

独立行政法人 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-a
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 GUIDE 34:2000 および ISO/IEC 17025:2005 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および妥当性確認に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の代表的温度における熱拡散率の認証値（熱拡散率 α ）とその不確かさ U の値を下表に示す。認証値の不確かさは、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表す。

| 温度 | 認証値 | 相対拡張不確かさ |
|------------|---|------------|
| T (K) | α (m^2s^{-1}) | U (%) |
| 300 | 1.00×10^{-4} | 6 |
| 400 | 6.35×10^{-5} | 6 |
| 500 | 4.65×10^{-5} | 5 |
| 600 | 3.68×10^{-5} | 5 |
| 700 | 3.05×10^{-5} | 5 |
| 800 | 2.62×10^{-5} | 5 |
| 900 | 2.30×10^{-5} | 5 |
| 1000 | 2.06×10^{-5} | 5 |
| 1100 | 1.87×10^{-5} | 5 |
| 1200 | 1.71×10^{-5} | 5 |
| 1300 | 1.59×10^{-5} | 6 |
| 1400 | 1.48×10^{-5} | 6 |
| 1500 | 1.39×10^{-5} | 7 |

なお、表中の熱拡散率の認証値は、次式により表される。

$$\alpha / (\text{m}^2\text{s}^{-1}) = -3.692 \times 10^{-5} + 3.964 \times 10^{-5} \cdot \exp\left(\frac{3.719 \times 10^2}{T/\text{K}}\right).$$

ここで、 $\alpha / (\text{m}^2\text{s}^{-1})$ は熱拡散率、 T/K は温度、適用温度範囲は $300 \text{ K} \leq T \leq 1500 \text{ K}$ である。相対拡張不確かさは、下記の通りである。

$$U = 6 \% (300 \text{ K} \leq T \leq 440 \text{ K})$$

$$U = 5 \% (440 \text{ K} < T \leq 1200 \text{ K})$$

$$U = 6 \% (1200 \text{ K} < T \leq 1420 \text{ K})$$

$$U = 7 \% (1420 \text{ K} < T \leq 1500 \text{ K})$$

【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。

等方性黒鉛の1個のブロックから直径10 mm、厚さ1.4 mm、2.0 mm、2.8 mm、4.0 mmの試験片セットを60セット作製し、その中から熱拡散率評価用試験片として6セットをランダムに抜き出して評価を行い、熱拡散率の値を決定した。評価用試験片は、6点の設定温度（300 K、523 K、773 K、1023 K、1273 K、1523 K）で測定を行った。300 Kにおける測定は空気中で、300 Kよりも高温における測定は真空中（1.0 Pa未満）で行った。その試験結果を用いて最小二乗法により、熱拡散率の温度依存性の式を決定した。均質性は、室温の測定結果から評価した。評価用試験片の測定に際しては、観測されたパルス加熱による温度上昇曲線は、熱損失効果を考慮した理論式を適用したレーザフラッシュ法データ解析プログラム“CFP32 For Windows”（産業技術総合研究所が開発）を用いて解析し、熱拡散率を算出した。各一定温度において、パルス加熱強度を5段階に変化させて測定を行い、得られ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測定結果とした。すべての熱拡散率値は、室温においてリニア・ゲージにより測定した試料厚さの値を用いて算出した。

認証値の不確かさは、評価用試験片について測定された熱拡散率の測定の不確かさから評価した本標準物質の熱拡散率測定の不確かさと均質性を評価した分散分析の結果から算出した。

【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 α 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。

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、未開封で下記の保存条件のもとで2020年3月31日である。

【形状等】

本標準物質は、黒色の円板状試験片4枚で構成され、プラスチックケースに納められている。

【均質性】

試験片セット60組からサンプリングした熱拡散率評価用試験片6セットの熱拡散率を室温で測定した結果の分散分析から均質性を反映した試験片間のばらつきを決定し、認証値の不確かさに加えた。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、23°C±10°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】

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、真空中もしくは、非酸化性雰囲気中（例えば、Ar中）で使用する。

【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。SDSに従って取り扱うこと。

【製造方法等】

本標準物質は、市販の等方性黒鉛（東洋炭素（株）製IG-110）で、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10回まで、または、高温環境（温度1500 Kまでの環境）における暴露の積算時間が40時間までは、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

ナや窒化ホウ素との間には急激な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。

- ・ 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、熱拡散率の値が認証値から外れる。
- ・ 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ことが経験的に分かっている。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 1073 K 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。

【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。

【技術情報等の入手】

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は購入者に通知する。購入者は下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行うことにより、上記の通知を入手できる。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。

2010年12月22日

独立行政法人 産業技術総合研究所

理事長 野間口 有

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

独立行政法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター

計量標準管理センター 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：<http://www.nmij.jp/service/C/>

付記

本標準物質は 2006 年度より頒布の熱拡散率標準物質 NMIJ RM 1201-a と同一物質であり、2011 年 2 月より熱拡散率認証標準物質 NMIJ CRM 5804a へと移行したものである。

改訂履歴

2014.3.19 有効期限を 2015.03.31 から 2020.03.31 に延長した。