

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И
МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ИНФОРМАЦИИ ПО
СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ”
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Рег. № 8529

**Метод определения свойств резины — Удельное объёмное
сопротивление электропроводных и антистатических
изделий¹**

*Standard Test Method for Rubber Property—Volume Resistivity Of Electrically Conductive and
Antistatic Products¹*

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии**

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **8529/ASTM D**

Дата регистрации: **31.03.2016**

Обозначение стандарта **ASTM D 991-14 на русском языке**

Организация: ПК №6 ТК 160

Переводчик: Человечкова Т.Г.

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Редактор: ПК №6 ТК 160

Кол-во стр перевода: 8

Дата сдачи перевода: 15.03.2016

**Москва
2016 г.**



Метод определения свойств резины – Удельное объёмное сопротивление электропроводных и антистатических изделий¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D991; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы "эпсилон" (ϵ) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

Настоящий стандарт утверждён для использования учреждениями Министерства обороны США.

1 Область применения

1.1 Данный метод испытания распространяется на определение удельного объёмного сопротивления резин, используемых в производстве электропроводных и антистатических изделий.

1.2 В данном методе испытания принято допущение, что удельная поверхностная проводимость незначительна по сравнению с удельной объёмной проводимостью образца материала.

1.3 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах Международной системы единиц (SI). Значения в скобках приведены только для сведения.

1.4 *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры по обеспечению безопасности и охране труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM:²

- D3182 Стандартная методика для резины - Материалы, оборудование и процедуры для приготовления стандартных резиновых смесей и стандартных вулканизированных листов
- D4483 Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода

3 Терминология

3.1 Определения терминов, специфических для настоящего стандарта

3.1.1 *Резиновое изделие, антистатическое* - Резиновое изделие, обладающее проводимостью, достаточной для предотвращения накопления электрического заряда на поверхности, и изоляционной способностью, достаточной для предотвращения опасности электрического поражения.

3.1.1.1 *Комментарий* - Обычно считается, что антистатические резиновые изделия имеют сопротивление от 10^4 Ом до 10^8 Ом.

¹ Данный метод испытания находится в ведении Комитета D11 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D11.10 по физическому испытанию.

Настоящее издание утверждено 1 ноября 2014 года. Опубликовано в декабре 2014. Первоначально стандарт был издан в 1948 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2010 году под номером D991 – 89 (2010). Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D0991 - 89R14.

² Стандарты ASTM, на которые дана ссылка, можно запросить на Web-сайте ASTM (www.astm.org) или через службу оказания услуг потребителям (service@astm.org). Информация о номерах томов Ежегодника стандартов ASTM представлена на странице сводных данных по стандартам на Web-сайте ASTM.



D991 – 89 (Reapproved 2014)

3.1.2 *Резиновое изделие, электропроводное* - Резиновое изделие, обладающее удельной электропроводностью, достаточной для создания опасности электрического или термического поражения.

3.1.2.1 *Комментарий* - Обычно считается, что электропроводные резиновые изделия имеют сопротивление менее 10^4 Ом при 120 В.

3.1.3 *Удельное объёмное сопротивление* - Отношение градиента электрического потенциала к плотности тока, когда градиент параллелен току в материале.

4 Назначение и применение

4.1 Электрические свойства резиновых изделий, используемых в конкретных областях применения, важны по ряду причин, включающих такие, как безопасность, статические изменения, передачу тока и т.п. Данный метод испытания применим для прогнозирования электрических свойств таких резиновых изделий.

5 Аппаратура

5.1 *Электродное устройство* - Электродное устройство (Рисунок 1) должно включать жёсткое основание, изготовленное из электроизоляционного материала с сопротивлением более 10 ТОм·м (например, из жёсткого каучука, полиэтилена, полистирола и т.п.), к которому крепится пара токовых электродов и пара потенциальных электродов таким образом, чтобы четыре электрода были параллельны друг другу, а их верхние части находились в одной горизонтальной плоскости. Ещё одна пара токовых электродов, идентичная первой паре, должна крепиться ко второму блоку изоляционного материала так, чтобы их можно было наложить на образец непосредственно над первой парой. Токовые электроды должны быть длиной не менее чем на 10 мм (0,4 дюйма) больше ширины образца, шириной от 5 до 8 мм (от 0,2 до 0,3 дюйма) и равномерной высотой от 10 до 15 мм (от 0,4 до 0,6 дюйма) с отклонением в пределах 0,05 мм (0,002 дюйма). Потенциальные электроды, длина и высота которых равна длине и высоте токовых электродов, должны сужаться в верхней части в виде конуса радиусом не более 0,5 мм (0,02 дюйма). Расстояние между потенциальными электродами, составляющее не менее 10 мм (0,4 дюйма) и не более 66 мм (2,6 дюйма), должно быть известно с точностью до ± 2 %. Токовые электроды должны находиться на одинаковом расстоянии от потенциальных электродов, составляющем не менее 20 мм (0,8 дюйма). Электроды должны быть изготовлены из коррозионностойкого металла типа латуни, никеля, нержавеющей стали и т.п. Сопротивление изоляции между электродами должно быть более 1 ТОм.

5.2 *Устройство для измерения сопротивления* - Сопротивление можно определять с помощью электрической схемы, позволяющей измерять ток, проходящий через токовые электроды, и потенциал на потенциальных электродах с точностью до 2 %. Ток можно определять (1) с помощью прецизионного миллиамперметра или (2) путём измерения потенциала на эталонном резисторе (с сопротивлением, известным с точностью до 2 %), подключенном последовательно с токовыми электродами. Для измерения потенциала применимы такие устройства, как (1) гальванометр с чувствительностью 1 мкА или меньше на деление шкалы в цепи нулевого напряжения; (2) электростатический вольтметр с сопротивлением по постоянному току более 19 ТОм; (3) электрометр типа многопредельного вольтметра с входным полным сопротивлением по постоянному току более 0,1 ТОм (ПРИМЕЧАНИЕ 1). В любом случае ток на потенциальных электродах во время проведения измерения должен составлять менее 1% от тока на токовых электродах. Следует предусмотреть стабилизированный источник напряжения постоянного тока, который можно регулировать для ограничения мощности, рассеиваемой в образце между потенциальными электродами, около 0,1 Вт. В связи с широким диапазоном сопротивлений, характерным для электропроводных и антистатических резин, рекомендуется обеспечить отдельное устройство для измерения сопротивления выше и ниже около 50000 Ом.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 - Принципиальные схемы применимых типовых устройств показаны на Рисунках X1.1 и X1.2.

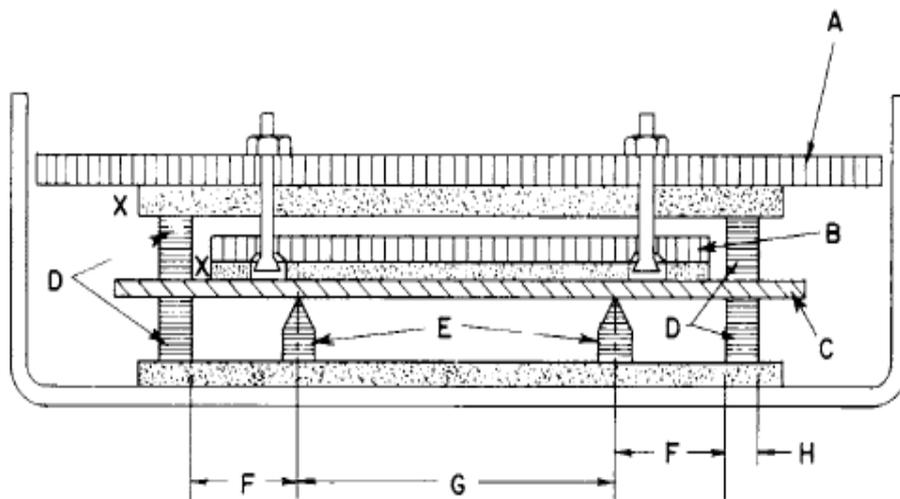


Рисунок 1 – Электродное устройство

A - масса для обеспечения контакта между токовыми электродами и образцом (300 Н/м x ширина образца в метрах) под действием давления (ПРИМЕЧАНИЕ 1).

B - масса для обеспечения контакта между потенциальными электродами и образцом (60 Н/м x ширина образца в метрах) под действием давления (ПРИМЕЧАНИЕ 2).

C - образец.

D - токовые электроды.

E - потенциальные электроды.

F - расстояние между токовыми и потенциальными электродами (не менее 20 мм).

G - расстояние между потенциальными электродами (см. ПРИМЕЧАНИЕ 2 в Разделе 9), зависящее от размера образца.

H - ширина токовых электродов, от 5 до 8 мм (от 0,2 до 0,3 дюйма).

X - изоляция.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 - Для образцов шириной 150 мм (6 дюймов) масса, обеспечивающая контакт давлением, составляет около 4,5 кг (10 фунтов).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 - Для образцов шириной 150 мм (6 дюймов) масса, обеспечивающая контакт давлением, составляет около 0,9 кг (2 фунта).

5.3 *Контакты с электродами* - Необходимо предусмотреть массы в целях достижения однородной силы давления по ширине образца, составляющей около 300 Н/м (4,5 кг (10 фунтов)) на стандартный лист шириной 150 мм (6 дюймов) при контакте с токовыми электродами и около 60 Н/м (0,9 кг (2 фунта)) на стандартный лист шириной 150 мм (6 дюймов) при контакте с потенциальными электродами.

6 Образцы

6.1 *Размер* - Ширина образца должна быть в пределах от 10 до 150 мм (от 0,4 до 6 дюймов), а длина должна быть в пределах от 70 до 150 мм (от 2,8 до 6 дюймов). Ширина должна быть однородной с отклонением в пределах $\pm 1\%$. Толщина вырезанных образцов указана в 6.3. Формованные образцы готовят так, как это описано в 6.2. Толщина таких образцов составляет $(2,0 \pm 0,2)$ мм $(0,08 \pm 0,008)$ дюйма).

6.2 *Формованный образец* - Можно использовать стандартные листы, приготовленные согласно методике стандарта D3182, при условии, что поверхность невулканизированного каучука не загрязнена мыльным камнем и другими веществами, а поверхность вулканизированного листа не загрязнена смазкой для формы. Во избежание загрязнения поверхности и для минимизации деформации образца до испытания листы можно формовать между листами влагочувствительного целлофана, который легко удаляется после кратковременного погружения в теплую воду. Удалив целлофан, поверхность сушат промоканием, соблюдая осторожность, чтобы не согнуть и не деформировать лист.

6.3 *Вырезанный образец* - Образец должен быть вырезан из изделия, не подвергавшегося полированию или шлифованию. В случае необходимости, поверхности образца могут быть очищены натиранием отбеливающей глиной и водой, промыванием дистиллированной водой с последующей



D991 – 89 (Reapproved 2014)

сушкой на воздухе. Образец должен быть равномерным по толщине с отклонением в пределах $\pm 5\%$, которая должна быть не более 6,6 мм, (0,26 дюйма) и, по возможности, не менее 2 мм (0,08 дюйма). Следует соблюдать осторожность во избежание деформации образца во время его приготовления.

7 Кондиционирование

7.1 Промежуток времени между вулканизацией и испытанием должен составлять не менее 16 ч и не более 4 недели для формованных образцов. Изделия подлежат испытаниям в течение 2 мес. после получения потребителем.

7.2 Образцы, вырезанные из изделия и формованные образцы, непреднамеренно претерпевшие деформацию, должны подвергаться отжигу на воздухе в течение 3 ч при $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ для устранения растяжений и других последствий обращения с образцом.

7.3 Образцы должны подвергаться кондиционированию не менее 16 ч и испытаниям при температуре $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ и максимальной относительной влажности 65 %. Формованные образцы могут быть кондиционированы в эксикаторе. Образцы, подвергнутые отжигу при температуре окружающей среды, можно хранить в закрытом контейнере в течение периода кондиционирования.

8 Проведение испытания

8.1 После кондиционирования образец помещают в электродное устройство, соблюдая осторожность во избежание изгиба и деформации. Идентификационная часть стандартных листов должна быть перпендикулярна каландровому зерну и не должна контактировать с токовыми электродами или находиться между ними.

8.2 После подключения к источнику постоянного тока, проходящий через образец ток регулируют так, чтобы рассеяние мощности в образце между потенциальными электродами составляло около 0,1 Вт. Максимальный ток в образце не должен превышать нижеуказанные значения при различных потенциалах на потенциальных электродах:

Потенциал	Ток, мА
3	50
6	25
10	15
30	5
75	2
150	1
300	0,5

8.3 Как только произойдет стабилизация тока, не более чем через 5 с измеряют разность потенциалов на потенциальных электродах и ток, проходящий через электроды для подвода тока с точностью до 1 % соответствующих величин.

8.4 Измеряют толщину и ширину образца.

8.5 Выполняют измерения на трёх образцах.

9 Вычисление

9.1 Вычисляют удельное объемное сопротивление для каждого образца:

$$\rho = Vwdk/I1 \quad (1)$$

где:

ρ - удельное объемное сопротивление, Ом·м;

V - разность потенциалов на потенциальных электродах, В;

I - ток, проходящий через токовые электроды, А;

w - ширина образца;

d - толщина образца;



D991 – 89 (Reapproved 2014)

l - расстояние между потенциальными электродами;

k - коэффициент, зависящий от единиц, в которых измеряются w , d и l , т.е. $k = 0,001$, если w , d и l измеряются в миллиметрах; $k = 0,0254$, если w , d и l измеряются в дюймах.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 - Если l составляет 64,5 мм (2,54 дюйма), а значения w и d измеряются в дюймах, уравнение приобретает нижеуказанный вид:

$$\rho = 0,01 Vwd/l \quad (2)$$

9.2 Медианную величину, вычисленную по результатам, полученным для трёх образцов, указывают как объёмное удельное сопротивление.

10 Протокол испытания

10.1 В протокол вносят нижеуказанные данные.

10.1.1 Температуру, при которой проводят кондиционирование и испытание.

10.1.2 Относительную влажность при проведении кондиционирования и испытания.

10.1.3 Размер образца.

10.1.4 Ток, проходящий через образец, A .

10.1.5 Напряжение на потенциальных электродах.

10.1.6 Удельное объёмное сопротивление в омметрах, килоомметрах или мегаомметрах.

11 Прецизионность и отклонение³

11.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению подготовлен в соответствии с методикой стандарта D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

11.2 Из-за особой природы данного испытания и его недостаточно широкого применения в промышленности для оценки прецизионности проводили межлабораторную программу испытаний Типа 1 с ограниченным числом участников. Два материала (резиновые смеси) с разным удельным объёмным сопротивлением готовили в виде вулканизованных листов в одной лаборатории, а затем отправляли ещё одной лаборатории-участнице. Обе лаборатории имели опыт выполнения данного испытания.

11.3 В каждой лаборатории удельное объёмное сопротивление вулканизованных резиновых листов определяли в два разных дня, причём каждый день испытания проводили два разных оператора. Таким образом, внутрилабораторная вариация включает компоненты изменчивости, связанные с проведением испытаний разными операторами в разные дни.

11.4 Результат испытания представляет собой медианное значение по результатам трёх измерений удельного объёмного сопротивления.

11.4.1 Результаты по прецизионности представлены в Таблице 1. Вследствие широкого диапазона возможных значений удельного объёмного сопротивления (10-1000-кратная изменчивость) анализ проводили, используя логарифмы удельного объёмного сопротивления ρ (по результату испытания).

11.4.2 Довольно большая величина межлабораторной вариации свидетельствует о той трудности, с которой сталкиваются при выполнении данного измерения обладающие опытом лаборатории и операторы.

11.4.3 *Отклонение* - По терминологии методов испытаний отклонение есть разность между средним значением по результатам испытаний, и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Для настоящего метода испытания нет опорных значений, так как значение или уровень определяемого свойства оценивают исключительно данным методом испытания. В связи с этим отклонение не может быть определено.

³ Исходные данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены путём запроса научно-исследовательского отчёта RR:D11-1030.



D991 – 89 (Reapproved 2014)

Таблица 1 - Прецизионность Типа 1 для Log(ρ)

ПРИМЕЧАНИЕ 1 - Нижепредставленные результаты были получены при участии в программе только двух лабораторий.

Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная прецизионность ^A			Межлабораторная прецизионность ^A		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
1	3,392 ^B	0,065	0,184	5,4	0,329	0,931	27,4
2	4,855	0,132	0,374	7,7	0,577	1,63	33,6

^A S_r - внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение.

r - сходимость в единицах измерения.

(r) - сходимость в процентах.

S_R - межлабораторное среднеквадратическое отклонение.

R - воспроизводимость в единицах измерения.

(R) - воспроизводимость в процентах.

^B Табличные значения (используемые для анализов), $\log_{10}(\rho)$



D991 – 89 (Reapproved 2014)

Приложение

(информативное)

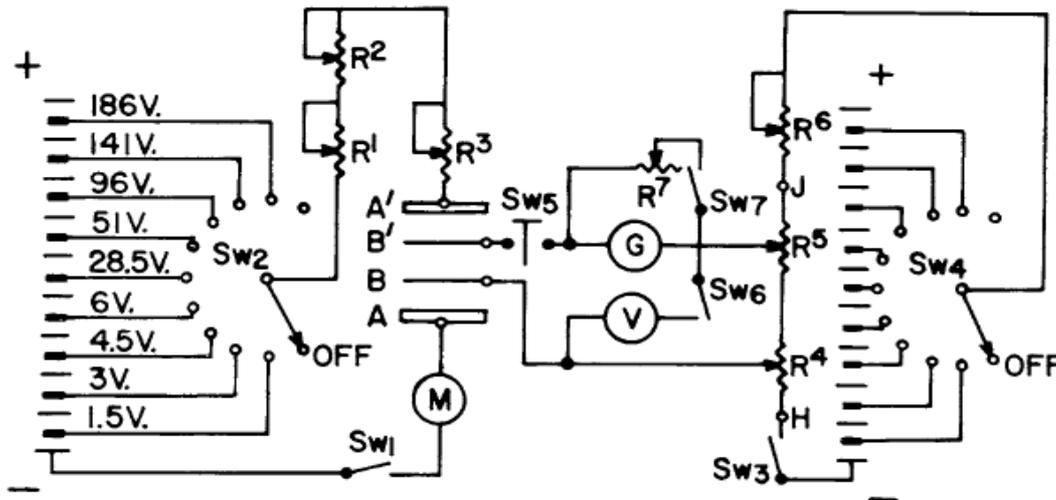
X1 Электрические схемы и пояснительный материал

X1.1 В условиях замкнутого выключателя S_{w1} и установки миллиамперметра на диапазон от 0 до 15 мА поворачивают поворотный переключатель S_{w2} для получения тока с нижеуказанными максимальными значениями.

Контакты переключателя	Максимальный ток, мА
1-4	15
5-6	3
7-9	1

Точная регулировка тока достигается с помощью сопротивлений R_1 , R_2 и R_3 .

X1.2 При замкнутом выключателе S_{w3} и поворотном выключателе S_{w4} , установленном приближённо в положение на один/два контакта меньше, чем выключатель S_{w2} , замыкают переключатель S_{w7} , устанавливают R_7 на минимальное сопротивление (положение наименьшей чувствительности для гальванометра), а затем замыкают выключатель S_{w5} . Для установки нуля (нулевое показание на гальванометре) регулируют R_4 , R_5 и R_6 и повышают чувствительность гальванометра, увеличивая R_7 , и в конце концов размыкая выключатель S_{w7} для полного отключения R_7 . Замыкают выключатель S_{w6} для считывания напряжения. Рекомендуется ограничить рассеяние мощности в образце до 0,1 Вт между электродами напряжения. Это условие выполняется, если произведение от умножения вольт на миллиамперы не превышает 100.



A и A' - токовые электроды;

B и B' - электроды напряжения;

S_{w1} , S_{w3} , S_{w6} и S_{w7} - двухпозиционные тумблеры;

S_{w2} и S_{w4} - однополюсные, 11-контактные поворотные селекторные переключатели типа переключателей, применяемых в радиотехнике;

S_{w5} - выключатель с замыкающим контактом мгновенного действия;

Источник напряжения - две батареи сухих элементов, каждая из которых состоит из четырёх элементов по 1,5 В и четыре батареи "В" по 45 В, одна из которых подключена на 22,5 В;

M - миллиамперметр Weston D-C; Модель 430, пределы измерений от 0 до 0,15 мА, от 0 до 1,5 мА, от 0 до 15 мА; 150 делений шкалы. Применим равноценный миллиамперметр.

G - гальванометр с чувствительностью 1 мкА на деление шкалы.

V - ламповый вольтметр Voltohmist, Electronic Designs Model 100 (Electronic Designs Inc., New York City) или ламповый/полупроводниковый вольтметр с эквивалентными эксплуатационными характеристиками. Допустимо применение многопредельного вольтметра постоянного тока с чувствительностью 1000 Ом/В или выше. Для защиты этого вольтметра рекомендуется заменить S_{w4} на двухкомплектный 11-контактный поворотный селекторный переключатель. При этом магазины добавочных сопротивлений к вольтметру следует присоединить к соответствующим точкам на второй группе коммутирующих контактов. В этом случае переключатель S_{w4} можно исключить.

R_1 , R_2 , R_4 и R_5 - потенциометры 2 Вт, от 0 до 10000 Ом, с обмоткой Мэллори, или равноценные потенциометры.

R_3 и R_6 - потенциометры 2 Вт, от 0 до 5000 Ом, с обмоткой Мэллори, или равноценные потенциометры.

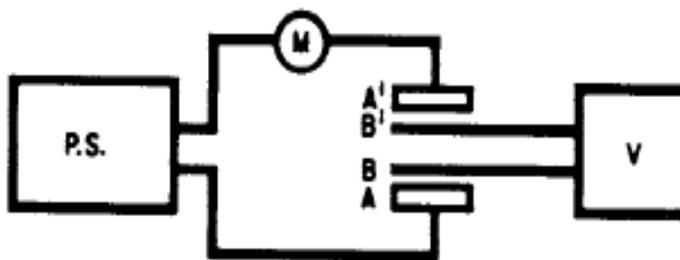
R_7 - потенциометр 2 Вт, от 0 до 3000 Ом, с обмоткой Мэллори, или равноценный потенциометр.

ПРИМЕЧАНИЕ - В случае необходимости расширения предела измерения данного устройства, можно увеличить число батарей. Следует соблюдать осторожность во избежание поражения электрическим током.

Рисунок X1.1— Устройство для измерения сопротивления –



D991 – 89 (Reapproved 2014)
Специальная схема с нулевым напряжением



А и А' - токовые электроды.

В и В' - электроды напряжения.

М - миллиамперметр Weston D-C. Модель 430, пределы измерений от 0 до 0,15 мА, от 0 до 1,5 мА, от 0 до 15 мА; 150 делений шкалы. Применим равноценный миллиамперметр.

V - многопредельный вольтметр с входным сопротивлением не менее 100 М или входным током менее 1. Применим, например, вольтметр Gould Alpha IV Digital Multimeter, Keithly 616 Digital Electrometer, Penril Corp. Data Tech. Model 30L или равноценный вольтметр.

P. S. – Стабилизированный источник постоянного тока с регулируемым напряжением, обеспечивающий напряжение до 200 В. Применим, например, EICO 1030, Hope Electronics PS-200-IEM, Kepco Inc. ABC 200M, Veepco Instruments Inc (Lambda) LP-415-FM, или эквивалентный источник постоянного тока. При испытании образцов, для которых требуется напряжение менее 30 В, можно использовать источник постоянного тока EICO 1032.

Рисунок X1.2—Альтернативная электрическая схема

Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности каких-либо патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности любых таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на тех, кто использует настоящий стандарт.

Данный стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время и пересматривается каждые пять лет; в противном случае, он утверждается заново или аннулируется. Любые комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе составления дополнительных стандартов. Направляйте Ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут тщательно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором Вы также можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не прошли объективного рассмотрения, Вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальную копию (в виде одной или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail (service@astm.org) или на Web-сайт ASTM (www.astm.org). Разрешение на фотокопирование стандарта может быть также предоставлено Центром по охране авторских прав (Copyright Clearance Center, 222, Rosewood Drive, Danvers, MA 01923; Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>).