdálenosti 6 metrů lehce větší impulz, než slož Gal/KC ve vzdálenosti 4 metrů. Rozdíl 0,01 kPa/ms není velký a může být způsoben například i přesností odečtených hodnot a jejich zaokrouhlením na dvě desetinná místa. Nicméně to nic nemění na tom, že slož BenK/KC má ve větší vzdálenosti srovnatelný impulz se složí Gal/KC v bližší vzdálenosti od místa iniciace.

Rozdílem impulzů na prvním a druhém čidle lze také říct, že impulz chlorečnanových složí klesá rychleji, než u chloristanových složí. Toto tvrzení mohou podporovat rovnice rozkladu použité pro výpočet kyslíkové bilance, kdy u chloristanových složí vzniká větší množství produktů, které mohou zvětšovat čelo rázové vlny a tím i impulz.

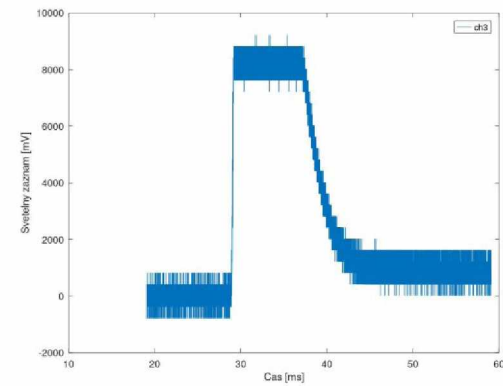
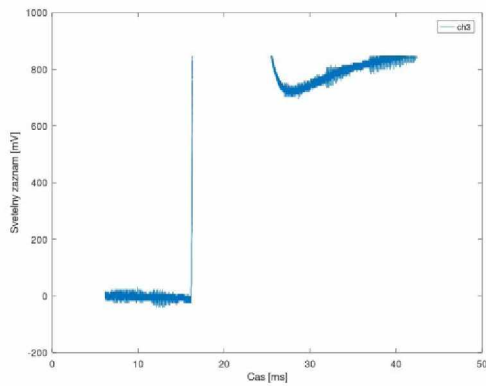
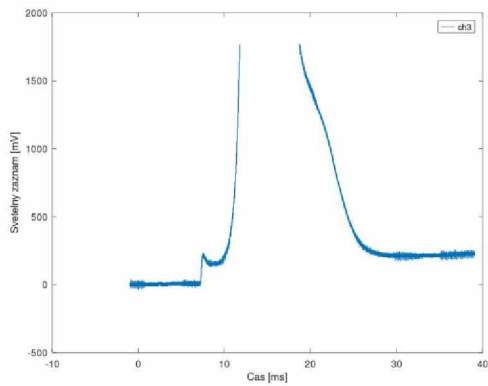


Obrázek 23 Průměrný impulzu složí na druhém tlakovém čidle s porovnáním se složí V-5

4.2.3 Porovnání světelných záblesků

Porovnání světelných záblesků zkoumaných složí je oproti předchozím porovnání poněkud komplikovanější. Především z důvodu nemožnosti sjednocení výsledků a také z důvodu nekompletního zaznamenání některých měření. Z těchto důvodů jsou proto slože vyhodnocovány především subjektivně.

Při pozorování slože V-5 a její vyhodnocení docházela ve všech případech k přesaturování světelného čidla. Průměrná doba této přesaturace je 11,2 ms. V-5 je standartní zábleskovou slož, kde je záblesk tvořen vysokou teplotou způsobenou kovovým palivem. Z toho důvodu je zřejmé, že použité slože nebudou dosahovat takovýchto výsledků, protože neobsahují částice, které by zářily. Tento jev lze pozorovat i v příloze 3 na obrázcích zachycujících průběh experimentů, především pak na porovnání pořizovaných fotek odpovídající 50 snímkům od prvního viditelného záblesku. Nicméně u třech složí došlo k přesaturování čidla. Byly jimi BenNa/KP, BenNa/KC a KFCN/KP. U těchto složí k tomuto jevu došlo pouze jednou a tento jev mohla mít na svědomí dutinka, u které mohlo při iniciaci docházet k trhání stěny ve směru světelného čidla, na které poté plameny iniciované slože mohli zářit intenzivněji po delší dobu. U slože BenNa/KC byla pak tato hodnota byla 6,9 ms, u slože BenNa/KP 9,2 ms a u slože KFCN/KP 8,2 ms. Oproti složí V-5 jsou to kratší doby, avšak jiné slože se takto nezachovali. Vybrané fotografie těchto experimentů společně s grafy přesaturování jsou zobrazeny na obrázku 24.



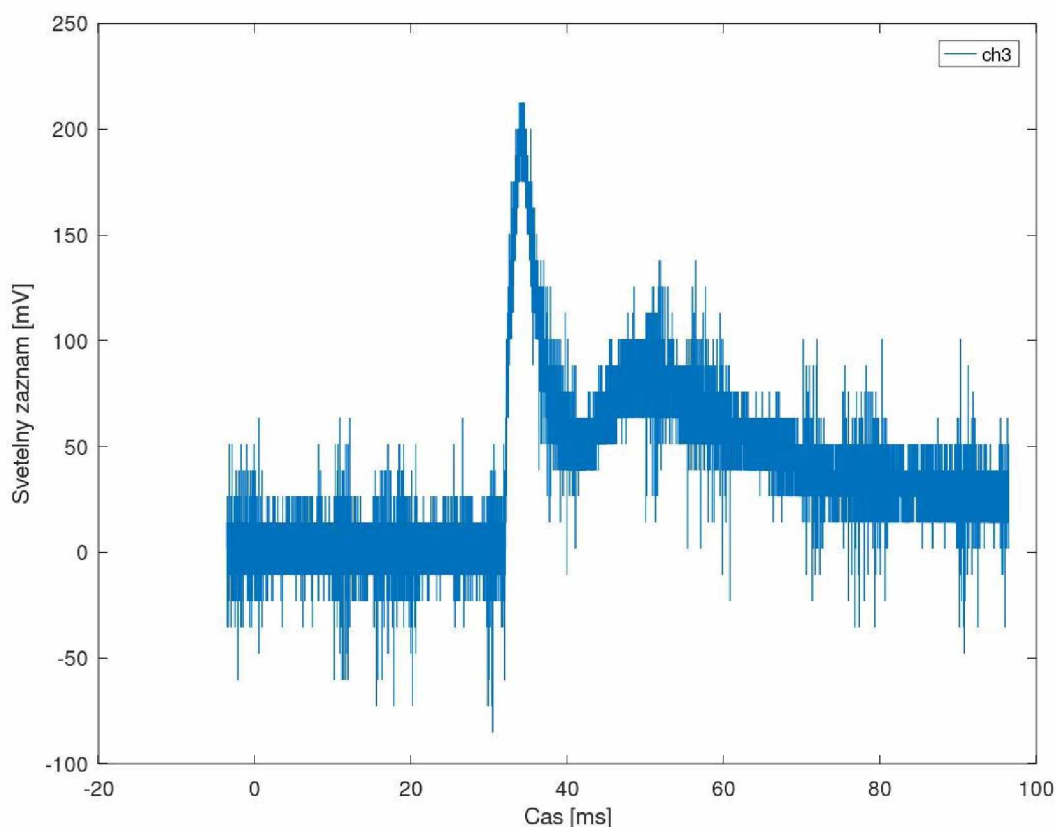
BenNa/KC

BenNa/KP

KFCN/KP

Obrázek 24 Fotografie a grafy přesaturování třech složí.

Na obrázku 24 u slože BenNa/KP je grafu přesaturování vidět, že po době přesaturování hodnota světelného záznamu klesá a opět začne narůstat. Tento jev byl zpozorován i u jiných složí a mohl být způsoben odrazem slunečních paprsků od rozpínajícího se oblaku zplodin nebo odlítajícími hořícími kusy náložek. Na obrázku 25 je poté záznam slože SalNa/KP. Z tohoto záznamu byly vybrány časy maximálních hodnot píků a pomocí těchto hodnot byly vybrány fotografie ze záznamu této konkrétní rány. Tyto fotografie jsou zobrazeny na obrázku 26. Z první fotografie pořízené 5 ms po iniciaci je jasně patný záblesk iniciované slože. S jistotou lze tedy říct, že první pík patří tomuto záblesku. Druhá fotografie ukazuje poté slož po 20 ms, které odpovídají druhému maximu na obrázku 25. Z pořízené fotografie je vidět, že zde nejsou již žádné náznaky záblesku, tudíž tento pík nelze přisuzovat světelným projevu slože. Tento záznam tedy potvrzuje předpoklad, že sekundární píky zaznamenané světelným čidlem nejsou způsobeny samotnou složí, ale jiným faktorem ať už fragmenty náložek či odrazem světelných paprsků od oblaku produktů hoření.



Obrázek 25 Záznam slože SalNa/KP s ukázkou odrazu slunečních paprsků na čidlo.



5 ms po iniciaci



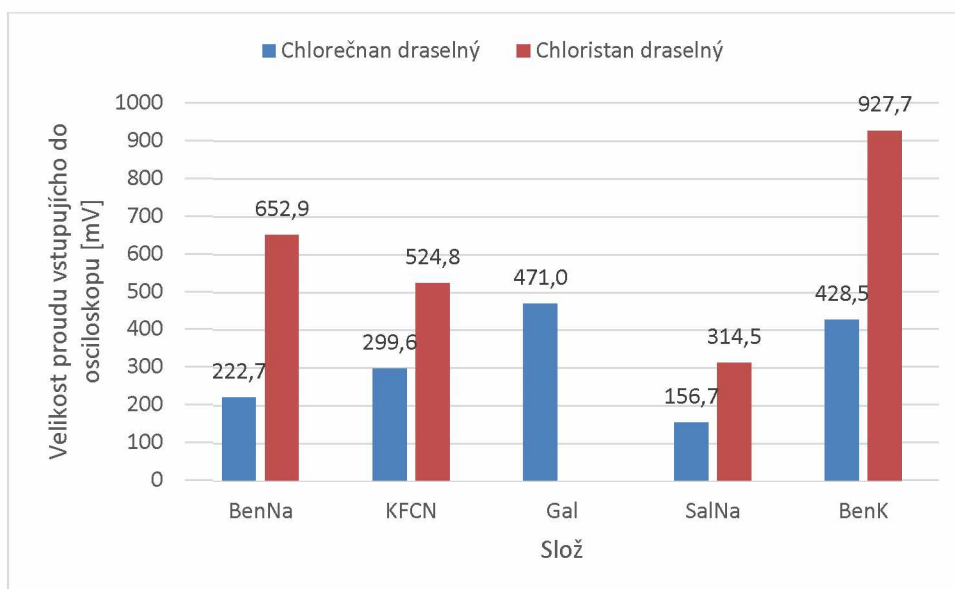
20 ms po iniciaci

Obrázek 26 Fotografie slože SalNa/KP v časech odpovídajících maxim na obrázku 25.

Jelikož světelná záblesk ve většině případů všech složí nedokázal přesaturovat světelné čidlo, byl vyhodnocován vrchol prvního píku světelného záznamu. Jednotlivé grafy světelných záblesků a k nim přidaných fotografií v časech odpovídající nejvyšší hodnotě záblesku jsou v příloze 7. Zprůměrované hodnoty jsou poté zobrazeny v grafu na obrázku 27. Z tohoto grafu je jasně patrné, že většího světelného záblesku dosahovali chloristanové slože a to v některých případech bezmála dvoj až třinásobně. Největší světelný záblesk byl zaznamenán u slože BenK/KP a jako druhý jeho sodný analog. Stejně jako u velikosti impulzu může tento jev vysvětlovat větší množství produktů. Z chlorečnanových složí se jako nejlepší jeví slož Gal/KC, proto je pravděpodobně v literatuře udávána jako palivo pro zábleskové slože. Nicméně z výsledků je jasně patrné, že jsou organická paliva, jako například benzoáty, která dosahují lepších výsledků. Například již zmíněný benzoát draselný ve složi s chloristanem přesahuje kyselinu gallovou téměř dvojnásobně. Ve směsi s chlorečnanem dosahuje sice menší hodnoty, ale tato hodnota o tolik rozdílná není.

Složí s nejslabším světelným zábleskem se z naměřených hodnot jeví směs salicylátu sodného s chlorečnanem draselným. Zároveň toto palivo ve směsi s chloristanem také dosahuje nejmenších hodnot z chloristanových složí. Hodnota 314,5 mV je zároveň menší než hodnota již zmíněné směsi kyseliny gallové s chlorečnanem.

U ferrikyanidových složí je světelný záblesk rovněž slabý. Vysvětlení tohoto jevu může být fakt, že rozpínající se zplodiny chladnou rychleji, a tudíž slábne i záblesk. Tomuto však neodpovídá porovnání salicylátu sodného a benzoátu sodného ve směsích s chloristanem. Tato dvě paliva se liší pouze jedním atomem kyslíku, z čehož lze usoudit, že složení zplodin bude podobné, ale intenzita světelného záblesku je více než dvojnásobná u slože benzoátu. Není však známé spalné teplo reakce těchto složí, které by toto pozorování mohla potvrdit.



Obrázek 27 Graf porovnání vstupujícího napětí do osciloskopu zkoumaných složí

Z fotografií pořízených ze záznamů jednotlivých ran byla vyhodnocována velikost oblaku vzniklých zplodin.

U ferrikyanidu vzniká největší oblak, ať už ve směsi s chlorečnanem či chloristanem, přispívají produkty hoření k tvorbě dýmu. Naopak nejmenší oblak tvořila směs SalNa/KP a také SalNa/KC. Především pak u chlorečnanové slože je vidět, že oproti jiným složím dochází k tvorbě oblaku dříve a to již 4 ms po prvním viditelném záblesku. V této chvíli je již vidět pouze rozpínající se oblak produktů hoření. V pozdějších fázích docházelo pouze k tvorbě dýmu rozpínání vzniklých produktů. Tento fakt může také mít za následek proč je nižší světelný záblesk u této slože resp. nejnižší. Z celkového porovnání složí je však, při 80 ms po prvním viditelném záblesku, velikost vzniklého oblaku podobná. Může to být zapříčiněno podobnou strukturou jednotlivých paliv.

V porovnání všech paliv se složí V-5 je velikost oblaků zkoumaných složí menší. Menší je také ale i světelný záblesk. Slož V-5, jak je vidět i v příloze, jasně září i 8 ms po prvním záblesku, zatímco ostatní slože buď velmi málo a horké produkty většinou zakrývá dým, či v této chvíli již vůbec nehoří a pouze se rozpínají plynné produkty hoření.

Při ručním proměřování velikosti oblaků v čase 80 ms po prvním záblesku byla jako nejvíce dýmící slož vyhodnocena slož KFCN/KP a BenNa/KP. Tyto slože měli oblak plynných produktů srovnatelný se složí V-5. Nejmenší oblak poté tvořili slože BenK/KP a SalNa/KC. Velikost těchto oblaků je téměř poloviční oproti složí V-5. Toto měření však mohl negativně ovlivnit vítr, který mohl některé oblaky složí rozfoukat a ty poté vypadají na záznamech větší. Dalším faktorem je tvar oblaku, neboť některé oblaky byly spíše placaté, což způsobila pevnost den náložek, které byly pevnější než obal, a proto po iniciaci došlo

k nejprve k roztržení těla náložky a dým se poté mohl šířit především do stran. Co se ostatních složích týče byla velikost rozpínajících se produktů podobná či menší než oblak produktů složích V-5. Velikosti těchto oblaků jsou poté zobrazeny v příloze 3.

4.3 Souhrn

V tabulce 20 je souhrnně znázorněno hodnocení všech složích mimo slož Gal/KP, nebyly měřeny parametry vzdušných rázových vln. Hodnoty byly složím přidány na základě předchozích výsledků, kdy hodnota 10 udává nejlepší výsledek z naměřených hodnot. U manipulačních charakteristik poté hodnota 10 udává nejnižší citlivost k danému podmětu.

Jako nejlepší slož se poté jeví směsi benzoátů s oběma typy oxidovadel. Nejhůře poté slož s ferrikyanidem, především pro jejich nízké citlivosti. Při zanedbání hodnocení manipulačních charakteristik se jeví jako nejlepší slož s obsahem chlorečnanu draselného a například slož KFCN/KC se jeví lépe. Za „nejhorší“ slož lze považovat slož s obsahem salicylátu sodného, které jsou sice manipulačně bezpečnější oproti jiným složím, avšak jejich výkonnostní charakteristiky jsou nejmenší ze všech zkoumaných složích.

Tabulka 20 Souhrn všech složích

Slož	Náraz	Tření	ESD	Přetlak	Impulz	Světelný záblesk	Kouřivost	Suma
BenK/KC	3	1	10	10	10	6	7	47
BenK/KP	5	5	6	4	6	10	10	46
BenNa/KC	5	1	10	8	9	3	8	44
BenNa/KP	7	4	5	5	5	9	5	40
Gal/KC	10	1	4	7	4	7	6	39
SalNa/KC	7	1	10	6	7	2	10	43
SalNa/KP	7	2	5	2	2	5	9	32
KFCN/KC	1	1	1	9	8	4	3	27
KFCN/KP	7	1	1	3	3	8	5	28

ZÁVĚR

Cílem práce bylo provést literární rešerši zaměřenou na rychle hořící pyrotechnické směsi bez obsahu práškového kovu. Z této rešerše byly následně navrženy složky vybalancované na vyrovnanou kyslíkovou bilanci. Tyto složky byly následně proměřeny na manipulačních hladinách složky V-5 odpovídajících 10% pravděpodobnosti iniciace. Po těchto měřeních byly složky laborovány do modelového systému a následně byly proměřeny vybrané charakteristiky hoření.

Při porovnání citlivosti k nárazu bylo zjištěno, že na měřené hladině se vybraná organická paliva chovají podobně a složky ferrikyanidu se liší. U měření citlivostí ke tření byla zjištěna větší citlivost oproti složce V-5. Při měření citlivostí k elektrostatické jiskře bylo zjištěno, že většina složek, především s obsahem organického paliva není k elektrostatické citlivá, výjimku tvořily pouze paliva s obsahem hexakvanoželezitanu draselného.

Z vybraných charakteristik měření, mezi kterými bylo měření vzdušných rázových vln, impulzu a světelného záblesku, bylo zjištěno, že většina složek tvoří rázovou vlnu srovnatelnou či silnější, než složka V-5, ale doba trvání této vlny je krátká a díky tomu jsou impulzy těchto složek menší.

Uspořádáním experimentu měření světelného záblesku nelze vyvozovat úplné závěry především z menšího množství výsledků, avšak s jistotou říct, že světelný záblesk těchto složek je násobně menší než u složek obsahujících práškové kovy. Naproti tomu je množství dýmících produktů subjektivně menší.

Na základě provedených experimentů navrhuji změřit velikost světelného záblesku s kalibrací fotodiodového čidla na standardní světelný zdroj a změřit tuto velikost i z jiných vzdáleností umístěného čidla. Dále navrhuji změřit kompletní manipulační charakteristiky jednotlivých složek i pro jiné granulometrie vstupních surovin. Další možností je změřit kaloričnost jednotlivých složek a ověřit správnost použitých rovnic rozkladu.

Zadání práce se podařilo dodržet.

POUŽITÁ LITERATURA

- [1] Klapötke, T.; Steemann, X.; Suceška, M. Binary Flash Compositions—A Theoretical and Practical Study. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, 2013, 38.1: 29-34.
- [2] Sivapirakasam, S. P.; Surianirayanan, M. Experimental investigation of mechanical sensitivity and noise level for different pyrotechnic flash compositions. *Science and Technology of Energetic Materials: journal of the Japan Explosive Society*, 2009, 70.5: 140-144.
- [3] Krone, U.; Treumann H. Pyrotechnic flash compositions. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, 1990, 15.3: 115-120.
- [4] Command, US Army Materiel. Engineering design handbook. Military Pyrotechnics Series, Part One, Theory and Application, AMCP, 1968, 706-185.
- [5] Kosanke, K.L. Kosanke B.J. Aluminum Metal Powders in Pyrotechnics. *Journal of pyrotechnics: Selected Pyrotechnic Publications of K.L. and B.J. Kosanke*. 1993, 220-228.
- [6] Aluminium. Pyrodata.com [online]. [cit. 2019-01-26]. Dostupné z: <https://pyrodata.com/chemicals/Aluminium>
- [7] Shimizu, T. Fireworks: the art, science, and technique. Pyrotechnica publications, 1996.
- [8] Harris, J; Edelman, D.; Kaye, S. Determination of Sensitivity to impact of pyrotechnic flash composition using modified Picatinny arsenal impact test. Picatinny arsenal Dover NJ Feltman Research Labs, 1961.
- [9] Sivaprakasm, S. P. Impact sensitiveness analysis of pyrotechnic flash compositions. *Journal of Pyrotechnics*, 2005, 21: 52.
- [10] Hancox, R., Wilson M., Whiffen B. Studies on low smoke photoflash compositions. *International Pyrotechnics Seminars*. Christchurch, New Zeland, 1994, (19th), 587-599.
- [11] Moran, Paul. The complete book of flash powder. Florida, 1993.
- [12] McIntyre, F., Rindner, R. A application of hazard and test data for pyrotechnics compositions. Dover: US Army Research and Development Command, 1980.
- [13] Williams, L.; Quinn JR, M.; Eck, W. Environmental Health Assessment for Pyrotechnic Perchlorate Elimination/Mitigation Program for M118/M119 Simulators. Army Center

for Health Promotion and Preventive Medicine APG MD Health Effects Research Program, 2009.

- [14] Simulator Booby Trap Whistling M119 with Accessories [online]. In: . 2015 [cit. 2019-01-26]. Dostupné z: <https://bid.auctionbymayo.com/m/lot-details/index/catalog/6825/lot/815673/Simulator-Booby-Trap-Whistling-M119-with-Accessories-Dated-February-1961-Qty-3-1-Not-Complete>
- [15] Takahashi, T. Explosive for firecrackers. Japonsko. 7504724. Uděleno 1971. Zapsáno 1973.
- [16] Schuster, Jaroslav. Studium pyrotechnických složí obsahem netradičních paliv. Pardubice, 2018. Diplomová práce. Universita Pardubice. Vedoucí práce Vojtěch Pelikán.
- [17] Hardt, Alexander P., Barry L. Bush, Barry T. Neyer a Takeo Shimizu. Pyrotechnics. Post Falls, Idaho: Pyrotechnica Publications, 2001. ISBN 0-929388-06-2.
- [18] Lancaster, Ronald. Fireworks : principles and practice. 3rd Edition. New York: Chemical Publishing, 1998. ISBN 0-8206-0354-6.
- [19] Maxwell, W.R. Pyrotechnic whistles. Symposium (International) on Combustion. Massachusetts, 1953, , 906-914. ISSN 0082-0784.
- [20] Potassium benzoate. Chemical Book [online]. [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: https://www.chemicalbook.com/ProductChemicalPropertiesCB9469161_EN.htm
- [21] Benzoát sodný. Merckmillipore [online]. [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: http://www.merckmillipore.com/CZ/cs/product/Sodium-benzoate,MDA_CHEM-106290
- [22] Hexakynoželezitan draselný. Mach-chemikalie [online]. [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: http://www.mach-chemikalie.cz/images/download/old_file/126/hexakynozelezitan_draselny.pdf
- [23] Gallic acid. Pubchem [online]. [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Gallic_acid
- [24] Sodium Salicylate. Merckmillipore [online]. [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: http://www.merckmillipore.com/CZ/cs/product/Sodium-Salicylate-CAS-54-21-7-Calbiochem,EMD_BIO-567630?ReferrerURL=https%3A%2F%2Fwww.google.com%2F

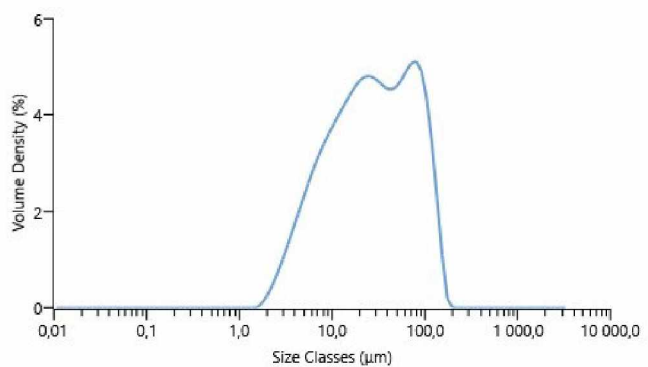
- [25] Potassium perchlorate. Pubchem [online]. [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/516900#section=Refractive-Index>
- [26] Potassium Chlorate. Pubchem [online]. [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/6426889>
- [27] Schuster, Jaroslav, Vojtěch Pelikán a Jakub Selesovsky. The new promising test procedure suitable for the energetic materials sensitivity testing. *New Trends in Research of Energetic Materials*. Pardubice, 2019, 22th, 630-635. ISSN 978-80-7560-210-7.
- [28] ČOS 137601. organizace a metody schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely, 7.14 stanovení citlivosti k nárazu; 4 vydání. Praha: úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a statní ověřování jakosti, 2018
- [29] ČOS 137601. organizace a metody schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely, 7.15 stanovení citlivosti ke tření; 4 vydání. Praha: úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a statní ověřování jakosti, 2018
- [30] ČOS 137601. organizace a metody schvalování způsobilosti výbušnin pro vojenské účely, 7.16 stanovení citlivosti k ESD-malá zkouška; 4 vydání. Praha: úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a statní ověřování jakosti, 2018

SEZNAM PŘÍLOH

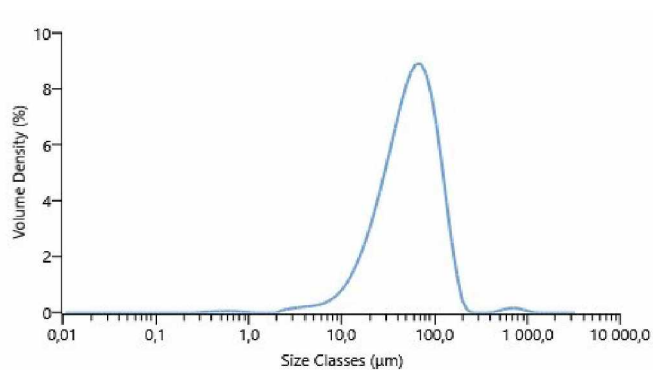
Příloha 1 Grafy distribuce částic jednotlivých komponent	2
Příloha 2 DTA křivky jednotlivých složí	4
Příloha 3 Záznamy složí	8
Příloha 4 Porovnávací grafy slože V-5	18
Příloha 5 Grafy rázových vln jednotlivých složí	19
Příloha 6 Grafy impulzů pro jednotlivé slože	22
Příloha 7 Snímky složí při maximálním světelném záblesku	25

Příloha 1 Grafy distribuce částic jednotlivých komponent

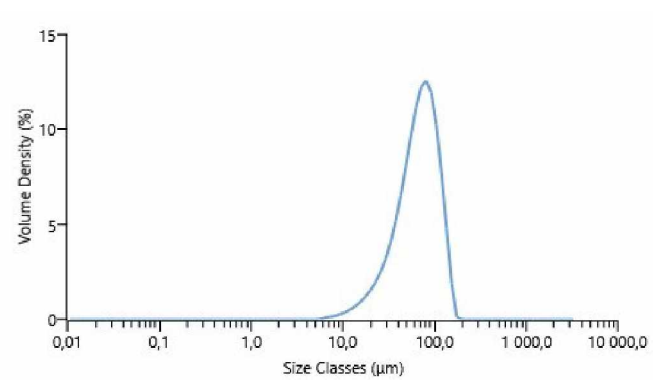
a) Benzoát draselný



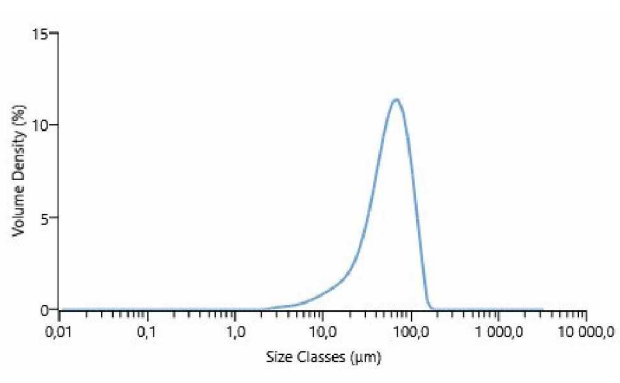
b) Benzoát sodný



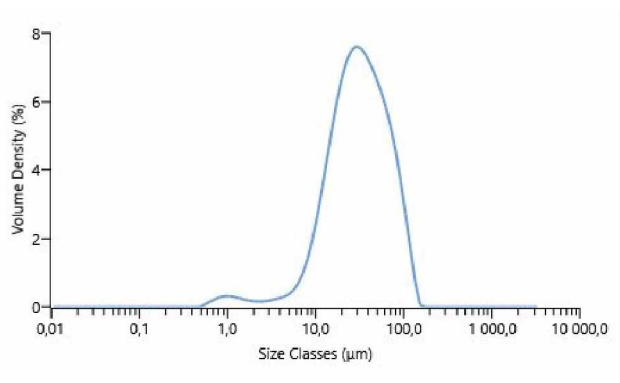
c) Kyselina galová



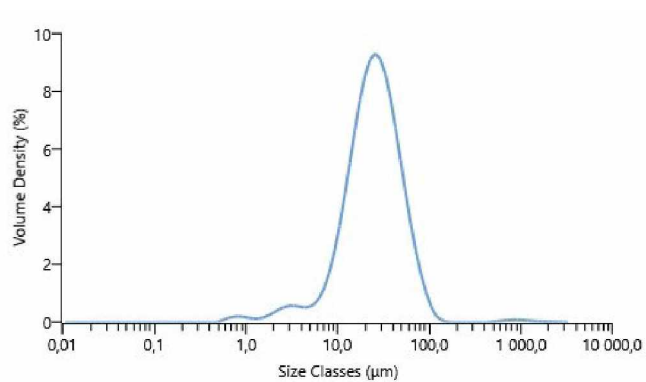
d) Salicylát sodný



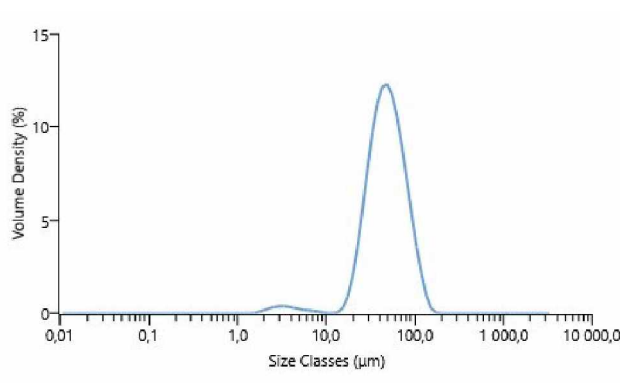
e) Hexakynoželezitan draselný



f) Chlorečnan draselný

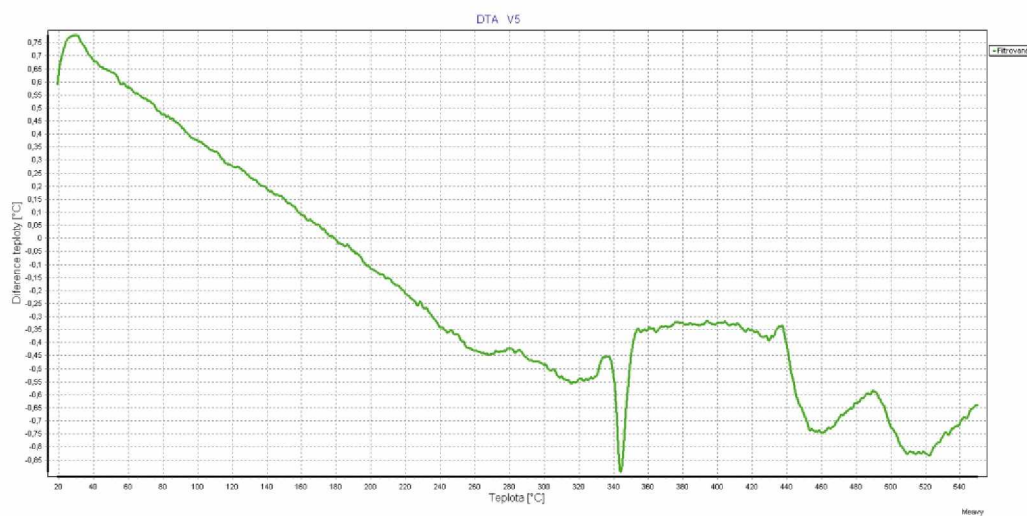


g) Chloristan draselný

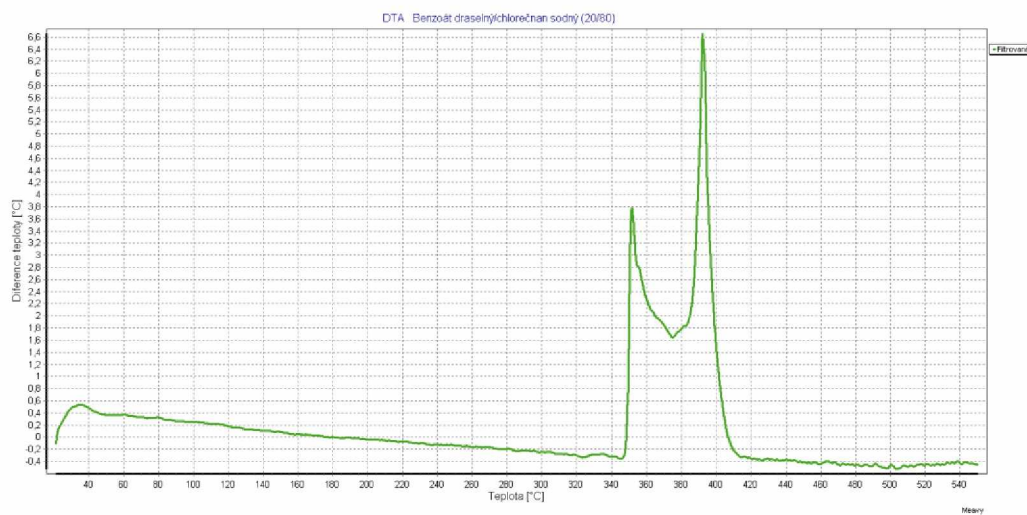


Příloha 2 DTA křivky jednotlivých složí

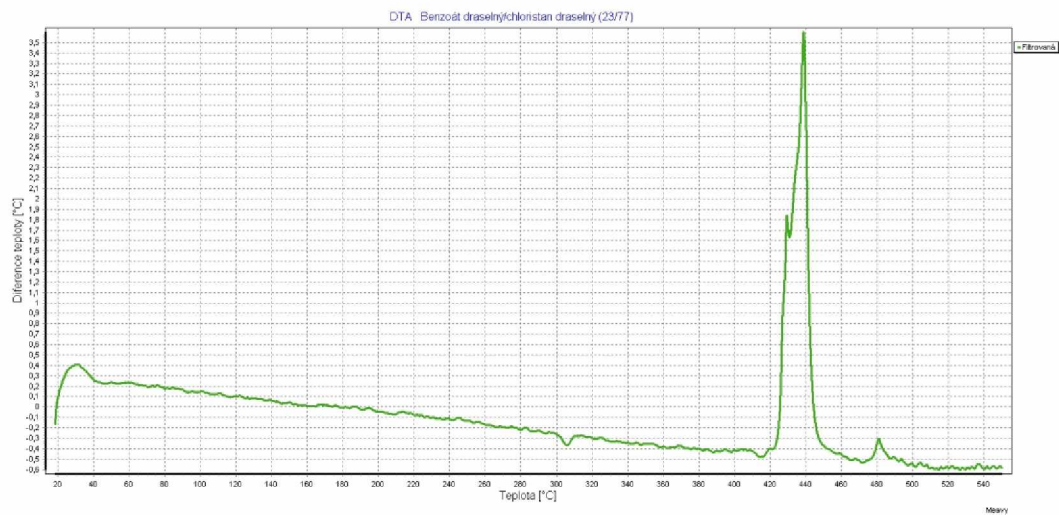
a) V-5



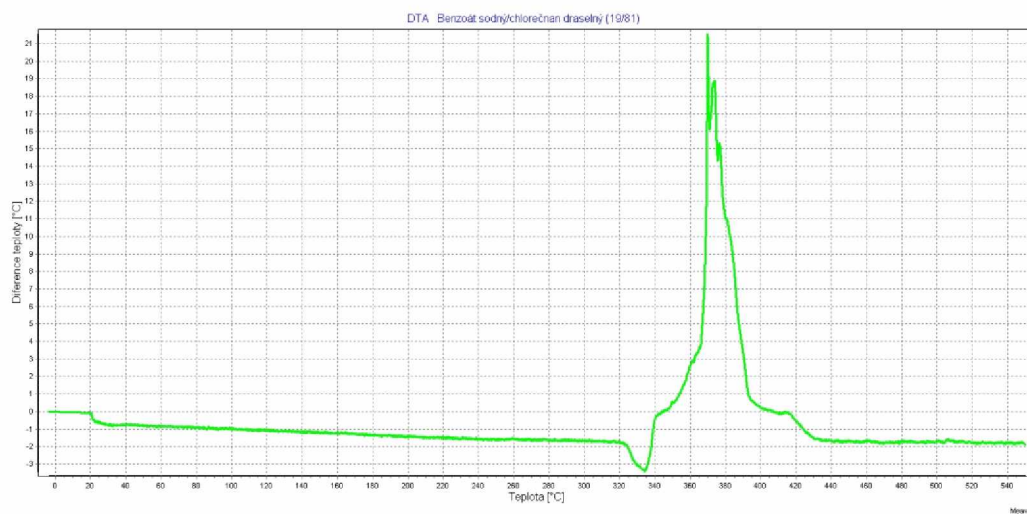
b) BenK/KC



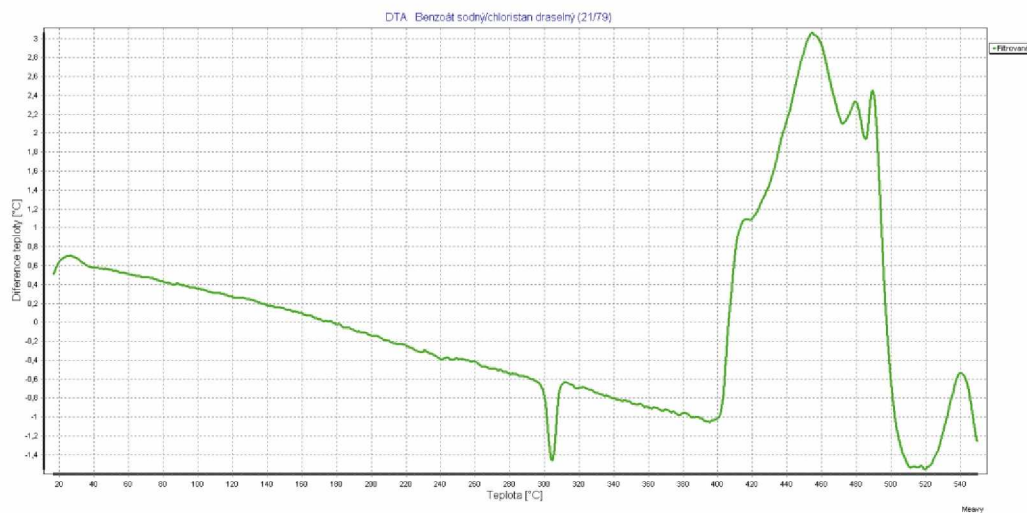
c) BenK/KP



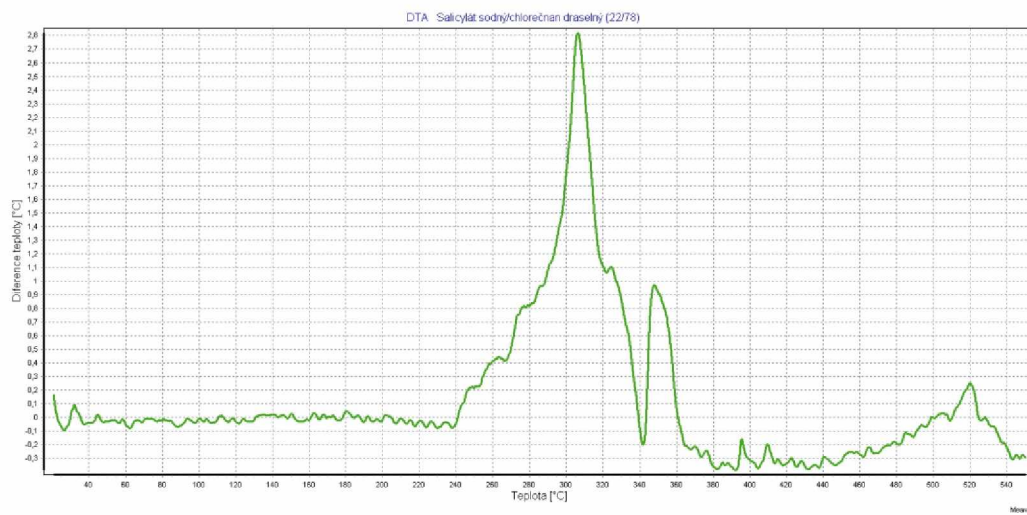
d) BenNa/KC



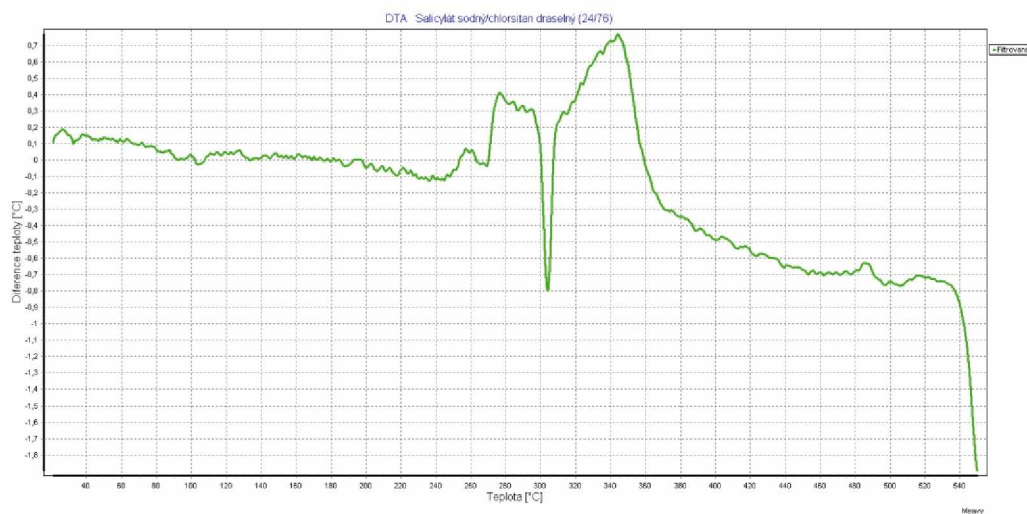
e) BenNa/KP



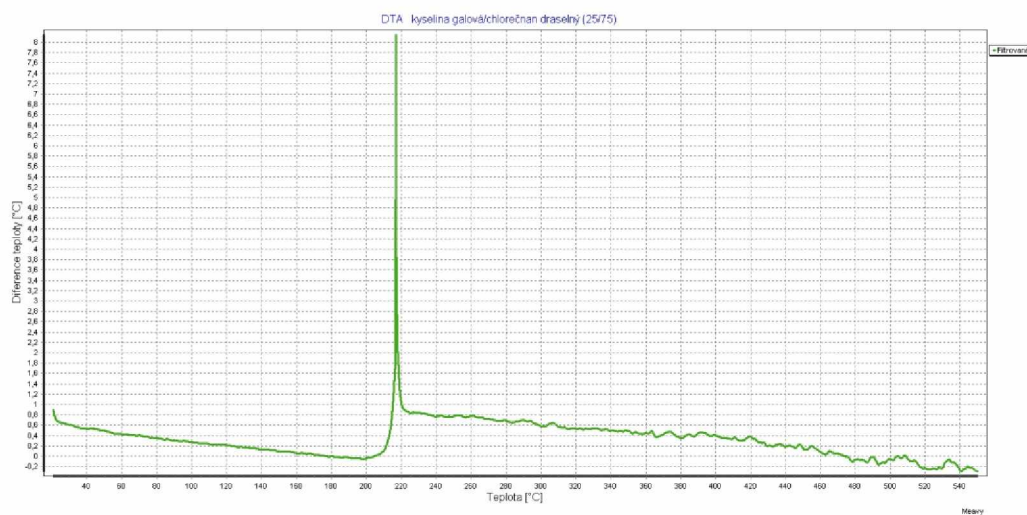
f) SalNa/KC



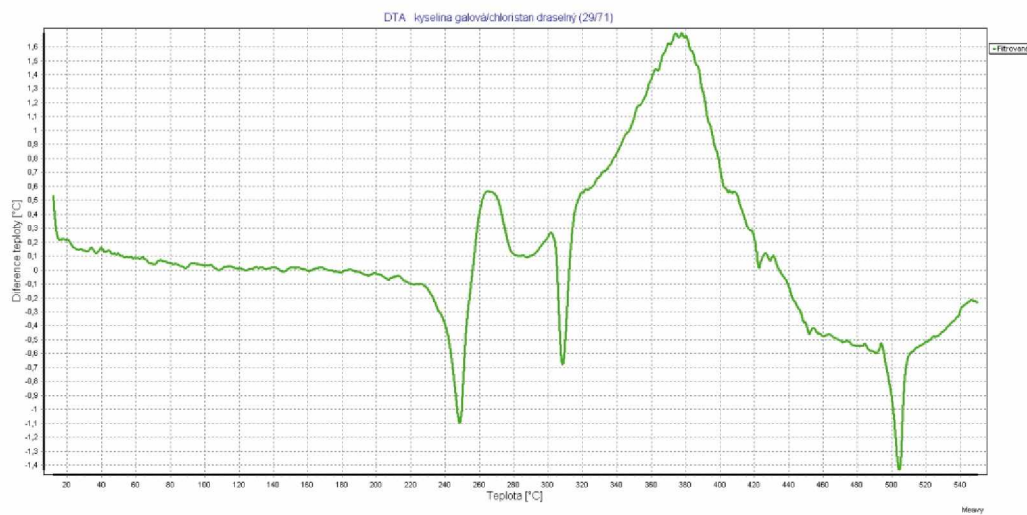
g) SalNa/KP



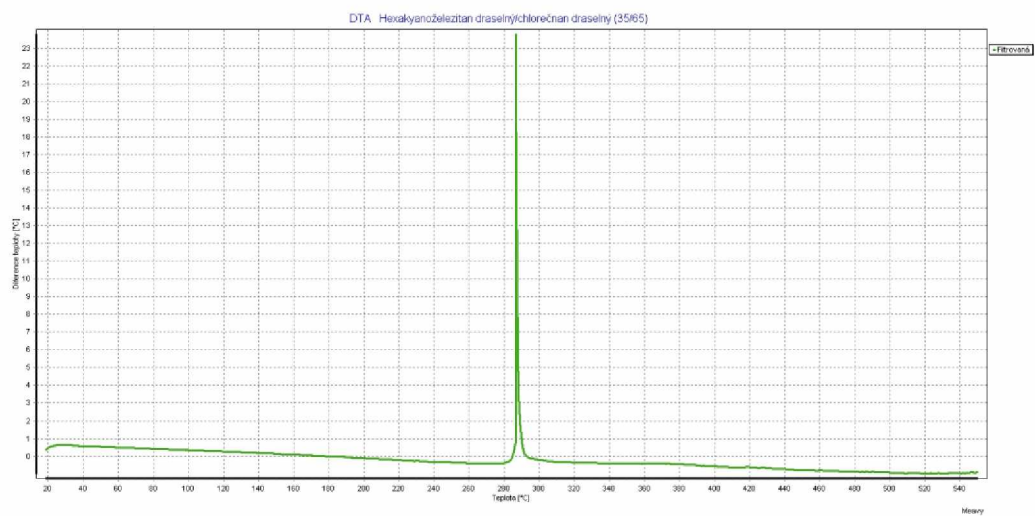
h) Gal/KC



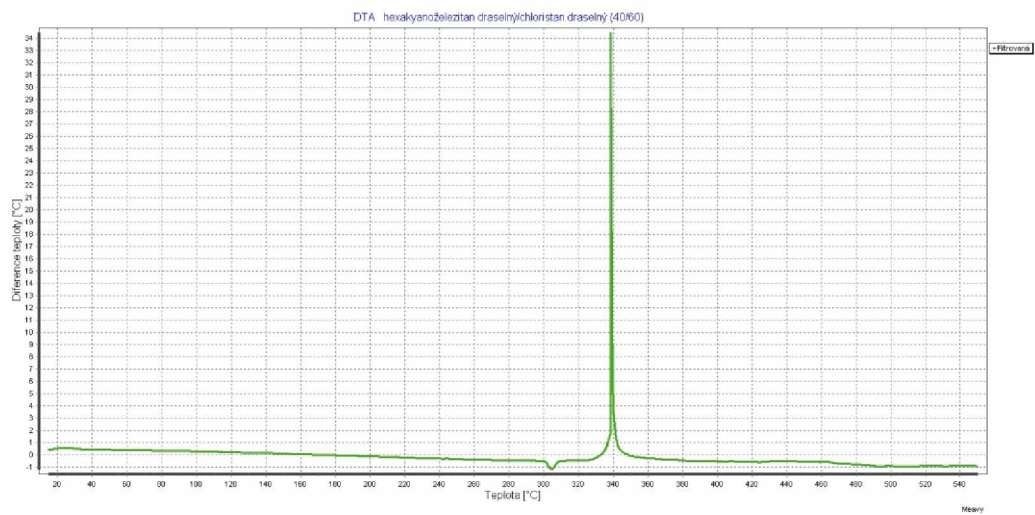
i) Gal/KP



j) KFCN/KC



k) KFCN/KP



Příloha 3 Záznamy složí

V-5



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

BenK/KC



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

BenK/KP



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

BenNa/KC



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

BenNa/KP



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

SalNa/KC



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

SalNa/KP



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

Gal/KC



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

KFCN/KC



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku



e) 8 ms po prvním záblesku



f) 80 ms po prvním záblesku

KFCN/KP



a) Snímek těsně před první zábleskem



b) První viditelný záblesk



c) 0,8 ms po prvním záblesku



d) 4 ms po prvním záblesku

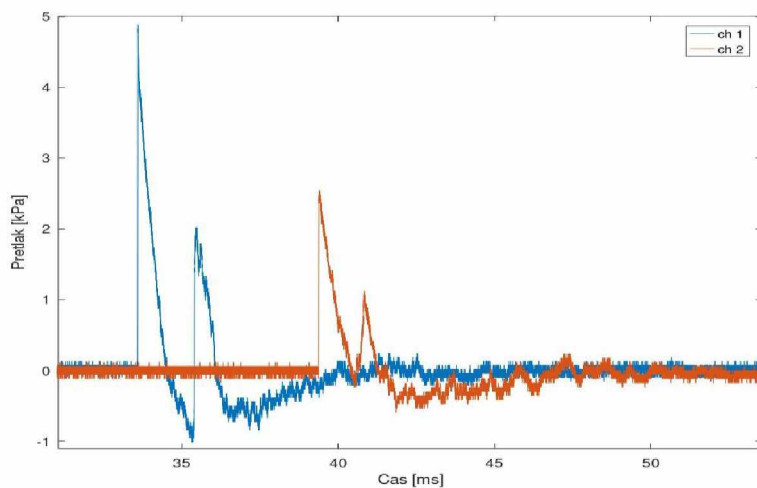


e) 8 ms po prvním záblesku

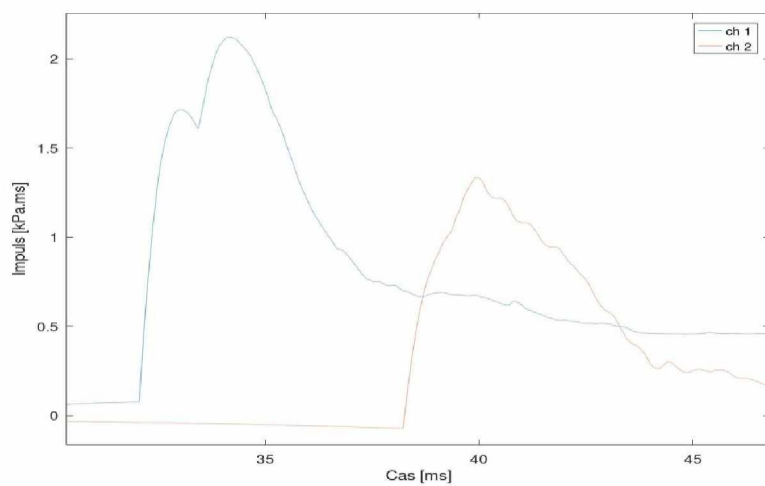


f) 80 ms po prvním záblesku

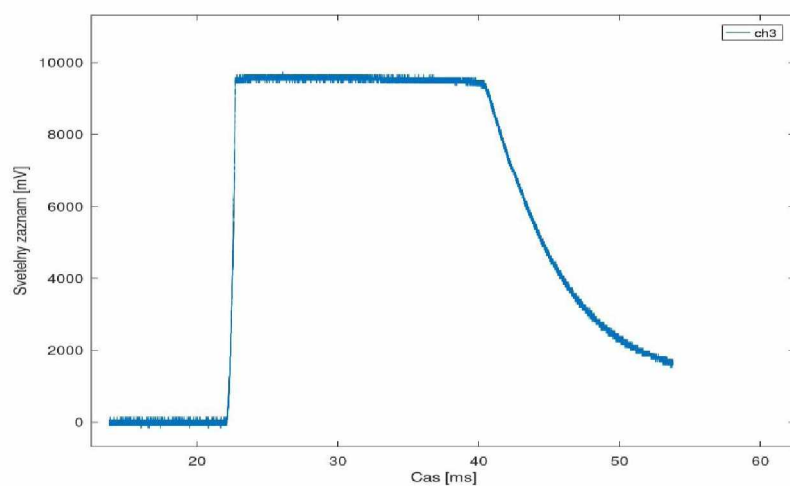
Příloha 4 Porovnávací grafy slož V-5



V-5 vzdušná rázová vlna

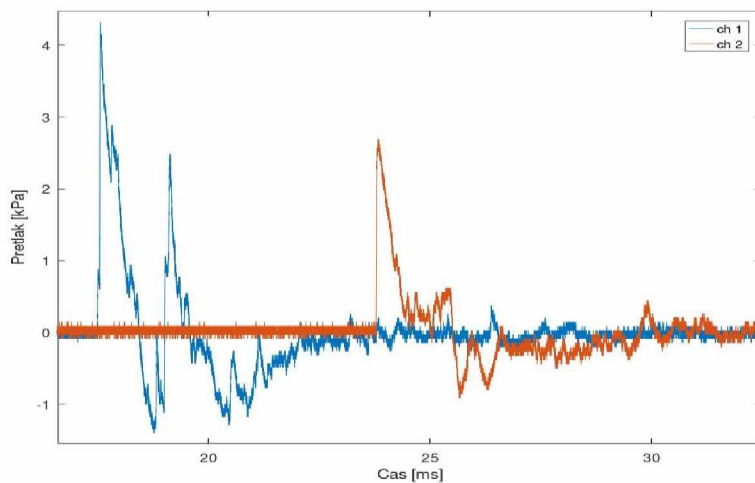


V-5 Impulz

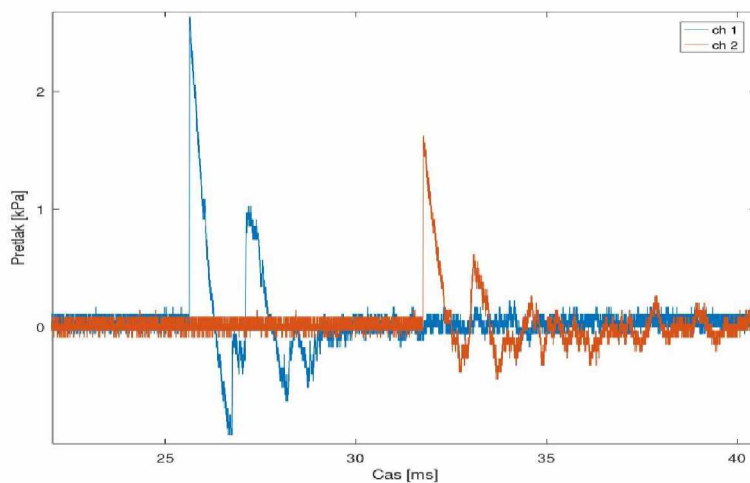


V-5 světelný záblesk

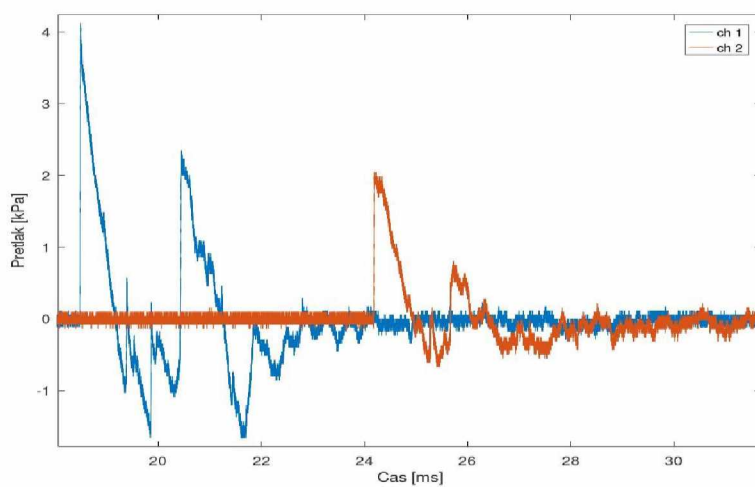
Příloha 5 Grafy rázových vln jednotlivých slož



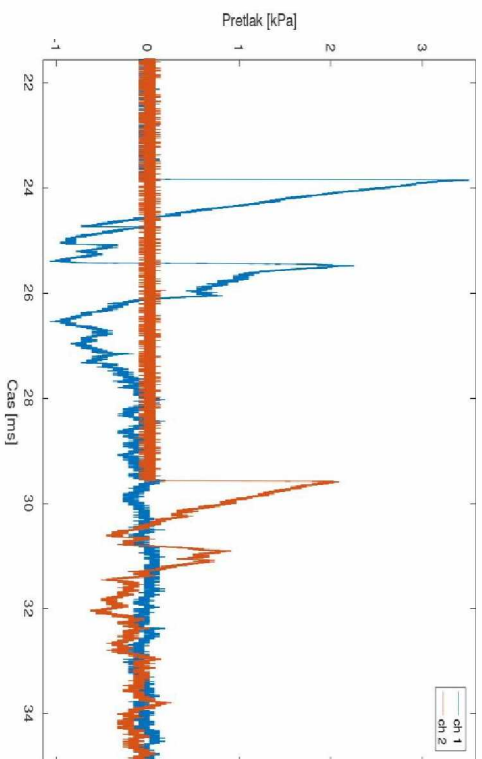
BenK/KC



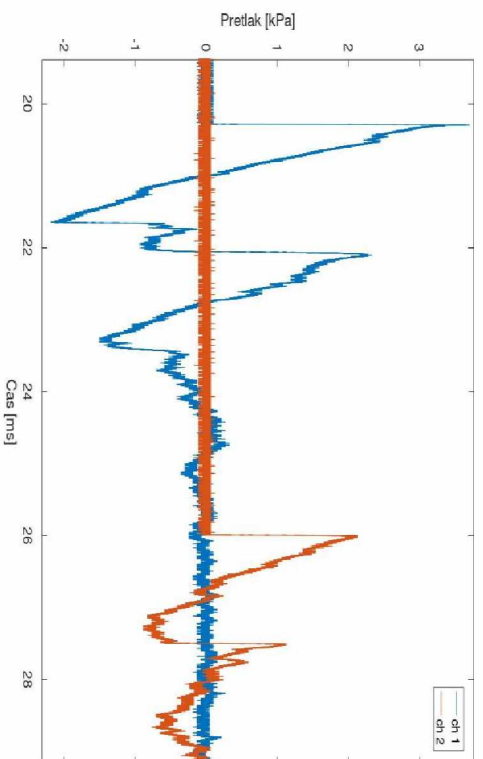
BenK/KP



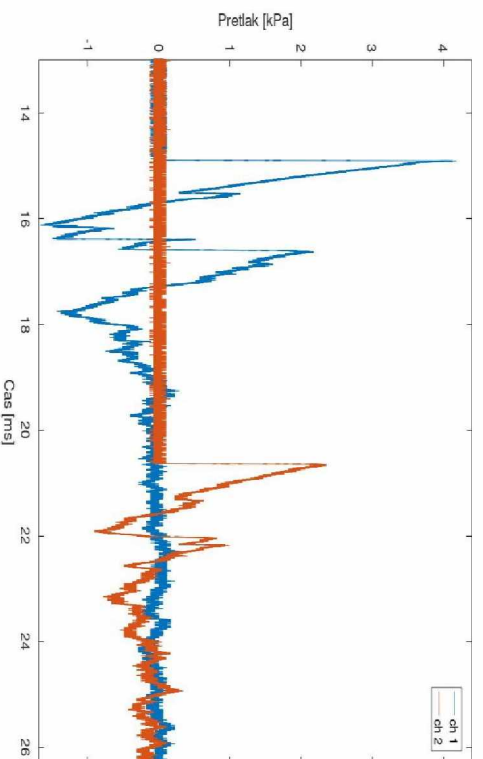
BenNa/KC



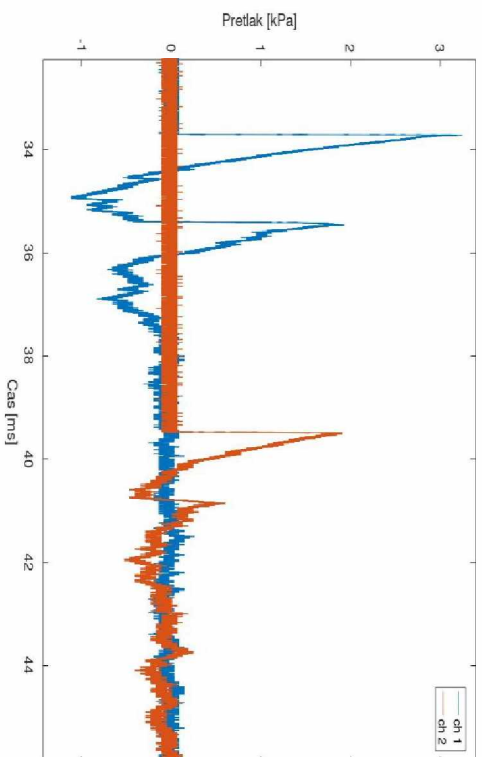
BenNa/KP



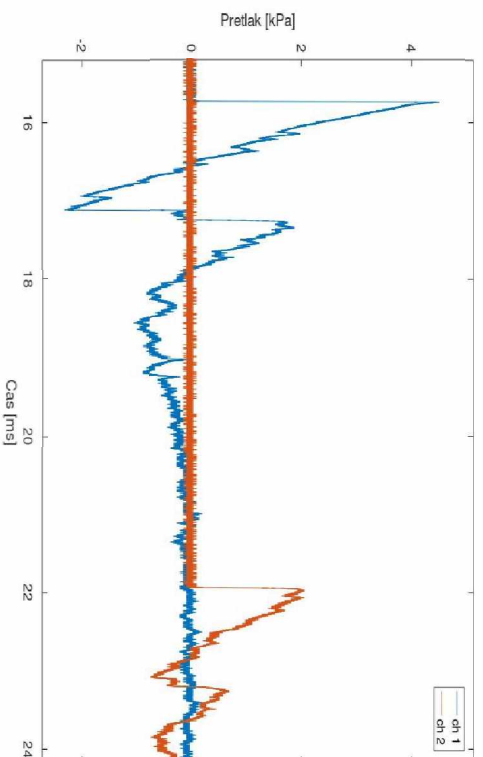
Gal/KC



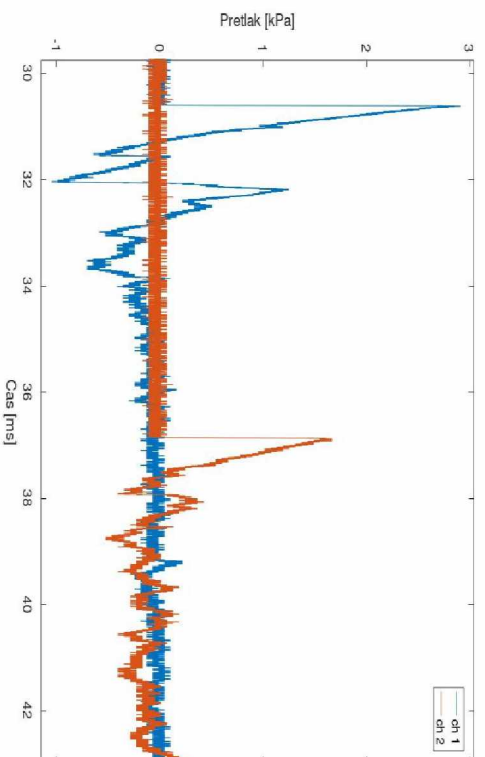
KFCN/KC



KFCN/KP

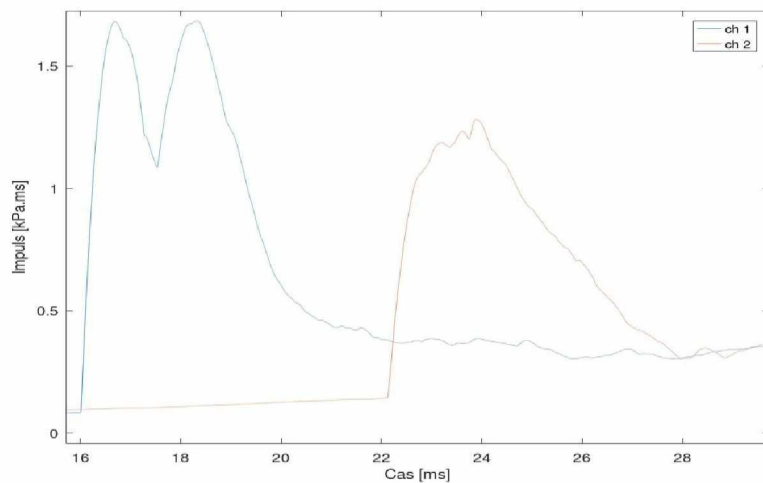


SaINa/KC

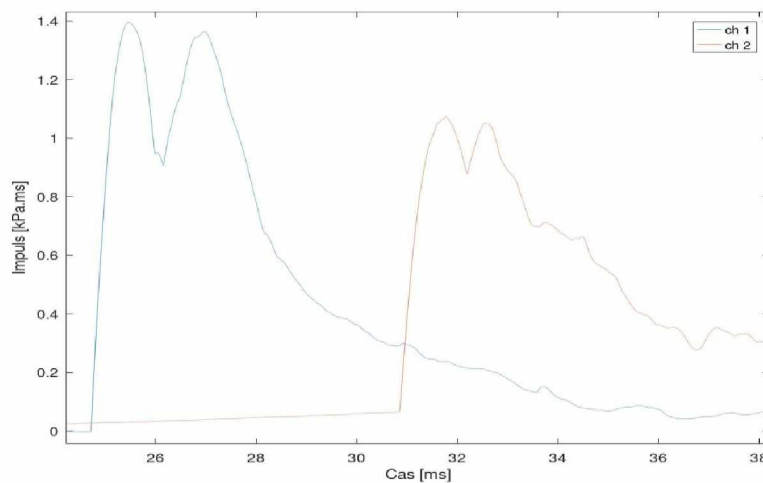


SaINa/KP

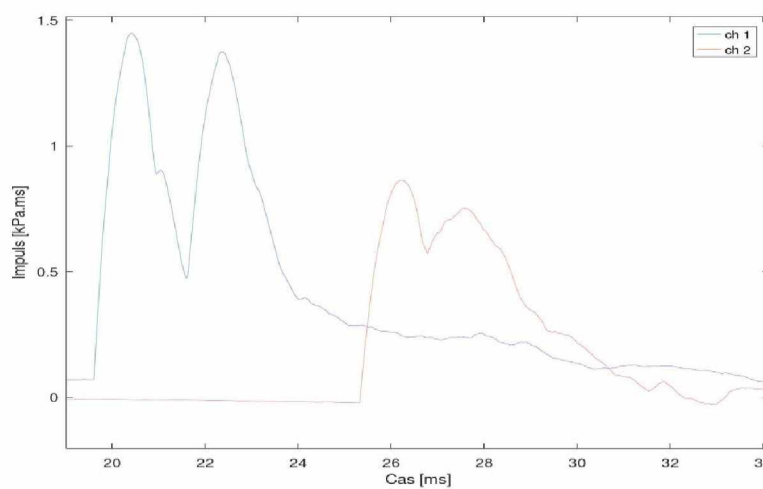
Příloha 6 Grafy impulzů pro jednotlivé složky



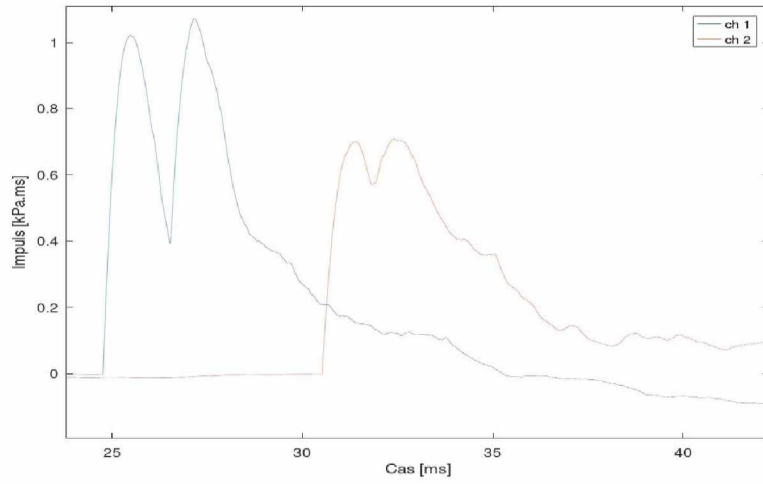
BenK/KC



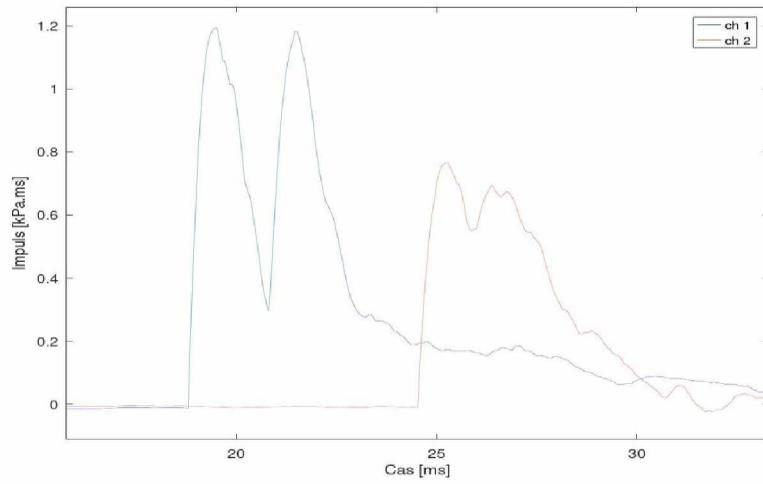
BenK/KP



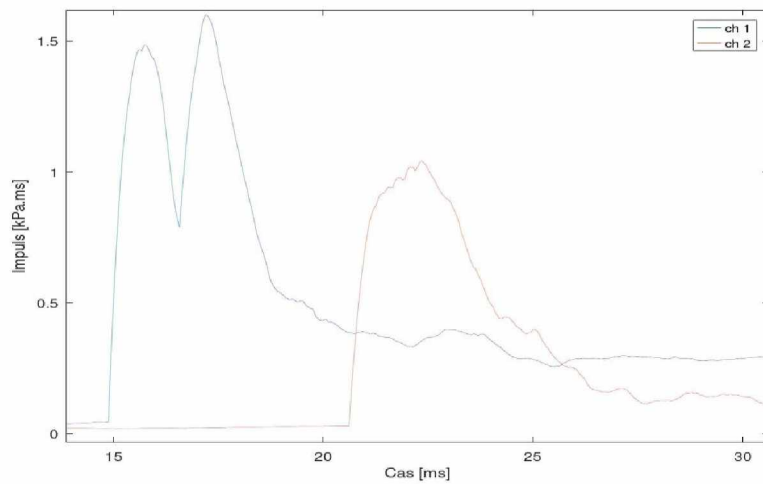
BenNa/KC



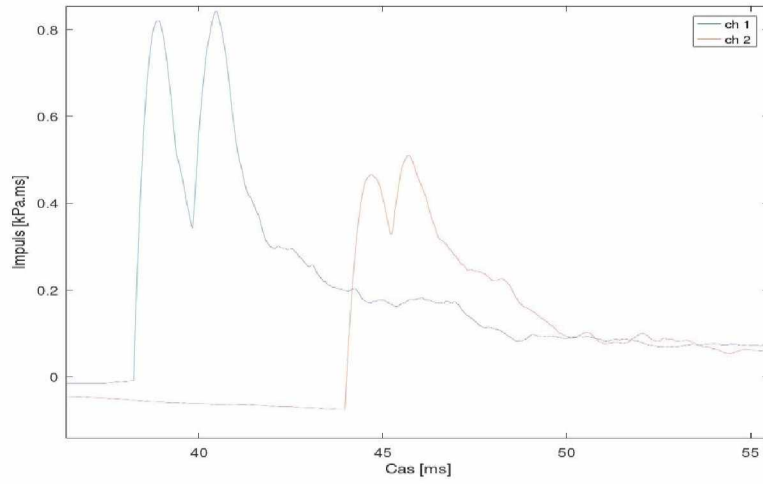
BenNa/KP



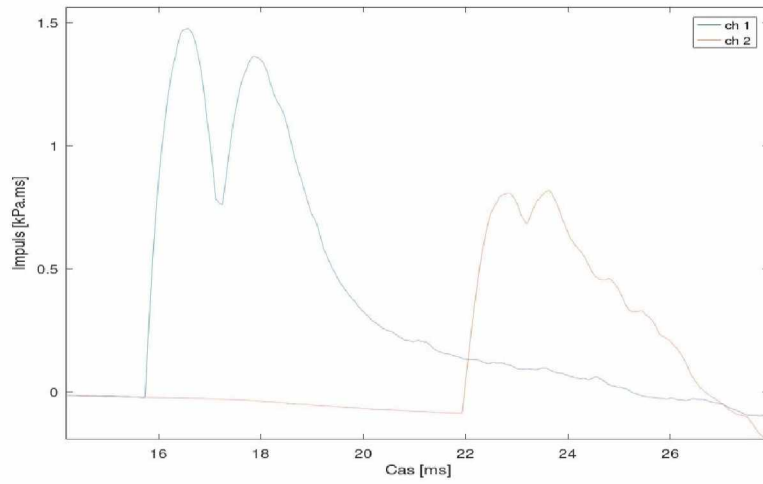
Gal/KC



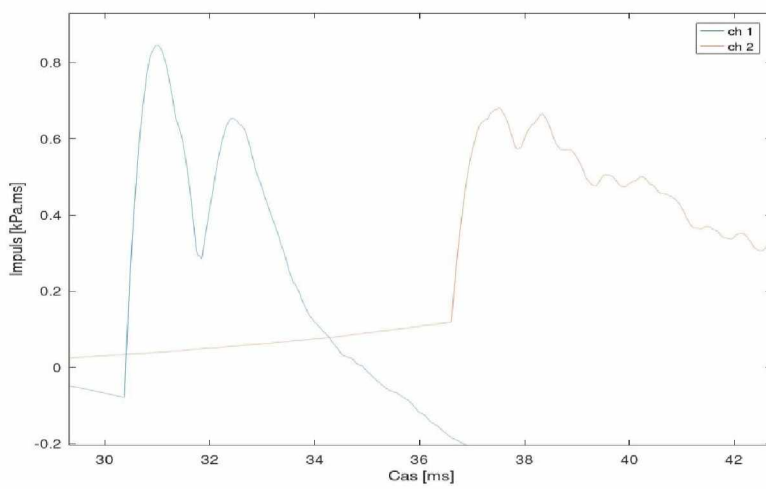
KFCN/KC



KFCN/KP

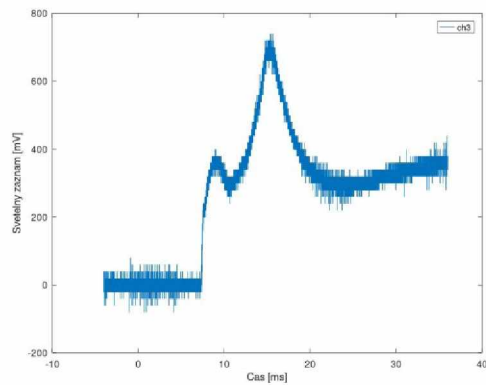


SalNa/KC

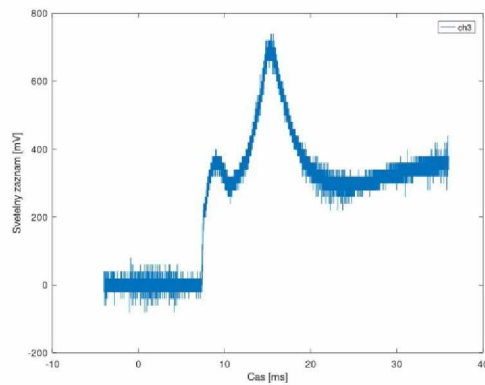


SalNa/KP

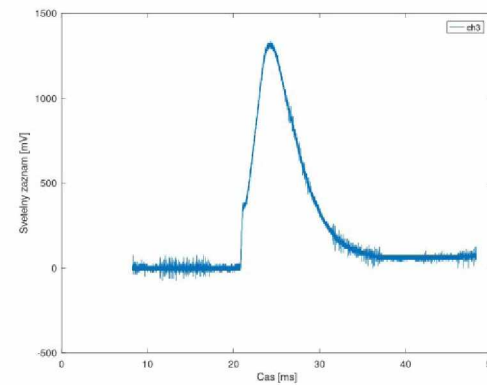
Příloha 7 Snímky složí při maximálním světelném záblesku.



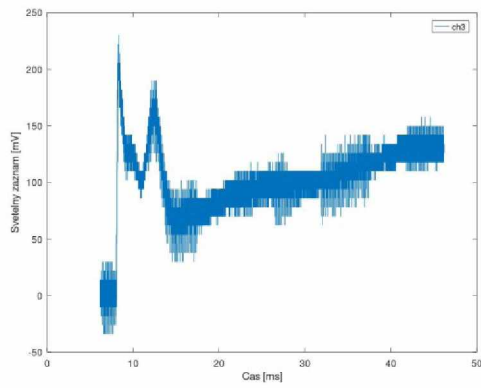
BenK/KC 1.pík



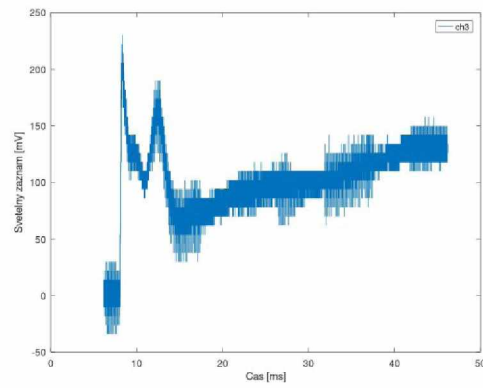
BenK/KC 2.pík



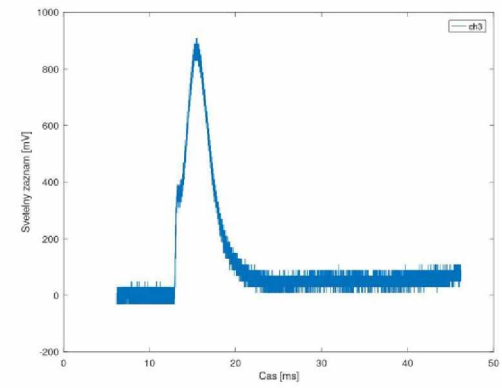
BenK/KP



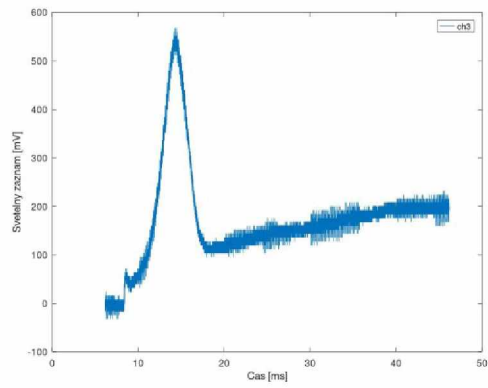
BenNa/KC 1.pík



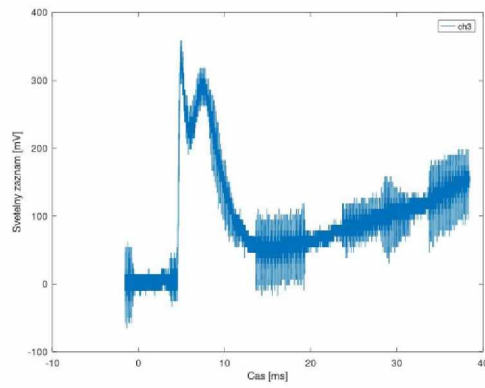
BenNa/KC 2.pík



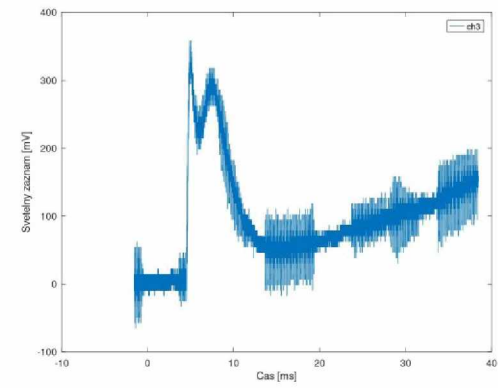
BenNa/KP



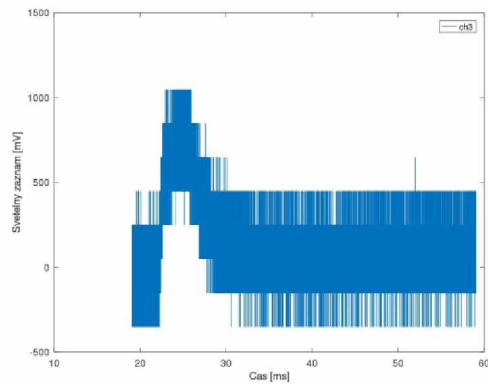
Gal/KC



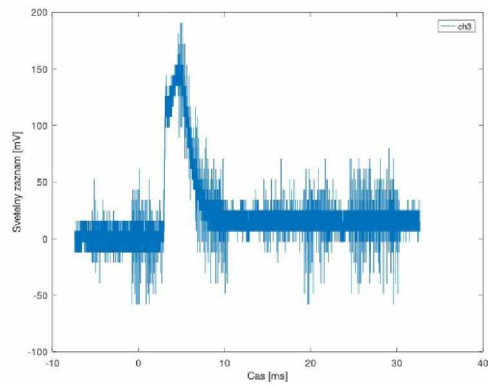
KFCN/KC 1.pík



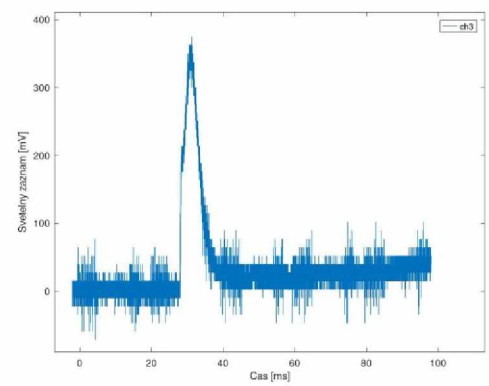
KFCN/KC 2.pík



KFCN/KP



SalNa/KC



SalNa/KP