

REFERENZMATERIALIEN

Referenzmaterialien nach ISO/IEC 17025 für DSC, Laser Flash
und Dilatometrie

Dr. Daniel Lager, MSc - Research Engineer

Sustainable Thermal Energy Systems - Center for Energy

AIT Austrian Institute of Technology GmbH; Giefinggasse 2 | 1210 Vienna | Austria

daniel.lager@ait.ac.at | www.ait.ac.at



ISO/IEC 17025 - ALLGEMEIN

Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien

Norm enthält die Anforderungen für Laboratorien, damit Kompetenz und die Fähigkeit, valide Ergebnisse zu erzielen nachgewiesen werden können

Allgemein

- Unparteilichkeit/Vertraulichkeit,...

Strukturell

- Benennung der Leitung, Definition Umfang, etc.

Ressourcen

- Personal; Räumlichkeiten/Umgebungsbedingungen
- **Einrichtungen (6.4.1, 6.4.11)**
- **Metrologische Rückführbarkeit (6.5.1, 6.5.2, 6.5.3)**

Prozesse

- Anfragen/Angebote/Verträge
- **Validierung von Verfahren (7.2.2)**
- **Sicherung der Validität von Ergebnissen (7.7)**

Managementsystem

Anhang

- **A.3 Nachweis der metrologischen Rückführbarkeit**

6.4.1 Einrichtungen:

"...ISO 17034 enthält ergänzende Informationen zu Referenzmaterialherstellern (RMH). RMH, die die Anforderungen von ISO 17034 erfüllen, werden als kompetent angesehen."

DE: <https://www.dakks.de/de/akkreditierte-stellen-suche.html>

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

ISO/IEC 17025 - METROLOGISCHE RÜCKFÜHRBARKEIT (I)

6.5 Metrologische Rückführbarkeit:

"... Das Laboratorium muss die metrologische Rückführbarkeit seiner Messergebnisse mittels einer dokumentierten, ununterbrochenen Kette von Kalibrierungen einführen und aufrechterhalten, wobei jede der Kalibrierungen zur Messunsicherheit beiträgt und die Ergebnisse mit einer geeigneten Referenz verbindet."

6.5.2

"Das Laboratorium muss sicherstellen, dass Messergebnisse auf das Internationale Einheitensystem (SI) rückführbar sind durch:

- a) Kalibrierung bereitgestellt durch ein kompetentes Laboratorium (ISO 17025); oder*
- b) zertifizierte Werte von solchen zertifizierten Referenzmaterialien, die durch einen kompetenten Hersteller (ISO 17034) zur Verfügung gestellt werden, mit ausgewiesener metrologischer Rückführbarkeit zum SI; oder*
- c) direkte Realisierung der SI-Einheiten, die durch direkten oder indirekten Vergleich mit nationalen oder internationalen Normalen abgesichert wird.*

ISO/IEC 17025 - METROLOGISCHE RÜCKFÜHRBARKEIT (II)

6.5.3 Wenn eine metrologische Rückführbarkeit auf SI-Einheiten technisch nicht möglich ist, muss das Laboratorium die metrologische Rückführbarkeit auf eine geeignete Referenz nachweisen, z. B.:

a) zertifizierte Werte von solchen zertifizierten Referenzmaterialien, die von einem kompetenten Hersteller (ISO 17034) zur Verfügung gestellt werden;

b) Ergebnisse von Referenzmessverfahren, festgelegten Verfahren oder auf Konsens beruhenden Normalen, die genau beschrieben werden und für die akzeptiert wird, dass sie für ihren beabsichtigten Einsatz geeignete Messergebnisse erzielen dies und durch einen geeigneten Vergleich abgesichert wird.

REFERENZ SUCHE

COMAR Datenbank: <https://www.comar.org>

- Die COMAR-Datenbank listet RMH auf, die gemäß ISO 17034 erstellt und zertifiziert wurden.
- COMAR ist ein weltweites Konsortium einiger großer öffentlich finanzierter RM-Hersteller, nationaler und regionaler Metrologieinstitute, ausgewiesener Institute und nationaler Labore.



Reference Materials

thermal diffusivity SEARCH RESET

must be: produced under an ISO 17034 accreditation produced by an NMI / DI one, or both options certified RM

Search for relating PT schemes on *eptis* « Page 1 of 39 (hits 1 to 10 of 386) » SELECT ORDER ▾

PRODUCER	RM CODE	NAME	ITEM	TRUST	UPDATED
1 <input type="text" value="NMIJ"/>	NMIJ CRM 5810-a	▼ Titanium Nitride Film for Thermal Diffusivity Measurement	Metal film	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	05-09-2023
• Property: Thermal Diffusivity (at 22.5 °C ± 0.5 °C) : 3.43×10E-6 (m ² /s) • Intended use: [...] and validation of instruments for thermal [...]					
2 <input type="text" value="NMIJ"/>	NMIJ CRM 5808-b	▼ Molybdenum Film for Thermal Diffusivity Measurement (400 nm)	Metal film	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	05-09-2023
• Property: Thermal Diffusivity (at 22.5 °C ± 0.5 °C) : 3.28×10-5 (m ² /s) • Property: Thermal Conductivity (at 22.5 °C ± 0.5 °C) : 821 (W/m K) • Intended use: [...] diffusivity and thermal conductivity measurements. [...]					

ANBIETER



<https://unit.aist.go.jp/nmij/english/refmate/>



<https://www.nist.gov/srm>



Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Nationales Metrologieinstitut

<https://www.ptb.de/cms/de/ptb/fachabteilungen/abt1/fb-14/ag-144/zertifizierung-von-kalibriermaterialien-bezug.html>

TEMPERATUR UND ENTHALPIE - DSC

Hersteller	RM Code	Material	$T_{\text{fus}}, Q_{\text{fus}}$	$U_{(k=2)}$	ISO 17034 17025
PTB		Ga	29,78 °C; 80,14 J g ⁻¹	0,01 °C; 0,18 J g ⁻¹	no yes
PTB		In	156,598 °C; 28,64 J g ⁻¹	0,004 °C; 0,06 J g ⁻¹	no yes
PTB		Sn	231,928 °C; 60,24 J g ⁻¹	0,004 °C; 0,16 J g ⁻¹	no yes
PTB		Bi	271,4 °C; 53,14 J g ⁻¹	0,01 °C; 0,12 J g ⁻¹	no yes
NIST	SRM 2232	In	156,5985 °C; 28,51 J g ⁻¹	0,00034 °C; 0,19 J g ⁻¹	no yes
NIST	SRM 2235	Bi	271,406 °C; 53,146 J g ⁻¹	0,005 °C; 0,082 J g ⁻¹	no yes

Kein RMH nach 17034

Keine CRM für $T_{\text{fus}} < 29 \text{ °C}$ bzw $T_{\text{fus}} > 272 \text{ °C}$

SPECIFIC HEAT CAPACITY - DSC

Hersteller	RM Code	Material	Temperatur / °C (min max)	c_p / J g ⁻¹ K ⁻¹ (min max)	Unsicherheit	Form	ISO 17034 17025
NMIJ	NMIJ CRM 5806-a	Single Crystal of Silicon	-223 77	0,0786 0,7568	$U_{(k=2)} = 0,0078$ bis $0,0081$ J g ⁻¹ K ⁻¹	Ø = 5 mm; h = 1 mm	yes yes
NIST	SRM 720	Synthetic Sapphire (α-Al ₂ O ₃)	-263 1976	8,83e-5 1,354	Accuracy: 0,02 % bis 10 %	Ø = 1-2 mm; h = 5 mm	no yes
NIST	SRM 705a	Polystyrene	-263 76	0,032 1,456	Werte innerhalb 0,2 %	keine genaue Angabe	no yes
NIST	SRM 781D2	Molybdän	0 2526	0,246 0,538	Accuracy: 0,5 %	Ø = 8 mm; h = 2 mm	no yes



Discontinued - This product is no longer being produced.

CRM nach 17034 nur für T < 78 ° C

SRM 720 Probenform für hf-disc type DSC nicht geeignet

THERMAL DIFFUSIVITY - LASER FLASH

Hersteller	RM Code	Material	Temperatur / °C (min max)	$a / \text{mm}^2 \text{s}^{-1}$ (min max)	Unsicherheit	Form	ISO 17034 17025
NMIJ	NMIJ CRM 5807-a	Al ₂ O ₃ -TiC Ceramics	27 726	9,51 2,61	$U_{(k=2)} = 6,1 - 8,1 \%$	Ø = 10 mm; h = 1; 2; 3 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 5808-b	Molybdän Film	22,5	32,8	$U_{(k=2)} = 6 \%$	Ø = 38,1 mm; h = 0,525 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 5809-a	Quartz Glass	27 526	0,837 0,695	$U_{(k=2)} = 5,2 \%$	Ø = 10 mm; h = 0,5; 1; 1,5; 2 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 5810-a	Titanium Nitride Film	22,5	3,43	$U_{(k=2)} = 7,9 \%$	10 mm × 10 mm × 0.525 mm	yes yes

CRM nach 17034 nur für $T > 22^\circ \text{C}$ bzw $T < 726^\circ \text{C}$

Unsicherheiten $> 6 \%$

THERMAL EXPANSION - DILATOMETRIE

Herst.	RM Code	Material	T / °C (min max)	$\alpha / 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (min max)	$U_{(k=2)} / 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	Form	ISO 17034 17025
NMIJ	NMIJ RM 1101-a &b	Silizium Einkristall	20 726	2,551 4,335	0,025 - 0,028	(a) 4,5 mm x 4,5 mm x 60 mm (b) 9 mm x 9 mm x 60 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 1102-a	Glass-Like Carbon)	20 826	2,263 4,383	0,073 - 0,076	6 mm x 6 mm x 10 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 5801-a	Aluminiumoxid	20 826	5,365 9,353	0,072	6 mm x 6 mm x 30 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 5802-a	Quarzglas	20 526	0,524 0,438	0,046	6,35 mm x 6,35 mm x 30 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 5803-a1 & 5803-a2	Silizium Einkristall	-253 26	-0,0038 2,6190	0,005 - 0,008	10 mm x 10 mm x 30 mm oder 60 mm	yes yes
NMIJ	NMIJ CRM 5805-a	Kupfer	-253 26	0,279 16,713	0,029 - 0,052	10 mm x 10 mm x 30 mm	yes yes
NIST	SRM 731	Borosilikatglas	-194 406	2,64 5,29	0,03	6,4 x 6,4 x (51; 102; 152) mm	no yes

CRM nach 17034 nur für T < 826 ° C

NORMEN

(AUF KONSENS BERUHENDEN NORMALE ?)

Norm	Inhalt	Material	T / °C	Größenbereich	Unsicherheit
ISO 11357-4 EN 821-3	spez. Wärme Kunststoffe	α -Al ₂ O ₃ (synth, Saphir) 99,9% Reinheit	-153 506	0,197 J g ⁻¹ K ⁻¹ 1,173 J g ⁻¹ K ⁻¹	Std.Dev = 0,13 mJ g ⁻¹ K ⁻¹ max. Abweichung 0,071 % bei - 133,15 °C
ASTM E1416-13	Temperatur- leitfähigkeit	BCR-724 Glaskeramik	25 750	2,01 mm ² /s 1,32 mm ² / s	U(k=2) = 6,1 %
EN ISO 19629	Temperatur- leitfähigkeit	Es gibt keinen anerkannten Standard-Referenzwerkstoff für die Messung der Temperaturleitfähigkeit			
DIN 51045	Thermische Dehnung	Korund Einkristall	20 1500	$\Delta L/L_0$ (T _{ref} =20 °C) 0 13,18e-3	U(k=2) = 0,03
DIN 51045	Thermische Dehnung	α -Al ₂ O ₃ (polykristallin)	0 1500	$\Delta L/L_0$ (T _{ref} =20 °C) -0,1e-3 13,1e-3	U(k=2) = 0,4
DIN 51045	Thermische Dehnung	Platin	-190 1000	$\Delta L/L_0$ (T _{ref} =20 °C) -1,79e-3 10,07e-3	U(k=2) = 0,08
DIN 51045	Thermische Dehnung	Kieselglas	-190 1000	$\Delta L/L_0$ (T _{ref} =20 °C) -0,026e-3 0,468e-3	U(k=2) = 0,004

**Nicht mehr
verfügbar**

DISKUSSION

- Wie stellen Sie die metrologische Rückführbarkeit für die genannten thermophysikalischen Größen sicher?
- Kennen Sie andere (nicht aufgelistete) CRM nach ISO 17034 oder kennen Sie Institute, die nach ISO 17025 Referenzmaterialien anbieten?
- Benötigen Sie für Ihr Labor weitere CRM nach ISO 17034?



There are two main sources to consider for reference materials on thermal conductivity (often referred to as temperature conductivity in German: Temperaturleitfähigkeit):

1. **Certified Reference Materials (CRMs):** These are materials with well-characterized thermal conductivity values across a specific temperature range. A good starting point is the Bureau Communautaire de Référence (BCR) which maintains a database of CRMs. You can find more information by searching for "BCR reference materials".
2. **Scientific Literature:** Research papers often include the thermal conductivity of the materials they study. Searching for academic publications on materials relevant to your specific needs can be a valuable resource.

Here's an additional tip: The German Aerospace Center (DLR) department for Thermophysics (AK-Thermophysik) offers a paper titled "Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von PEEK - F. Hemberger" ([German reference material for thermal conductivity PEEK - F. Hemberger]) which discusses the use of PEEK (a thermoplastic) as a reference material for thermal conductivity measurements using the hot-wire method. This paper might be a helpful starting point for understanding the selection process for reference materials.

WAS SAGT DIE KI GEMINI?

THANK YOU!

Daniel Lager, 20.03.2024

