

Analiza dokumentacji normalizacyjnej polskiej oraz NATO w zakresie badania trwałości fizykochemicznej mieszanin i wyrobów pirotechnicznych

Maciej Miszczak, Andrzej Brzyski, Marek Piecuch, Wojciech Goryca

Wojskowy Instytut Techniczny Uzbrojenia, ul. Prymasa Stefana Wyszyńskiego 7, 05-220 Zielonka

Streszczenie: W artykule dokonano przeglądu i analizy znormalizowanych metod i wymagań w zakresie badania trwałości/stałości fizykochemicznej mieszanin i wyrobów pirotechnicznych na podstawie norm polskich (PN), w tym wprowadzających normy europejskie (PN-EN), dotyczące obronności i bezpieczeństwa państwa (PN-V), z zakresu chemii (PN-C), resortowej dokumentacji normalizacyjnej w postaci norm obronnych (NO) oraz na podstawie normalizacyjnych dokumentów NATO obejmujących publikację sojuszniczą z zakresu uzbrojenia i amunicji, a ściśle z zakresu materiałów wysokoenergetycznych mających zastosowanie w amunicji wojskowej - AOP-7 (AOP-Allied Ordnance Publication) oraz porozumienia normalizacyjne (STANAG-i – **Standardization Agreements**).

W grupie materiałów pirotechnicznych omówiono m.in. problematykę badania i oceny stałości fizykochemicznej mieszanin pirotechnicznych miotających, w tym stałych heterogenicznych paliw raketowych i prochów czarnych.

W zbiorze wyrobów pirotechnicznych przedyskutowano zagadnienia badania i oceny fizykochemicznej trwałości/stałości m.in. w odniesieniu do wyrobów pirotechniki widowiskowej, lontów prochowych, smugaczy artyleryjskich i granatnikowych oraz środków dymotwórczych.

Wykazano także potrzebę prowadzenia prac badawczych i normalizacyjnych w celu dalszego uporządkowania, uzupełniania i precyzowania zakresu badań fizykochemicznej stałości ww. materiałów oraz wyrobów a także wymagań, kryteriów oceny oraz prognozowania tej stałości.

1. Wstęp

Przegląd i analiza normalizacyjnej dokumentacji dotyczącej badania, określania i oceny fizykochemicznej trwałości/stałości mieszanin i wyrobów pirotechnicznych, zazwyczaj pojęciowo zawężanej do oddziaływania temperatury środowiska, rzadziej łączonej ze środowiskowym oddziaływaniem wilgoci/wody i często nazywanej stałością (stabilnością) termiczną, odpornością na podwyższoną, rzadziej na obniżoną temperaturę oraz na zmiany temperatury otoczenia, wynika z potrzeby dalszego uporządkowania, uzupełniania i precyzowania zakresu badań fizykochemicznej trwałości/stałości ww. materiałów oraz wyrobów a także wymagań, kryteriów oceny oraz prognozowania tej trwałości/stałości, nie tylko w aspekcie naukowo-badawczym, lecz również normalizacyjnym.

2. Badania fizykochemicznej trwałości/stałości mieszanin pirotechnicznych

W standaryzacyjnym obszarze badań mieszanin pirotechnicznych, obejmującym polskie normy oraz normalizacyjną dokumentację NATO [1-14] znalazły się następujące podzbiory materiałowe:

- materiały miotające do amunicji handlowej, przeznaczone do transportu [1];
- stałe heterogeniczne paliwa raketowe [2,5,7-14];
- prochy czarne [3,4,6-11];
- mieszaniny pirotechniczne zawierające metal aktywny (glin, magnez, stop glinu i magnezu) [12-14].

Standardowe warunki przyspieszonego starzenia objęte metodami badania i oceny fizykochemicznej stałości mieszanin pirotechnicznych są następujące:

- ogrzewanie próbki mieszaniny pirotechnicznej w temperaturze 75 °C przez 48 godzin [1,2];

- ogrzewanie próbki mieszaniny pirotechnicznej w temperaturze 100 °C przez 40 godzin [7];
- ogrzewanie próbki mieszaniny pirotechnicznej zwykle przy wzrastającej, zaprogramowanej temperaturze do uzyskania rozkładu termicznego próbki przy użyciu różnicowej analizy termicznej (DTA), różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC) i analizy termogravimetrycznej (TGA) [8];
- starzenie próbki mieszaniny pirotechnicznej podczas wielocyklicznego oziębiania w temperaturze -50 °C przez 6 godzin, sezonowania próbki w temperaturze pokojowej przez 18 godzin a następnie ogrzewania w temperaturze 50 °C przez 6 godzin (w ramach jednego cyklu starzenia) [10].

Z kolei zjawiska i parametry opisujące oraz mierzące stałość fizykochemiczną mieszanin pirotechnicznych można pogrupować następująco:

- oznaki rozkładu materiału w postaci zmiany zabarwienia mieszaniny pirotechnicznej, jej zapalenia, palenia, wybuchu, efektów akustycznych i wizualnych towarzyszących tym zjawiskom, takich jak: trzask, huk, iskrzenie, płomień, dymienie, wydzielanie się (głównie gazowych) produktów rozkładu mieszaniny [1-5];
- higroskopijność mieszaniny pirotechnicznej [6,11];
- zawartość metalu aktywnego w mieszaninie pirotechnicznej [12-14];
- ubytek masy badanej próbki w wyniku jej przyspieszonego starzenia w temperaturze 75 °C w ciągu 48 godzin [1-3];
- objętość/ciśnienie wydzielających się (lotnych) produktów rozkładu próbki w wyniku jej przyspieszonego starzenia w temperaturze 100 °C w ciągu 40 godzin [7];
- przyrost temperatury badanej próbki w wyniku jej samoogrzewania względem próbki odniesienia podczas ich termostatowania w identycznych warunkach w temperaturze 75 °C do 48 godzin [1-3];
- zmiany wskaźnika pH próbki mieszaniny pirotechnicznej (skalnego prochu czarnego) spowodowane jej starzeniem w temperaturze 75 °C w ciągu 48 godzin [3];
- analiza zjawiska rozkładu mieszaniny pirotechnicznej na podstawie przebiegu termogramów DTA, DSC i TGA [8];
- określenie zmian (najlepiej ilościowo) parametrów opisujących własności fizykochemiczne badanej substancji (przyjętych w sensie badawczym i normalizacyjnym jako parametry stałości/trwałości fizykochemicznej) przed i po przyspieszonym starzeniu w warunkach cykli zmiennotemperaturowych [10].

Z powyższych zakresów dotyczących warunków przyspieszonego starzenia a także zjawisk i parametrów opisujących fizykochemiczną trwałość/stałość mieszanin pirotechnicznych wynika, iż obejmują one różne podzbiory tych mieszanin oraz obejmują w różnym zakresie badania ich stałości, tworząc dosyć złożony obraz wzajemnych relacji.

Poniższa analiza dokumentacji normalizacyjnej pod kątem warunków starzenia, mierzonej i/lub określanej własności, zjawiska a także objętych badaniami obiektów, umożliwi dobór metod badania trwałości/stałości i/lub badanych własności reprezentujących trwałość/stałość dla określonej grupy mieszanin pirotechnicznych. Polska norma PN-EN 268 [1] opisuje sposób badania i ocenę trwałości/stałości fizykochemicznej (nazywając ją stabilnością termiczną) na podstawie termostatowania w temperaturze 75 °C materiałów miotających do amunicji handlowej, w celu określenia, czy badany materiał jest bezpieczny podczas transportu. A zatem norma ta w zbiorze mieszanin pirotechnicznych obejmuje stałe heterogeniczne paliwa raketowe, prochy czarne oraz inne mieszaniny pirotechniczne spełniające funkcje materiałów miotających.

Badania te są zgodne z grupą badań oznaczonych kodem 3(c), zalecanych przez ONZ dla materiałów niebezpiecznych przeznaczonych do transportu [15].

Trwałość/stałość w temperaturze 75 °C określa się dwuetapowo. Pierwsza część badań ma wykazać, czy badany materiał jest niestabilny albo stabilny termicznie, odpowiednio na podstawie występowania albo braku oznak jego rozkładu w postaci np. zmiany zabarwienia materiału, zapłonu, wybuchu, wydzielania gazowych produktów rozkładu w czasie termostatowania do 48 godzin. Jeżeli przed upływem 48 godzin ogrzewania próbka nie ulegnie spaleni i/lub nie wybuchnie, wówczas obliczany jest jej procentowy ubytek masy w dużej mierze odpowiadający masie substancji lotnych próbki. W zakresie pierwszej części badań próbkę uznaje się za niestabilną termicznie, gdy nastąpi jej zapłon i/lub wybuch.

Drugi etap badań jest przeprowadzany, gdy na podstawie pierwszego etapu nie można dokładnie wywnioskować

o stabilności albo niestabilności termicznej badanego materiału. W drugiej części badań określa się za pomocą termopar różnicę temperatur między próbką badaną a próbką odniesienia, termostatowanych w takich samych warunkach przez 48 godzin. Po drugim etapie, badaną próbkę uważa się za niestabilną termicznie, jeżeli nastąpi jej zapłon i/lub wybuch albo gdy przyrost temperatury badanej próbki względem temperatury próbki odniesienia (inercyjnej termicznie) jest nie mniejszy niż 3 °C.

W identycznych warunkach termostatowania określana jest również stałość termiczna (lecz już nie zawężona tylko do celów transportowych) w zbiorze mieszanin pirotechnicznych miotających [2-5], obejmującym stałe heterogeniczne paliwa raketowe oraz prochy czarne przeznaczone do użytku cywilnego, przy czym wprowadzona zostaje górna granica dopuszczalnego ciśnienia gazowych produktów termicznego rozkładu próbki nad nią, w zamkniętej objętości, które nie powinno przekroczyć 60 kPa [2], co jest zgodne również z zaleceniami ONZ w zakresie badania stałości w ramach instrumentalnej części badań do celów transportowych według testów z grupy 3(c) [15].

W zbiorze materiałów obejmującym prochy czarne, dla prochu skalnego wprowadza się stosunkowo dokładnie sprecyzowane wymagania na stałość termiczną [3], według których proch ten uważa się za trwały termicznie, gdy nie zachodzi wydzielanie gazowych produktów, ubytek masy próbki jest nie większy niż 2 %, zaś wskaźnik pH wodnego wyciągu prochu ulega zmianie najwyżej w zakresie $\pm 1,0$ w wyniku jego termostatowania w 75 °C przez 48 godzin.

W izotermicznych warunkach starzenia w temperaturze 100 °C przez 40 godzin przeprowadzane jest badanie stałości mieszanin pirotechnicznych oraz heterogenicznych paliw raketowych przeznaczonych do użytku wojskowego [9] za pomocą tzw. „testu próżniowego- VST” (VST- Vacuum Stability Test) [7], opcjonalnie z użyciem manometrów rtęciowych albo czujników tensometrycznych. Badanie polega na pomiarze objętości gazowych produktów rozkładu badanej próbki znajdującej się początkowo w próżni, powstałych w wyniku ogrzewania próbki w wyżej opisanych warunkach.

Analogicznie jak w przypadku poprzednim, badania fizykochemicznej stałości za pomocą analizy termicznej DTA, TGA i DSC [8] obejmują mieszaniny pirotechniczne i heterogeniczne paliwa raketowe przeznaczone do użytku wojskowego [9].

Badania stałości/trwałości za pomocą ww. cykli zmiennotemperaturowych [10] obejmują wszystkie rodzaje materiałów pirotechnicznych (domyślnie do użytku cywilnego jak i wojskowego).

Higroskopijność jako parametr stałości/trwałości wszelkiego rodzaju mieszanin pirotechnicznych podana jest w polskiej normie PN-V- 04002-2 [11]. Własność ta wyraża zdolność pochłaniania wody przez mieszaninę pirotechniczną. Higroskopijność obliczana jest na podstawie procentowego przyrostu masy mieszaniny pirotechnicznej w funkcji czasu jej nawilżania wodą w temperaturze (20±2) °C, przy czym czasy nawilżania wynoszą kolejno: 4 godziny, 8 godzin, 1 dzień, 2 dni, 5 dni oraz 10 dni.

Sposób oznaczania higroskopijności mieszanin pirotechnicznych w postaci prochów czarnych podany jest w polskiej normie PN – 61/C – 86002 [6], przy czym próbka prochu powinna być nawilżana przez 12 godzin. Według wymagań podanych w polskiej normie PN-C-86203 [3], higroskopijność prochu czarnego, oznaczona według PN-C-86002 nie może przekraczać 1,5 %.

Innym, standardowym parametrem określającym fizykochemiczną stałość/trwałość fizykochemiczną mieszanin pirotechnicznych zawierających składnik palny w postaci metali aktywnych – glinu, magnezu lub ich stopu, jest zawartość metalu aktywnego w mieszaninie pirotechnicznej tj. metalu zdolnego wziąć udział w reakcji spalania mieszaniny [12-14]. Zawartość metalu aktywnego w mieszaninie pirotechnicznej jest obliczana na podstawie zmierzonej objętości wodoru powstającego w wyniku reakcji metalu z wodą.

3. Badania fizykochemicznej trwałości/stałości wyrobów pirotechnicznych

W standaryzacyjnym obszarze badań fizykochemicznej trwałości/stałości wyrobów pirotechnicznych, obejmującym polskie normy oraz normy obronne [16-26] znalazły się następujące podzbiory materiałowe:

- wyroby pirotechniki widowiskowej [26];
- lonty prochowe [19-23];

- smugacze artyleryjskie i granatnikowe [24];
- świece i granaty dymne [25].

Standardowe warunki przyspieszonego starzenia objęte metodami badania i oceny fizykochemicznej trwałości/ stałości wyrobów pirotechnicznych są następujące:

- ogrzewanie wyrobu pirotechnicznego w temperaturze 75 °C przez 48 godzin (dotyczy wyrobów pirotechniki widowiskowej i lontów prochowych) [19,21,26];
- przyspieszone starzenie dowolnego wyrobu pirotechnicznego podczas wielocyklicznego oziębiania w temperaturze -50 °C przez 6 godzin, sezonowania wyrobu w temperaturze pokojowej przez 18 godzin a następnie ogrzewania w temperaturze 50 °C przez 6 godzin (w ramach jednego cyklu starzenia) [10];
- termostatowanie wyrobu pirotechnicznego w temperaturze (45 ± 2) °C (dotyczy lontów prochowych, w tym specjalnych) [22];
- termostatowanie wyrobu pirotechnicznego w temperaturze (-30 ± 2) °C (dotyczy tylko lontów prochowych specjalnych) [22];

Z kolei zjawiska i parametry opisujące oraz mierzące trwałość/stałość fizykochemiczną wyrobów pirotechnicznych można pogrupować następująco:

- oznaki rozkładu wyrobu pirotechnicznego (lonty prochu, wyroby pirotechniki widowiskowej) w postaci zapalenia, palenia, wybuchu, efektów akustycznych i wizualnych towarzyszących tym zjawiskom, takich jak: trzask, huk, iskrzenie, płomień, dymienie, wydzielanie się (głównie gazowych) produktów rozkładu w wyniku przyspieszonego starzenia w temperaturze 75 °C do 48 godzin [19,21,26,];
- oznaki mechanicznego uszkodzenia powłoki, obudowy, korpusu, opakowania wyrobu (np. w postaci pęknięć, rozerwania powłoki lontów, opakowań, wysypywania się mieszaniny pirotechnicznej z wyrobu) w wyniku starzenia w warunkach stałej temperatury albo w ramach cykli zmiennotemperaturowych [10];
- określenie zmian (najlepiej ilościowo) parametrów opisujących własności fizykochemiczne badanego wyrobu (przyjętych w sensie badawczym i normalizacyjnym jako parametry jego stałości/trwałości fizykochemicznej) przed i po przyspieszonym starzeniu w warunkach cykli zmiennotemperaturowych [10];
- wodoodporność/ wodoszczelność wyrobu pirotechnicznego [17,20,22];
- hermetyczność (szczelność) opakowań zawierających wyroby i materiały pirotechniczne (zwłaszcza w odniesieniu do oddziaływania wilgoci/wody) [18,24,25].

Z powyższych zakresów dotyczących warunków przyspieszonego starzenia a także zjawisk i parametrów opisujących fizykochemiczną stałość wyrobów pirotechnicznych wynika, iż obejmują one różne podzbiory tych wyrobów oraz obejmują w różnym zakresie badania ich stałości, tworząc dosyć złożony obraz wzajemnych relacji.

Poniższa analiza dokumentacji standaryzacyjnej pod kątem warunków starzenia, mierzonej i/lub określanej własności, zjawiska a także zakresu badanych obiektów umożliwi dobór metod badania stałości i/lub badanych własności reprezentujących fizykochemiczną trwałość/stałość dla określonej grupy wyrobów pirotechnicznych. Trwałość/stałość tę można określić zasadniczo na podstawie wpływu dwóch podstawowych bodźców środowiskowych (otoczenia) - temperatury (zazwyczaj podwyższonej) oraz oddziaływań wody (wilgoci).

Spośród wyrobów pirotechnicznych badaniu na stałość termiczną poprzez termostatowanie w temperaturze 75 °C przez 48 godzin podlegają lonty prochu [19,21] oraz wyroby pirotechniki widowiskowej [26].

W odróżnieniu do mieszanin pirotechnicznych, zakres parametrów/własności określających trwałość/stałość wyrobów pirotechnicznych jest wyraźnie mniejszy, ponieważ o jej stwierdzeniu albo braku decyduje odpowiednio niewystępowanie albo występowanie widocznych oznak fizykochemicznego rozkładu wyrobu.

Na przykład, w wyniku termostatowania w powyższych warunkach, wyroby pirotechniki widowiskowej nie powinny wykazywać oznak rozkładu w postaci zapłonu, wybuchu, zaś obudowy/korpusy tych wyrobów nie powinny ulec rozerwaniu. W przypadku nie spełnienia któregokolwiek z ww. wymagań, stwierdza się wadę wyrobu z grupy wad „C”, która dyskwalifikuje wyrób w sensie użytkowym.

W przypadku lontów prochowych poddanych termicznemu starzeniu w 75 °C przez 48 godzin, uważa się, iż są one stabilne termicznie, gdy podczas starzenia nie zachodzą widoczne ww. oznaki rozkładu.

Dla lontów prochowych stosowane są również inne badania - na tzw. „odporność na niskie i podwyższone temperatury”, polegające na ich termostatowaniu w temperaturze (45 ± 2) °C oraz w przypadku lontów prochowych specjalnych – dodatkowo w temperaturze (-30 ± 2) °C. W wyniku przetrzymywania lontów w podwyższonej temperaturze zwoje krążka lontu nie powinny się zlepić, rozwijanie krążka lontu powinno odbywać się bez jego uszkodzenia, zaś w wyniku oziębiania krążka lontu specjalnego, jego powłoka nie powinna pękać.

Badania stałości fizykochemicznej za pomocą wyżej opisanych cykli zmiennotemperaturowych [10] kolejno w temperaturze -50 °C, 20 °C i 50 °C są bardzo uniwersalne, gdyż obejmują swym zakresem dowolny wyrób pirotechniczny, podobnie jak w przypadku mieszanin pirotechnicznych.

Badanie stałości fizykochemicznej wyrobów pirotechnicznych w zakresie oddziaływań na niego wody/wilgoci sprawdza się do określania ich wodoodporności oraz wodoszczelności a także hermetyczności opakowań zawierających te wyroby [17, 18, 20, 22, 24, 25].

Według polskiej normy PN-V-04002-3 [17] odnoszącej się do dowolnych wyrobów pirotechnicznych, badanie wodoodporności tych wyrobów polega na oznaczeniu wody w materiale pirotechnicznym wyrobu przed jego zanurzeniem w wodzie, przetrzymaniu wyrobu pod wodą, na określonej głębokości, przy określonej temperaturze i w określonym czasie, a następnie oznaczeniu zawartości wody w mieszaninie pirotechnicznej, którą zawiera wyrób. Wyroby pirotechniczne powinny być zanurzone w wodzie o temperaturze (20 ± 2) °C, na głębokości wynoszącej (25 ± 2) cm licząc od górnej powierzchni wyrobu przez 24 godziny. Dopuszczalne są inne warunki przetrzymywania wyrobu pod wodą, o ile są zgodne z wymaganiami odpowiednich norm i/lub warunkami dokumentacji technicznej danego wyrobu.

Wyrób pirotechniczny jest wodoodporny, gdy zawartość wody w mieszaninie pirotechnicznej w nim zawartej, po przetrzymywaniu pod wodą jest nie większa niż przed zanurzeniem wyrobu w wodzie. Ponadto, po przetrzymywaniu pod wodą, wyrób pirotechniczny sprawdzany jest na niezawodność działania. Na przykład badanie wodoodporności lontu prochowego według normy polskiej PN-EN 13630-8 [20] polega na przetrzymywaniu przez 24 godziny odcinka lontu o długości nieco ponad 1 m w zbiorniku napełnionym wodą, przy czym środkowa część zanurzonego odcinka lontu powinna znajdować się na głębokości 50 cm. Lont uważany jest za wodoodporny, gdy jego prędkość palenia oznaczona za pomocą metody opisanej w normie polskiej PN-EN 13630-12 [23] różni się nie więcej niż 10 % od prędkości palenia lontu, zadeklarowanej przez producenta [21].

Natomiast sprawdzanie wodoszczelności lontu prochowego według polskiej normy PN-C-86068 [22] polega na przetrzymywaniu 30 jego krążków pod wodą, przez 4 godziny na głębokości około 25 cm. Lont jest wodoszczelny/wodoodporny, gdy po przetrzymywaniu pod wodą spełni szereg następujących wymagań eksploatacyjnych: zachowa wymiary, zachowa masę prochu w przeliczeniu na 1 m lontu, utrzyma czas palenia na wolnym powietrzu oraz pod przybitką glinianą a także zachowa zdolność pobudzania spłonki ZnT, zachowa zdolność zapalenia pirotechnicznego prochu czarnego i drugiego odcinka tego samego lontu. Ponadto lont po przetrzymaniu pod wodą powinien palić się bez iskrzenia na zewnątrz oraz nie powinien gasnąć ani wybuchać.

Badanie hermetyczności opakowań wyrobów pirotechnicznych według polskiej normy PN-V-04002-4 [18] polega na wytworzeniu wewnątrz opakowania zawierającego wyroby pirotechniczne, uprzednio zanurzonego pod wodą, ciśnienia do 0,05 MPa oraz utrzymywaniu go przez 30 s. Podczas badania należy obserwować wskazania manometru mierzącego ciśnienie wewnątrz opakowania oraz stan powierzchni wody nad i wokół opakowania. Opakowanie jest hermetyczne, gdy podczas badania nie zachodzi w objętości nim objętej spadek ciśnienia oraz nie pojawiają się na powierzchni wody pęcherzyki powietrza.

Na przykład norma obronna NO-13-A213 [24] dotycząca badań i wymagań na smugacze artyleryjskie i granatnikowe podaje, że hermetyczność opakowań (pudełek) zawierających te wyroby powinna być badana według normy polskiej PN-V-04002-4 [18], czyli zgodnie z jej warunkami badań na hermetyczność, traktowaną jako parametr określający fizykochemiczną stałość, natomiast norma obronna NO-10-A204 [25] na ogólne wymagania na środki dymotwórcze, takie jak świece i granaty dymne, podaje, iż korpusy niniejszych wyrobów powinny być hermetyczne i zabezpieczone przed możliwością wydostawania się mieszaniny dymotwórczej, przy czym metalowe elementy konstrukcyjne tego rodzaju wyrobów należy zabezpieczyć przed korozją (a więc przede wszystkim przed wilgocią).

4. Wnioski

Na podstawie dokonanego przeglądu i analizy polskich norm (o tradycjach rodzimych jak i europejskich) a także dokumentacji normalizacyjnej NATO stwierdza się, że badaniami stałości fizykochemicznej obejmującymi najszerzy asortyment badanych obiektów tj. mieszaniny i wyroby pirotechniczne, są badania na trwałość/stałość termiczną przeprowadzane w ramach cykli zmiennotemperaturowych (-50 °C, 20 °C, 50 °C) oraz w warunkach izotermicznych w temperaturze 75 °C do 48 godzin.

Najczęściej powoływanymi w dokumentacji normalizacyjnej warunkami przyspieszonego starzenia, na podstawie których określana jest trwałość/stałość termiczna, są warunki termostatowania mieszanin i wyrobów pirotechnicznych w 75 °C do 48 godzin. Jednocześnie warto zauważyć, że badania te nie obejmują materiałów i wyrobów pirotechnicznych przeznaczonych do zastosowań wojskowych w szerokim rozumieniu eksploatacji, w ramach której transport stanowi tylko jeden z jej wielu istotnych, lecz względnie krótkotrwałych elementów.

W związku z powyższym, należy jak najszybciej opracować normę dotyczącą badania trwałości/stałości mieszanin i wyrobów pirotechnicznych przeznaczonych do zastosowań wojskowych na podstawie przyspieszonego starzenia w podwyższonej temperaturze wynoszącej 75 °C do 48 godzin, a następnie opracować kryteria prognozowania tej trwałości/stałości.

Wspólnymi parametrami określającymi trwałość/stałość fizykochemiczną mieszanin i wyrobów pirotechnicznych na podstawie termostatowania w 75 °C do 48 godzin jest występowanie albo brak oznak rozkładu termicznego badanej próbki w postaci zapłonu, wybuchu, wydzielania gazowych produktów rozkładu oraz innych zauważalnych zjawisk akustycznych i wizualnych towarzyszących temu rozkładowi.

Charakterystycznymi parametrami/własnościami mieszanin pirotechnicznych w aspekcie badania ich fizykochemicznej trwałości/stałości, wynikającymi m.in. z postaci, budowy, składu chemicznego i własności fizykochemicznych samego badanego materiału jest higroskopijność, zawartość metalu aktywnego, ubytek masy badanego materiału, objętość/ciśnienie gazowych produktów rozkładu, zmiany wskaźnika pH badanego materiału pirotechnicznego oraz przebieg termogramów DTA, TGA i DSC.

Wydaje się, iż jednym z najbardziej istotnych parametrów tego typu termogramów powinna być temperatura rozkładu termicznego, tak jak to ma miejsce podczas badania kompatybilności (zgodności) materiałowej substancji wysokoenergetycznych za pomocą technik analizy termicznej [27,28].

Charakterystycznymi parametrami/własnościami wyrobów pirotechnicznych w aspekcie badania fizykochemicznej trwałości/stałości, wynikającymi z natury samej badanej próbki posiadającej zazwyczaj trwałą postać, czyli znajdującej się w określonej obudowie, opakowaniu, jest hermetyczność i odporność na oddziaływanie środowiska, zwłaszcza wody (wilgoci), która oprócz temperatury jest jednym z najbardziej destrukcyjnie działających bodźców na materiały i wyroby pirotechniczne.

W tym miejscu warto zastanowić się nad nadaniem, w sensie normalizacyjnym, parametrom/własnościom określającym odporność wyrobów pirotechnicznych na bodźce mechaniczne rangi parametrów/własności odpowiadających za ich fizykochemiczną stałość/trwałość.

Jako podzbiory materiałowe, najlepiej prezentowane w zakresie badania i oceny stałości fizykochemicznej w dokumentacji normalizacyjnej są wśród mieszanin pirotechnicznych prochy czarne oraz stałe heterogeniczne paliwa raketowe, zaś w zakresie wyrobów pirotechnicznych – lonty prochowe oraz wyroby pirotechniki widowiskowej.

Literatura

- [1] Polska Norma PN-EN 268: 1993; *Materiały wybuchowe miotające do amunicji handlowej. Wymagania i metody badań.*
- [2] Polska Norma PN-EN 13631-2: 2003; *Materiały wybuchowe do zastosowań cywilnych. Materiały wybuchowe kruszące. Część 2: Oznaczanie stabilności termicznej materiałów wybuchowych.*
- [3] Polska Norma PN-C-86203:1997; *Prochy czarne.*
- [4] Polska Norma PN-EN 13938-7:2005; *Materiały wybuchowe do użytku cywilnego. Materiały miotające*

- i paliwa raketowe. Część 7: Oznaczanie właściwości prochu czarnego.*
- [5] Polska Norma PN-EN 13938-1:2005; *Materiały wybuchowe do użytku cywilnego. Materiały miotające i paliwa raketowe. Część 1: Wymagania.*
- [6] Polska Norma PN-C-86002; *Prochy czarne. Oznaczanie wilgotności, higroskopijności i składu chemicznego.*
- [7] NATO Standardisation Agreement 4556 (STANAG 4556):1998; *Explosives: Vacuum Stability Test.*
- [8] NATO Standardisation Agreement 4515 (STANAG 4515) (Edition 1); *Explosives: Thermal Characterisation by Differential Thermal Analysis, Differential Scanning Calorimetry and Thermogravimetric Analysis.*
- [9] NATO Allied Ordnance Publication 7 (AOP-7):2001 (Edition 2); *Manual of Data Requirements and Tests for Qualification of Explosive Materials for Military Use.*
- [10] Polska Norma PN-V-04002-8:1996; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Badania odporności na długoletnie składowanie za pomocą zmiennych cykli temperaturowych.*
- [11] Polska Norma PN-V- 04002-2:1996; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Oznaczanie higroskopijności.*
- [12] Polska Norma PN-V-04002-5:1997; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Oznaczanie aktywności glinu.*
- [13] Polska Norma PN-V-04002-6:1997; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Oznaczanie aktywności magnezu.*
- [14] Polska Norma PN-V-04002-7:1997; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Oznaczanie aktywności stopów glinu i magnezu.*
- [15] *Recommendations on Transport of Dangerous Goods. Manual of Tests and Criteria.* Edition 3, New York, 1999.
- [16] Polska Norma PN-V-04002-1:1996; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Postanowienia ogólne.*
- [17] Polska Norma PN-V-04002-3:1996; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Badanie wodoodporności wyrobów pirotechnicznych.*
- [18] Polska Norma PN-V-04002-4:1996; *Mieszaniny pirotechniczne i wyroby pirotechniczne. Trwałość fizyczna i chemiczna. Badanie szczelności hermetycznych opakowań zawierających wyroby pirotechniczne.*
- [19] Polska Norma PN-EN 13630-2: 2003; *Materiały wybuchowe do zastosowań cywilnych. Lonty detonujące i lonty prochowe. Część 2: Oznaczanie stabilności termicznej lontów detonujących i lontów prochowych.*
- [20] Polska Norma PN-EN 13630-8: 2004; *Materiały wybuchowe do zastosowań cywilnych. Lonty detonujące i lonty prochowe. Część 8: Oznaczanie odporności na wodę lontów detonujących i lontów prochowych.*
- [21] Polska Norma PN-EN 13630-1: 2004; *Materiały wybuchowe do zastosowań cywilnych. Lonty detonujące i lonty prochowe. Część 1: Wymagania.*
- [22] Polska Norma PN-C-86068:1997; *Środki zapalające. Lonty prochowe.*
- [23] Polska Norma PN-EN 13630-12: 2004; *Materiały wybuchowe do zastosowań cywilnych. Lonty detonujące i lonty prochowe. Część 12: Oznaczanie czasu spalania lontów prochowych.*
- [24] Norma Obronna NO-13-A213; *Amunicja i jej części składowe. Smugacze artyleryjskie i granatnikowe. Wymagania i badania.*
- [25] Norma Obronna NO-13-A204; *Środki dymne. Świece i granaty dymne. Wymagania ogólne.*
- [26] Polska Norma PN-C-86061; *Wyroby pirotechniczne widowiskowe. Klasyfikacja, wymagania dotyczące bezpieczeństwa i metody badań.*
- [27] NATO Standardization Agreement 4147 (STANAG 4147) (Edition 2); *Chemical compatibility of ammunition components with explosives; (Non-nuclear application).*
- [28] Polska Norma PN-V-04011-22: 1999; *Kruszące materiały wybuchowe o przeznaczeniu wojskowym. Metody badań. Oznaczanie reaktywności (zgodności kontaktowej).*