固体熱物性標準整備の現状と開発計画
― 比熱容量 ―

（国研）産業技術総合研究所
物質計測標準研究部門　熱物性標準研究グループ
阿部陽香

比熱容量標準の整備状況－依頼試験－

	測定法	測定装置	相対拡張不確かさ（k ＝2）（%）
低温（50～350 K）	断熱法	パルスチューブ冷凍機式断熱型熱量計	0.6 ～ 8.2 %
中温（300～900 K）	示差走査熱量法	入力補償型示差走査熱量計	1.8 ～2.1 %
高温（900～1600 K）	示差走査熱量法	熱流束型示差走査熱量計	3.9 ～7.2%

比熱容量標準の整備状況－標準物質－

	標準物質	相対拡張不確かさ（k ＝2）（%）	有効期間
低温（50～350K）	比熱容量測定用単結晶シリコン NMIJ CRM 5806-a 形状：直径5 mm × 厚さ1.0 mm 	1.1 ～ 4.1 %	2021年3月31日
中温（300～900K）	熱伝導率標準物質　等方性黒鉛 NMIJ RM1401-a 形状：直径10 mm × 厚さ1.0, 2.0 mm (参考値として比熱容量値が付与されている) 	3.1 ～4.3 %	2020年3月31日

本日の報告

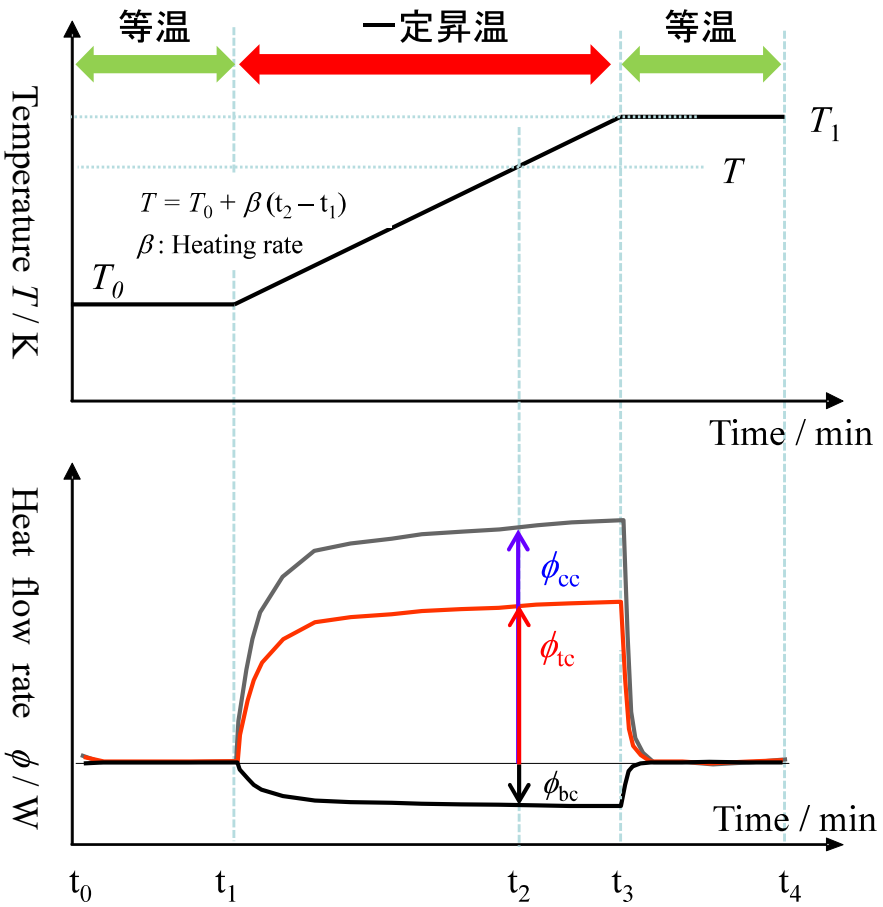
1. NMIJ RM1401-a の安定性評価

2. DSCによる各種材料の比熱容量測定

   - 断熱材の評価の検討
   - 比熱容量測定ラウンドロビンテストの紹介

3. 標準整備計画の進捗状況について

DSCによる比熱容量の算出（JIS R 1672）



$$c_t(T) = \frac{\phi_{tc} - \phi_{bc}}{\phi_{cc} - \phi_{bc}} \times \frac{m_c}{m_t} \times c_c(T)$$

$c_t(T)$: 温度 T での対象試料の比熱容量

$c_c(T)$: 温度 T での基準物質の比熱容量

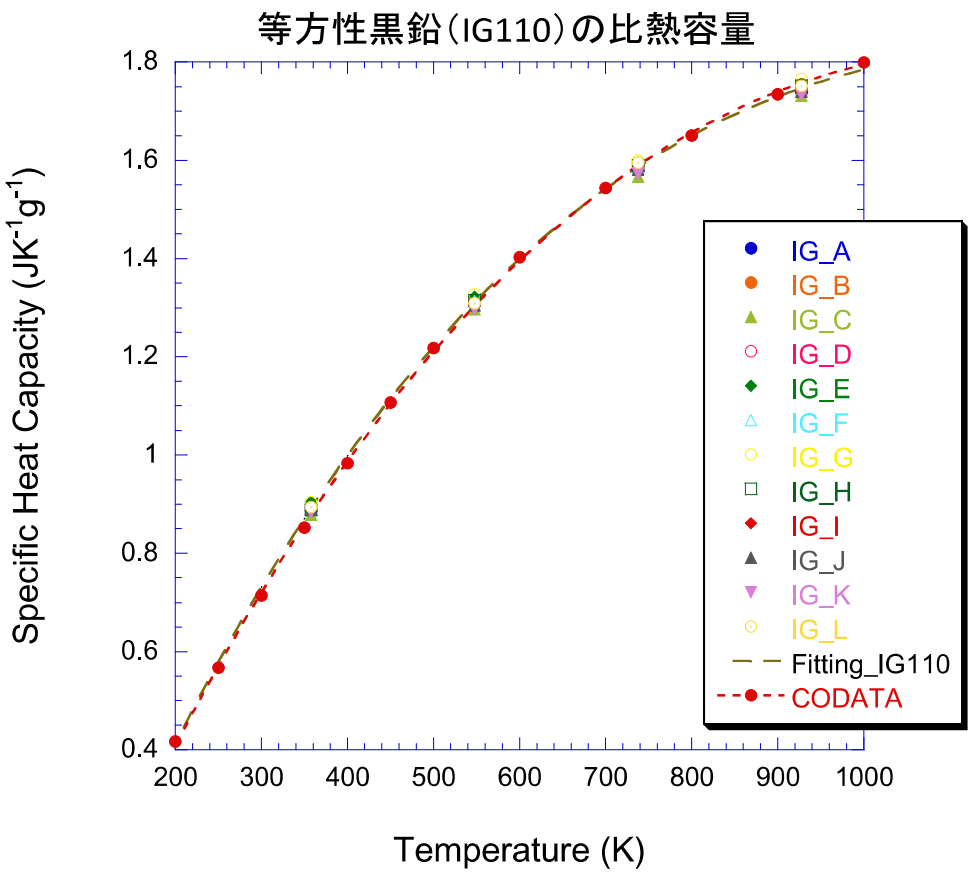
ϕ_{tc} - ϕ_{bc} : 空容器測定を基準とした対象試料測定の DSC曲線の信号変位

ϕ_{cc} - ϕ_{bc} : 空容器測定を基準とした基準物質測定の DSC曲線の信号変位

m_t : 対象試料の質量

m_c : 基準物質の質量

NMIJ RM1401-a の比熱容量の決定 （2010年度実施）



試料： 等方性黒鉛IG110
（IG_A－IG_L）
形状： ϕ5×0.8mm－1mm
質量： 28.8mg－36.9mg

Temperature / K	IG110 / J K^{-1} g^{-1}	CODATA / J K^{-1} g^{-1}	Residuals / %
357.88	0.891	0.874	1.95
547.88	1.310	1.312	-0.15
737.88	1.585	1.588	-0.19
927.88	1.746	1.754	-0.46

Reference:

・Kelly, “Physics of Graphite”, Applied Science Publishers (1981).
・J. D. Cox, D. D. Wagman, V. A. Medvedev, CODATA Key Values for Thermodynamics.

CODATA: $c_t = -0.36247 + 4.3776\times10^{-3}\,T - 2.7038\times10^{-6}\,T^2 + 4.8308\times10^{-10}\,T^3\ [\mathrm{JK^{-1}g^{-1}}]$

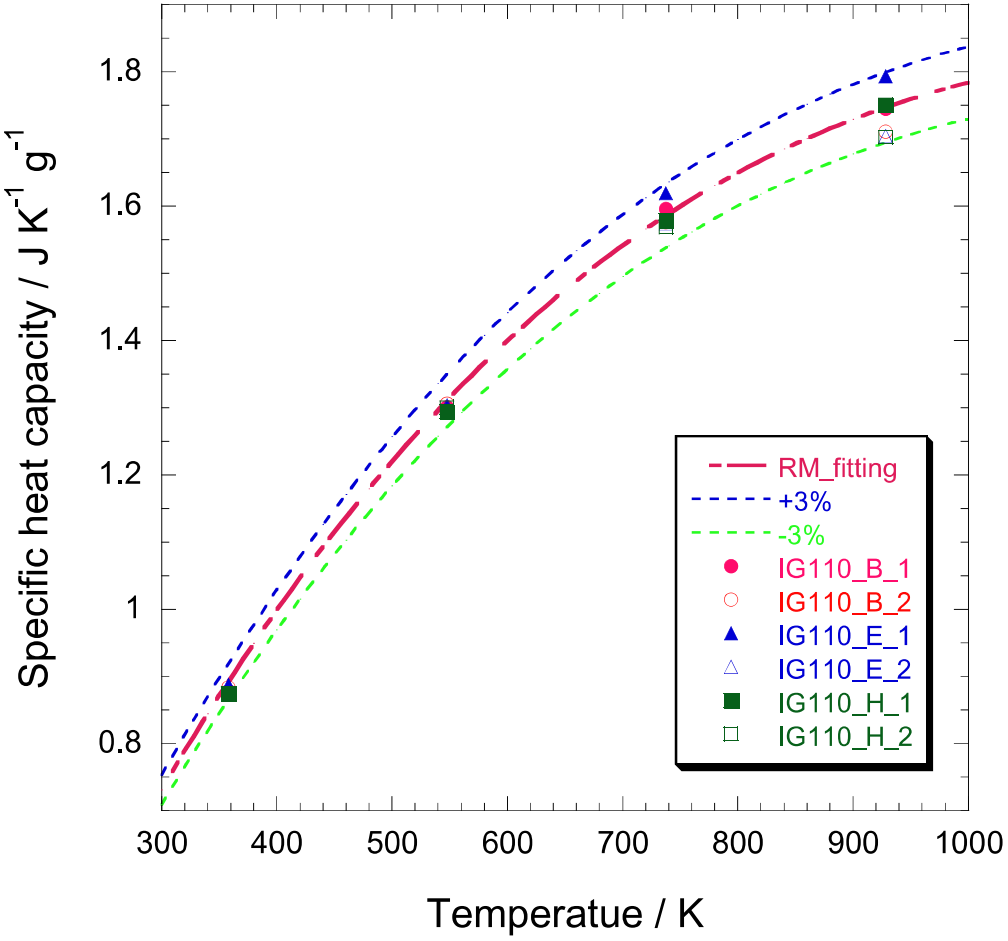
RM1401a: $c_t = -0.39119 + 4.6281\times10^{-3}\,T - 3.1676\times10^{-6}\,T^2 + 7.1481\times10^{-10}\,T^3\ [\mathrm{JK^{-1}g^{-1}}]$

NMIJ RM1401-a の安定性評価

■測定条件

昇温速度： 20 K/min
昇温幅 ：60 K
等温時間： 10 min
雰囲気： 窒素ガス 20 ml / min
測定温度範囲： 300 K～920 K
基準物質： サファイア
試料： 等方性黒鉛IG110
(IG_B, IG_E, IG_H)
試料容器： アルミナオープンパン

測定値は相対拡張不確かさの範囲内



比熱容量測定ラウンドロビンテストの紹介

■ 目的

・ 示差走査熱量法とレーザーフラッシュ法を用いた比熱容量評価についての情報交換と交流.

・ 測定値の信頼性確保のためのエビデンスの共有.

■ 企画・実施　産業技術連携推進会議　知的基盤部会　計測分科会「温度・熱研究会」

■ 測定方法

1）示差走査熱量法（DSC法）

2）レーザーフラッシュ法（LF法）

■ 測定試料

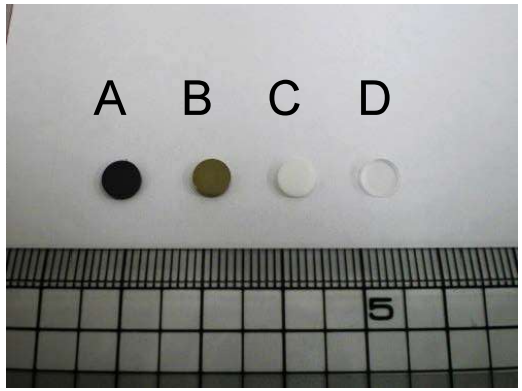
(A) 黒色セラミックス（Al_2O_3+TiC）

(B) ステンレス（SUS304）

(C) マシナブルセラミックス

（マコール, SiO_2 +MgO +Al_2O_3 +K_2O +F +B_2O_3）

(D) アクリル樹脂



■ 試料サイズ

・ DSC法　・・・・・直径3～5 mm , 厚さ0.3 mm, 1 mm

・ LF法　・・・・・直径5, 10 mmの円板又は10×10 mmの平板, 厚さ1 mm, 2 mmを推奨

標準整備計画の進行状況について

物理標準整備計画：「絶対測定法開発による高度化」

新しい装置開発の検討

1. 高温対応（室温～900 K, 最終的には1600Kまで） ⇒ DSCによる標準供給の見直し
2. 絶対測定を用いた測定（断熱法を拡張） ⇒ 不確かさの低減
3. 熱放射の影響（放射伝熱量）を評価 ⇒ 測定技術課題への取組み
4. DSC、LFの試料形状に対応可能 ⇒ 測定ニーズ対応
5. セルの変更により、液体、粒子、薄膜等の測定が可能 ⇒ 測定対象の拡大

球形構造の熱量計を提案

まとめ

1. NMIJ RM1401-a の安定性評価
   - 測定値は相対拡張不確かさの範囲内であることを確認
2. DSCによる各種材料の比熱容量測定
   - 断熱材の評価の検討
     - 個別の素材測定からの比熱容量の算出を検討
   - 比熱容量測定ラウンドロビンテストの紹介
     - 4 種類の試験片の測定と不確かさ評価を実施
     - 14 装置での測定値のばらつきは概ね±10%の範囲内
3. 標準整備計画の進捗状況について
   - 球形構造の熱量計の作製に着手