

<寄稿>

熱伝導率／ 熱拡散率の標準とJCSS

(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 熱物性標準研究室

阿子島 めぐみ



1. はじめに

(財)建材試験センターは、「熱伝導率」の校正事業者として、2004年にASNITE-CAL (ASNITE: Accreditation System of National Institute of Technology and Evaluation: 製品評価技術基盤機構認定制度)を取得され、2008年にJCSS (JCSS: Japan Calibration Service System, 計量法認定事業者制度)の認定を取得された。建築材料の熱伝導率測定に関して、認定を受ける以前からも標準板を提供するなど、日本国内で唯一の校正機関としての実績を重ねて来られ、今回国際MRA (MRA: Multi Recognition Arrangement, 相互承認協定)対応のJCSS認定事業者となられたことで、標準供給機関として世界にも通用する機関に認定されたことになる。建材試験センターの熱伝導率校正事業者のJCSS認定に際し、熱伝導率／熱拡散率の計量標準について紹介する。

近年、地球温暖化や省エネルギーなどの熱対策や熱利用の分野で、物質や材料の熱的特性が重要視される傾向がある。熱伝達を表す代表的な物性は、熱伝導率、熱拡散率、熱浸透率、熱抵抗がある。直感的には、熱伝導率は熱エネルギーの流れの大

きさ、熱拡散率は熱エネルギーの流れる速さ、熱浸透率は熱エネルギーが浸透する度合、熱抵抗は熱の伝え難さを表す量である。これらの熱伝達を示す熱物性値の計測手法および測定対象となる材料・サイズの例を図1に示す。熱伝達の物性値の中で最も広く使われている値は熱伝導率であるが、日常生活や産業界で利用される温度領域(主に室温以上の温度領域)において、実用的には図1に示すように、建材などのサイズが大きい材料の熱伝導率測定は、保護熱板法(GHP法)に代表される定常法が用いられ、家電や自動車のなど部品に用いられる各種材料の熱伝導率測定にはレーザフラッシュ法が用いられることが多い(この場合の熱伝導率は、レーザフラッシュ法で求

めた熱拡散率、示差走査熱量法(DSC)などで求めた比熱容量、密度の積で求める)。熱対策・熱利用や熱設計、安全性を目的とした、より高性能・高機能な新素材開発や設計、シミュレーションの重要性が認識されてきた今日では、熱伝導率の値の信頼性も要求されるようになった。そのような背景を受けて、国内では、建材の熱伝導率は建材試験センターが、各種固体材料の熱拡散率は産業技術総合研究所が標準供給機関として対応している。

定常法では、既知の熱流密度を与えた時の物質内の温度勾配を測定して、フーリエの法則に基づいて熱伝導率を求める。非定常法のレーザフラッシュ法の場合も、平板試料の表面を光でパルス加熱し、その後の厚

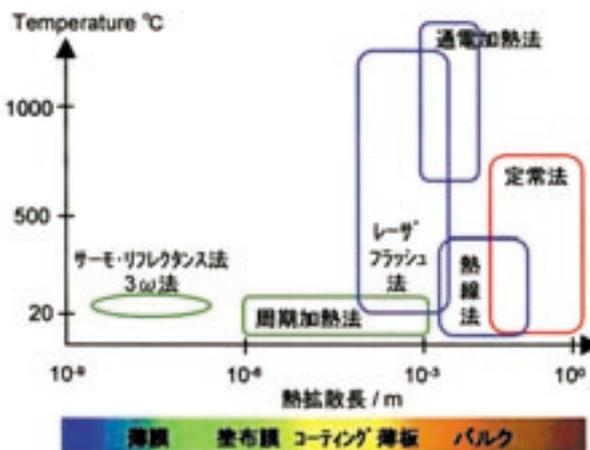


図1 熱伝導率／熱拡散率の測定方法

み方向への熱の拡散に対応する温度の時間変化から熱拡散率を求める。このように、熱伝導率の測定は、1次元の熱伝導を測定・観測するものであり、原理は非常に簡潔である。しかし、実際の測定では、測定試料に与える熱量密度や温度勾配、温度の時間変化の測定に関する不確かさや、熱損失の影響などによる1次元性の乱れなどに起因する不確かさなどがあり、測定結果の解釈や信頼性の議論は簡潔ではない。また、測定原理自体は、試料サイズや材料を問わず適用できる場合でも、測定器の構成の都合で、適用範囲が制限される。そこで、信頼性を確保するために、測定器の適用範囲を理解したり、測定結果の健全性を検証したり、校正したりするための標準が必要である。

2.トレーサビリティ

測定された値の信頼性は、トレーサビリティによって確保することができる。測定に用いた測定器が標準器によって校正されていて、その標準器はより正確な(不確かさがより小さい)標準器によって校正され、この標準器もより正確な標準器によって校正されている、というように校正の連鎖によって国家標準(国際標準、国際単位系(SI)の場合もある)まで連続性が確認できる場合、測定器は標準(国家標準、国際標準、SI)にトレーサブルであるという。国際単位

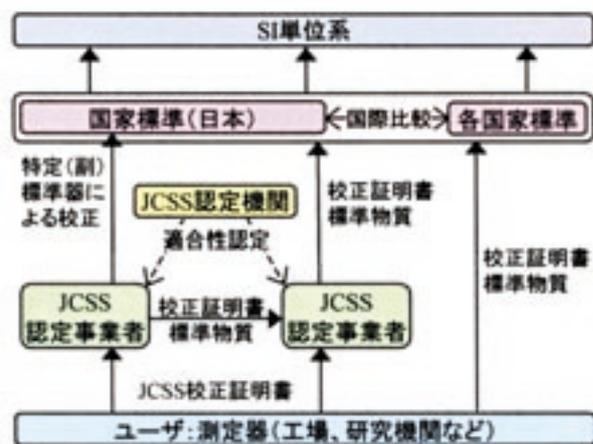


図2 トレーサビリティ体系の例

系(SI)は、「すべての国が採用する1つの実用的な単位制度」として、1960年に国際度量衡委員会がメートル条約に基づいて採択したものである。国家標準は、SIトレーサブルな校正や、ISO/IEC 17025(JIS Q 17025)「試験所および校正機関の能力に関する一般事項」に適合して実施される校正、ISO Guide 43(JIS Q 0034)「標準物質生産者の能力に関する一般要求事項」を満たす標準物質などである。国際的には、各国の国家標準機関がお互いに基幹比較などを行ってMRAの締結を進めている。よって、トレーサビリティを確保することは、国内外を問わず信頼性を証明するものであり、“One stop Testing”で経済活動を円滑に進める上でも重要であることが認識されている。JCSSを運営している認定機関(IAJapan: International Accreditation Japan)は、アジア太平洋試験所認定協力機構(APLAC: Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation)

および国際試験所認定協力機構(ILAC: International Laboratory Accreditation Cooperation)の相互認証に署名しており、国際MRA対応のJCSS認定事業者の校正結果は、APLACおよびILAC加盟国間で同等性が認められている。

日本国内におけるトレーサビリティ体系の概要を図2に示す。現場(工場、研究機関)で用いられる測定器は、国家標準機関の特定標準器または特定副標準器でJCSS校正された機器を用いてJCSS認定事業者により校正されている場合、国家標準やSI単位系にトレーサブルであることが認められたJCSS認定事業者により校正されている場合、国家標準により校正されている場合がある。建材試験センターは、国家標準やSI単位系にトレーサブルであることが認められたJCSS認定事業者であり、「熱伝導率」に関しては国家標準の最上位の役割を担っている。また、建材試験センターが受けた認定は、国際

表1 熱伝導率/熱拡散率の標準物質および準標準物質 ^{(1) - (5)}

機関	型番	物質名	温度範囲	形状 mm	値
NIST	RM8424	Graphite	5 - 2500 K	φ 6.4×50	Thermal conductivity
	RM8420	Iron Electrolytic	2 - 1000 K	φ 6.4×50	
	SRM1449	Fumed Silica Board	297.1 K	600×600×25.4	Thermal resistance
	SRM1450c	Fibrous Glass Board	280 - 340 K	610×610×25.4	
	SRM1452	Fibrous Glass Blanket	297.1 K	600×600×25.4	
	SRM1453	Expanded Polystyrene Board	285 - 310 K	660×930×13.4	
	SRM1459	Fumed Silica Board	297.1 K	300×300×25.4	
IRMM	IRMM-440	Resin Bonded Glass Fiber Board	-10 - 50°C	□300, 500, 600 □1000×35	Thermal conductivity
	BCR-039	Pyrex glass	23°C	300×300×20 300×300×30 300×300×50	
	BCR-724	Pyroceram 9606	RT-1025K	φ 13×18 φ 13.9×21 φ 25.9×22 φ 26.9×22 φ 50.7×25	Thermal conductivity, Thermal diffusivity
NPL	PR.41.01,05	Pure Iron		φ 25 stock φ 50 stock	Thermal conductivity
	PR.41.02,06	Inconel 600			
	PR.41.03,07	310 stainless steel			
	PR.41.04,08	Nimonic 75			
	PR.42.01	Alumina		φ 12 disk	Thermal diffusivity
	PR.42.03	Aluminum			
	PR.44.01,02	Expanded Polystyrene	-20 - 80°C	□305 (per pair)	Thermal resistance
	PR.44.03,04	Nylon			
	PR.44.05,06	Perspex			
	PR.44.07,08	Glass fiber board			
	PR.44.09,10	Expanded polystyrene			
	PR.45.01,02	Foam glass	>100°C	< φ 305 disks (per pair)	
PR.45.03,04	Microtherm				
NMIJ	RM1201	Isotropic graphite	300-1500K	φ 10×1.4, 2.0, 2.8, 4.0	Thermal diffusivity
JFCC	TD-AL	Alumina	RT- 1000 K	φ 10×2.0, 3.0	Thermal diffusivity

MRA対応のJCSSである。

熱伝導率は，単位がW / (m · K) であり，SI組立単位の1つとして定義されている。仕事量Wも，SI組立単位の1つであり，SI基本単位では，(m² · kg) / s³と表現される。したがって，熱伝導率は，(m · kg) / (s³ · K) であり，長さ，質量，時間，温度の組立量であることが分かる。SIトレ

ーサブルな熱伝導率は，それぞれの基本単位について，SI単位系とのトレーサビリティが確立している熱伝導率であり，絶対値である。SIトレサブルな組立量は，簡単には，各基本単位に関連する計測部分がSIトレーサブルな機器や機関によって校正され，不確かさが既知である測定装置で計測されることで実現すると

理解できる。不確かさは，測定値からどの程度の範囲に真値があるかを示すパラメータである。真値を測定で求めることは不可能であるため，真値からのずれを示す誤差は評価することが難しく，ある確率で真値が存在する範囲を示す不確かさは定量的に表現することが可能であることから，近年は“不確かさ”が用いられ

表2 標準研究所による熱伝導率／熱拡散率の依頼試験 ^{(1) - (6)}

機関	測定手法	温度範囲	対 象	形状 mm	測定範囲 W m ⁻¹ K ⁻¹
NIST	Guarded hot plate	280 - 330 K	Thermal insulation	□ 610 - φ 1016, Thickness 13-225	0.02 - 0.05
		297 K		□ 610 - φ 1016, Thickness 13-25	0.05 - 0.15
NPL	Short-sample apparatus	50 - 500 °C	Metals, Ceramics		
	Comparative apparatus	100 - 200 °C			
	Laser Flash method	-20 - 1600 °C	Solids		
	Guarded hot plate	-10 - 80 °C	Insulations, Poor conductors	305×305×25-50	< 2
		5 - 40 °C	Insulations	610×610×25-250	< 0.1
		-100 - 250 °C	Poor conductors	50×50×<20	< 3
		100 °C - 850 °C	Insulations, refractories	305×305×35-50	< 0.5
Heat-flow meter	0 °C - 40 °C	Insulations	610×610×10-200	0.02 - 0.1	
Hot wire technique	20 °C - 1500 °C	Insulations, refractories, ceramics	230×115×65	< 25	
NMIJ	Laser Flash method	RT - 1500 K	Isotropic graphite		φ 10×1-4
JTCCM	Guarded hot plate	10 - 40 °C	Insulations	□200×15-30 □300×15-30	0.02-0.23

ている。熱伝導率と同様に、熱拡散率や熱浸透率、熱抵抗などの熱物性値も、SI基本単位の組立量と考えることができるから、SIトレーサブルな物性値としての確立が可能である。

3.熱伝導率／熱拡散率の標準供給の現状

現場で使用する熱伝導率／熱拡散率の測定器のトレーサビリティを確保するためには、国家標準や国際標準として各機関が提供しているSIトレーサブルな標準（依頼試験（校正サービス）や標準物質）が利用できる。これらの標準を測定器で測定し、値の偏りを補正して校正したり、測定結果の比較に用いたりすることで、その測定器により測定された値の信頼性を評価する方法である。各国の国家標準機関から供給されている熱

伝導率や熱拡散率の標準 ^{(1) - (6)} および国家標準機関以外の機関から供給されているものについて、現在、カタログやWebで情報が入手できるものを表1および表2にまとめた。熱伝導率（熱抵抗も含む）に対しては、建材等を対象とするGHP法（Guarded Hot Plate法）や一般的な固体材料を対象とした定常熱伝導率測定法をターゲットとした標準物質が、NIST（National Institute of Science and Technology, 米国国立標準技術研究所）やNPL（National Physical Laboratory, 英国国立物理学研究所）、IRMM（Institute of Reference Materials and Measurements, EU, 標準物質及び計量技術研究所）から供給されている。また、LNE（Laboratoire National d'Essais, フランスの国家計量標準機関）やPTB（Physikalisch-Technische

Bundesanstalt, ドイツ物理工学研究所）でも依頼試験が行われている。日本では、建材試験センターが校正業務を行っている。レーザフラッシュ法による熱拡散率測定に対しては、依頼試験や標準物質が、NPLやIRMM, NMIJ（National Metrology Institute of Japan, (独)産業技術総合研究所 計量標準総合センター）から供給されている。また、JFCC（財）ファイナセラミックスセンター）からも供給されている。

最近では、国際度量衡委員会（CIPM）の測温諮問委員会（CCT）の熱物性作業部会（WG9）において、熱物性測定の国際比較が進められている。これらの標準研究機関間の国際比較により、熱伝導率・熱拡散率の標準も、今後は国際的な統一見解を目指す傾向にあると言える。WG9の日本の窓口はNMIJが務めている。

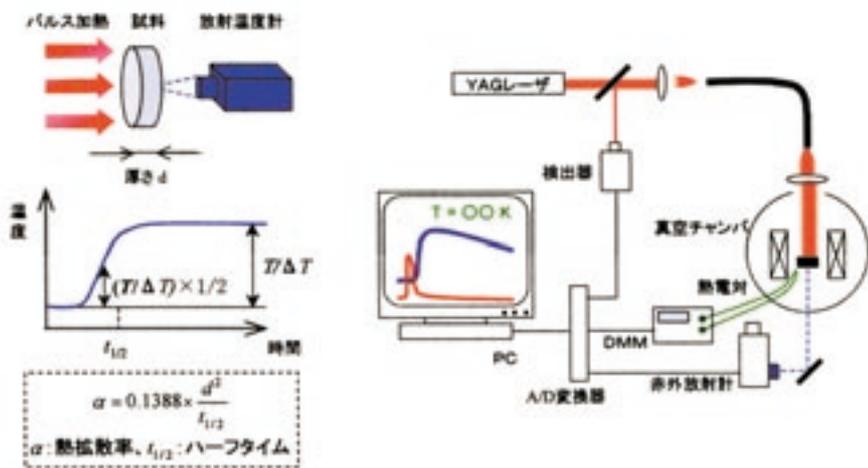


図3 レーザフラッシュ法の原理および装置の構成例

NMIJは、建材試験センターと協力して、熱物性分野の国際的な活動を進めていきたいと考えている。

4. NMIJにおける熱伝導率／熱拡散率の標準の整備状況

NMIJでは、緻密な固体材料の熱拡散率測定をターゲットとし、レーザーフラッシュ法を用いた熱拡散率標準を確立した。フラッシュ法は、緻密な固体の平板状試料の表面を均一に光でパルス加熱し、その後の厚み方向への熱の拡散を、試料裏面温度の時間変化として観測する手法である⁽⁷⁾。近年の測定装置は、パルスレーザーやキセノンフラッシュランプを用いてパルス加熱を行い、試料裏面温度の時間変化を赤外放射測温により測定しているため、非接触で短時間に測定できる便利さから広く普及している。また、表面で可視～赤外光を反射・透過しないで吸収する固体試料（直感的には黒い試料、表面を塗料などで黒化した試料も含む）

であれば、絶縁体や半導体、金属といった材料を問わず測定することができる。図3にレーザーフラッシュ法の原理図および装置の構成例を示す。この手法で観測される現象は、理想的には、断熱保持された均質な試料の表面から裏面への1次元の熱拡散現象であり、簡潔で理解も容易である。分析的に不確かさを評価することが可能であることから、標準測定法としても利用されている。

NMIJでは、レーザーフラッシュ法の計測技術に関して、パルス加熱レーザービームの均一化やデータ解析ソフトウェアの開発などの高度化を進め⁽⁸⁾、さらに不確かさ評価やトレーサビリティ体系の構築を行った⁽⁹⁾。熱拡散率は、温度に依存する物性値であり、レーザーフラッシュ法で測定する場合は、試料の厚さと熱拡散時間の関数で求められる。したがって、温度、長さ、時間の組立て量と考えることで、SIトレーサブルな値付けを実現した。不確かさ評価は、GUM

⁽¹⁰⁾に沿って見積もった。2005年度にISO 17025に適合した品質システムを立上げ、2006年度にASNITE認定を取得した。今後は、この熱拡散率の計測技術を生かして、緻密で比較的熱伝導率が高い固体材料に対して、比熱容量と密度との積で熱伝導率を値付けた熱伝導率標準物質の確立を予定している。

5. 熱伝導率／熱拡散率の標準化 (ISO規格・JIS規格)

測定規格に適合した測定を行うことで、測定の信頼性の確保することもできる（但し、測定規格に適合することは、必ずしも国家標準にトレーサブルにはならない）。熱伝導率／熱拡散率測定に関する代表的な規格を表3にまとめる。

6. おわりに

建材試験センターが熱伝導率校正に関するJCSS認定事業者の認定を取得し、国内の熱伝導率のトレーサビリティ体系が確立した。地球温暖化問題や省エネルギー、熱対策・熱利用が注目される中、熱伝導率／熱拡散率の測定技術とともに測定値の信頼性のニーズが高まっている。国内では、建材試験センターによる熱伝導率標準とNMIJによる熱拡散率標準が確立し、国内外でも標準供給や規格の整備が進むなど、熱物性分野

表3 熱伝導率／熱拡散率測定に関する代表的な規格

規格名・番号	名称	制定・改定年月日
ISO 8301:1991	Thermal insulation-Determination of steady-state thermal resistance and related properties-Heat flow meter apparatus	1991 制定
ISO 8302:1991	Thermal insulation-Determination of steady-state thermal resistance and related properties-Guarded hot plate apparatus	1991 制定
ISO 8497:1994	Thermal insulation-Determination of steady-state thermal transmission properties of thermal insulation for circular pipes	1994 制定
ASTM C518-04	Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Apparatus	1998 制定 2001 再承認 2002 再承認 2004 再承認
ASTM C 177-04	Standard Test Method for Steady-State Heat Flux Measurements and Thermal Transmission Properties by Means of the Guarded-Hot-Plate Apparatus	1997 制定 2004 再承認
ASTM E1225-04	Standard Test Method for Thermal Conductivity of Solids by Means of the Guarded-Comparative-Longitudinal Heat Flow Technique	1999 制定 2004 再承認
ASTM C 1114-06	Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Thin-Heater Apparatus	2000 制定 2006 再承認
JIS A 1412-1 (ISO 8302:1991)	熱絶縁材の熱抵抗及び熱伝導率の測定方法—第1部：保護熱板法（GHP法）	1999/04/20 制定 2006/11/20 確認
JIS A 1421-2 (ISO 8301:1991)	熱絶縁材の熱抵抗及び熱伝導率の測定方法—第2部：熱流計法（HFМ法）	1999/04/20 制定 2006/11/20 確認
JIS A 1421-3 (ISO 8497:1994)	熱絶縁材の熱抵抗及び熱伝導率の測定方法—第3部：円筒法	1999/04/20 制定 2006/11/20 確認
ISO 8894-1:1990	Refractory materials-Determination of thermal conductivity-Part1:Hot-wire method (cross-array)	1987 制定 1990 改訂
ISO 8894-2:2007	Refractory materials-Determination of thermal conductivity-Part1:Hot-wire method (parallel)	1990 制定 2007 改正
JIS R 2251-1 (ISO 8894-1:1987)	耐火物の熱伝導率の試験方法—第1部：熱線法（直交法）	2007/02/20 制定
JIS R 2251-2 (ISO 8894-2:1990)	耐火物の熱伝導率の試験方法—第2部：熱線法（平行法）	2007/02/20 制定
JIS R 2251-3	耐火物の熱伝導率の試験方法—第3部：熱流法	2007/02/20 制定
JIS R 2616 (ISO 8894-1:1987)	耐火断熱れんがの熱伝導率の試験方法	1959/12/01 制定 2001/02/20 改正 2007/02/20 確認
ISO 18755:2005	Fine ceramics : Determination of thermal diffusivity of monolithic ceramics by laser flash method	2005/03/21 制定
ASTM E 1461-07	Standard Test Method for Thermal Diffusivity of Solid by Laser Flash Method	1992 制定 2001 再承認 2007 再承認
ASTM C 714-05e1	Standard Test Method for Thermal Diffusivity of Carbon and Graphite by a Thermal Pulse Method.	1985 制定 2000 再承認 2005 再承認
JIS R 1611	ファインセラミックスのレーザフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率試験方法	1991/11/01 制定 1997/04/20 改正
JIS R 1650-3	ファインセラミックス熱電材料の測定方法 第3部：熱拡散率・比熱容量・熱伝導率	2002/03/20 制定
JIS H 7801	金属のレーザフラッシュ法による熱拡散率の測定方法	2005/02/20 制定
JIS R 1667	長繊維強化セラミックス複合材料のレーザフラッシュ法による熱拡散率測定方法	2005/03/20 制定

における標準の普及の基盤が整いつつあるといえる。今後は、建材試験センターとNMIJが協力して、国際的な活動も含め、国家標準としての供給維持や更なる充実を促進し、熱物性分野におけるトレーサビリティが普及することが期待されている。

【参考文献】

- (1) http://ts.nist.gov/ts/htdocs/230/232/ABOUT/USING_CATALOG.HTM
- (2) http://www.npl.co.uk/measurement_services/
- (3) http://www.irmm.jrc.be/html/reference_materials_catalogue/index.htm
- (4) <http://www.nmij.jp/service/>
- (5) http://www.jfcc.or.jp/05_material/index.html#m2d
- (6) http://www.jtccm.or.jp/jtccm_shiken_kosei
- (7) W.J.Parker and R.J.Jenkins, C.P.Butler, and G. L.Abbott:J.Appl.Phys.32,1679 (1961)
- (8) T.Baba, and A. Ono: Meas.Sci. Technol.12,2046 (2001)
- (9) M.Akoshima and T.Baba:Int.J.Thermophys.27,1189 (2006)
- (10) BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML: "Guide to the expression of uncertainty in measurement", (1995)

プロフィール

阿子島 めぐみ (あこしま めぐみ)

所属：独立行政法人 産業技術総合研究所
計測標準研究部門 熱物性標準研究室

役職：研究員

専門分野：熱物性、固体物理学

最近の研究テーマ：熱拡散率・熱伝導率の標準の開発、固体材料の熱物性計測