

国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質  
NMIJ CRM 5804-b  
No. +++



熱拡散率測定用等方性黒鉛

Isotropic Graphite for Thermal Diffusivity Measurement

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメントシステムに基づき生産された熱拡散率測定用標準物質であり、フラッシュ法等の熱拡散率測定装置の校正及び妥当性評価に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の熱拡散率 $\alpha$ の認証値とその不確かさ $U$ を温度 $T$ の関数として下記の式に示す。認証値の不確かさ $U$ は、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された相対拡張不確かさであり、約95%の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を表す。

$$\alpha / (\text{m}^2 \text{s}^{-1}) = -2.991 \times 10^{-5} + 3.379 \times 10^{-5} \cdot \exp\left(\frac{4.076 \times 10^2}{T/\text{K}}\right) \quad (300 \text{ K} \leq T \leq 1500 \text{ K})$$

$$U / \% = 2 \sqrt{(8.39 - 3.01 \times 10^{-2}(T/\text{K}) + 4.71 \times 10^{-5}(T/\text{K})^2 - 2.98 \times 10^{-8}(T/\text{K})^3 + 7.05 \times 10^{-12}(T/\text{K})^4)^2 + 1.22^2} \quad (300 \text{ K} \leq T \leq 1500 \text{ K})$$

また、上記の式より代表温度 $T$ について $\alpha$ と $U$ を計算した例を下表に示す。

$T/\text{K}$	$\alpha / (\text{m}^2 \text{s}^{-1})$	$U / \%$
300	$1.02 \times 10^{-4}$	6.2
400	$6.37 \times 10^{-5}$	5.0
500	$4.64 \times 10^{-5}$	4.4
600	$3.67 \times 10^{-5}$	4.3
700	$3.06 \times 10^{-5}$	4.5
800	$2.63 \times 10^{-5}$	4.8
900	$2.32 \times 10^{-5}$	5.3
1000	$2.09 \times 10^{-5}$	5.8
1100	$1.90 \times 10^{-5}$	6.3
1200	$1.75 \times 10^{-5}$	6.9
1300	$1.63 \times 10^{-5}$	7.5
1400	$1.53 \times 10^{-5}$	8.1
1500	$1.44 \times 10^{-5}$	9.0

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値（熱拡散率）は、レーザフラッシュ法により決定したものである。サンプリングした16個の熱拡散率の測定結果に最小二乗法により関数を適合させて温度依存性の式を決定した。

熱拡散率測定に際して、各一定温度においてパルス加熱強度を変化させて測定した見かけの熱拡散率のパルス加熱強度依存性から、パルス加熱強度ゼロに外挿した値をその温度での熱拡散率として求めた。個々の見かけの熱拡散率は、観測された温度上昇曲線に熱損失効果を考慮した理論式を適用して算出した。熱拡散率の算出に用いた試験片厚さは、室温においてリニア・ゲージにより測定した値を用いた。

認証値の不確かさは、評価用試験片の熱拡散率測定の不確かさ、決定された熱拡散率の温度依存性の式の不確かさおよび不均質性に起因する不確かさから算出した。

#### 【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の熱拡散率の認証値 $\alpha$ の決定における試験片厚さ、計測する熱拡散時間、及び測定時の温度は、国際単位系 (SI) にトレーサブルな参照標準 (ブロックゲージ、JCSS校正されたファンクション・ジェネレータ、定点校正したR熱電対) により校正された熱拡散率測定システムを用いて決定されている。よって認証値はSIにトレーサブルである。

#### 【有効期間】

本標準物質が下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本認証書は出荷日から2026年3月31日まで有効である。

#### 【形状等】

本標準物質は、黒色の円板状試験片 4枚1組 (直径 10 mm、厚さ 1.4 mm, 2.0 mm, 2.8 mm, および 4.0 mm) で構成され、プラスチックケースに納められている。

#### 【均質性】

全試験片 240 個からサンプリングした 24 個の熱拡散率を 300 K 付近において測定し、その標準偏差を不均質性に起因する不確かさとした。評価した不均質性に起因する不確かさは、認証値の不確かさに反映させてあり、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質である。

#### 【保存に関する注意事項】

本標準物質は、 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度50%以下で保存すること。

#### 【使用に関する注意事項】

- ・本標準物質は、フラッシュ法における測定において黒化処理は不要である。測定前に試験片厚さを $1\text{ }\mu\text{m}$ の桁まで計測し、その値を熱拡散率の算出時に使用すること。電気炉等で加熱して使用する場合は、真空中もしくは、非酸化性雰囲気中 (例えば、Ar中) で使用すること。試験研究用以外には使用しないこと。
- ・外形加工 (切断・研磨等) 等によって割れや加工歪みが生じた場合は使用しないこと。
- ・外形加工 (切断・研磨等) 等による割れや加工歪みが無くても、付着物や吸着物がある場合も、熱拡散率の値が変化する可能性がある。

#### 【取り扱いにおける注意事項】

一般的な固体の黒鉛の取り扱いに準じる。安全データシート (SDS) を参考にして取り扱うこと。

#### 【製造等】

本標準物質は、市販の等方性黒鉛のブロック (1辺が約150 mmの立方体ブロック) を母材とした。当該ブロックから円板状に機械加工により作製したものである。

#### 【参考情報】

本標準物質は、300 Kから1500 Kへの昇温過程の実績回数5回までは、認証値が不確かさの範囲を超えて変化しないことを確認している。300 Kから1500 Kに至る温度範囲において、使用雰囲気下にある本標準物質と代表的耐熱材料であるアルミナや窒化ほう素との間に反応は認められなかった。また、1073 K以上において、試料保持位置付近に、昇華によると考えられる曇りや黒色粉がわずかに生じることがあった。

**【生産担当者】**

本標準物質の生産に関する技術管理者は山田修史、生産責任者は阿子島めぐみ、値付け担当者は阿子島めぐみである。

**【情報の入手】**

本標準物質に関して認証値の変更等、重要な改訂があった場合、下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行った購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記連絡先より入手できる。

**【認証書の複製について】**

本認証書を複製する場合は、複製であることが明瞭にわかるようにしなければならない。

2020年4月1日

国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
理事長 石村 和彦

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター  
計量標準普及センター 標準物質認証管理室  
〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1

電話：029-861-4059、ファックス：029-861-4009、ホームページ：<https://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/>

改訂履歴

2019.09.19 有効期間の期限を2021.03.31から2026.03.31に延長した。