

UNIVERZITA PARDUBICE

FAKULTA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

2022

Pavína Hřebíčková

Univerzita Pardubice  
Fakulta chemicko-technologická

Citlivost pyrotechnických složí k elektrostatickému výboji  
Bakalářská práce

2022

Pavčina Hřebíčková

Univerzita Pardubice  
Fakulta chemicko-technologická  
Akademický rok: 2021/2022

# ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Pavčina Hřebíčková**  
Osobní číslo: **C19065**  
Studijní program: **B2802 Chemie a technická chemie**  
Studijní obor: **Chemie a technická chemie**  
Téma práce: **Citlivost pyrotechnických složí k elektrostatickému výboji**  
Téma práce anglicky: **Sensitivity of pyrotechnic compositions to electrostatic discharge**  
Zadávací katedra: **Ústav energetických materiálů**

## Zásady pro vypracování

1. Proveďte literární rešerši zaměřenou na studium testování citlivosti výbušnin k ESD energii se zaměřením na pyrotechnické slože.
2. Popište zkušební metody a testovací metodiky používané v současné době.
3. Diskutujte různé faktory zkoušky ovlivňující ESD citlivost pyrotechnických směsí (např. chemické složení, granulometrie složek, upořádání a podmínky zkoušky apod.)
4. Výsledky zpracuje formou závěrečné práce.

Rozsah pracovní zprávy:  
Rozsah grafických prací:  
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam doporučené literatury:

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Vojtěch Pelikán, Ph.D.**  
Ústav energetických materiálů

Datum zadání bakalářské práce: **28. února 2022**  
Termín odevzdání bakalářské práce: **1. července 2022**

**prof. Ing. Petr Kalenda, CSc.** v.r.  
děkan

L.S.

**doc. Ing. Miloš Ferjenčík, Ph.D.** v.r.  
vedoucí ústavu

V Pardubicích dne 28. února 2022

Prohlašuji:

Práci s názvem Citlivost pyrotechnických složí k elektrostatickému výboji jsem vypracovala samostatně. Veškeré literární prameny a informace, které jsem v práci využila, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Byla jsem seznámena s tím, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, 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 žití 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.

Beru na vědomí, že v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, a směrnicí Univerzity Pardubice č. 7/2019 Pravidla pro odevzdávání, zveřejňování a formální úpravu závěrečných prací, ve znění pozdějších dodatků, bude práce zveřejněna prostřednictvím Digitální knihovny Univerzity Pardubice.

V Pardubicích dne 7. 7. 2022

Pavčina Hřebíčková v.r.

## **PODĚKOVÁNÍ**

Ráda bych na tomto místě poděkovala Ing. Vojtěchu Pelikánovi, Ph.D. za ochotu a trpělivost při vedení této bakalářské práce, poskytnuté materiály, zpětnou vazbu a vstřícnost při konzultacích. Dále bych chtěla poděkovat za podporu své rodině a přátelům.

## **ANOTACE**

Tato práce obsahuje ucelený soubor metod a postupů aktuálně využívaných k měření citlivosti výbušnin k elektrostatické jiskře, stručnou historii vývoje těchto metod a přehled vybraných faktorů ovlivňujících výsledek zkoušky. Popsány jsou dále některé druhy výbojů, jejich podstata a vznik, mechanismus působení elektrostatické jiskry. Dále jsou popsána různá uspořádání ESD zkušebních přístrojů a jiskřišť.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

ESD, elektrostatický výboj, metoda, citlivost pyrotechnická slož

## **TITLE**

Sensitivity of pyrotechnic compositions to electrostatic discharge

## **ANNOTATION**

This work contains a comprehensive set of methods and procedures currently used to measure the sensitivity of explosives to electrostatic discharge, a brief history of the development of these methods and an overview of selected factors affecting the test result. Some types of discharges, their essence and origin, the mechanisms of the electrostatic discharge ignition are also described as well as arrangement of apparatus and spark gaps.

## **KEYWORDS**

ESD, electrostatic discharge, method, sensitivity, pyrotechnic composition

# OBSAH

ÚVOD.....	13
1 Pyrotechnické slože, co je to ESD, historie.....	15
1.1 Rozdělení výbušnin.....	15
1.1.1 Charakteristika pyrotechnických složí.....	15
1.1.2 Složky pyrotechnických složí.....	15
1.2 Citlivost výbušnin.....	16
1.2.1 Rozdělení výbušnin podle ESD citlivosti.....	16
1.3 Výboje a jejich charakteristika.....	17
1.3.1 Druhy výbojů.....	18
1.4 Elektrostatická jiskra.....	18
1.5 Historický vývoj metodologie.....	18
1.5.1 US Bureau of mines, Explosive division.....	19
1.5.2 Kirshenbaum, Picatinny Arsenal.....	20
1.5.3 Larson, Los Alamos National Laboratory.....	20
1.5.4 Fisher and Sandia, National Laboratories.....	20
1.6 Generace zkušebních přístrojů pro ESD v ČR (resp. na UPCE).....	21
1.7 Citlivost pyrotechnických složí k ESD.....	22
1.7.1 Nanotermity.....	24
1.7.2 Další výzkum.....	25
2 Zkušební metody a zkoušky používané v současné době.....	29
2.1 STANAG 4490: Explosives, electrostatic discharge sensitivity test(s).....	29
2.2 Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře podle ČOS 137601 (4. vydání).....	30
2.2.1 Velká zkouška.....	30
2.2.2 Malá zkouška.....	30
2.3 AOP-7 – standardy a metody vztahující se k elektrostatické jiskře.....	31
2.3.1 Method 1031: ESD Sensitivity Test (NSWC Method).....	31
2.3.2 Method 1032: ESD Sensitivity Test (ARDEC Method).....	32
2.3.3 Method 1033: ESD Sensitivity Test (NAWC Method).....	33
2.3.4 Method 1034: Electrostatic Discharge Sensitivity Test - Large Scale.....	34
2.3.5 Zkouška Hercules Radford AAP.....	34
2.3.6 CERL Electric Spark Test – Kanada.....	35
2.3.7 Electrostatic Sensitivity Test– Německo.....	35
2.3.8 Electric Spark Test – Slovensko.....	35



2.3.9	Electrostatic Discharge Test – Švýcarsko .....	36
2.4	EMTAP 6 a 7 – Velká Británie .....	36
2.4.1	EMTAP 6 – rozřazovací část .....	37
2.4.2	EMTAP 7 – metoda pro citlivé výbušniny .....	37
2.5	Evropské normy dotýkající se problematiky měření ESD citlivosti .....	38
	ČSN EN 13938-2 .....	38
	ČSN EN 16263 – 4 .....	39
2.6	Forma uvádění získaných výsledků .....	39
3	Ovlivnění výsledku měření ESD demonstrováné na příkladech .....	41
3.1	Vzorek .....	41
3.1.1	Složení .....	42
3.1.2	Granulometrie .....	43
3.2	Vliv zkušebního zařízení .....	44
3.2.1	Jiskřiště .....	45
	Materiál elektrod .....	45
	Tvary elektrod .....	46
	Vliv vzdálenosti mezery .....	48
	Kontejnerky, držáky, pásy .....	48
3.3	Podmínky prostředí zkoušky .....	49
	ZÁVĚR .....	50

## SEZNAM ILUSTRACÍ A TABULEK

Obr. 1: Vývoj výskytu nehod ve výbušinářském průmyslu, jejichž příčinou mohla být iniciace ESD [5].....	13
Obr. 2: Relativní srovnání citlivosti vůči nárazu, tření a ESD pro vybrané látky, [5] .....	16
Obr. 3: Příklad voltampérové charakteristiky výboje [12] .....	17
Obr. 4: Volné uspořádání vs. použití skleněné trubičky, historická aparatura Bureau of Mines, [15] 19	
Obr. 5: Princip simulace výboje z lidského těla, HMB, zjednodušený obvod [18] .....	21
Obr. 6: Aparatura ESD 2008A, [23].....	22
Obr. 7: Aparatura X SPARK 10 firmy OZM Research, s.r.o., [22] .....	22
Obr. 8: Znázornění citlivosti na základě příznaků aktivace a energie strávené ve vzorku, [24] .....	23
Obr. 9: Výňatek ze STANAG 4490, [52] .....	29
Obr. 10: Vzorek PETN před zážehem a po zážehu (go) [25].....	31
Obr. 11: Schéma aparatury pro metodu 1032 ARDEC [15].....	33
Obr. 12: Aparatura NSW, [52].....	34
Obr. 13: Příklad citlivostní log-normální křivky, [56] .....	40
Obr. 14: Možné místo působení ESD v některých nitraminech, [59] .....	42
Obr. 15: Vliv granulometrie na $E_{50}$ , HMX, [65] .....	43
Obr. 16: Ovlivnění velikosti ESD citlivosti granulometrií pro RDX, HMX, [5] .....	44
Obr. 17: Závislost granulometrie ZnCP na $E_{50}$ , [66].....	44
Obr. 18: Vliv zařazení tlumicího rezistoru na MIE pro různé kapacity, pro zpoždovací slož Si/PbO <sub>2</sub> /CMC [16].....	45
Obr. 19: Závislost $E_{50}$ na bodu varu kovu použité elektrody, [17].....	46
Obr. 20: Tvary elektrod: kulovitá, jehlová, desková, pipetová desková/jehlová [15].....	47
Obr. 21 Vliv vzdálenosti elektrod na $E_{50}$ , [63] .....	48
Obr. 22: Ukázka vzorku v plastové trubičce překryté páskou, [71] .....	49
Obr. 23: Vliv vlhkosti na $E_{50}$ , měřeno pro HMX, [63].....	49
Tabulka 1: Referenční hodnoty citlivosti RDX pro různé metody [1], [2] .....	13
Tabulka 2: Rozdílné podmínky pro HBM testy SMT a Fisherův test (SSET), [20] .....	21
Tabulka 3: Příklady citlivosti vybraných látek a směsí, [25].....	23
Tabulka 4: Zvýšení citlivosti zmenšením částic Al/In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , [39].....	24
Tabulka 5: Snížení citlivosti složou přidávkem polyanilinu, [35].....	25
Tabulka 6: Snížení citlivosti ESD pasivací elektroaktivním polymerem, [44] .....	25
Tabulka 7: Porovnání ADN směsi s běžnými primárními výbušninami [27].....	26
Tabulka 8: Laboratorní výsledky pro zábavní pyrotechniku, [3] .....	27
Tabulka 9: Měření shody výsledku různých laboratoří, sběr dat, [48].....	27
Tabulka 10: Měření shody výsledků různých laboratoří, sběr dat, [49].....	28
Tabulka 11: Standardy pro 1031 NSW, [1] .....	32
Tabulka 12: Standardy pro 1032 ARDEC, [1] .....	33
Tabulka 13: Standardy pro 1033 NAWC, [52].....	34
Tabulka 14: Standardy pro CERL Electric Spark Test – Kanada, [1].....	35
Tabulka 15: Standardy pro Electric Spark Test – Slovensko, [1] .....	36
Tabulka 16: Standardy pro Electrostatic Discharge Test – Švýcarsko, [1] .....	36
Tabulka 17: Vliv formy vzorku na výsledek měření pro Fe/KClO <sub>4</sub> , [58].....	41

Tabulka 18: Naměřená citlivost složí, [64] .....	42
Tabulka 19: Zastoupení jednotlivých látek ve zpoždovací složí, [64].....	43
Tabulka 20: Rozdílné výsledky iniciační energie [mJ] při použití různých tvarů elektrod, [14].....	47
Tabulka 21: Rozdílné výsledky $E_{50}$ při použití různých tvarů elektrod, HMX, HMX s příměsí grafitu, [63].....	47

## SEZNAM ZKRATEK A ZNAČEK

AOP	Implementační příručka
ARDEC	Armament Research, Development and Engineering Center
CERL	Canadian Explosive Research Laboratory
ČOS	Český obranný standard
ČSN	Česká technická norma
E <sub>50</sub>	Střední hodnota citlivosti
EMTAP	Energetic Materials Testing Assessment Policy
ESD	Electrostatic discharge, elektrostatický výboj
ESZ - KTTV	Zkušební zařízení na katedře teorie a technologie výbušnin
HBM	Human Body Model, obvod pro simulaci výboje z lidského těla
HMX	Oktogen
MIE	Minimální iniciační energie
NAWC	Naval Air Warfare Center
NSWC	Naval Surface Warfare Center
OZM Reasearch	Název firmy
PETN	Pentrit
RDAD	Označení testovacího zařízení, viz 1.6
RDX	Hexogen
SMT	Standard Man Tester, viz 1.5.4
SSET	Severe Human Body ESD Tester, dtto
STANAG	Standardizační dohoda NATO
TPH	Tuhé pohonné hmoty
UPCE	Univerzita Pardubice

## ÚVOD

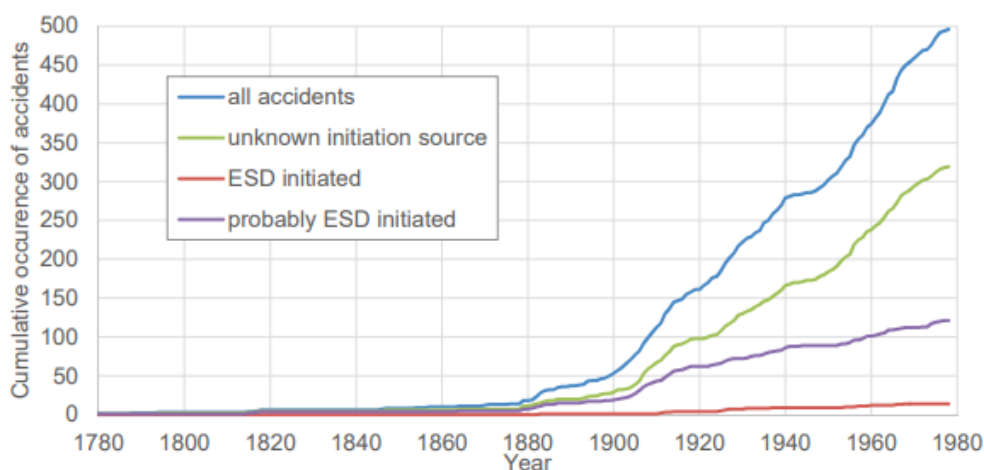
Citlivost k elektrostatické jiskře, určuje množství energie dodané výbojem elektrostatické jiskry, které způsobí iniciaci zkoušeného materiálu. Jde o jednu z nejmladších posuzovaných citlivostí energetických materiálů, která se těžko předvídá podle jiné citlivosti nebo vztahuje k jiným vlastnostem látky.

Účinky elektrostatické jiskry (ESD, electrostatic discharge) na elektronické součástky jsou zkoumány velmi intenzivně, zavedeny jsou i normy pro ESD prostředí a z toho vyplývající opatření jako uzemňování povrchů, nošení vhodného oblečení a dodržování antistatických opatření. Normované metody pro zjišťování odolnosti výrobků obsahujících pyrotechnické složky jsou na tom o poznání hůře a metody pro stanovení citlivosti vlastních pyrotechnických složí či jiných výbušnin k účinkům ESD mají k jednotnému, plně funkčnímu ucelenému standardu, vycházejícímu z praxe, daleko. Rozptyl výsledků při použití různých postupů a metod je ilustrován v Tabulka 1.

**Tabulka 1: Referenční hodnoty citlivosti RDX pro různé metody [1], [2]**

Postup	NSWC	NAWC	CERL	ČOS 137601	SK
Citlivost k ESD RDX [J]	0,095	0,250	0,025	0,055	0,300

Na všechny výbušiny by mělo být pohlíženo jako na látky citlivé na vznik, akumulaci a vybíjení náboje, hlavně z důvodu bezpečnosti při manipulaci s nimi. Lidské tělo je schopno nahromadit a udržet náboj až několik desítek mJ [3], přičemž některým výbušinám stačí k iniciaci výboj energie v řádu desítek  $\mu$ J [4]. V průmyslu jde o častou, obtížně eliminovatelnou příčinu nehod, viz Obr. 1.



**Obr. 1: Vývoj výskytu nehod ve výbušinářském průmyslu, jejichž příčinou mohla být iniciace ESD [5]**

Principem zkoušky je probití vzorku umístěného mezi dvěma elektrodami kapacitním výbojem z kondenzátoru, jenž byl nabit zdrojem vysokého napětí.

Cílem této práce bylo prostudovat metody měření citlivosti výbušnin, zejména pyrotechnických složí, k ESD formou rešerše a seznámit se s aktuálně platnými a používanými postupy. Práce dále obsahuje stručnou historii oboru a zevrubný rozbor některých vlivů podílejících se na výsledku zkoušky.

# 1 Pyrotechnické slože, co je to ESD, historie

## 1.1 Rozdělení výbušnin

Výbušniny se dělí do čtyř základních kategorií, jimiž jsou třaskaviny, trhaviny, střeliviny a pyrotechnické slože. Třaskaviny jsou schopné rychlého přechodu od hoření k detonaci, slouží jako primární výbušniny pro aktivaci jiných výbušnin, zejména trhavin. Trhaviny patří mezi sekundární výbušniny se silným tříštivým účinkem, explodují detonací. Střeliviny jsou pevné látky, jejichž hlavní funkcí je udělení pohybu střele, po iniciaci explozivně hoří. Poslední skupinou jsou pyrotechnické slože [6].

### 1.1.1 Charakteristika pyrotechnických složí

Úkolem pyrotechnické slože je dosáhnout požadovaného účinku, např. světelného nebo zvukového. Využívají se k zábavním, signalizačním, záchranným a převážně vojenským účelům [7]. Existuje několik druhů složí, např. osvětlovací, zábleskové, stopovkové, signální, zápalné, zážehové nebo zpozd'ovací [6]. V porovnání s primárními, sekundárními výbušninami a hnacími hmotami jde o látky s progresivním hořením, složené z pevných částic, jejichž produktem hoření je obvykle pevný zbytek a plyn. V kontextu porovnání jde o nejsnáze zažehnutelné látky nevyžadující přítomnost kyslíku díky obsaženému oxidovadlu. [8]

### 1.1.2 Složky pyrotechnických složí

**Oxidovadlo** zprostředkovává přenos elektronů při reakci, často jde o kyslíkaté sloučeniny schopné uvolnit kyslík svým termickým rozkladem. Nemělo by obsahovat krystalicky vázanou vlhkost, jejímž působením by se rozkládalo, v ideálním případě je netoxické. Přímou ovlivňuje rychlost hoření slože. **Hořlavina** je látkou, jež je schopna snadné oxidace pomocí výše uvedeného oxidovadla. Člení se do dvou hlavních skupin, anorganické a organické. Hořením musí hořlavina pokrýt spotřebu oxidovadla, ztráty do okolí a spotřebovat co nejméně kyslíku. Při skladování musí být inertní vůči oxidovadlu, nesmí být samozápalná.

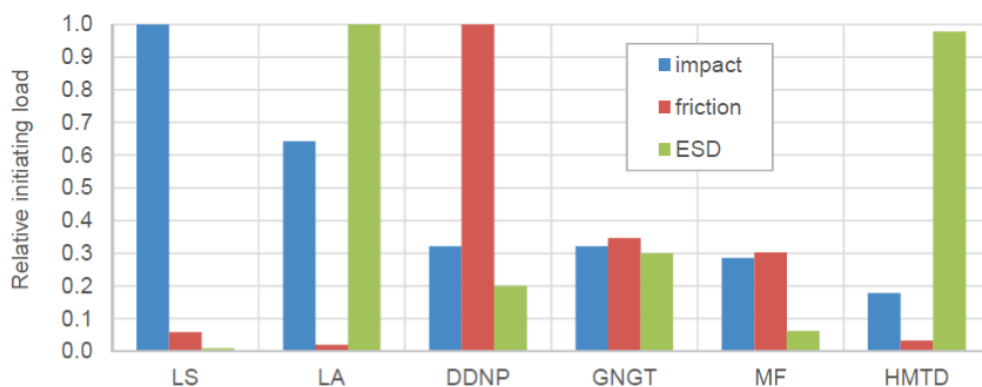
**Pojidlo** zvyšuje mechanickou pevnost výsledné slože, zároveň pomáhá omezit vlnutí materiálu. Pro pojidlo je běžná tekutá forma, nezřídka je pojidlo zároveň hořlavinou. Použití **barviv a látek barvicích plamen** je typické pro signální slože a zábavní pyrotechniku. Ve složích pro tvorbu barevných dýmů jde hlavně o teplotně stálá organická barviva.

Mezi další složky patří **dýmotovorné látky, látky pro podporu účinku**, např. svítivosti, případně zvýšení citlivosti ke tření, která je pro zážeh pyrotechnických složí zásadní. Pyrotechnické slože podle účelu mohou obsahovat **flegmatizátory**, jež se používají pro zvýšení bezpečnosti při manipulaci

a výrobě. Může jít o látky plnící zároveň funkci pojidla, např. vazelína. **Stabilizátory** ve směsi zvyšují chemickou stabilitu, dále slož může obsahovat **látky pro zrychlení či zpomalení hoření**. **Rozpouštědlo** rozpouští pojidlo, zároveň nesmí ovlivňovat chemickou stálost slož. [6]

## 1.2 Citlivost výbušnin

Citlivost výbušnin je definována jako schopnost reagovat na charakteristický vnější podnět vznikem výbušné přeměny (hoření nebo detonace) [6]. Pro vznik výbuchu je třeba dodat látce konkrétní množství energie, jež vyvolá výbušnou reakci alespoň v části výbušniny, tj. dodá jí počáteční impuls. Velikost počátečního impulsu představuje míru citlivosti, minimální množství energie, které musí výbušina přijmout. Iniciací je myšleno dodání energie vnějším podnětem, což lze provést různými způsoby lišícími se formou dodávané energie. Iniciační energie musí dosahovat výšky aktivační energie, která je charakteristická.



**Figure 2:** Relative intensity of impact, friction and ESD required for initiation of primary explosives according to [1] (LS=lead styphnate, LA=lead azide, DDNP=Dinol, GNGT=tetrazene, MF=mercury fulminate, HMTD=hexamethylene triperoxide diamine).

**Obr. 2:** Relativní srovnání citlivosti vůči nárazu, tření a ESD pro vybrané látky, [5]

Výbušiny však nedokážou přijímat energii ze všech forem a podnětů stejně dobře. Schopnost přijímat energii vnějšího podnětu závisí na fyzikálních vlastnostech výbušnin a podmínkách, ve kterých podnět působí. Forma dodané energie závisí na typu iniciace, mezi nejznámější patří tepelný podnět (záhřev, plamen, přímý kontakt s ohřátým tělesem), mechanický podnět, elektrický podnět (elektrická jiskra), podnět způsobený detonací jiné výbušniny a podnět světleným zářením. [6]

### 1.2.1 Rozdělení výbušnin podle ESD citlivosti

Podle velikosti naměřené iniciační energie byly do r. 2016 rozděleny v normě *ČSN 33 2030 Elektrostatika - Směrnice pro vyloučení nebezpečí od statické elektřiny* do kategorií **poměrně necitlivé** výbušniny s energií pro vznícení vyšší než 450 mJ, **citlivé** výbušniny s jiskrou o energii 450 – 1 mJ, **velmi citlivé** výbušniny iniciované jiskrou s energií pod 1 mJ. [9]



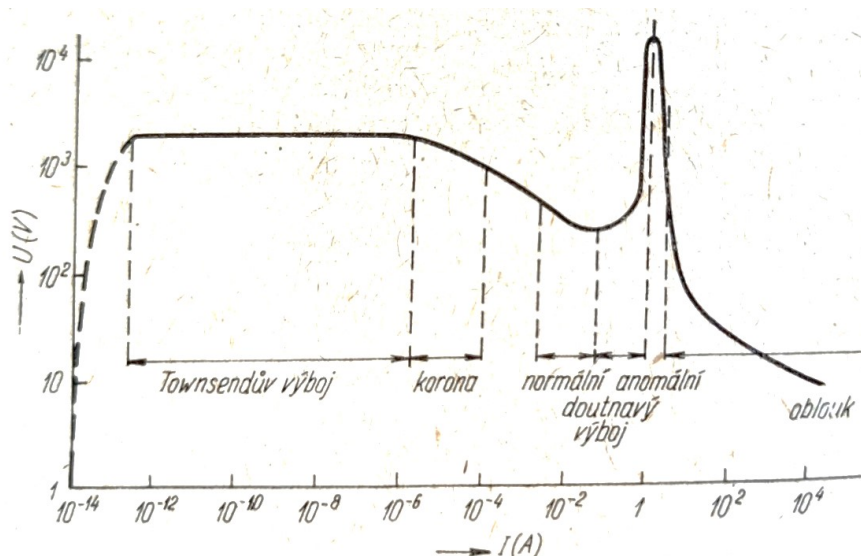
Nyní je v platnosti norma ČSN CLC/TR 60079-32-1 *Výbušné atmosféry - Část 32-1: Návod na ochranu před účinky statické elektřiny*, která obecně popisuje, že primární výbušniny jsou citlivější než střeliviny nebo trhaviny, pyrotechnika však má široký rozsah citlivosti. V [10] jsou popsána manipulační opatření a rozdělení výbušnin do tříd:

- **První stupeň ochrany:** poměrně necitlivé výbušniny s jiskrou nad 450 mJ
- **Dodatečná ochrana:** citlivé výbušniny, jejich minimální zápalná energie je v rozmezí 450 – 1 mJ
- **Druhý stupeň ochrany:** velmi citlivé materiály, MIE je menší nebo rovna 1 mJ [10]

### 1.3 Výboje a jejich charakteristika

Fyzikálními veličinami charakterizujícími elektrostaticky nabitou soustavu jsou náboj  $Q$  [C], kapacita  $C$  [F] a napětí  $U$  [V]. Výboj je jev, kdy dochází k vyrovnání potenciálů tokem elektronů mezi místy s rozdílným potenciálem skrz určité prostředí, jednodušeji prochází elektrický proud. Výboj ovlivňuje i elektrizovatelnost, tj. schopnost materiálu udržet si náboj. Průraz prostředí může být doprovázen praskotem, jiskřením nebo může být bez výraznějších vnějších projevů.

Výboj, jehož je elektrostatická jiskra pouze jednou z realizovatelných možností, může být proveden v několika režimech, které se od sebe liší v závislosti na podmínkách prostředí a jiskřiště. Těmi jsou geometrie a vzdálenost elektrod, tlak a teplota plynu, materiál elektrod, hustota protékajícího proudu a chemické složení plynu [11]. Popis výboje umožňuje voltampérová charakteristika, grafická závislost napětí  $U$  [V] na proudu  $I$  [A].



Obr. 3: Příklad voltampérové charakteristiky výboje [12]

### 1.3.1 Druhy výbojů

Mezi druhy výboje schopné samostatné existence patří:

**Obloukový výboj** nastává za normálního tlaku při nízkých hodnotách napětí a vyšších hodnotách proudu. Dochází k rozžhavení obou elektrod, prudkému nárůstu teploty a může dojít až k tavení konců obou elektrod, čehož se využívá pro obloukové sváření, obloukové pece nebo v sodíkových obloukových lampách pouličního osvětlení. [13] Pro využití při stanovení citlivosti energetických materiálů k výboji je nevhodný hned z několika důvodů: není dostatečně stabilní, není dobře reprodukovatelný kvůli tepelnému opotřebování elektrod, jeho působením dochází ke vzniku ozonu a díky velkému množství energie by došlo k destrukci vzorku jeho aktivací i při nejslabší proveditelné variantě. [11]

**Doutnavý výboj** nastává v plynu za sníženého tlaku, probíhá snáz než výboj jiskrový, lze ho realizovat i při nižším napětí a nízké hodnotě proudu. Ukázkou doutnavého výboje mohou být neonové poutače, dochází k němu také v kompaktních zářivkách. [13]

**Koronový výboj** může vznikat za normálního tlaku na ostrých hrotech a hranách vodiče pod vysokým napětím. Na hrotu je intenzita elektrostatického pole nejvyšší, nahromaděný náboj tvoří slabě svítící vrstvu. Jde o typ doutnavého výboje za vyššího tlaku, uplatňuje se např. v elektrofiltrech a při tvorbě ozonu, způsobuje ztráty na vedeních vysokého napětí [12].

### 1.4 Elektrostatická jiskra

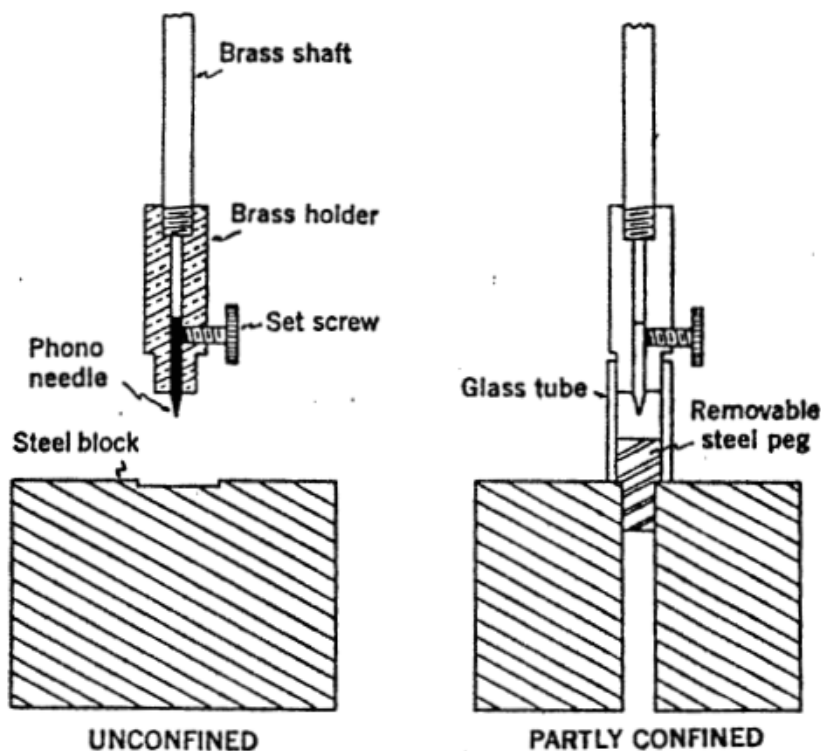
ESD neboli jiskrový výboj vzniká za normálního tlaku při vysokých intenzitách elektrostatického pole. Elektrostatický výboj je náhlý elektrický tok, jenž vyrovnává rozdíl nábojů na površích dvou blízce umístěných objektů. Pro průraz prostředí je nutný určitý stupeň jeho ionizace, nabití, které vzniká při překročení kritické hodnoty intenzity elektrického pole. Toto překročení je následkem nahromadění statické elektřiny vzniklé například při tzv. triboelektrickém nabíjení nebo při nabíjení indukčním. [14]

### 1.5 Historický vývoj metodologie

Účinky elektrostatického náboje na azid olovnatý zkoumali Fleischer a Burtle už v roce 1947, později Rathburg a Schmitz měřili citlivost k ESD u primárních výbušnin (1949), Peace dále r. 1953 popsal hromadění náboje při prosévání prachů [15]. Hlavním průkopníkem v získávání poznatků testování ESD citlivosti byly americké společnosti [15], existují však záznamy i o evropské aktivitě v této oblasti [16].

### 1.5.1 US Bureau of mines, Explosive division

Jednou z prvních popsanych metod je zkouška vyvinutá U.S. Bureau of mines, která byla zkoumána od počátku 40. let 20. století. V roce 1953 byla upravena původní a vydána nová zpráva popisující stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře kapacitním výbojem. [15]



Obr. 4: Volné uspořádání vs. použití skleněné trubičky, historická aparatura Bureau of Mines, [15]

Provedení zkoušky spočívalo ve vybití energie uložené v kondenzátoru do sypkého vzorku výbuštiny pomocí dvojice elektrod, přičemž ztráty energie při přenosu byly zanedbány. Z vysokonapětového zdroje byl nejprve nabit kondenzátor, spínačem byl obvod propojen s anodou jehlového tvaru. Pokud by anoda byla umístěna příliš daleko od katody, docházelo by ke zkreslení výsledku hodnoty energie v důsledku energetických ztrát, anoda proto byla po připojení ke kondenzátoru rychle posunuta dolů směrem ke katodě co nejbližší vzorku do vzdálenosti menší, než je potřebná pro samovolné přeskočení jiskry.

Zkoušku bylo možné realizovat ve dvou konfiguracích (Obr. 4): vzorek umístit do mělké prohlubně v katodě nebo částečně určit jeho tvar, pomocí skleněné trubičky s uzemněnou ocelovou zátkou. Každá varianta poskytovala naprosto odlišné výsledky, ačkoli další podmínky (hmotnost vzorku 50 mg, energie nabití a tvar elektrod) byly shodné. Vkládanou energii bylo možné měnit pomocí

sestavy kondenzátorů s pracovním napětím až 5 kV, přičemž ve vybíjecím obvodu nebyl zapojen žádný rezistor.

Výsledkem byly závěry vyjadřující, že velké částice vzorku jsou méně náchylné k zážehu, vyjma primárních výbušnin přispělo využití skleněné trubičky jako držáku vzorku významnou měrou k snazšímu zážehu a kompletnímu shoření vzorku. Vzorky sekundárních výbušnin s jemnější granulometrií poskytovaly nižší hodnoty energie při konfiguraci v mělké prohlubni než ve skleněné trubičce, navíc docházelo působením výboje k rozptýlení volného vzorku a tím k usnadnění zážehu. Kovové prášky vykazovaly větší citlivost při volném testu, oproti tomu střelný prach byl citlivější při testu ve skleněné trubičce.

### **1.5.2 Kirshenbaum, Picatinny Arsenal**

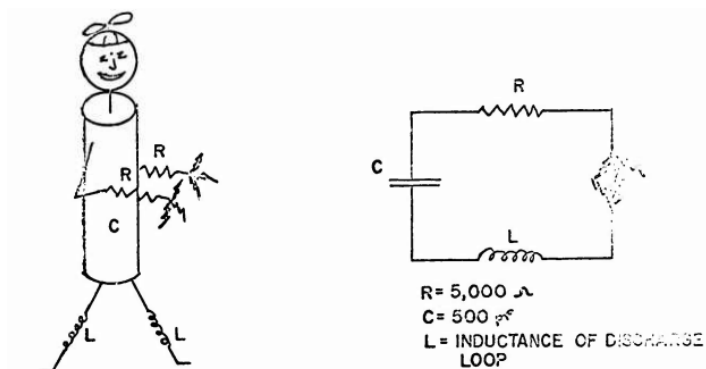
Kirshenbaum dosavadní aparaturu vylepšil v 70. letech a rozdělil zkoušku do dvou částí; odhadnutí, zda se jedná o primární nebo sekundární výbušiny nebo jiné látky, a test pro srovnání s primárními výbušninami. Ve screeningové části testu byl vzorek podroben pouze výboji o jednotné energii 0,020 J. Při pozitivní reakci (zážehu) byl zařazen mezi primární výbušiny, metodika tedy sloužila hlavně pro ně. Vzorky byly měřeny převážně ve zkoušce s volnou konfigurací (bez kontejnerku).

### **1.5.3 Larson, Los Alamos National Laboratory**

Dalším vylepšením dosavadní metodiky byla výměna skleněné trubičky za olovenou folii a provádění dalších studií na sekundárních výbušninách. Studovány byly vlivy velikosti částic, hmotnosti vzorku, materiálu a tvaru elektrod, vliv řazení rezistorů, teplota, napětí a volný objem v držáku vzorku. Výhodou tohoto systému bylo vyloučení subjektivního úsudku operátora o úspěšnosti zážehu a zároveň poskytoval informace o citlivosti a výbušnosti vzorku. [15]

### **1.5.4 Fisher and Sandia, National Laboratories**

Dalším pokrokem bylo testování založené na principu „worst case scenario“, jež poskytovalo model nehody s jiskrou vzniklou nastřádáním elektrostatické energie na lidském těle. Bylo zjištěno, že výboj z lidského těla může být sice krátký, ale o to silnější, s vyšším napětím, kombinovaný s pomalým vybíjením. Pro výboj těchto parametrů byla uzpůsobena i aparatura; poskytovala vysoký střídavý proud, následovaný dlouhotrvajícím výbojem získaným kombinací dvou kondenzátorů s posunutou časovou fází. [17]



Obr. 5: Princip simulace výboje z lidského těla, HMB, zjednodušený obvod [18]

Simulace vybití probíhala pomocí dvou metod, metody Standard Man Tester (SMT) a metody Sandia Severe Human Body ESD Tester (SSET). [19] Energie uložená v soustavě byla při obou variantách stejná, ale křivky vybití rozdílné. Podmínky testu jsou pro znázornění uvedeny níže v Tabulka 2.

Tabulka 2: Rozdílné podmínky pro HBM testy SMT a Fisherův test (SSET), [20]

Parameter	Standard	Fisher
Voltage	20 kv	25 kv
Resistance	500 ohms	360 ohms
Capacitance	600 pf	410 pf
Inductance	NA	0.6 uhenries

## 1.6 Generace zkušebních přístrojů pro ESD v ČR (resp. na UPCE)

Jedny z prvních pokusů o sestavení zkušební aparatury určené ke stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře pro některé specifické sekundární výbušniny vyústily v zařízení označené RDAD, jež bylo vyvinuto ve spolupráci s oddělením Výzkumu a vývoje Zbrojovky Indet, a.s. Výběr kondenzátoru umožňoval použít napětí v rozsahu 8–14 kV, používána byla metoda up-and-down s krokem 0,2 kV.

Pro testování citlivosti primárních výbušnin a pyrotechnických složí byla vyvinuta aparatura ESZ KTTV (ve spolupráci s Ministerstvem průmyslu a obchodu ČR) [21], jež prošla několika stupni vývoje. První model vytvořený na přelomu let 1999/2000 byl sestaven poměrně improvizčně, vyžadoval dva členy obsluhy, kdy jeden nabíjel a druhý střílel. Druhá generace přístrojů již byla sestavena z průmyslových komponent, od r. 2007 bylo teoreticky možné je sériově vyrábět. Třetí generace přístrojů umožňovala manuální řízení a byla ještě pokročilejší, čtvrtá generace směřuje k univerzálně využitelnému přístroji splňujícím bezpečnostní i technické trendy, na ovládání dotykovým panelem s plně číslicovým řízením. Významnou měrou se na vývoji a výrobě podílí společnost OZM Research, s.r.o., z jejichž dílny pocházely modely ESZ 2008A, ESZ 2008MIL a v současné době nejnovější X SPARK10. [22]



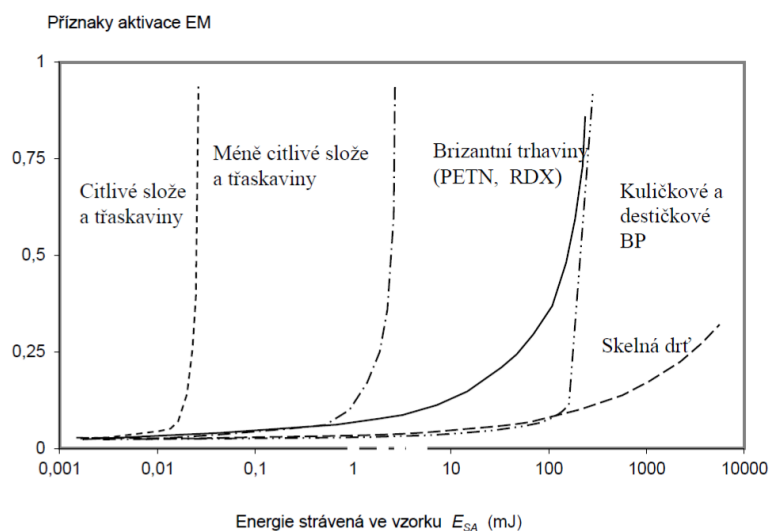
Obr. 6: Aparatura ESD 2008A, [23]



Obr. 7: Aparatura X SPARK 10 firmy OZM Research, s.r.o., [22]

## 1.7 Citlivost pyrotechnických složí k ESD

Citlivost k elektrostatické jiskře je vedle iniciace třením a nárazem jednou z nejčastějších příčin náhodného zážehu pyrotechniky [23]. Pyrotechnické slože ve srovnání s jinými typy výbušnin patří obecně mezi materiály citlivé k ESD, ale najdou se i výjimky, viz níže. Obr. 8 ilustruje jejich citlivost v porovnání třaskavinami, brizantními trhavinami a bezdýmnými prachy, pro úplnost i se skelnou drtí používanou jako slepý vzorek. [24]



Obr. 8: Znázornění citlivosti na základě příznaků aktivace a energie strávené ve vzorku, [24]

Pro porovnání citlivosti vzorků mezi sebou je využíváno referenčních hodnot pro látku charakteristickou svojí citlivostí, např. tricinát olova, azid olovnatý, dále pak méně citlivé RDX, PETN nebo HMX.

Tabulka 3: Příklady citlivosti vybraných látek a směsí, [ 25]]

Extrémně rizikové < 50 $\mu$ J		Vysoce rizikové 200–1000 $\mu$ J		Rizikové 1–40 mJ		Běžná citlivost 50–250 mJ	
Zr/KClO <sub>4</sub>	17–40 $\mu$ J	Zr/Pb <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	200–500 $\mu$ J	Azid olova	5–10 mJ	RDX, tř. A	139 mJ
Tricinát olova	25–70 $\mu$ J	K-pikrát/KP/Zr	260–400 $\mu$ J	Azid stříbrný	1–3 mJ	HMX, tř. 1	242 mJ
KDNBF	40–60 $\mu$ J	Hg(CNO) <sub>2</sub>	511 $\mu$ J	ACP	8–11 mJ	E–HNIW	60–80 mJ
				Jemný PETN	30–40 mJ	Comp. B	74 mJ
				Černý prach	10–30 mJ	Mg/KClO <sub>4</sub> (sig. světlice)	60–240 mJ

ESD citlivou složkou, např. v perkusních zápalkách [26] bývá tricinát olova, jenž je stejně jako azid olovnatý používán jako primární výbušnina [27]. Vedle dobrých výbušninářských vlastností je bohužel toxický, trendem ve výzkumu tak je nahrazování nejen pyrotechnických složek obsahujících těžké kovy za ekologičtější varianty [28], [29]. To vedlo k výzkumu a charakterizaci nových materiálů, včetně těch nanoenergetických [30], mezi nimi i NSTEM, NanoStructure Thermite Explosives [31] nebo NanoStructure Thermites and Explosives [32]. Při zacházení s nimi je třeba dbát zvýšené opatrnosti kvůli jejich vysoké citlivosti, zejména k elektrostatické jiskře [32].

### 1.7.1 Nanotermity

Běžné termitové slože patří mezi zápalné slože [33], jež se v civilní sféře používají např. pro svařování kolejnic [33], [34]. Při aluminotermickém svařování je hořením termitu (práškový Al, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dosaženo teploty až 3000 °C, dojde k natavení svarových ploch kolejnic, tekuté železo se usadí na dně žáruvzdorného svarového kelímku a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se vyloučí jako struska [34]. Obecně jsou termity tvořeny směsí oxidovadla ve formě kovu či jeho oxidu nebo soli, palivem je volný kov [28].

Zmenšení měřítka umožnilo využití nanotermitů, dohledatelných i mezi MIC (Metastable Intermolecular Composites) [35], v dalších oblastech díky vylepšení dosavadních vlastností, např. vyšší rychlost hoření, menší opoždění zážehu a snížení teploty zážehu [36]. Ovlivnění citlivosti nanotermitů je prováděno buď působením na palivo, úpravou velikosti částic, změnou poměru Al/AlO<sub>3</sub> v případě hliníkových paliv [37], případně přidání znečitlivující složky [38].

Z aditiv byly testovány různé druhy uhlíkatých sloučenin jako saze, grafit, nanotrubičky, nanovlákná, grafen, nanodiamanty, dále polymery teflon a polyanilin, nebo anorganické látky (sulfid molybdenu) [35].

Při studiu kombinace Al/In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [39] bylo dosaženo zvýšení ESD citlivosti **zmenšením částic oxidovadla**:

Tabulka 4: Zvýšení citlivosti zmenšením částic Al/In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. [39]

Sensitivity Test	Impact (J)	Friction (N)	ESD (mJ)
Al/In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _um	>100	>360	27.71
Al/In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _nm	>100	324	0.31

Výsledná citlivost může být pokládána za důsledek elektrické vodivosti směsi; u mikronových (větších) částic je předpokládána lepší schopnost vést proud než u nanoformy a snáze tak rozptýlit náboj v celém objemu prachu. Zabránění akumulaci nebo zvýšení hustoty energie náboje vedlo k omezení náhodných vznícení. [39]

#### **Přidání polyanilinu jako znečitlivující složky do Al/SnO<sub>2</sub>**

[35] Studie zabývající se Al/SnO<sub>2</sub>-PAni dokázala, že přídavek už 7–8 hm % vodivého PAni v nanotermitu Al/SnO<sub>2</sub> umožnil dosažení prahu citlivosti ESD ~100 mJ ve srovnání s hodnotou pod 1 mJ pro vlastní Al/SnO<sub>2</sub>. Přidáním PAni došlo k vytvoření vodivých drah v objemu celého vzorku, ve výsledku nedochází k žádnému joulovskému zahřívání nanočástic paliva elektrostatickými výboji.



**Tabulka 5: Snížení citlivosti slože přidavkem polyanilinu, [35]**

PAni wt %	ESD (mJ)
0	0.14
1.8	0.46
4.3	0.72
7.7	96.5
10.8	1212

Ke obdobným výsledkům, ovšem s menší účinností, dospěl Gibot [40] s využitím polypyrollu jako desenzibilizačním činidlem pro kombinaci Al/SnO<sub>2</sub>.

### 1.7.2 Další výzkum

Desenzibilizací samotného Al využitelného v pyrotechnice se zabýval [41], o probíhajícím výzkumu snižování citlivosti Zr pro speciálních pyrotechnické účely a použití v raketových propelentech, kdy snižuje citlivost mikroenkapsulací, potahem povrchu částic Zr hliníkem nebo pomocí ZrH<sub>2</sub> píše Czajka v [42]. Použití netradičních kovů zkoumala společnost MACH I, Inc dosáhla snížení ESD citlivosti pyroforických Zr a Hf tvorbou povlaku pasivací za specifických podmínek v inertních atmosférách [43].

Ačkoli mechanismus iniciace ESD není ještě zcela popsán, bylo prokázáno že souvisí s vodivostí materiálu. Patent US 7,108,758 B1 [44] uvádí možnost snížení citlivosti k ESD pomocí disipace (rozptýlení) náboje ve složi, která obsahuje energetické částice, elektricky aktivní polymer pro jejich potažení a oxidovadlo ze skupiny Fe<sup>3+</sup> solí včetně FeCl<sub>3</sub>, halogenidů, Cu<sup>2+</sup> solí a Lewisovských kyselin. Aplikovatelná je pro lisované vzorky, ve kterých tak dochází vytvoření dostatečného množství styčných kontaktů při použití polymerů PEDOT (poly(3,4-ethylenedioxythiofen)), polythiofen, modifikovaný polypyrrol, polyanilin, polyacetylen.

**Tabulka 6: Snížení citlivosti ESD pasivací elektroaktivním polymerem, [44]**

CP (wt % oxidant)	$\sigma$ (S/cm)	Charging in SEM	EST Passed/Attempts
PEDOT (5/FeCl <sub>3</sub> )	$2 \times 10^{-3}$	No	2/3
Prof. PEDOT (5/FeCl <sub>3</sub> )	$<2 \times 10^{-7}$	Some	1/2
PPy (10/FeCl <sub>3</sub> /CHCl <sub>3</sub> )	$2 \times 10^{-3}$	Some	5/6
PT (5/FeCl <sub>3</sub> )	$<2 \times 10^{-7}$	Slowly	10/10
None	$3 \times 10^{-8}$	Yes	0/10

V Tabulka 6 je uvedena naměřená měrná vodivost vzorku  $\sigma$ , poslední sloupek udává zážeh při 0,25 J za použití 5kV zdroje, 0,02  $\mu$ F kondenzátoru za použití ocelové jehlové elektrody [44].

Jednou z prvních studií ESD citlivosti přímo pro pyroslože byla studie A. Mäkiho [16], v níž zkoumal citlivost porézních nitrocelulóзовých prachů a mletých NC prachů za různých podmínek zkoušky. Vlastní citlivost jako fce odporu byly zkoumány pro:

- zážehovou slož B/KNO<sub>3</sub>/epoxidová pryskyřice
- zpožd'ovací slož Si/PbO<sub>2</sub>/CMC (celulózová guma),
- stopkovkovou slož Mg/ Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>/SrC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, SrO<sub>2</sub>, C<sub>10</sub>,Cl<sub>12</sub>/benzofuran
- zápalnou slož Al/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,
- simulační slož Al/KClO<sub>4</sub>,
- zpožd'ovací slož Si/Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/želatina, Sb/KMnO<sub>4</sub>, Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/BaCrO<sub>4</sub>/NC, a signální slož Mg/Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>/SrO<sub>2</sub>/pvc/vosk byly shledány jako necitlivé

Studie [27] zkoumala využití dinitramidu amonného (ADN) jako oxidovadla v kombinaci s červeným fosforem nebo TiH<sub>4</sub> jako paliva v detonačních směsích. Výsledkem bylo dosažení ESD citlivosti 1,21 – 1,5 J v závislosti na poměru air-fuel ratio, v porovnání s primárními výbušninami jde o velmi necitlivou směs. Pro měření byla použita aparatura ESD 2008.

**Tabulka 7: Porovnání ADN směsi s běžnými primárními výbušninami [27])**

Látka	ADN směs	Tricinát	Azid olovnatý	PETN
ESD citlivost [mJ]	1 212 – 1 496	0,04 – 0,14	6 – 12	65 – 115

Vysoká odolnost je připisována na vrub tepelné stabilitě ADN, který při 91,5 °C taje a při 127 °C se rozkládá [27].

ESD citlivost byla měřena i pro vybranou zábavní pyrotechniku [3] metodou NSWG za účelem zařazení do bezpečnostních kategorií, porovnány byly s méně reaktivními PETN a RDX. Neznámé vzorky byly podrobeny analýze, ze zkoumaných vzorků byly k ESD nejcitlivější bleskové prachy označené KP/KC/Al s obsahem S, Al, Mg, ClO<sub>3</sub><sup>-</sup> a ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>.

**Tabulka 8: Laboratorní výsledky pro zábavní pyrotechniku, [3]**

Name of sample	Physical Description	Impact (H <sub>50%</sub> )	Friction (F <sub>50%</sub> )	ESD (joules)	Major cations	Major anions	Sulfur	Thermal decomp onset
Units		cm	psi	0/20 at				°C
	Flash powders without sulfur do not thermally decompose < 500 °C							
Halawa #B	fine gray powder, with larger chunks	50	9	0.013	Mg, Al, K, Ti, Si	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	2.4	>500
Halawa #C	fine gray powder	72	9	0.063	Mg, Al, K, Ti	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	4-13	>500
KP/Al	fine gray powder, standard	60	77	0.013	Al, K	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	ND	Not tested
KC/Al	fine gray powder, standard	71	71	0.013	Al, K	ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	ND	Not tested
KP/KC/Al	fine gray powder, standard	55	77	0.013	Al, K	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	ND	>500

Jako riziková složka při manipulaci byly vyhodnoceny výmetné slože tvořené černým prachem, kdy při stanovení citlivosti tření a nárazu k zážehu nedošlo, avšak byla pozorována citlivost k jiskře. Nejméně citlivou, nezažehnutelnou, složkou pyrotechniky byl nepřekvapivě pyrotechnický jíl, a to jak k elektrostatické jiskře, tak k nárazu a tření. [3]

Uvádění citlivosti látek nově syntetizovaných energetických materiálů k ESD na rozdíl od citlivosti k nárazu či tření není samozřejmostí, ale dochází k posunu, např. v [45] kde byla zkoumány možnosti nahrazení chloristanu v zelených signálních složích, obdobně pro vysokoúčinné červené světlice [46], pro další ekologické varianty např. v [47].

Citlivost látek k elektrostatickému výboji byla měřena v programu IDCA pro vyhodnocení shody dat naměřených různými laboratořemi. pro střelný prach ve směsi s dusičnanem amonným:

**Tabulka 9: Měření shody výsledku různých laboratoří, sběr dat, [48]**

	LLNL	LANL	IHD
<b>Electrostatic Discharge<sup>22</sup></b>	<b>TIL, Joules</b>	<b>TIL, Joules</b>	<b>TIL, Joules</b>
AN/Gunpowder <sup>23,24</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>25</sup>	0/20 @ 0.0625 <sup>26</sup>	0/20 @ 0.165 <sup>26</sup>
Gunpowder <sup>5</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>25</sup>	0/20 @ 0.0250 <sup>26</sup>	0/20 @ 0.1625 <sup>26</sup>
AN <sup>6</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>25</sup>	0/20 @ 0.125 <sup>26</sup>	0/20 @ 0.326 <sup>26</sup>
RDX Type II Class 5 <sup>7</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>25</sup>	0/20 @ 0.0250 <sup>26</sup>	0/20 @ 0.095 <sup>26</sup>
PETN <sup>8</sup>	0/10 @ 0.033 <sup>26</sup>	0/20 @ 0.025 <sup>26</sup>	0/20 @ 0.219 <sup>26</sup>

ESD citlivost látek se uplatňuje i při charakterizaci směsí připravených neoficiální cestou. Měřena byla např. pro směs KClO<sub>3</sub> a moučkového cukru, nebo KP/C, KP/Al [49]

Tabulka 10: Měření shody výsledků různých laboratoří, sběr dat, [49]

	LLNL	LANL	IHD	AFRL
Electrostatic Discharge <sup>27</sup>	TIL, Joules	TIL, Joules	TIL, Joules	TIL, Joules
NaClO <sub>3</sub> /icing sugar <sup>3,4,28</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>29,30</sup>	0/20 @ 0.208 <sup>30</sup>	0/20 @ 0.141 <sup>30</sup>	0/20 @ 0.176 <sup>30</sup>
KClO <sub>3</sub> /icing sugar (AR) <sup>4,9,10</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>29</sup>	0/20 @ 0.125	0/20 @ 0.272	0/20 @ 0.091
KClO <sub>3</sub> /icing sugar (-100) <sup>4,11,12</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>29</sup>	0/20 @ 0.0625	0/20 @ 0.272	ND <sup>13</sup>
RDX Class 5 Type II <sup>14</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>29</sup>	0/20 @ 0.0250	0/20 @ 0.095	0/20 @ 0.044
PETN <sup>16</sup>	0/10 @ 0.033 <sup>31</sup>	0/20 @ 0.025	0/20 @ 0.219	0/20 @ 0.076
KClO <sub>4</sub> /C <sup>22</sup>	0/10 @ 1.0 <sup>23,24</sup>	0/20 @ 0.250 <sup>24</sup>	0/20 @ 0.118 <sup>24</sup>	0/20 @ 0.113 <sup>24</sup>
KClO <sub>4</sub> /Al <sup>6</sup>	0/10 @ 1.0	0/20 @ 0.125	0/20 @ 0.140	ND <sup>14</sup>

Tato data uvádějí nejen naměřenou citlivost, ale zároveň ukazují, jak podstatné je využívání jednotné metodiky. Aktuálně používané postupy zkoušek jsou uvedeny v následující kapitole.

## 2 Zkušební metody a zkoušky používané v současné době

Většina standardů uplatňovaných v současné době vychází z dokumentu STANAG 4490, jenž odkazuje do AOP-7, který je prováděcí příručkou pro MIL-STD-1751A, který však už dnes neplatí. V AOP-7 jsou popsány zkoušky, které jsou jako standard kvality předkládány společnostmi, jež komerčně poskytují testování citlivosti k elektrostatické jiskře (např. [22], [50], [51]), zároveň jsou zde uvedeny zkoušky malých měřítek pro jednotlivé členské země NATO. Pro ČR je tato zkouška definována v ČOS 136601 [2].

### 2.1 STANAG 4490: Explosives, electrostatic discharge sensitivity test(s)

Standardizační dohoda NATO vydaná roku 2001 je stále platná (prošla revizí r. 2002), deklaruje dohodu členských států o snaze standardizace testování citlivosti výbušnin k ESD. Rozlišovány jsou velká a malá zkouška. STANAG 4490 připouští, že získaná data jsou silně specifická a závislá na použitém způsobu měření, prostředí a podmínkách. Rozpaky ovšem budí tvrzení, že dosavadní údaje získané jednotlivými zeměmi ze zkoušek simulujících nahromadění elektrostatického náboje na člověku jsou dostatečně uspokojivé, a není tak potřeba je standardizovat, jak ukazuje výňatek ze STANAG 4490 na Obr. 9.

3. Spark Tests. Participating nations who have ratified this STANAG agree on the following:
- a. The test data obtained from these tests are specific and dependent on the test apparatus and environment,
  - b. Historically, the data produced in each country performing such tests are satisfactory and in-so-far as possible simulate the electrostatic energy that can be produced by humans, so there is no need to standardize the equipment.

**Obr. 9: Výňatek ze STANAG 4490, [52]**

Pro zkoušky malého měřítka odkazuje dokument do AOP-7. K naměřeným hodnotám by měly být mimo jiné uvedeny podmínky zkoušky (teplota, relativní vlhkost, typy elektrod a jejich vzdálenost, typ kontejnerku a ohraničení vzorku, napětí, kapacita, odpor obvodu), podrobnosti o vzorku (skupenství, velikost částic, hustota, teplota a vlhkost prostředí pro temperaci, obsah vlhkosti) a výsledky pro srovnávací materiál (tetryl, RDX, PETN).

V doplňujících informacích je uvedeno, že většina ESD testů využívá jiskrový výboj procházející skrz malé množství vzorku pro simulaci nahromadění náboje na osobách nebo kovových předmětech [1]. K havarijním stavům může docházet i při kontaktu výbušnin se špatně vodivými materiály, např. plasty, neboť je lze snadno nabít až k napětí schopnému vyvolat průraz doprovázený jiskřením.

Je zde podrobně popsána velká zkouška, obdobně popsaná v AOP-7 a shodná s popisem velké zkoušky v ČOS 137601 [52].

## **2.2 Stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře podle ČOS 137601 (4. vydání)**

Dokument českého obranného standardu popisuje mimo jiné dvě zkoušky pro stanovení citlivosti k elektrostatické jiskře, označené jako malou a velkou.

### **2.2.1 Velká zkouška**

Velká zkouška modeluje průběh nechtěného zážehu trhavin, TPH a bezdýmných prachů během manipulace s nimi. Není vhodná pro pyrotechnické slože, je zde proto zmíněna jen okrajově. Nestanovuje žádnou charakteristiku konkrétní číselnou hodnotou, pouze kvalifikuje látky jako zažehnutelné či nezažehnutelné energií 15,6 J.

### **2.2.2 Malá zkouška**

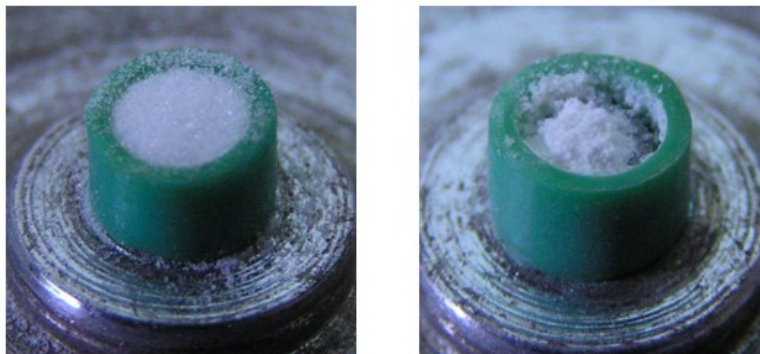
Malá zkouška popisuje vystavení práškového vzorku elektrostatickému výboji (ESD) o známé energii jiskry. Touto metodou se zjišťují charakteristiky  $E_{50}$  a MIE viz 2.6 Forma uvádění získaných výsledků. [2]

Zkoušce je podroben práškový vzorek temperovaný 1 h při laboratorní teplotě za relativní vlhkosti nižší než 50 %, jenž se předem prosévá a k vlastní zkoušce je použit podíl zrn velikosti pod 0,5 mm, pelety a vzorky podobného charakteru se před proséváním nadrtí. Pokud má být testována citlivost kusovitých vzorků, jsou použity kulaté odřezky o síle 1 mm, práškový vzorek pak v objemu 5 mm<sup>3</sup>. Vzorek je převeden do izolační trubičky (objímky), jejíž dutý konec je v kontaktu se spodní válcovou kovovou elektrodou, poté se horní elektroda pomocí mikroposuvu nastaví do pracovní polohy. Kontrolu a záznam časového průběhu proudu a napětí na jiskřišti zajišťuje osciloskop. [2]

Malá zkouška využívá, v porovnání s velkou, slabší vysokonapěťový zdroj, jehož pracovní napětí dosahuje hodnot od 4 do 10 kV. V nabíjecím obvodu je zařazena sestava kondenzátorů, jejíž celková kapacita 100 pF – 350 nF umožňuje dosažení jiskry s energií v rozmezí 10 μJ – 16 J. V dalším kroku standard předpokládá zkušenu obsluhu zařízení, neboť kapacita kondenzátorů se nastavuje podle očekávané citlivosti energetického materiálu, je volena nejprve orientačně. Vybraný kondenzátor je nabit na zvolenou hodnotu napětí, poté je energie vybita do vzorku. [2]

Elektrostatický výboj může vyvolat několik reakcí, klasifikované jako: žádná reakce, rozklad nebo výbuch. Za pozitivní zážeh, v záznamu zkráceně označený jako Go nebo znaménkem +, jsou považovány poslední dvě z uvedených. Rozklad je provázen viditelným očazením a změnou

krystalového tvaru výbušniny, pro výbuch je charakteristický zvukový a vizuální efekt, často dochází k roztržení nebo částečnému poškození izolační trubičky. „Žádná reakce“ je označena jako no – go.



**Obr. 10: Vzorek PETN před zážehem a po zážehu (go) [25]**

Do záznamového archu se zapisují hodnoty kapacity a vkládaného napětí. Z těchto hodnot je vypočtena celková energie vložené jiskry  $E_v$  [J], která se také zaznamenává. Ze záznamu osciloskopu je vyhodnocena energie skutečně předaná vzorku.

### **Stanovení $E_{50}$**

Pro stanovení střední hodnoty citlivosti se používá metoda „up-and-down“. Metoda je použitelná i pro jiné zkoušky, např. stanovení citlivosti ke tření. Principem je posun dodávané energie o stále stejný krok.

## **2.3 AOP-7 – standardy a metody vztahující se k elektrostatické jiskře**

Uvedené metody pochází z dokumentu MIL-STD-1751A, který už ke dni 25. 5. 2005 pozbyl své oficiální platnosti, jeho volná dostupnost však zapříčinila další využívání, firmy poskytující měření citlivosti k elektrostatické jiskře zaručují jeho dodržení. Uvedené metody zůstávají nadále uvedené v tzv. implementační příručce NATO, AOP-7. Testy, na něž bývá nejčastěji odkazováno, jsou souhrnně označeny číslem 1030, pod označením 201.03 lze najít zevrubný popis zkoušek používaných některými členskými státy.

### **2.3.1 Method 1031: ESD Sensitivity Test (NSWC Method)**

Výbušnina je vystavena elektrostatické jiskře na aparatuře disponující sadou kondenzátorů, dvěma elektrodami, a kontejnerem pro vzorek. Sada kondenzátorů je tvořena až 12 kondenzátory s odlišnou kapacitou v rozmezí 0,0001 – 0,5  $\mu\text{F}$  přizpůsobených pro pracovní napětí 10 kV. Každý kondenzátor je vodivě propojen s přepínačem, jenž umožňuje zapojení právě jednoho kondenzátoru během výboje. Energie výboje je závislá na výběru kondenzátoru, široký interval použitelných kapacit umožňuje měřit v rozsahu přibližně tří řádů. Nabíjení kondenzátorů je prováděno pomocí napájecího zdroje

s regulovaným výstupem 5 kV a stejnosměrného proudu 10 mA. Jiskřiště je tvořeno jehlovou elektrodou a zemňnou elektrodou, které jsou na sebe kolmé, doslova v „point to plane“ uspořádání. Pohyb jehlové elektrody směrem ke vzorku umožňuje teflonová pružina. [1, s. US 47]

K vlastnímu stanovení je vzato přibližně 50 mg výbušniny rozprostřené do tenké vrstvy. Stejně jako v metodě 1033 je možné podrobit zkoušce i pevné vzorky do velikosti 16×16 mm a seříznutými na tloušťku cca 84 mm. Práškové vzorky jsou před zkouškou podrobeny sítové analýze. Hygroskopické nebo zrnité vzorky jsou sušeny při 48,89 °C, čímž je odstraněna veškerá obsažená vlhkost. [1, s. US 47]

Pro vyhodnocení je použita srovnávací tabulka s hodnotami citlivosti standardních látek:

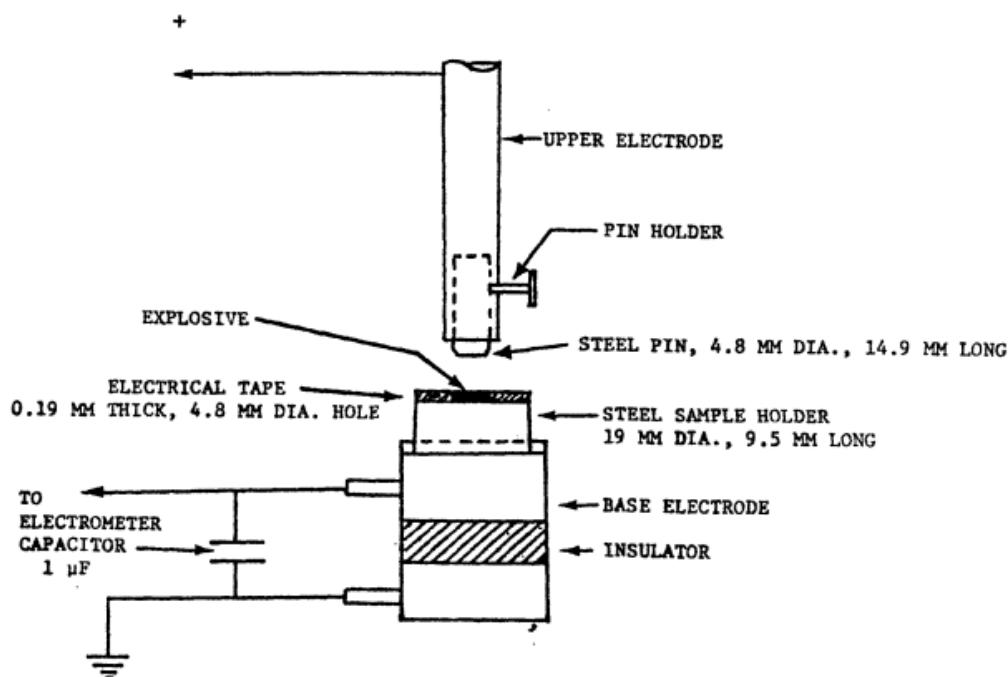
**Tabulka 11: Standardy pro 1031 NSWC, [1]**

Test Sample	Threshold Level (joules)	50% Point (joules)
HMX, Class 1	0.165	NA
RDX, Class 1	0.095	0.162
TNT	1.72	NA
PETN	0.095	NA

### **2.3.2 Method 1032: ESD Sensitivity Test (ARDEC Method)**

Aparatura pro stanovení je tvořena nabíjecím obvodem a přibližovací jehlovou elektrodou na pružině. Jehlová elektroda se spouští do přednastavené vzdálenosti nad katodu, poté se okamžitě vrací do výchozí polohy. Je-li třeba změnit nastavenou mezeru na jiskřišti, je pohybováno se spodní elektrodou. Spodní elektroda má ve své plošce zabudovaný odnímatelný váleček z kalené oceli, který pomáhá držet vzorek pohromadě. K ocelovému válečku je připevněna podložka, o definované tloušťce s daným vnitřním průměrem, z nylonu nebo polyethylenu. Práškový vzorek je umístěn doprostřed podložky a překryt mylarovou páskou o tloušťce 1,9 mm. Obvod se skládá z vysokonapětového zdroje s volitelným napětím až do hodnoty 25 kV, z odpalovacího kondenzátoru a elektrostatického voltmetru. Obvody jsou vytvořeny tak, aby dosahovaly nízké indukčnosti i pro vysokonapětové kondenzátory o kapacitě v rozmezí 0,00025 – 0,02 µF. [1, s. US 45]





Obr. 11: Schéma aparatury pro metodu 1032 ARDEC [15]

Vlastní test je rozdělen do dvou částí. První část představuje screeningový test pro rozlišení citlivosti materiálů k elektrostatickému náboji jako relativně necitlivé a relativně citlivé. Ve druhé části jsou relativně citlivé látky vystaveny podrobnějšímu stanovení energie potřebné k jejich zážehu. MIE je určena hodnotou energie, při níž nedošlo k zážehu ani ve 20 po sobě jdoucích pokusech. Pokud jsou iniciovány pod hladinu 0,25 J včetně, jsou řazeny do kategorie primárních výbušnin. [1, s. US 45]

Metoda uvádí tabulku standardů z řad primárních výbušnin:

Tabulka 12: Standardy pro 1032 ARDEC, [1]

<u>Primary Explosive</u>	<u>Energy for 0/20 (Millijoules)</u>
Basic Lead Styphnate	<0.2
RD 1333 Lead Azide	4.7
Tetracene	28.0

### 2.3.3 Method 1033: ESD Sensitivity Test (NAWC Method)

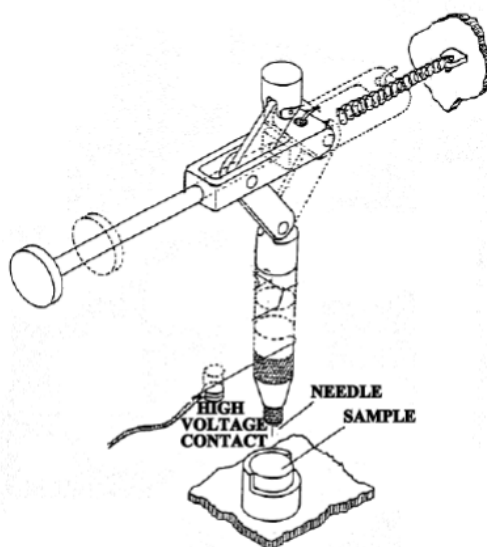
Při zkoušce je výbušnina podrobena elektrostatickému výboji, citlivost se určuje pro práškové vzorky anebo pevné látky. Metoda je schopná odhalit vysokou citlivost, ale není vhodná pro její přesné určení, např. u primárních výbušnin. Aparatura sestává ze sady kondenzátorů, dvou elektrod, a kontejnerku pro vzorek. Nabíjení kondenzátorů probíhá pomocí napájecího zdroje s výstupem stejnosměrného napětí 5 kV, metoda konkrétně zmiňuje, že kondenzátor 0,02 µF lze nabíjet proudem 10 mA. Kondenzátor je vodivě spojen s přepínačem, jenž umožňuje jeho vybití. [1, s. US 46]

Jiskřiště je tvořeno jehlovou elektrodou směřující k zemněné ploché katodě. Jehlová elektroda je propojena s pružinkovým mechanismem umožňujícím přiblížení jehlové elektrody ke kontejnerku se vzorkem. Do kontejnerku je v tenké vrstvě předloženo cca 50 mg vzorku, pevné vzorky jsou upraveny stejně jako v metodě 1031 (2.3.1).

Stanovení začíná na 0,25 J s kondenzátorem 0,02  $\mu\text{F}$ , vyžadováno je 20 po sobě jdoucích negativních reakcí. V případě zážehu, jehož znaky jsou v [1] podrobně popsány, je energie snížena a zkouška provedena znovu. Okolní teplota by měla být mezi 18 a 30  $^{\circ}\text{C}$ , relativní vlhkost vzduchu by neměla přesahovat 40 %. Zkouška je běžně prováděna v rozsahu 0,001–0,25 J, s rozsahem napětí 100–5000 V pro 2 nF kondenzátor. Zmíněným referenčním standardem je RDX třídy V, který je ovšem uveden bez výsledku, v MIL-STD-175-A je dohledatelná rozsáhlejší tabulka standardů.

**Tabulka 13: Standardy pro 1033 NAWC, [52]**

Capacitance: 0.02 $\mu\text{F}$ Voltage: 5000 V	
Explosive	Result
RDX, Class I	10/10 No Fires @ 0.25J
RDX, Class II	10/10 No Fires @ 0.25J
RDX, Class V	10/10 No Fires @ 0.25J
PETN, Dupont Superfine (12 $\mu\text{m}$ )	10/10 No Fires @ 0.25J
HMX, Class I	10/10 No Fires @ 0.25J
TNT	10/10 No Fires @ 0.25J
Tetryl, Dup404	10/10 No Fires @ 0.25J
CH-6	10/10 No Fires @ 0.25J
TATB	10/10 No Fires @ 0.25J



**Obr. 12: Aparatura NSWC, [52]**

### 2.3.4 Method 1034: Electrostatic Discharge Sensitivity Test - Large Scale

Poslední ze sady metod 1030 je zkouška 1034, která je na rozdíl od zkoušek malého měřítka podrobně popsána [1]. Český překlad této metody je uveden v [2], včetně nákresu aparatury.

### 2.3.5 Zkouška Hercules Radford AAP

Zkouška je určena pro primární výbušniny, propelenty a pyrotechniku. Vzorek je umístěn na uzemněné kovové elektrodě, aparatura je přibližovacího typu s jehlovou elektrodou. Podle průvodních projevů je vyhodnocena aktivace vzorku (senzoricke). Práh iniciace je stanoven jako energie pro dvacet po sobě jdoucích no-go, pokud při následném zvýšení energie k zážehu dojde. Vzorek je předložen v tenké vrstvě prášku nebo granulátu o známé velikosti (pro střeliviny 0,76 mm silné, platí i pro pevné

propelenty). Vzorčky musí být před zkouškou temperovány, vlastní zkouška probíhá při 21 °C při 50% relativní vlhkosti. Aplikované napětí jiskry se pohybuje od 4 kV do 5 kV. [1, s. US 49]

K iniciaci většiny granulí propelentů stačí energie 1–5 J podle velikosti a složení, prachy jsou iniciovány v rozmezí 0,2–0,5 J v závislosti na granulometrii a složení. [1, s. US 49]

### 2.3.6 CERL Electric Spark Test – Kanada

CERL (Canadian Explosive Research Laboratory) provádí zkoušku určenou pro trhaviny, propelenty i pyrotechniku. Malé vzorky výbušniny jsou vystaveny ESD o napětí až 25 kV pomocí kovových kontaktů, případně kovu a vodivé pryže. Zkouška by měla probíhat ve směru polarity od + k –, polarity však mohou být i obráceny. Zkouška popisuje pouze jeden kondenzátor o kapacitě 1 µF pro simulaci výboje z lidského těla o napětí 5 kV. [1, s. CN 24]

Složky jsou hodnoceny podle série no-go na konkrétních úrovních energie: látky zažehnutelné energií 0,025 J a výše vyžadují běžná opatření, iniciace jiskrou v rozmezí 0,012–0,025 J řadí látky do kategorie vyžadující antistatická opatření, látky zažehnutelné výbojem s energií pod 0,012 J lze zpracovávat jenom se zvláštní licencí. Uvedeny jsou zde dosahované výsledky pro některé látky. [1, s. CN 24]

Tabulka 14: Standardy pro CERL Electric Spark Test – Kanada, [1]

<u>Explosive</u>	<u>Energy Levels 0% Ignitions</u>
TNT	0.025+
RDX	0.025+
PETN (Commercial)	0.025+
KClO <sub>3</sub> /Acaroid	0.012
BaClO <sub>3</sub> /Acaroid	0.012
BaNO <sub>3</sub> /Aluminum	0.012

### 2.3.7 Electrostatic Sensitivity Test– Německo

Zkouška je označena jako bezpečnostní. Malé množství vzorku, přibližně 25 mm<sup>3</sup> výbušniny je vystaveno výboji o energii v rozsahu velikostí 0,001–10 J pomocí aparatury s přibližovací jehlou a plochou spodní elektrodou. Spodní elektroda je umístěna pod blokem z Troviduru (tvrzené PVC, jiné označení pro PVC-U či Novodur), na němž je uprostřed umístěna teflonová páska jako držák vzorku. Páska zabezpečuje vzorek proti rozsypání a má zajišťovat prostup výboje celým objemem vzorku. Je prováděna série deseti testů pro zvolené energetické hladiny. Vyhodnocení poskytuje nejnižší energii výboje, která zažehne výbušninu při uvedených podmínkách. [1, s. GE 23]

### 2.3.8 Electric Spark Test – Slovensko

Test je uzpůsoben pro všechny typy výbušnin, označen je jako bezpečnostní a charakterizační. Množství vzorku 2–30 mg je umístěno mezi nastavitelnou jehlovou elektrodou a statickou diskovou elektrodou.

Elektrostatická energie uložena v kondenzátoru s maximální kapacitou 350 nF pro napětí 4–10 kV je vybita do vzorku, rozsah energií testu se pohybuje od 0,1 mJ do 16 J. Osciloskopicky je vyhodnocena závislost napětí na čase na jiskřišti, energie skutečně strávená ve vzorku je určena softwarem. Brucetonovou metodou je vyhodnocena 50% pravděpodobnost, díky přímému měření energie by měl být test reprezentativnější než jiné z uvedených. [1, s. SK 15]

Referenčními hodnotami jsou:

**Tabulka 15: Standardy pro Electric Spark Test – Slovensko, [1]**

(1) Lead azide: 50 mJ
(2) RDX: 300 mJ

Je evidentní, že zkouška funguje na stejném principu jako v ČOS 137601.

### 2.3.9 Electrostatic Discharge Test – Švýcarsko

Zkouška je vhodná pro všechny druhy výbušnin, včetně pyrotechniky. Aparatura sestává ze dvou elektrod, jimiž jsou komerčně dostupné špendlíky s přesně definovaným hrotem a plochou mosaznou hlavičkou daného povrchu. Zařízení pracuje s určitým typem přibližovací elektrody, jejíž energie je řízena elektronicky. Práškové vzorky podrobené zkoušce musí projít sítím s velikostí ok 0,5 mm, pevné vzorky mohou být nahoblovány nebo seříznuty na tenká kolečka. Držák se 6 otvory schopnými pojmout cca 10 mm<sup>3</sup> vzorku je ve styku s mosazným podkladem. Po zvolení energie jiskry je elektroda snižována ke vzorku, do záznamu se píše výsledek zkoušky jako žádná reakce, zahoření, deflagrace nebo detonace. Výbušnina je testována na různou energii jiskry, dokud není dosaženo šesti po sobě jdoucích no-go, případně jeden a více vzorků neměl reakci pro vyšší hladinu energie. [1, s. CH 29]

**Tabulka 16: Standardy pro Electrostatic Discharge Test – Švýcarsko, [1]**

(1)	HMX	1,0 J	Burning
(2)	NC E 220	5.6 J	No Reaction
(3)	Zirconium Type CX	1.8 μJ	Burning (Glowing)
(4)	Lead Azide	200 μJ	Burning

### 2.4 EMTAP 6 a 7 – Velká Británie

[53] Energetic Materials Testing Assessment Policy Manual of Tests je jedním ze standardů, které jsou používány ve Velké Británii, je na ně odkázáno i v AOP-7 v oddíle o provedení zkoušky v UK. Test se skládá ze dvou částí, první screeningové (viz 2.4.1), která sleduje možnost zážehu při dodání energie 0,02 J. Pokud dojde k zážehu, je látka podrobena další zkoušce (viz 2.4.2). [53]

#### **2.4.1 EMTAP 6 – rozřazovací část**

Držák vzorku se při této zkoušce skládá z polyethylenové destičky (2,7×20 cm) s osmi kruhovými otvory o průměru 6,35 mm a hloubce 3,17 mm. Tato destička je podlepena samolepicí měděnou fólií tloušťky 0,08 mm, folie tak tvoří dna otvorů. Válečkovité dutiny se po okraj naplní testovanou látkou, nesklepávají se ani nepěchují. Pokud se testuje materiál jiné struktury než prášek nebo granulát, např. pryžovité nebo tmelovité látky, jsou nařezány na kostičky o hraně 1–2 mm a vtlačeny do otvorů. Otvory jsou překryty jednotlivými kousky měděné fólie (1,27×1,27 cm), které plní funkci horní elektrody. Připravená sada vzorků se umístí na mosaznou podložku, k níž je připojen neindukční kondenzátor. Pro dosažení kontaktu mezi horní folií a kondenzátorem je možné držákem vzorků v aparatuře posouvat po teflonových kolejnicích. [53]

Velikost vkládané energie z nabídky tří kondenzátorů (0,1 F, 0,01 F nebo 0,001 F) je volena pomocí přepínače, který uzemní nezvolené kondenzátory. Vybraný kondenzátor je nabíjen externím zdrojem na napětí 9,5 kV (podle zvoleného kondenzátoru energie odpovídá 4,5 J, 0,45 J nebo 0,045 J). Na jiskřiště je z kondenzátoru vedeno napětí. V okamžiku odpálení je vodivé spojení zdroj–kondenzátor přerušeno, aby nedošlo k nechtěnému nabití. [53]

Samotný test spočívá v postupném vystavení vzorků výboji o energii 4,5 J do prvního zážehu nebo získání série 50 no-go. Pokud k zážehu došlo, energie pro další sérii je snížena na 0,45 J a postup je zopakován, obdobně i pro 0,045 J. Test má čtyři možné výsledky: bez zážehu při 4,5 J; zážeh při 4,5 J ale už ne při 0,45J; zážeh při 0,45 J ale už ne při 0,045J; zážeh při 0,045 J. Látky s posledním uvedeným výsledkem podléhají podrobnějšímu zkoumání a mohou být zařazeny do kategorie vyžadující při manipulaci elektrostatičká opatření. [53]

#### **2.4.2 EMTAP 7 – metoda pro citlivé výbušniny**

Zkouška navazuje na předchozí test. Zdůrazňuje, že odhad zkoušky je relevantní pouze pro konkrétní podmínky zkoušky. EMTAP 7 pracuje s metodou přibližovací elektrody. Hromádka vzorku je volně nasypána na elektrodu, vystavena kapacitnímu výboji pro různá napětí a každá hladina napětí je vyhodnocována. Zmíněn je vliv konfigurace elektrod, kapacity, indukčnosti, odporu ve vybíjecím obvodu, zkouška je používána pro odhad MIE. Metoda umožňuje využití elektrody pokryté vodivým kaučukem pro simulaci výboje z personálu do zemnicích prostředků. Pro hrubý odhad se měření provádí bez zařazení odporu nebo zvýšení indukčnosti. [53]

Modelovat lze i tzv. „worst case scenario“ s použitím kondenzátoru o kapacitě 500 pF. Malé množství výbušniny ve formě prášku nebo granulátu je umístěno do válečkových prohlubní ve spodní ocelové

elektrodě o průměru 1,9 cm. Prohlubně mají průměr 4 mm a hloubku 0,46 mm, objem odpovídá hmotnosti výbušniny okolo 5–10 mg. Vzorek může být ponechán volně na hromádce nebo umístěn do plastové objímky. Horní elektroda je jehlová nebo kulová (3,5 mm v průměru). [53]

Při snižování polohy horní elektrody směrem ke vzorku dojde k překročení průrazného napětí a vzniku jiskry ve chvíli, kdy se průrazné napětí sníží na napětí na kondenzátoru. Spodní elektroda je přilepena k podložce z vodivé pryže vodivým lepidlem. [53]

Vlastní zkouška může probíhat dvěma postupy, jejichž výběr závisí na předpokládané MIE. Postup je volen podle toho, v které polovině 50 ran během 45 mJ testu (EMTAP 6 – rozřazovací část) došlo k zážehu. Pro zážeh v druhé polovině testu je používán postup č. 1, pro zážeh v druhé polovině testu postup č. 2., někdy během testu č. 1 může dojít k přejití na test č. 2. [53]

Cílem testu č. 1 je určení maximální úroveň energie, při které nedojde ke vznícení v rozmezí 2–45 mJ. Využíván je 1000 pF kondenzátor s napětím 2 kV. Pokud dojde k zážehu v prvních padesáti pokusech, je zvolen test č. 2. Pokud k iniciaci nedojde, je napětí zvýšeno na 6 kV, použita elektroda o velkém průměru (ne jehlová) nebo zvýšena kapacita kondenzátoru, aby docházelo k co nejmenšímu rozptylu vzorku. Pro každé nastavení se provádí 50 pokusů, dokud nedojde k zážehu, krok energie při změně parametrů by neměl být větší než 10 mJ. [53]

Test č. 2 by měl předkládat informace o rozložení pravděpodobnosti iniciační energie, respektive odhad energie i pro velmi nízkou pravděpodobnost. Pro všechna měření je použit kondenzátor kapacity 500 pF nabitý na různá napětí. Pro výpočet by měly být zahrnuty vlivy vybíjecího obvodu a výsledná kapacita by měla být vyšší než kapacita kondenzátoru. Zkouška je provedena dvaceti výboji pro každou úroveň energie, doporučeno je minimálně sedm energetických hladin rozložených tak, aby se zážehy nacházely po celé škále dvaceti pokusů. Výsledky jsou analyzovány metodou Probit, jejímž výstupem je log-normální distribuční křivka. [53]

## **2.5 Evropské normy dotýkající se problematiky měření ESD citlivosti**

### **ČSN EN 13938 – 2**

V normě [54] *Výbušniny pro civilní použití – Střeliviny a raketová paliva, část 2: Stanovení odolnosti k elektrostatické energii* je popsána zkouška vhodná pro střeliviny, není však použitelná pro černý prach. Podmínkou je použití materiálu, jehož částice menší než 1 mm tvoří alespoň 5 % celkové hmotnosti. Aparatura umožňuje použití sady kondenzátorů o velikostech 0,1; 0,01; 0,001  $\mu\text{F}$ , obsahuje generátor vysokého napětí 0–10 kV, kulový přepínač a koaxiální kabel o definovaných parametrech.

Jiskřiště je tvořeno dvěma mosaznými elektrodami, výboj z nich je veden do tzv. zkušební buňky, která je tvořena plastovou diskovou podložkou s kruhovým otvorem definované velikosti a na dně je podlepena měděným kotoučem. Temperovaný vzorek je umístěn v plastové části, na níž je pomocí oboustranné lepicí pásky umístěn druhý měděný kotouč. [54]

Pro zkoušku je zvoleno napětí 10 kV a jedna ze tří možných kapacit. Začíná se na úrovni energie 5 J (0,1  $\mu$ F), opakuje se 20 ran pokaždé pro nový vzorek. Pokud dojde k aktivaci (výskyt rány, třesku, jiskření nebo plamene) nebo částečné reakci (změna barvy, otevření buňky, tepelná stopa na povrchu buňky) zkouška se přeručí a pokračuje se s kondenzátorem 0,01  $\mu$ F a energií 0,5 J pro dalších 20 dávek, obdobně pro 0,001  $\mu$ F a energii 0,05 J. Pokud je dosaženo dvaceti pokusů bez zážehu, látce je přiřazena mezní energie, tj. maximální úroveň bez reakce nebo jen s částečnou reakcí. Při reakci na úrovni 0,05 J je výsledná energie vyjádřena jako  $< 50$  mJ. [54]

#### ČSN EN 16263 – 4

*ČSN EN 16263 – 4 – Pyrotechnické výrobky – Ostatní pyrotechnické výrobky – Metody zkoušení.* Norma je určena pro testování pyrotechnických výrobků, ale pokud operátor přijde se složí do kontaktu nebo se při užívání odkryje, měla by být testována i ESD citlivost slože zároveň s výrobkem [55].

### 2.6 Forma uvádění získaných výsledků

Hodnoty iniciačních energií uvedených ve standardech jsou často velmi odlišné i pro jednu referenční látku, např. MIE a limity pro RDX se pohybují od 25 do 300 mJ, viz Tabulka 1. Rozdílnost použitých metod a postupů vede k dosažení odlišných typů hodnot citlivosti, některé zkoušky tak poskytují spíše kategorie hladin citlivostí, jiné konkrétní čísla [1]. Srovnání pro PETN s odkazem na použité metody měření je uvedeno i v [5].

#### **E<sub>50</sub> ... Střední hodnota citlivosti výbušniny [J]**

Představuje medián standardní distribuční funkce citlivosti, lze ji získat použitím metodiky up-and-down (Brucetonova metoda), postup je zmíněn v části **Stanovení E<sub>50</sub>**.

#### **MIE ... Minimální iniciační energie [J]**

MIE je definována jako hodnota nejnižší energie, kdy ještě může dojít k aktivaci vzorku [24]

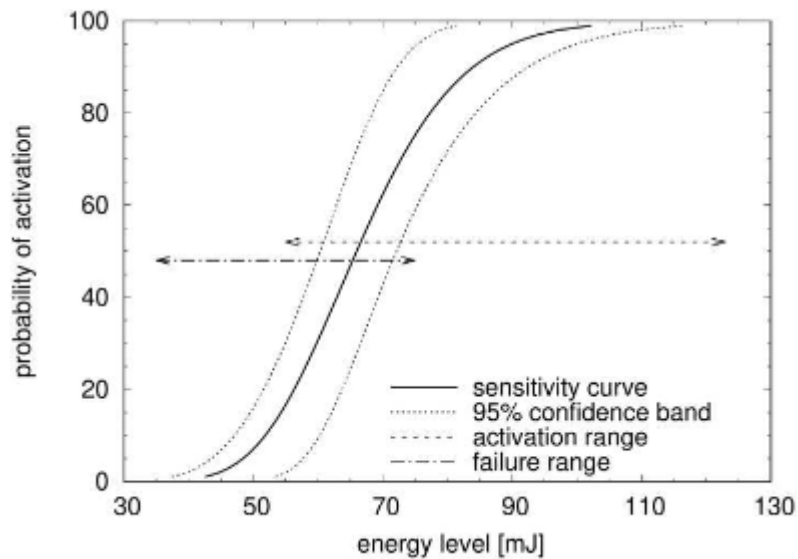
#### **E<sub>min</sub> ... Dolní mez citlivosti vzorku [J]**

E<sub>min</sub> představuje tzv. maximální bezpečnou energii, jež je určena jako průměrná hodnota energie dvaceti po sobě jdoucích výbojů s výsledkem no-go [24]. Oproti E<sub>50</sub> je její zjištění obtížnější, nestačí počítat s energií na kondenzátoru jako s energií předanou vzorku, vyžaduje osciloskopický záznam

časového průběhu, z něhož se získá integrálním přepočtem [2]. Hodnotu lze dohledat i pod označením E<sub>-</sub>.

### Log-normální křivka pravděpodobnosti iniciace

Vývoj nových metod vyhodnocení s využitím výpočetní techniky spěje k metodice poskytující na výstupu log-normální křivku (Obr. 13), závislost pravděpodobnosti zážehu na dodané energii [56].



Obr. 13: Příklad citlivostní log-normální křivky, [56]



### 3 Ovlivnění výsledku měření ESD demonstrované na příkladech

Ačkoli metody popsané v kapitole 2 jsou různé shodují se v základním principu. Tím je vložení kapacitního výboje pomocí dvou elektrod do testovaného vzorku. Na výsledku se tak podílí mnoho faktorů, které lze shrnout pod tři základní části, jimiž jsou měřený vzorek, použité zařízení a okolní podmínky. To sice značně komplikuje tvorbu univerzálně aplikovatelné metodiky, z opačného pohledu by tolik možností mohlo umožnit přesnější simulaci konkrétního rizikového prostředí zkoušek bezpečnostního typu. Výsledky jsou ovlivněny vždy kombinací všech faktorů.

#### 3.1 Vzorek

Vzorek je sám o sobě ovlivněn několika typy faktorů, z fyzikálních jde o granulometrii a tvar částic, z chemických lze hovořit o obsahu vlhkosti a chemické podstatě. Záleží na tom, zda je vzorek upěchován, volně nasypán nebo sklepán [19], neboť jeho sklepáním dochází ke zvýšení kontaktu plošek jednotlivých částic a tím k usnadnění zážehu [11] Objemovou hustotu vzorku zajišťuje buď přesně navažované množství nebo je definována objemem kontejneru.

Možný vliv tvaru částic je zmíněn v patentu US 2005/0072501 A1 pro výrobu náhrad černého prachu s odolností proti vlhkosti, kde jsou popsány i způsoby jejich přípravy. Podle autorů by „granulace materiálu za sucha měla za následek tvorbu ostrých hran, které by zapříčinily vyšší citlivost k ESD“, aniž by toto tvrzení podložili nějakou teorií. [57]

Rozdílné výsledky poskytují vzorky v prachové formě a ve formě pelet. Hned několik vlivů je zahrnuto ve studii [58], která zkoumala vliv různých metod, jimiž bylo získáno železo pro směs Fe/KClO<sub>4</sub>. Indexy značí výrobu atomizací (A), redukcí karbonylu železa (R) a elektrolyzou (E). Varianty A jsou pro vzorky prachů, B pro vzorky pelet. Použita byla zkouška normy EN 13938-2, dále článek odkazuje na STANAG 4490.

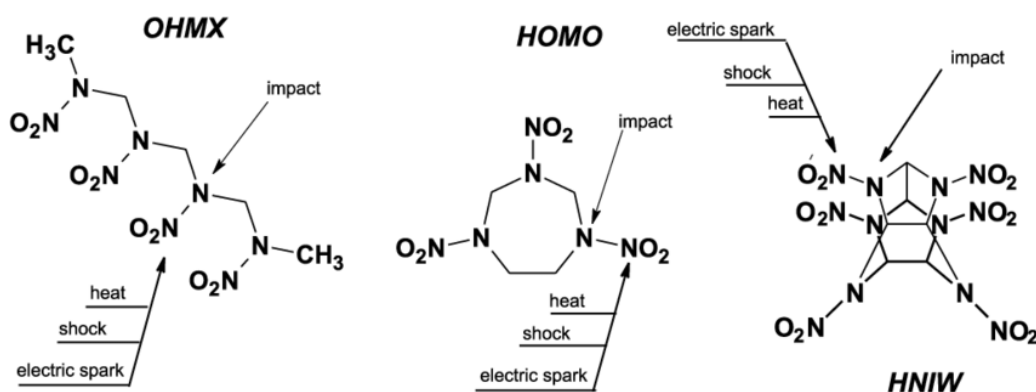
Tabulka 17: Vliv formy vzorku na výsledek měření pro Fe/KClO<sub>4</sub>, [58]

Chemical composition of sample	Form of sample	Spark energy J
1	2	3
Fe <sub>A</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	B	14.2
Fe <sub>A</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	A	14.2
Fe <sub>E</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	B	14.1
Fe <sub>E</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	A	1.11
Fe <sub>K</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	B	10.2
Fe <sub>K</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	A	0.59
Fe <sub>R</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	B	6.92
Fe <sub>R</sub> 83 wt. %-KClO <sub>4</sub> 17 wt. %	A	0.08
Zr/BaCrO <sub>4</sub> (stoichiometric)	B	0.82

### 3.1.1 Složení

V uplynulých deseti letech byly intenzivně zkoumány citlivosti k ESD pro nanotermity různých konkrétních kombinací paliva a oxidovadla (např. Al/In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al/SnO<sub>2</sub>, Al/CuO, Si/NaClO<sub>4</sub> a mnohé další). Zmenšení částic vedlo k dosažení nových vlastností a mimo jiné ke zvýšení citlivostí a snazší samozápalnosti [28].

Příčiny citlivosti k ESD na molekulární úrovni pro nitraminy byl zkoumán ve studii [59], viz Obr. 14, nebo v [60].



Obr. 14: Možné místo působení ESD v některých nitraminech, [59]

Při studiu nových sloučenin byl vytvořen KDNBF jako látka s potenciálním průmyslovým využitím. Jeho citlivost k ESD byla vysoká i ve srovnání s primárními výbušninami, které se vyznačují velmi vysokou citlivostí (azid olovnatý 6–12 mJ, tricinát olova 40–100  $\mu$ J), byl zkoumán vliv příměsí grafitu [61]. Snížení citlivosti tricinátů k ESD pomocí potahu částic polymerem bylo úspěšně dosaženo v [62]. Ovlivněním výsledků různých faktorů přidávkem grafitu do HMX se zabýval Roux už v r. 1993 [63]. Rozdílná citlivost je zapříčiněna i různým poměrem složek pyrotechnické složky, na vzorcích zpoždovacích složí a barevných dýmovnic to demonstruje [64]:

Tabulka 18: Naměřená citlivost složí, [64]

Sensitivity/Safety Data for UK and US Delay Compositions			
Composition	Impact (mm)	Friction (kg)	ESD (J)
SR37	600	18.1	0.0200
SR38	-	-	-
IHM-BD-10-85	600	444	0.125
IHM-BD-11-85	600	2.3	0.00875
IHM-TV-2-85	600	444	0.500
IHM-WD-3-85	600	444	0.125
IHM-WD-9-85	600	444	0.100

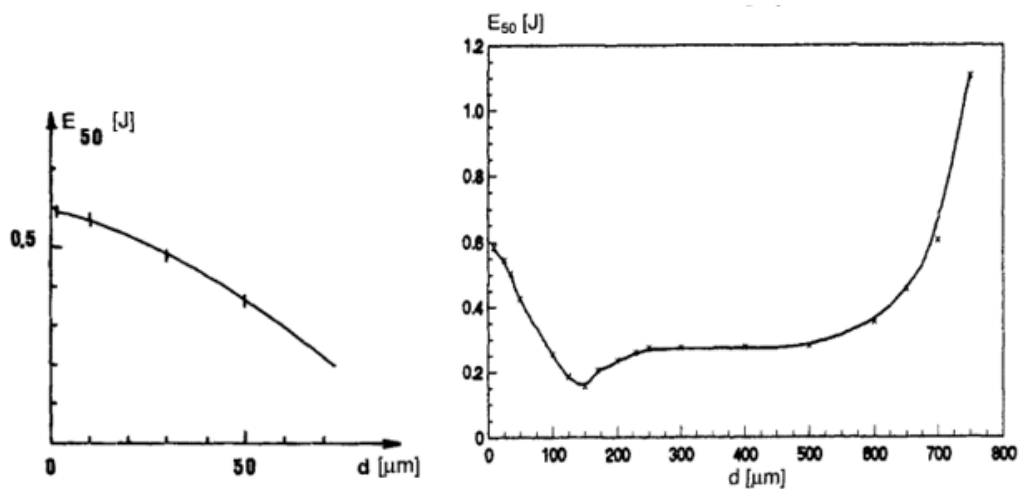
Tabulka 19: Zastoupení jednotlivých látek ve požďovaci složí, [64]

Composition	Ingredients	Proportion by Weight (%)
1. IHM-WD-9-85	Tungsten	31
	Barium Chromate	54
	Potassium Perchlorate	10
	Diatomaceous Earth	5
2. IHM-WD-3-85	Tungsten	55.5
	Barium Chromate	34.5
	Potassium Perchlorate	5
	Silicon Dioxide	5
3. IHM-TV-2-85	Tungsten	44
	Barium Chromate	43
	Potassium Perchlorate	7
	Silicon Dioxide	5
	Viton A	1
4. IHM-BD-10-85	Boron	4
	Barium Chromate	96
5. IHM-BD-11-85	Boron	10.3
	Barium Chromate	89.7

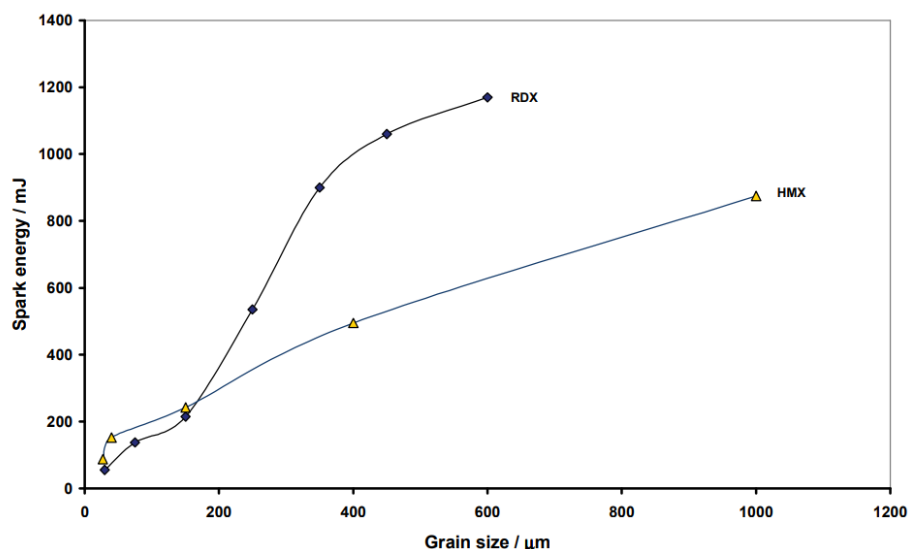
### 3.1.2 Granulometrie

Granulometrie ovlivňuje zkoušku za každých okolností, ať už je souhra dalších vlivů jakákoli. Vliv velikosti částic demonstruje

Obr. 15. Dosažení jednotných výsledků je obtížné, při srovnání stejných materiálů však lze dosáhnout shodného trendu křivek, viz porovnání mezi Obr. 15 a Obr. 16. Větším částicím je třeba dodat více energie, jsou méně citlivé v důsledku nižší fyzikální účinnosti výboje a spotřebovávají více energie, čímž ochlazují plazmu. Citlivost sypkých trhavin je nezávisle na dalších podmínkách v režimu oscilačního výboje vyšší u jemných částic než u hrubozrnné látky [11].

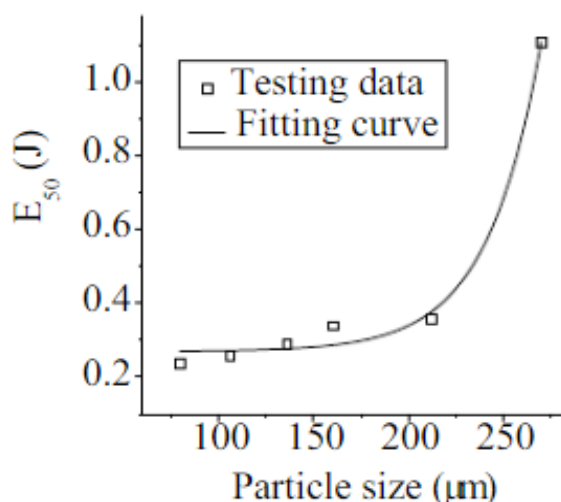


Obr. 15: Vliv granulometrie na  $E_{50}$ , HMX, [65]



Obr. 16: Ovlivnění velikosti ESD citlivosti granulometrií pro RDX, HMX, [5]

Dalším příkladem z třídy primárních výbušnin je nově syntetizovaný tris(carbohydrazide)zinc perchlorate (ZnCP), měření probíhalo za podmínek  $C = 0.22 \mu\text{F}$ ,  $R = 100 \text{ k}\Omega$ ,  $g = 0.18 \text{ mm}$  [65].



Obr. 17: Závislost granulometrie ZnCP na E<sub>50</sub>, [66]

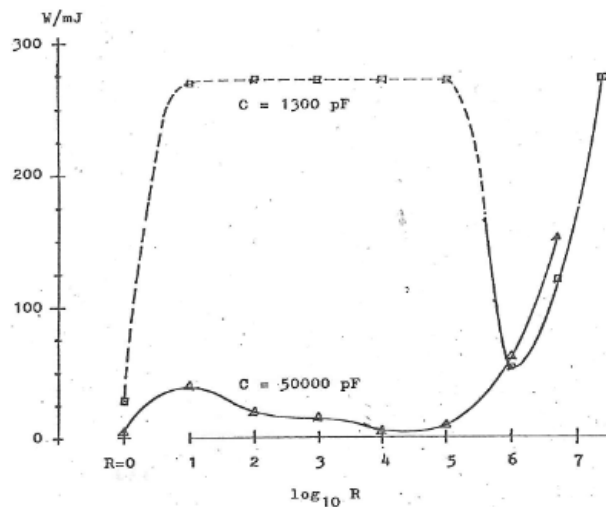
### 3.2 Vliv zkušebního zařízení

Podstatnými parametry obvodu zkušebního zařízení jsou proud protékající obvodem, napětí nastavované na vysokonapěťovém zdroji, indukčnost součástek, odpor zařazených rezistorů (tlumicí, ochranný), zásadní je i kapacita použitého kondenzátoru. Problém volby kondenzátoru je umocněn faktem, že ke známé kapacitě kondenzátoru se přidává kapacita parazitní, kdy si určitý náboj udržují propojovací vodiče a napětí na jiskřišti tak nedosahuje požadované výšky [11].

Na výsledek má vliv i použitý mód, který mimo jiné ovlivňuje i délku trvání jiskry. Tlumený mód se od oscilačního liší nejen v obvodu, rezistorem předřazeným jiskřišti, ale i dobou trvání. Tlumený mód

poskytuje výboj trvající několik mikrosekund až milisekund, zážeh vzorku je iniciován spíše tepelným působením. Tlumený mód je vhodný pro pyrotechnické slože, střeliviny nebo třaskaviny, oscilační mód oproti tomu poskytuje velmi rychlý výboj trvající řádově nanosekundy, maximálně desítky mikrosekund a převažujícím mechanismem iniciace je aktivace rázovou vlnou. Tento způsob výboje je vhodný pro zkoušení ESD citlivosti trhavin [67].

Ačkoli možnost tlumení výboje není příliš často uváděná, její opodstatnění popsal už Ahti Mäki [16], kdy na příkladu zpoždovací slože ukázal, že nezařazením rezistoru lze dojít k falešně vysokým výsledkům (viz Obr. 18).



Obr. 18: Vliv zařazení tlumivého rezistoru na MIE pro různé kapacity, pro zpoždovací slož Si/PbO<sub>2</sub>/CMC [16]

Takový výsledek může elektrostaticky citlivý materiál zařadit do kategorie s nedostatečnými požadavky na ochranu.

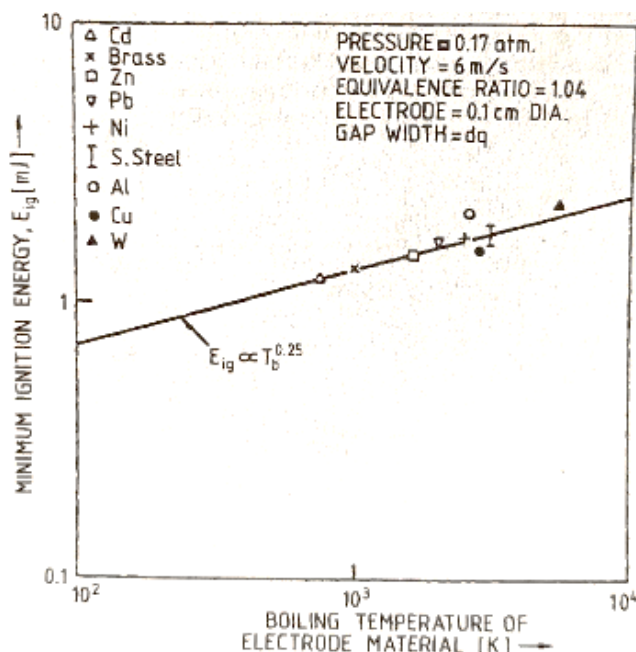
### 3.2.1 Jiskřiště

Jiskřiště je obvykle tvořeno dvěma elektrodami namířenými proti sobě tak, aby výboj procházel vzorkem [1]. V některých studiích mechanismu iniciace je vzorek umístěn i mimo spojnicí obou elektrod, nejběžněji pod nimi [68]. Z pohledu jiskřiště je možná volba materiálu elektrod, jejich tvaru a použité vzdálenosti mezi nimi.

#### Materiál elektrod

Volba elektrod První elektrodou byla ocelová gramofonová jehla, Larson později použil poniklované mosazné špendlíky, které se však rychle opotřebovávaly; na hrotu se tavily a niklová vrstva se dokonce odpařovala, pro každý pokus byl proto potřeba nový špendlík. Největší nevýhodou nebyla nutnost špendlíky měnit, ale zajistit jejich uchycení ve stejné výšce [69].

[17] Ballal a Lefebre navrhovali kov s nízkou tepelnou vodivostí pro zamezení tepelných ztrát, který má zároveň nízký bod varu. Z tohoto experimentu vyšla jako nejvhodnější materiál tepelně odolná ocel s nízkou tepelnou vodivostí. Nízká těkavost zajišťuje vyšší odolnost proti opotřebení, je však vyvažována přijatelnou hodnotou vysokého bodu tání.



Obr. 19: Závislost  $E_{50}$  na bodu varu kovu použité elektrody, [17]

Roux [63] používal elektrody mosazné, NSWC využívá ocelové, ARDEC spodní elektrodu z kalené oceli, NAWC horní elektrodu z oceli, velká zkouška (1034) mosazné elektrody [1]. Zařízení ESZ KTTV využívalo ocelové elektrody [70], X-SPARK10 také pracuje s ocelovými elektrodami. Materiál elektrod ovlivňuje počáteční napětí nutné pro průraz prostředí [11], odůvodnění mohou poskytnout tzv. Pashenovy křivky [12].

### Tvary elektrod

Dalším parametrem ovlivňujícím výboj a v důsledku i výsledek zkoušky je tvar elektrod. Efekt elektrody byl zkoumán společností Safety Consulting Engineers [15]. Mezi zkoumanými tvary byly:

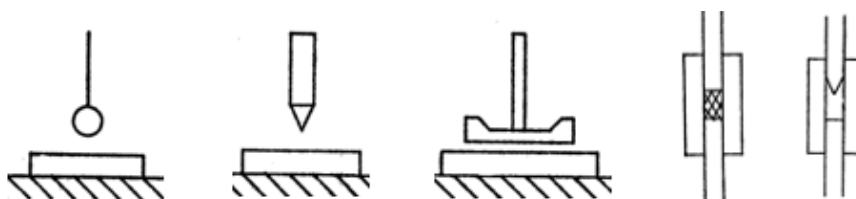
**Kulovitá** elektroda – elektrodu tvořila kovová kulička o průměru cca 2,35 cm připevněná na měděném dřívku, navazující na kladnou část obvodu. Její použití umožňovalo všechny varianty nastavení mezery [15]. Použití kulovité elektrody minimalizuje energetické ztráty vynaložené na tvorbu koronárního výboje např. u jehlové elektrody [53].

**Jehlová** (špičatá) elektroda – šlo o měděný drátek silný 2,5 mm v průměru s ostrým koncem. Tento tvar elektrody není vhodný pro zkoušku bez mezery [15]. Jehlové elektrody, označované jako sharp, needle nebo pin jsou jedny z nejpoužívanějších elektrod, i pro modifikované zkoušky [68], [71].

**Plochá desková** elektroda – byla tvořena kotoučem se zvýšeným okrajem. Byla používána k určení energie způsobující zkrat, jehož důkazem byl otvor vypálený skrz naskrz vzorkem. Zároveň byla používána pro klasické určení prahové iniciační energie (initiation treshold). Používala se v konfiguraci bez mezery nebo s pevnou mezerou. [15]

**Pipetová desková** elektroda – pojmenování odkazuje k umístění vzorku, kdy je vzorek volně nasypán do plastové trubičky, ve vrstvě 2,5 mm umístěné mezi dvěma měděnými drátky o průměru 2,5 mm tak, aby nebyl vzorek nijak stlačen, pouze v kontaktu. Nevýhodou použití této elektrody bylo obtížné určení úspěšnosti zážehu podle jeho barvy. Za iniciaci bylo považováno i poškození plastové pipetky. [15]

**Pipetová jehlová** elektroda – funguje na podobném principu jako pipetová desková, s tím rozdílem, že horní elektroda je jehlová.



Obr. 20: Tvary elektrod: kulovitá, jehlová, desková, pipetová desková/jehlová [15]

Použití rozdílných tvarů elektrod vedlo k rozdílným výsledkům, viz Tabulka 20.

Tabulka 20: Rozdílné výsledky iniciační energie [mJ] při použití různých tvarů elektrod, [14]

<u>ELECTRODE</u>	<u>PROPELLANT SHEET</u>	<u>PROPELLANT POWDER</u>	<u>NC SHEET</u>	<u>NC (13.4%) POWDER</u>	<u>BLACK POWDER</u>
Ball	3200	320	-	36	49
Ball-Approaching	3200	>2800	405	144	640
Flat Plate	5500	720	6050	-	36
Sharp	3610	550	4500	49	122
Sharp-Approaching	8450	-	-	-	-
Pipette Plate	-	500	-	64	289

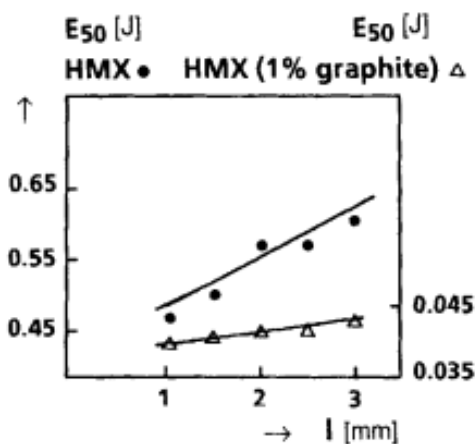
Roux [63] měřil pomocí **hemisférické, jehlové** (zúžené) nebo **ploché** elektrody:

Tabulka 21: Rozdílné výsledky  $E_{50}$  při použití různých tvarů elektrod, HMX, HMX s příměsí grafitu, [63]

Electrode shape	HMX (d = 3 $\mu$ m)		1 % graphite HMX (d = 3 $\mu$ m)	
	$E_{50}$ (J)	SD (J)	$E_{50}$ (J)	SD (J)
Hemispherical	0.574	0.001	0.0422	0.0005
Tapered	0.568	0.005	0.0398	0.0007
Flat	0.556	0.013	-	-

### Vliv vzdálenosti mezery

Pro nastavení mezery existují prakticky tři možnosti: žádná mezera (no gap), pevně nastavená vzdálenost elektrod (fixed gap), obvykle v rozsahu několika mm a mezera měnící se v průběhu zkoušky (approaching, travelling needle). Přestože by mezera mohla být snadno nastavena jako konstantní proměnná, někdy je potřeba ji v průběhu zkoušky změnit.



Obr. 21 Vliv vzdálenosti elektrod na  $E_{50}$ , [63]

### Kontejnery, držáky, pásy

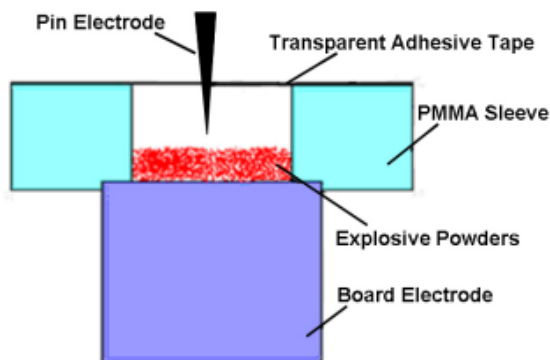
Kontejnerek, objímka, trubička, držák vzorku či prohlubeň ve spodní elektrodě zabraňují rozptýlení vzorku, zároveň definují jeho objem. To může být užitečné v případech, kdy zkoušející nechce zdlouhavě navažovat nepatrná množství vzorku.

Možností zabránit rozptýlení vzorku rázovou vlnou výboje se zabývali v Sandia National Laboratories už r. 1994, plastový kontejnerek ve tvaru úzké trubičky byl přilepený k izolační podložce tak, aby trubička stabilně držela a zároveň se vzorek dotýkal spodní elektrody. [19] Objímky mohou být z různých materiálů, od plastů (PVC, teflon) přes skleněné, až po použití kovového kloboučku [72].

Další možností je použití vícemístného držáku vzorku, jehož nevýhodou je, že při jeho většinové destrukci je nutné měnit celý blok, oproti tomu volně posazená plastová objímka se nahrazuje snadno. Použití překrývacích pásek je dalším diskutabilním faktorem, neboť páska sice zajistí ochranu prostředí reakce, ale značně znesnadní vyhodnocení, kdy je páska potřeba pracně odlepotat a zkoumat zbytky po reakci, které mohou být např. napečené na pásce.

Srovnat nelze ani možnosti, kdy je páska propíchnuta jehlovou elektrodou, anebo je vodivá a výboj se může šířit přes ni.



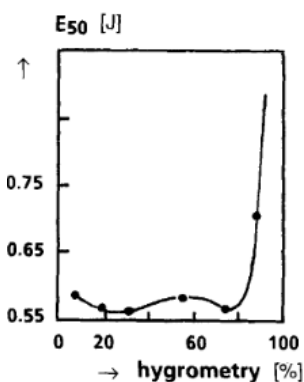


Obr. 22: Ukázka vzorku v plastové trubičce překryté páskou, [71]

Zkouška volně umístěného vzorku, např. s přibližovací horní elektrodou, by lépe kopírovala podmínky dosažitelné při běžném průmyslovém provozu. Bohužel se vzorek prudkým přiblížením elektrody a zážehem často rozletí i mimo jiskřiště a ovlivňuje tak výsledek. Zkouška využívající kontejner je tak mnohem lépe reprodukovatelná.

### 3.3 Podmínky prostředí zkoušky

Základními zkoumanými vlivy jsou teplota a vlhkost vzduchu. Zkoušky běžně probíhají při laboratorních teplotách, vlhkost se však může lišit. Vlhkost průrazného prostředí zvyšuje v malé míře jeho vodivost a usnadňuje tak výboj, což vede k nízkým aktivačním hodnotám, ve větší míře zážeh prakticky znemožní. [63]



Obr. 23: Vliv vlhkosti na  $E_{50}$ , měřeno pro HMX, [63]

## ZÁVĚR

Cílem této práce bylo prostudovat aktuálně využívané metody měření citlivosti výbušnin k elektrostatické jiskře se zaměřením na pyrotechnické slože. Testování citlivosti pyrotechnických složí k elektrostatické jiskře je oblast, která má úspěšně nakročeno k dalšímu rozvoji. Uvádění hodnoty citlivosti energetických materiálů k ESD při charakterizaci nově syntetizované látky je běžnější než dříve, bohužel se stále nepodařilo nalézt vhodný koeficient pro vztažení k jiným vlastnostem pyrotechnických složí a zajistit tak její předvídatelnost. Praktické využití nachází testování ESD citlivosti při výběru látek pro jejich další uplatnění, např. v rozbuškách, zároveň je testování prahů iniciace prvním krokem pro ještě bezpečnější průmyslové zpracovávání.

Při rešerši normovaných zkoušek byla nejpřekvapivějším zjištěním jejich neaktuálnost, resp. odkazování veškerých poskytovatelů ESD měření na neplatné standardy. Oproti postupům používaných v ČR se tyto mezinárodní standardy nesnaží reflektovat všechny známé aspekty ovlivnění výsledku zkoušky. Zkoušky malých měřitek jiných zemí často postrádaly detailnější popis, vyjma zkoušky ve Velké Británii. K nesourodosti výsledků, které zkoušky poskytují, přispívá fakt, že ani způsob uvádění naměřených hodnot není jednotný, některé řadí výbušniny do citlivostních tříd, jiné uvádí konkrétní hodnoty iniciačních energií, jiné poskytují energetické hladiny zážehu. Jistotu neposkytuje ani výsledek pro referenční látku, neboť ty jsou mezi zkouškami také rozdílné.

V rozporu se zaštiťujícím dokumentem STANAG 4490 lze s jistotou říci, že na parametrech zkoušky záleží. Toto tvrzení bylo demonstrováno na konkrétních příkladech ovlivnění měření: podmínkami a prostředím zkoušky, obvodem a konstrukcí testovacího zařízení nebo volbou typu výboje. Stěžejní vliv má na výsledky i konfigurace jiskřiště, materiál elektrod, jejich tvar a způsob umístění vzorku. Podstatná je i forma vzorku a jeho vlastní složení. Rozhodujícím faktorem zůstává kompetentnost měřícího pracovníka, jeho subjektivní vyhodnocení, zda k zážehu došlo nebo ne, ačkoli je možné iniciaci částečně posoudit instrumentálně, a možnost lidské chyby.

Do dalších let by pro případnou standardizaci zkoušky, tématu testování citlivosti energetických materiálů k elektrostatickému výboji celkově, prospělo ujasnění a definování jednotné terminologie, hlavně v popisu tvarů elektrod nebo podmínek ohraničení a umístění vzorku. Dále pak jednotná definice zážehu a forma výstupní hodnoty, např. pravděpodobnostní křivky.

Posun za posledních 75 let je značný, stále však ponechává nemalý prostor pro nové možnosti a zkoumání korelací. Potenciál této závěrečné práce spočívá v možnosti experimentálního navázání na danou rešerši, např. v zjišťování vlivu granulometrie z pohledu heterogenního systému.

## POUŽITÁ LITERATURA

- [1] *AOP-7: Manual of data requirements and tests for the qualification of explosive materials for military use*. In: . North Atlantic Treaty Organization, 2003, Edition 2.
- [2] ČOS 137 601. *ORGANIZACE A METODY SCHVALOVÁNÍ ZPŮSOBILOSTI VÝBUŠNIN PRO VOJENSKÉ ÚČELY*. 4. vydání. Praha: Úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a státní ověřování jakosti, 2018.
- [3] BAUER, Amy J. R. *Analysis of Pyrotechnic Components: Results of chemical, thermal and mechanical insult testing of components of four fireworks samples* [online]. Místo vyd. neuvedeno, 2013 [cit. 2022-06-29]. Dostupné z: [https://www.csb.gov/assets/1/20/analysis\\_of\\_pyrotechnic\\_components.pdf?15271](https://www.csb.gov/assets/1/20/analysis_of_pyrotechnic_components.pdf?15271). Laboratorní zpráva. Applied Research Associates, Inc.
- [4] ZAHÁLKA, Martin, Vojtěch PELIKÁN a Robert MATYÁŠ. *Characterization and optimalization of electrostatic discharge (ESD) sensitiveness of potassium 4,6-dinitrobenzofuroxane: New Trends in Research of Energetic Materials, Czech Republic*. Pardubice, 2018. Příspěvek na semináři. Univerzita Pardubice.
- [5] KÜNZEL, Martin, Vojtěch PELIKÁN a Miloslav KRUPKA. *On the importance of electrostatic discharge sensitivity testing: Proceedings of the 22th Seminar on NTREM*. 1. vyd. Pardubice: University of Pardubice, 2017, 734 s. ISBN 978-80-7560-056-1. Poster. University of Pardubice.
- [6] FEDERÁLNÍ MINISTERSTVO VŠEOBECNÉHO STROJÍRENSTVÍ. *Speciální technika I*. Vydání 1. Brno závod: Praha, 1976. ISBN 59-154-75.
- [7] KRAUZ, Cyrill a Josef SEIFERT. *Technologie výbušnin*. Praha: Vědecko-technické nakladatelství, 1950.
- [8] BOSE, Ajoy K. *Military Pyrotechnics: Principles and Practices* [online]. 1st Edition. Boca Raton: CRC Press, 2021 [cit. 2022-06-05]. ISBN 9781003093404. Dostupné z: <https://doi.org/10.1201/9781003093404>
- [9] ČSN 33 2030. *Elektrostatika - Směrnice pro vyloučení nebezpečí od statické elektřiny*. 1. vyd. Praha: Český normalizační institut, 2004.
- [10] ČSN CLC/TR 60079-32-1 (332320). *Výbušné atmosféry - Část 32-1: Návod na ochranu před účinky statické elektřiny*. 10/2019. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2019.
- [11] STRNAD, Jiří, Jiří MAJZLÍK a Vojtěch PELIKÁN. *Testování citlivosti energetických materiálů vůči účinkům elektrostatického výboje*. Univerzita Pardubice, FCHT, 2015. Interní text ÚEnM.

- [12] GROSS, Boleslav. *O fyzice: Elektrické výboje v plynech*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1967.
- [13] SEDLÁK, Bedřich a Ivan ŠTOL. *Elektrina a magnetismus*. Vyd. 2., opr. a rozš. Praha: Academia, 2002. ISBN 80-200-1004-1.
- [14] WALKER, Jearl. *Halliday & Resnick Principles of Physics*. 9th ed. Hoboken: Wiley, 2011. ISBN 978-0-470-52463-3.
- [15] DAHN, C., Diane JENNINGS a Missy NGUYEN. *New concepts in studying electrostatic discharge hazards of propellants, pyrotechnics and explosives* [online]. Vol 1. St. Louis, Missouri: DoD Explosives Safety Seminar, 1990, , 18 s. [cit. 2022-06-06]. Dostupné z: <https://apps.dtic.mil/sti/pdfs/ADA529550.pdf>. Paper Distributed at. 24th DoD Explosives Safety Seminar.
- [16] MÄKI, Ahti a Kemira OY. Ignition of propellants and pyrotechnical compositions by electric spark. *Pyroteknikdagen*. 1978, **1977**(1), 119-136.
- [17] MELLOR, Arthur, David STOOPS, Tom RUDY a Robert HERMSEN. Optimization of spark and ESD Propellant Sensitivity Tests. A Review. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*. 1990, **1990**(15), 1-7.
- [18] PETRICK, John T. *Sensitivity considerations for plastic packaged ordnance: Minutes of the twelfth explosives safety seminar*. Sheraton-Peabody Hotel Memphis: Armed services explosives safety board, 1970. AD716790. Dostupné také z: <https://apps.dtic.mil/sti/pdfs/AD0716790.pdf>. Příspěvek na semináři. Department of Defence.
- [19] BERRY, R. Bruce. *Electrostatic Discharge Testing of Propellants and Primers*. Albuquerque: Explosive Projects and Diagnostics Department, 1994. SAND92-2416 • UC-742. Dostupné také z: <https://www.osti.gov/servlets/purl/10131328>. Report. Sandia National Laboratories.
- [20] MASSIS, Thomas M. *New Explosive Materials and Pyrotechnic Formulations with Improved Safety and Sensitivity Properties*. 1996. Dostupné také z: <https://apps.dtic.mil/sti/pdfs/ADA514103.pdf>. Report. Sandia National Laboratories.
- [21] Electric spark sensitivity. *The Properties of Energetic Materials: Sensitivity, Physical and Thermodynamic Properties* [online]. 1. Berlin: Boston: De Gruyter, 2017, s. 107–112 [cit. 2022-06-16]. ISBN 9783110521887. Dostupné z: <https://doi.org/10.1515/9783110521887-008>
- [22] ESD sensitivity tester X SPARK 10. In: *OZM Research* [online]. Blížnovice: OZM Research s.r.o., 2020 [cit. 2022-06-16]. Dostupné z: <https://www.ozm.cz/sensitivity-and-explosibility-tests/esd-sensitivity-tester-xspark10/>
- [23] THIAPONDAWA, Sheperd Masimba. *Reaction of silicones with sulfate-based oxidisers used in pyrotechnics time delay compositions*. Pretoria, 2015. Thesis. University of Pretoria.
- [24] PELIKÁN, Vojtěch. *Stanovení citlivosti EM k elektrostatické jiskře: Laboratorní úloha IV. ročníku ÚEnM, nepublikovaný dokument*. Univerzita Pardubice, 2022.

- [25] PELIKÁN, Vojtěch. *Nepublikovaný materiál*. Univerzita Pardubice, ÚEnM, 2022.
- [26] *Non-toxic primer mix*. USA. 9409830 Percussion Primers Or Ignitors (102/204). Uděleno 9.8.2016.
- [27] COMET, Marc, Cédric SCHWARTZ, Fabien SCHNELL, Franck OUDOT, Bastien LALLEMAND, Denis SPITZER a Denis SPITZER. New Detonating Compositions from Ammonium Dinitramide: a Key Component to Reach Detonation in Binary Mixtures with Titanium Hydride. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics* [online]. 2021, **46**(5), 742-750 [cit. 2022-06-29]. ISSN 0721-3115. Dostupné z: doi:10.1002/prop.202000288
- [28] POLISH, Mateusz, Agnieszka STOLARCZYK, Karolina GLOSZ a Tomasz JAROSZ. Quo Vadis, Nanothermite? A Review of Recent Progress. *Materials* [online]. 2022, **15**(9), 3215 [cit. 2022-06-17]. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.3390/ma15093215
- [29] STEINHAUSER, Georg a Thomas M. KLAPÖTKE. "Green" Pyrotechnics: A Chemists' Challenge. *Angewandte Chemie International Edition* [online]. 2008, **47**(18), 3330-3347 [cit. 2022-06-30]. ISSN 14337851. Dostupné z: doi:10.1002/anie.200704510
- [30] ZARKO, Vladimir E. Nanoenergetic Materials: Chapter One - Nanoenergetic Materials: A New Era in Combustion and Propulsion. *Energetic Nanomaterials* [online]. 1st ed. –: Elsevier, 2016, s. 1-20 [cit. 2022-06-30]. ISBN 9780128027103. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-802710-3.00001-5
- [31] COMET, Marc. Industry Aims for 'Greener' Explosives. In: *02.14.2018* [online]. –: CNRS, 2022 [cit. 2022-06-30]. Dostupné z: https://news.cnrs.fr/opinions/industry-aims-for-greener-explosives
- [32] COMET, Marc, Cédric MARTIN, Fabien SCHNELL a Denis SPITZER. Energetic Nanoparticles and Nanomaterials for Future Defense Applications. *Human Factors and Mechanical Engineering for Defense and Safety* [online]. 2019, **3**(1), – [cit. 2022-06-30]. ISSN 2509-8004. Dostupné z: doi:10.1007/s41314-019-0016-6
- [33] Druhy pyrotechnických složí. In: *PyroExpert.cz* [online]. Neuvedeno: –, 2013 [cit. 2022-06-29]. Dostupné z: https://www.pyroexpert.cz/druhy-pyrotechnickych-slozi/
- [34] LAPŠANSKÁ, Hana. *Přehled metod svařování*. Olomouc, r. neuveden. Moderní technologie ve studiu aplikované fyziky. Dostupné také z: chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgiclfefindmkaj/http://users.fs.cvut.cz/libor.benes/vyuka/strojtech/Lapsanska\_prehled\_metod\_svarovani\_++++++.pdf. Prezentace z přednášky. Univerzita Palackého v Olomouci.
- [35] GIBOT, Pierre a Virginie GOETZ. SnO<sub>2</sub> –polyaniline composites for the desensitization of Al/SnO<sub>2</sub> thermite composites. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. 2020, **137**(32), – [cit. 2022-07-01]. ISSN 0021-8995. Dostupné z: doi:10.1002/app.48947

- [36] SON, Steven, Richard YETTER a Vigor YANG. Introduction: Nanoscale Composite Energetic Materials. *Journal of Propulsion and Power* [online]. 2007, **23**(4), 643-644 [cit. 2022-07-01]. ISSN 0748-4658. Dostupné z: doi:10.2514/1.31508
- [37] WEIR, Chelsea, Michelle PANTOYA a Michael DANIELS. The role of aluminum particle size in electrostatic ignition sensitivity of composite energetic materials. *Combustion and Flame* [online]. 2013, **160**(10), 2279-2281 [cit. 2022-07-01]. ISSN 00102180. Dostupné z: doi:10.1016/j.combustflame.2013.05.005
- [38] GIBOT, Pierre, Arnaud BACH, Loic VIDAL, Fabien SCHNELL, Roger GADIOU a Denis SPITZER. Safer and Performing Energetic Materials Based on Polyaniline-Doped Nanocomposites. *Journal of Energetic Materials* [online]. 2017, **35**(2), 136-147 [cit. 2022-07-01]. ISSN 0737-0652. Dostupné z: doi:10.1080/07370652.2016.1210697
- [39] GIBOT, Pierre a Estelle PUEL. Study on Indium (III) Oxide/Aluminum Thermite Energetic Composites. *Journal of Composites Science* [online]. 2021, **5**(7), – [cit. 2022-07-01]. ISSN 2504-477X. Dostupné z: doi:10.3390/jcs5070166
- [40] GIBOT, Pierre a Virginie GOETZ. Polypyrrole material for the electrostatic discharge sensitivity mitigation of Al/SnO<sub>2</sub> energetic composites. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. 2021, **138**(29), – [cit. 2022-07-01]. ISSN 0021-8995. Dostupné z: doi:10.1002/app.50752
- [41] SIPPEL, Travis., Steven SON a Lori GROVEN. Modifying Aluminum Reactivity with Poly(Carbon Monofluoride) via Mechanical Activation. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics* [online]. 2013, **38**(3), 321-326 [cit. 2022-07-07]. ISSN 07213115. Dostupné z: doi:10.1002/prop.201200202
- [42] CZAJKA, Bogdan, Krystyna PRUCHNIAK a Leszek WACHOVSKI. *Aluminium and zirconium powders as components of specialty pyrotechnics and rocket propellants*. Dostupné také z: chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgclefindmkaj/https://ipo.lukasiewicz.gov.pl/wydawnictwa/wp-content/uploads/2021/03/Czajka2.pdf. Report. Institute of Non-ferrous Metals – Poznań, Adam Mickiewicz University.
- [43] BATES, W., Bernard KOSOWSKI a Carl GOTZMER. DEVELOPMENT OF PASSIVATED PYROPHORIC METAL POWDERS (HAFNIUM AND ZIRCONIUM) WITH REDUCED ELECTROSTATIC DISCHARGE (ESD) SENSITIVITY. *International Journal of Energetic Materials and Chemical Propulsion* [online]. 2002, **5**(1-6), 985-993 [cit. 2022-07-07]. ISSN 2150-766X. Dostupné z: doi:10.1615/IntJEnergeticMaterialsChemProp.v5.i1-6.1000
- [44] *ELECTROSTATIC CHARGE DISSIPATION SYSTEM: Compositions or products which are defined by structure or arrangement of component of product comprising a coated component*. 2010. USA. US 7,108,758 B1. Uděleno 19. 10. 2010. Zapsáno 19. 10. 2010. Dostupné také z: <https://patentimages.storage.googleapis.com/49/d8/3e/fb10147ec82b44/US7815759.pdf>
- [45] SABATINI, Jesse, James RAAB, Ronald HANN, Reddy DAMAVARAPU a Thomas KLAPÖTKE. High-Nitrogen-Based Pyrotechnics: Development of Perchlorate-Free Green-

- Light Illuminants for Military and Civilian Applications. *Chemistry – An Asian Journal* [online]. 2012, 7(7), 1657-1663 [cit. 2022-07-07]. ISSN 1861-4728. Dostupné z: doi:10.1002/asia.201200036
- [46] MORETTI, Jared, Jesse SABATINI a Jay PORET. High-Performing Red-Light-Emitting Pyrotechnic Illuminants through the Use of Perchlorate-Free Materials. *Chemistry - A European Journal* [online]. 2014, 20(28), 8800-8804 [cit. 2022-07-07]. ISSN 09476539. Dostupné z: doi:10.1002/chem.201402654
- [47] KÜBLBÖCK, Teresa. *New Trends in Sustainable Light- and Smoke-Generating Pyrotechnics*. München, 2020. Dostupné také z: chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgclefindmkaj/https://edoc.ub.uni-muenchen.de/26496/1/Kueblboeck\_Teresa.pdf. Dissertation. Ludwig-Maximilians-Universität München. Vedoucí práce Prof. Dr. Thomas M. Klapötke.
- [48] *Integrated Data Collection Analysis (IDCA) Program - AN and Bullseye Smokeless Powder: Technical report* [online]. United States: Lawrence Livermore National Lab. (LLNL), 2013 [cit. 2022-07-07]. Dostupné z: <https://doi.org/10.2172/1297659>
- [49] *Integrated Data Collection Analysis (IDCA) Program - KClO<sub>4</sub>/Carbon Mixture: Technical report* [online]. Lawrence Livermore National Lab. (LLNL): USA, 2013 [cit. 2022-07-07]. Dostupné z: <https://doi.org/10.2172/1305868>
- [50] Explosives Electrostatic Discharge (ESD) Instrumentation. In: *UTEC CORP: Revolutionary technology through reasearch and testing* [online]. Norman, Oklahoma, USA: UTEC Corp, LLC, 2022 [cit. 2022-06-16]. Dostupné z: <https://utec-corp.com/energetic-materials/electrostatic-discharge-esd-instrumentation/>
- [51] Model 931 – Electrostatic Discharge Firing Test System. In: *Electro-tech systems* [online]. Perkasie, Pennsylvania: Electro-Tech Systems, Inc., 2022 [cit. 2022-06-16]. Dostupné z: <https://www.electrotechsystems.com/products/electrostatic-instumentation/electrostatic-discharge-simulators/electrostatic-discharge-firing-test-system-for-esd-testing-of-powders-liquids-and-devices/>
- [52] *Military agency for standardization: Explosives, electrostatic discharge sensitivity test(s)*. In: . North Atlantic Treaty Organization, 2001, Edition 1, STANAG No. 4490.
- [53] *EMTAP: Energetic Materials Testing Assessment Policy Manual of Tests: Electric spark test*. Místo vydání neuvedeno, 2006, .
- [54] ČSN EN 13938-2. *Výbušniny pro civilní použití - Střeliviny a raketová paliva: Část 2: Stanovení odolnosti elektrostatické energie*. 05/2005. Praha: Český normalizační institut, 2005.
- [55] ČSN EN 16263-4. *Pyrotechnické výrobky - Ostatní pyrotechnické výrobky: Část 4: Metody zkoušení*. 02/2016. Brusel: Evropský výbor pro normalizaci, 2015.

- [56] ŠELEŠOVSKÝ, Jakub, Vojtěch PELIKÁN, Jaroslav SCHUSTER, B. JANOVSKÝ a Robert MATYÁŠ. FEST – New Procedure for Evaluation of Sensitivity Experiments. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*. 2020, **45**(11), . Dostupné z: doi:10.1002/prop.202000120
- [57] BLAU, Reed a Ruth SCHAEFER. *MOISTURE-RESISTANT BLACK POWDER SUBSTITUTE COMPOSITIONS AND METHOD FOR MAKING SAME*. USA. Uděleno 31.7.2003.
- [58] CZAJKA, Bogdan, Sławomir STYCZYNSKI, Stanislav TABAT a Daniel SZAL. Determination of Ignition Sensitivity of Selected Heat Powders. *Central European Journal of Energetic Materials*. 2011, **8**(1), 3–13. ISSN 1733 –7178.
- [59] ZEMAN, Svatopluk, Vojtěch PELIKÁN, Jiří MAJZLÍK a Jiří KOČÍ. Electric Spark Sensitivity of Nitramines. Part II. A Problem of "Hot Spots". *Central European Journal of Energetic Materials*. 2006, **3**(3), 45-51. ISSN 1733-7178.
- [60] ZEMAN, Svatopluk a Ning LIU. A new look on the electric spark sensitivity of nitramines. *Defence Technology*. 2020, **16**(-), 10-17.
- [61] ZAHÁLKA, Martin, Vojtěch PELIKÁN a Robert MATYÁŠ. *Influence of graphite content on ESD sensitiveness in potassium 4,6-dinitrobenzofuroxane (KDNBF)*. Conference: The 6th. Int. Symp on Energetic Materials and Their Applications, 2017. Příspěvek na konferenci. Tohoku University, Sendai, Japan.
- [62] HOSSEINI, Seyed, Hossein SHARIFNEZHAD, Manoochehr FATHOLLAHI a Abdalfarid ABOTRABE. Improvement of electrostatic discharge sensitivity of lead styphnate particles using some polymer coating agents. *Journal of Energetic Materials*. 2021, **12**(1), -. Dostupné z: doi:10.1080/07370652.2021.1929572
- [63] ROUX, Michael, Max AUZANNEAU a Claude BRASSY. Electric Spark and ESD Sensitivity of Reactive Solids (Primary or Secondary Explosive, Propellant, Pyrotechnics): Part one: Experimental Results and Reflection Factors for Sensitivity Test Optimization. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*. 1993, **18**(-), 317–324.
- [64] BARNES, P., De YLONG a J. DOMANICO. *A Comparison between Several Standard Methods Used to Characterize the Ignition/Ignition Transfer of Pyrotechnic Compositions* -. (AUSTRALIA), 1987. Dostupné také z: <https://apps.dtic.mil/sti/pdfs/ADA180297.pdf>. A Collaborative Study. Part 1. Data. MATERIALS RESEARCH LABS ASCOT VALE.
- [65] AUZANNEAU, Max a Michel ROUX. Electric Spark and ESD Sensitivity of Reactive Solids (Primary or Secondary Explosive, Propellant, Pyrotechnics) Part II: Energy Transfer Mechanisms and Comprehensive Study on E50. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*. 1995, **20**(-), 96-101.
- [66] LI, Zhimin, Dandan ZENG, Zunning ZHOU, Mingrui ZHOU, Tonglai ZHANG, Huisheng HUANG, Jianguo ZHANG a Li YANG. A Comprehensive Study of the Electrostatic Discharge Sensitivity and Chargeability of Tris(carbohydrazide)zinc Perchlorate. *Central European Journal of Energetic Materials* [online]. 2014, **11**(4), 553-573 [cit. 2022-07-07]. ISSN 2353-1843. Dostupné z:



[https://www.researchgate.net/publication/279103014\\_A\\_Comprehensive\\_Study\\_of\\_the\\_Electrostatic\\_Discharge\\_Sensitivity\\_and\\_Chargeability\\_of\\_Triscarbohydrazidezinc\\_Perchlorate](https://www.researchgate.net/publication/279103014_A_Comprehensive_Study_of_the_Electrostatic_Discharge_Sensitivity_and_Chargeability_of_Triscarbohydrazidezinc_Perchlorate)

- [67] ZEMAN, Ondřej a Vojtěch PELIKÁN, Ondřej ZEMAN, ed. Využití nové metodiky FEST pro měření citlivosti k ESD. In: ADAM, Martin. *Studentská vědecká odborná činnost 2019/20*. Pardubice: Univerzita Pardubice, 2020, s. 239-244. ISBN 978-80-7560-333-3. ISSN Neuvedeno.
- [68] HUANG, Ci, Mirko SCHOENITZ a Edward DREIZIN. Ignition of zirconium powders placed near an electrostatic discharge. *Combustion and Flame* [online]. 2021, (226), 1-13 [cit. 2022-07-07]. ISSN 0010-2180. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.combustflame.2020.11.039>
- [69] SKINNER, Darin, Douglas OLSON a Andrew BLOCK-BOLTEN. Electrostatic Discharge Ignition of energetic Materials. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics* [online]. 1998, **1997**(23), 34–42 [cit. 2022-06-06].
- [70] MAJZLÍK, Jiří. *ESD sensitivity of fine grade powdered HMX–Al mixture: Proc. of 12th Seminar NTREM, str 37*. Pardubice, 2009. Příspěvek na semináři. Univerzita Pardubice.
- [71] LYU, Zijian, Xiping LONG, Zhipeng LI a Xiaogan DAI. Different Ignition Responses of Powdery and Bulky 1,3,5-Triamino-2,4,6-trinitrobenzene (TATB) Based Polymer-bonded Explosives under Ultra-high Voltage Electrostatic Discharge. *Central European Journal of Energetic Materials* [online]. 2018, **15**(2), 283–298 [cit. 2022-06-16]. ISSN 2353-1843. Dostupné z: <https://ipo.lukasiewicz.gov.pl/wydawnictwa/wp-content/uploads/2021/04/Wen-1.pdf>
- [72] BELONI, Ervin. *Study of heating and ignition of metal powder by electrostatic discharge*. Newark, New Jersey, 2011. Dostupné také z: <http://archives.njit.edu/vol01/etd/2010s/2011/njit-etd2011-046/njit-etd2011-046.pdf>. Dissertation. New Jersey Institute of Technology. Vedoucí práce Edward L. Dreizin.