

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 標準物質分析成績書

標準物質

NMIJ RM 1401-a  
No. +++熱伝導率標準物質  
(等方性黒鉛)

## Thermal Conductivity Reference Material (Isotropic Graphite)

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伝導率測定用等方性黒鉛であり、熱伝導率測定装置の校正及び妥当性確認に用いることができる。

## 【参考値】

本標準物質の代表的温度における熱伝導率  $\lambda$  の参考値とその不確かさの値を下表に示す。参考値の不確かさ  $U_\lambda$  は、相対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示す。

温度 $T$ (K)	熱伝導率	
	$\lambda$ ( $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ )	$U_\lambda$ (%)
300	126	9.8
400	110	8.4
500	99.4	7.7
600	90.5	7.4
700	83.1	7.5
800	76.5	7.6
900	70.6	7.7

なお、表中の熱伝導率  $\lambda$  ( $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ ) は、次式により算出した。

$$\lambda(T) = \alpha(T) \times (c_p(T) \times 1000) \times \rho$$

ここで、上式右辺の熱拡散率  $\alpha$  ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ )、比熱容量  $c_p$  ( $\text{J K}^{-1} \text{g}^{-1}$ )、かさ密度  $\rho$  ( $\text{kg m}^{-3}$ ) については【参考情報】の項目に記載した。

## 【参考値及び参考情報の決定方法】

本標準物質の参考値は、熱拡散率  $\alpha$ 、比熱容量  $c_p$ 、かさ密度  $\rho$  の積として算出した。熱拡散率  $\alpha$ 、比熱容量  $c_p$ 、かさ密度  $\rho$  は、それぞれ下記の方法で求めた値を用いた。

熱拡散率  $\alpha$  は、NMIJ 依頼試験 (QMCTD) の手順に沿ってレーザフラッシュ法により決定した。候補標準物質素材の丸棒 (直径 10 mm × 長さ 100 mm) 10 本のそれぞれから、評価用試験片 (1 本当たり直径 10 mm × 厚さ 1.0 mm、1.4 mm、2.0 mm、2.8 mm 及び 4.0 mm 各 1 枚) を作製し熱拡散率を測定した。測定は厚さ 2.0 mm の試験片 10 個及び厚さが異なる一組を用いて、室温、約 500 K、700 K、900 K で行い、熱拡散率値は全ての測定値に対して最小二乗法をあてはめることにより温度の関数として決定した。

比熱容量  $c_p$  は、NMIJ 依頼試験 (QMCSH) の手順に沿って Differential Scanning Calorimetry (DSC) により決定した。候補標準物質素材の丸棒 10 本からそれぞれ評価用試験片 (直径 5 mm × 厚さ 1.0 mm) を作製し、約 360 K、550 K、740 K、930 K において、比熱容量を測定した。全ての測定値に対して最小二乗法をあてはめることにより、比熱容量を温度の関数として決定した。

かさ密度 $\rho$ は、室温において JISR 7222 の方法を用いて測定した。候補標準物質素材の丸棒 10 本からそれぞれかさ密度評価用試験片（直径 10 mm×厚さ 10 mm）を作製し、かさ密度の値を決定した。

値付けの試験実施条件は下記の通りである。

試験温度範囲： 300 K～900 K

試験雰囲気： 熱拡散率 空气中（室温）及び真空中（1.0 Pa 未満）（室温よりも高温）  
比熱容量 窒素中

#### 【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の参考情報に関して、熱拡散率測定は校正済みのファンクションジェネレータとデジタルマルチメータ及び熱電対を基準とするレーザフラッシュ法熱拡散率測定システム及び校正済みゲージブロックにより、比熱容量測定は校正済み電子天秤と各種認証標準物質を基準とした DSC により、かさ密度は校正済み電子天秤とブロックゲージにより、質量と寸法からの算出が実施され、それぞれ国際単位系 (SI) にトレーサブルに決定した。従って、本標準物質の参考値は SI にトレーサブルである。

#### 【有効期間】

本標準物質が未開封で下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本分析成績書は 2025 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 2 枚一組（直径 10 mm×厚さ 1.0 mm 及び 2.0 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】

均質性に起因する評価値のばらつきは、熱拡散率のばらつきにより評価した。候補標準物質丸棒 10 本のそれぞれから、熱拡散率評価用試験片（直径 10 mm×厚さ 1.0 mm、1.4 mm、2.0 mm、2.8 mm 及び 4.0 mm 各 1 枚）を作製し、評価用試験片全ての熱拡散率を室温で測定した結果から均質性を確認した。得られた測定値の標準偏差として得られた均質性に起因した不確かさは参考値の不確かさに含まれており、本標準物質は参考値の不確かさの範囲で均質である。

#### 【保存に関する注意事項】

本標準物質は、室温 23 °C±5 °C、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、試験研究用以外には使用しないこと。
- ・室温よりも高温で使用する場合は、真空もしくは非酸化性雰囲気中で使用すること。但し、800 °C以上では試験片近傍に標準物質の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ある。
- ・試験片について切断・研磨等の外形加工をしてもよい。但し、加工により割れや加工歪みが生じた場合には特性値は変化する。
- ・試験片表面にコンタミネーションが発生した場合、特性値が変化することがある。適切な洗浄・乾燥を行い、その後真空中または非酸化性ガスフロー中において 800 °C以上で 3 時間以上焼き鈍し処理を行うことで回復する場合がある。

#### 【取り扱いにおける注意事項】

一般的な固体の黒鉛の取扱に準じる。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（東洋炭素（株）製 IG-110）丸棒 10 本（1 本の形状は、直径 10 mm、長さ 100 mm）を母材とした。当該丸棒から機械加工により直径 10 mm×厚さ 1.0 mm 及び 2.0 mm の円板を作製し、Ar ガスフロー中において 800 °C以上で 3 時間以上アニール処理したものである。

## 【参考情報】

本標準物質の参考値の算出に用いられた熱拡散率 $\alpha$ ，比熱容量 $c_p$ の値とその不確かさの値を下表に示す。各値の不確かさ $U_\alpha$ 、 $U_{c_p}$ は、それぞれ相対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。

温度 $T$ (K)	熱拡散率		比熱容量	
	$\alpha$ ( $\text{m}^2\text{s}^{-1}$ )	$U_\alpha$ (%)	$c_p$ ( $\text{J K}^{-1} \text{g}^{-1}$ )	$U_{c_p}$ (%)
300	$9.68 \times 10^{-5}$	8.8	0.731	4.3
400	$6.21 \times 10^{-5}$	7.5	0.999	3.7
500	$4.57 \times 10^{-5}$	6.9	1.220	3.3
600	$3.63 \times 10^{-5}$	6.7	1.400	3.1
700	$3.02 \times 10^{-5}$	6.8	1.542	3.1
800	$2.60 \times 10^{-5}$	6.8	1.650	3.3
900	$2.29 \times 10^{-5}$	6.8	1.729	3.7

なお、表中の熱拡散率 $\alpha$ ，比熱容量 $c_p$ は、次式で算出した。

$$\alpha(T)/(\text{m}^2\text{s}^{-1}) = -3.795 \times 10^{-5} + 4.091 \times 10^{-5} \cdot \exp\left(\frac{3.576 \times 10^2}{T/\text{K}}\right)$$

$$c_p(T)/(\text{J K}^{-1} \text{g}^{-1}) = -0.39119 + 4.6281 \times 10^{-3} (T/\text{K}) - 3.1676 \times 10^{-6} (T/\text{K})^2 + 7.1481 \times 10^{-10} (T/\text{K})^3$$

ここで、 $T$ は温度、適用温度範囲は $300 \text{ K} \leq T \leq 900 \text{ K}$ である。また、室温におけるかさ密度 $\rho$ は $1782 \text{ kg m}^{-3}$ （不確かさ $13.2 \text{ kg m}^{-3}$  ( $k=2$ ))とした。

高温曝露に関する安定性として、室温から $800 \text{ }^\circ\text{C}$ への昇温実施回数が10回まで、または高温環境（温度 $800 \text{ }^\circ\text{C}$ までの環境）への暴露の積算時間が60時間までは、熱拡散率及び比熱容量が不確かさの範囲で変化しないことが確認された。室温から高温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な耐熱材料である $\alpha$ -アルミナや窒化ホウ素との間には急激な反応は認められなかった。

## 【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、阿部陽香である。

## 【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。

## 【分析成績書の複製について】

本分析成績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

- 2014.02.04 有効期限を 2015.03.31 から 2020.03.31 に延長した。
- 2015.04.01 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。
- 2017.06.29 表題を計量標準総合センター 標準物質分析成績書とした。
- 2019.02.20 有効期限を有効期間とし、その期限を 2020.03.31 から 2025.03.31 に延長した。