IEC 61788-4

Edition 4.0 2016-01

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

colour inside

Superconductivity – Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors

Supraconductivité – Partie 4: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn

IEC 61788-4:2016-01(en-fr)

THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED
Copyright © 2016 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC
The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications
The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue
The stand-alone application for consulting the entire bibliographical information on IEC International Standards, Technical Specifications, Technical Reports and other documents. Available for PC, Mac OS, Android Tablets and iPad.

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub
The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,…). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished
Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org
The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in 15 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary
65 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc
If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de l'IEC
La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC
Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue
Application autonome pour consulter tous les renseignements bibliographiques sur les Normes internationales, Spécifications techniques, Rapports techniques et autres documents de l'IEC. Disponible pour PC, Mac OS, tablettes Android et iPad.

Recherche de publications IEC - www.iec.ch/searchpub
La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,…). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished
Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org
Le premier dictionnaire en ligne de termes électroniques et électriques. Il contient 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 15 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary
65 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc
Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.

IEC 61788-4

Edition 4.0 2016-01

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

colour inside

Superconductivity –
Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors

Supraconductivité –
Partie 4: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 17.220.20; 29.050

ISBN 978-2-8322-3129-6

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.

® Registered trademark of the International Electrotechnical Commission
Marque déposée de la Commission Electrotechnique Internationale

CONTENTS

FOREWORD 4
INTRODUCTION 6
1 Scope 7
2 Normative references 7
3 Terms and definitions 7
4 Principle 8
5 Apparatus 8
5.1 Material of measurement mandrel or of measurement base plate 8
5.2 Diameter of the measurement mandrel and length of the measurement base plate 8
5.3 Cryostat for the resistance (R_2) measurement 9
6 Specimen preparation 9
7 Data acquisition and analysis 9
7.1 Resistance (R_1) at room temperature 9
7.2 Resistance (R_2 or R_2^*) just above the superconducting transition 9
7.2.1 Correction of strain effect 9
7.2.2 Data acquisition of cryogenic resistance 10
7.2.3 Optional acquisition methods 12
7.3 Correction on measured R_2^* of Nb-Ti composite superconductor for bending strain 12
7.4 Residual resistance ratio (RRR) 12
8 Uncertainty and stability of the test method 12
8.1 Temperature 12
8.2 Voltage measurement 12
8.3 Current 13
8.4 Dimension 13
9 Test report 13
9.1 RRR value 13
9.2 Specimen 13
9.3 Test conditions 14
9.3.1 Measurements of R_1 and R_2 14
9.3.2 Measurement of R_1 14
9.3.3 Measurement of R_2 14
Annex A (informative) Additional information relating to the measurement of RRR 15
A.1 Recommendation on specimen mounting orientation 15
A.2 Alternative methods for increasing temperature of specimen above superconducting transition temperature 15
A.3 Alternative measurement methods of R_2 or R_2^* 15
A.4 Bending strain dependency of RRR for Nb-Ti composite superconductor 18
A.5 Procedure of correction of bending strain effect 21
Annex B (informative) Uncertainty considerations 23
B.1 Overview 23
B.2 Definitions 23
B.3 Consideration of the uncertainty concept 23

B.4 Uncertainty evaluation example for TC 90 standards 25
Annex C (informative) Uncertainty evaluation in test method of RRR for Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors 27
C.1 Evaluation of uncertainty 27
C.2 Summary of round robin test of RRR of a Nb-Ti composite superconductor 30
C.3 Reason for large COV value in the intercomparison test on Nb_3Sn composite superconductor 31
Bibliography 32

Figure 1 – Relationship between temperature and resistance 8
Figure 2 – Voltage versus temperature curves and definitions of each voltage 10
Figure A.1 – Definition of voltages 17
Figure A.2 – Bending strain dependency of RRR value for pure Cu matrix of Nb-Ti composite superconductors (comparison between measured values and calculated values) 19
Figure A.3 – Bending strain dependency of RRR value for round Cu wires 19
Figure A.4 – Bending strain dependency of normalized RRR value for round Cu wires 20
Figure A.5 – Bending strain dependency of RRR value for rectangular Cu wires 20
Figure A.6 – Bending strain dependency of normalized RRR value for rectangular Cu wires 21
Figure C.1 – Distribution of observed r_{RRR} of Cu/Nb-Ti composite superconductor 31

Table A.1 – Minimum diameter of the measurement mandrel for round wires 21
Table A.2 – Minimum diameter of the measurement mandrel for rectangular wires 21
Table B.1 – Output signals from two nominally identical extensometers 24
Table B.2 – Mean values of two output signals 24
Table B.3 – Experimental standard deviations of two output signals 24
Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals 25
Table B.5 – COV values of two output signals 25
Table C.1 – Uncertainty of each measurement 30
Table C.2 – Obtained values of R_1, R_2 and r_{RRR} for three Nb_3Sn samples 31

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors

FOREWORD

1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61788-4 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

This fourth edition cancels and replaces the third edition published in 2011. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

a) the unification of similar test methods for residual resistance ratio (RRR) of Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors, the latter of which is described in IEC 61788-11.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
90/359/FDIS	90/360/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts of the IEC 61788 series, published under the general title *Superconductivity*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "http://webstore.iec.ch" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

Copper, Cu/Cu-Ni or aluminium is used as matrix material in Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors and works as an electrical shunt when the superconductivity is interrupted. It also contributes to recovery of the superconductivity by conducting heat generated in the superconductor to the surrounding coolant. The cryogenic-temperature resistivity of copper is an important quantity, which influences the stability and AC losses of the superconductor. The residual resistance ratio is defined as a ratio of the resistance of the superconductor at room temperature to that just above the superconducting transition.

This part of IEC 61788 specifies the test method for residual resistance ratio of Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors. The curve method is employed for the measurement of the resistance just above the superconducting transition. Other methods are described in A.3.

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors

1 Scope

This part of IEC 61788 specifies a test method for the determination of the residual resistance ratio (RRR) of Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors with Cu, Cu-Ni, Cu/Cu-Ni and Al matrix. This method is intended for use with superconductor specimens that have a monolithic structure with rectangular or round cross-section, RRR value less than 350, and cross-sectional area less than 3 mm^2. In the case of Nb_3Sn, the specimens have received a reaction heat-treatment.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60050-815, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 815: Superconductivity* (available at: www.electropedia.org)

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60050-815 and the following apply.

3.1
residual resistance ratio
RRR
ratio of resistance at room temperature to the resistance just above the superconducting transition

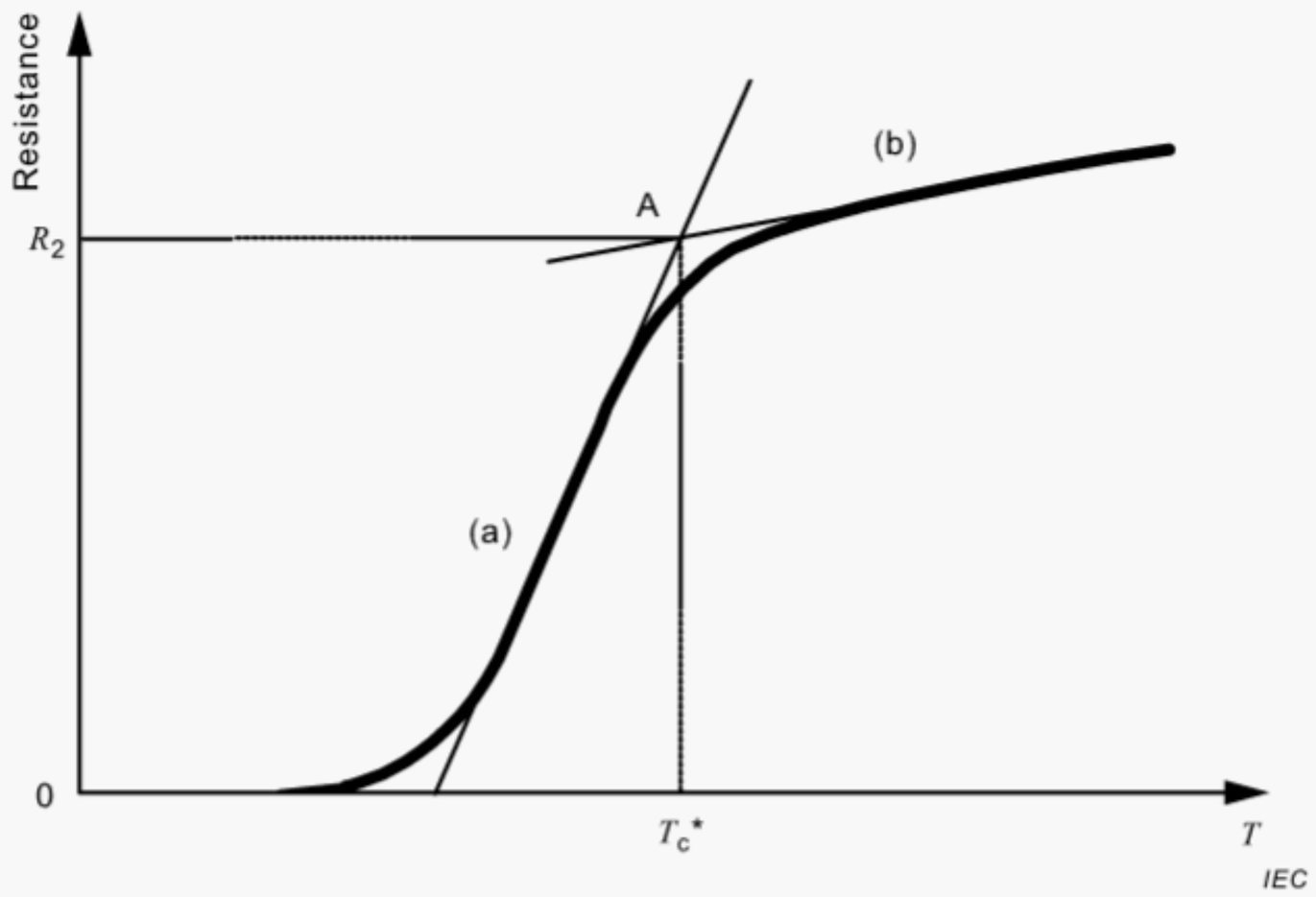
Note 1 to entry: This note applies to the French language only.

Note 2 to entry: In this part of IEC 61788 for Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors, the room temperature is defined as 293 K (20 °C), and the residual resistance ratio is obtained in Formula (1), where the resistance (R_1) at 293 K is divided by the resistance (R_2) just above the superconducting transition.

$$r_{\mathrm{RRR}} = \frac{R_1}{R_2} \tag{1}$$

Here r_{RRR} is a value of the residual resistance ratio, R_2 is a value of the resistance measured in a strain-free condition and zero external magnetic field.

Figure 1 shows schematically a resistance versus temperature curve acquired on a specimen while measuring the cryogenic resistance.



The cryogenic resistance, R_2, is determined by the intersection, A, of two straight lines (a) and (b) at temperature T_c^*.

Figure 1 – Relationship between temperature and resistance

4 Principle

The resistance measurement both at room and cryogenic temperatures shall be performed with the four-terminal technique. All measurements are done without an applied magnetic field.

The target relative combined standard uncertainty of this method is defined as an expanded uncertainty (k = 2) not to exceed 5 %.

The maximum bending strain induced during mounting and cooling the Nb-Ti specimen shall not exceed 2 %. The measurement shall be conducted in a strain-free condition or in a condition with allowable thermal strain for the Nb_3Sn specimen.

5 Apparatus

5.1 Material of measurement mandrel or of measurement base plate

Material of the measurement mandrel for a coiled Nb-Ti specimen or of the measurement base plate for a straight Nb-Ti or Nb_3Sn specimen shall be copper, aluminium, silver, or the like whose thermal conductivity is equal to or better than 100 W/(m·K) at liquid helium temperature (4,2 K). The surface of the material shall be covered with an insulating layer (tape or a layer made of polyethylene terephthalate, polyester, polytetrafluoroethylene, etc.) whose thickness is 0,1 mm or less.

5.2 Diameter of the measurement mandrel and length of the measurement base plate

The diameter of the measurement mandrel shall be large enough to keep the bending strain of the specimen less than or equal to 2 % for the Nb-Ti specimen. The Nb_3Sn specimen on a base plate shall be measured in a strain-free condition or a condition with allowable thermal strain.

The measurement base plate shall be at least 30 mm long in one dimension.

5.3 Cryostat for the resistance (R_2) measurement

The cryostat shall include a specimen support structure and a liquid helium reservoir for measurement of the resistance R_2. The specimen support structure shall allow the specimen, which is mounted on a measurement mandrel or a measurement base plate, to be lowered into and raised out of a liquid helium bath. In addition, the specimen support structure shall be made so that a current can flow through the specimen and the resulting voltage generated along the specimen can be measured.

6 Specimen preparation

The test specimen shall have no joints or splices with a length of 30 mm or longer. The specimen shall be instrumented with current contacts near each of its ends and a pair of voltage contacts over its central portion. The distance between two voltage taps (L) shall be 25 mm or longer. A thermometer for measuring cryogenic temperature shall be attached near the specimen.

Some mechanical method shall be used to hold the specimen against the insulated layer of the measurement mandrel or base plate. Special care should be taken during instrumentation and installation of the specimen on the measurement mandrel or base plate so that no excessive force, which may cause undesired bending strain or tensile strain, would be applied to the specimen. Ideally, it is intended that the Nb_3Sn specimen be as straight as possible; however, this is not always the case, thus care should be taken to measure the specimen in its as received condition.

The specimen shall be mounted on a measurement mandrel or on a measurement base plate for these measurements. Both resistance measurements, R_1 and R_2, shall be made on the same specimen and the same mounting.

7 Data acquisition and analysis

7.1 Resistance (R_1) at room temperature

The mounted specimen shall be measured at room temperature (T_m (K)), where T_m satisfies the following condition: 273 K $\leq T_m \leq$ 308 K. A specimen current (I_1 (A)) shall be applied so that the current density is in the range of 0,1 A/mm^2 to 1 A/mm^2 based on the total wire cross-sectional area, and the resulting voltage (U_1 (V)), I_1 and T_m shall be recorded. Formula (2) below shall be used to calculate the resistance (R_m) at room temperature. The resistance (R_1) at 293 K (20 °C) shall be calculated using Formula (3) for a wire with Cu matrix. The value of R_1 shall be set equal to R_m, without any temperature correction, for wires that do not contain a pure Cu component.

$$R_m = \frac{U_1}{I_1} \tag{2}$$

$$R_1 = \frac{R_m}{\left[1 + 0{,}00393 \times \left(T_m - 293\right)\right]} \tag{3}$$

7.2 Resistance (R_2 or R_2^*) just above the superconducting transition

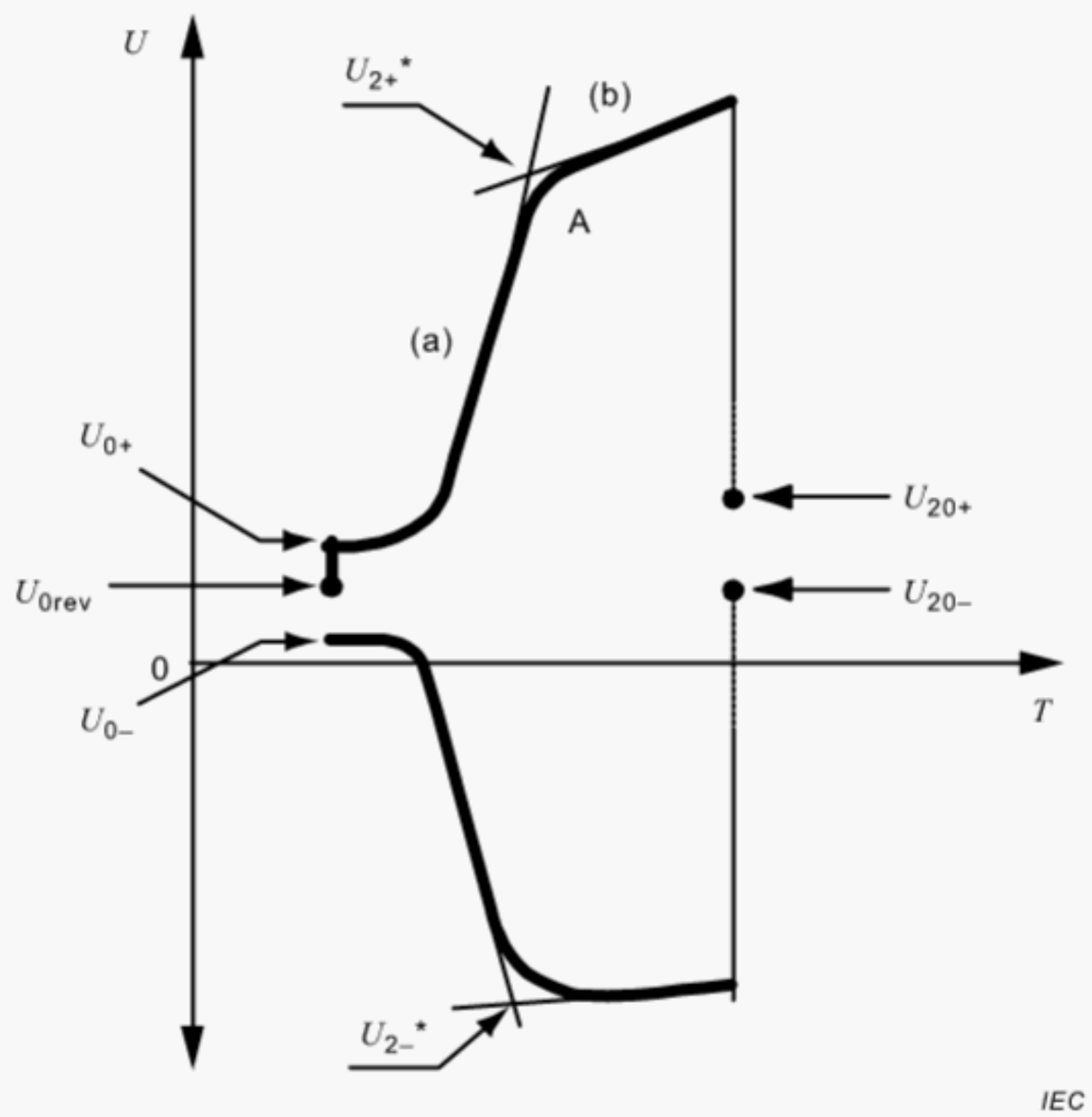
7.2.1 Correction of strain effect

Under a strained condition of the Nb-Ti specimen, the measured cryogenic resistance, R_2^*, is not a correct value for R_2. The corresponding correction of the strain effect is described in 7.3.

7.2.2 Data acquisition of cryogenic resistance

The specimen, which is still mounted as it was for the room temperature measurement, shall be placed in the cryostat for electrical measurement specified in 5.3. Horizontal mounting of the specimen is recommended in A.1. Alternate cryostats that employ a heating element to sweep the specimen temperature are described in A.2. The specimen shall be slowly lowered into the liquid helium bath and cooled to liquid helium temperature over a time period of at least 5 min.

During the acquisition phases of the low-temperature R_2^* measurements, a specimen current (I_2) shall be applied so that the current density is in the range 0,1 A/mm^2 to 10 A/mm^2 based on the total wire cross-sectional area, and the resulting voltage (U (V)), I_2 (A), and specimen temperature (T (K)) shall be recorded. In order to keep the ratio of signal to noise high enough, the measurement shall be carried out under the condition that the absolute value of the resulting voltage above the superconducting transition exceeds 10 μV. An illustration of the data to be acquired and its analysis is shown in Figure 2.



NOTE Voltages with subscripts + and – are those obtained in the first and second measurements under positive and negative currents, respectively, and U_{20+} and U_{20-} are those obtained at zero current. For clarity, U_{0rev} measured at zero current is not shown coincident with U_{0-}. Straight line (a) is drawn in the transition region with a sharp increase in the voltage with temperature and straight line (b) is drawn in the region with a nearly constant voltage.

Figure 2 – Voltage versus temperature curves and definitions of each voltage

When the specimen is in the superconducting state and the test current (I_2) is applied, two voltages shall be measured nearly simultaneously: U_{0+} (the initial voltage recorded with a positive current polarity) and U_{0rev} (the voltage recorded during a brief change in applied current polarity). A valid R_2^* measurement requires that excessive interfering voltages are not present and that the specimen is initially in the superconducting state. Thus, the following condition shall be met for a valid measurement:

$$\frac{|U_{0+} - U_{0\text{rev}}|}{\overline{U}_2} < 1\ \% \tag{4}$$

where $\overline{U}_2$ is the average voltage for the specimen in the normal state at cryogenic temperature, which is defined by Formula (5).

The specimen shall be gradually warmed so that it changes to the normal state completely. When the cryostat for the resistance measurement specified in 5.3 is used, this can be achieved simply by raising the specimen to an appropriate position above the liquid helium level. The specimen voltage versus temperature curve shall be acquired with the rate of temperature increase maintained between 0,1 K/min and 10 K/min. The voltage versus temperature curve shall continue to be recorded during the transition into the normal state, up to a temperature somewhat less than 15 K for the Nb-Ti specimen and less than 25 K for the Nb_3Sn specimen. Then, the specimen current shall be decreased to zero and the corresponding voltage, U_{20+}, shall be recorded at a temperature below 15 K for the Nb-Ti specimen and below 25 K for the Nb_3Sn specimen.

The specimen shall then be slowly lowered into the liquid helium bath and cooled to within ±1 K from the temperature at which the initial voltage signal U_{0+} was recorded. A specimen current, I_2, with the same magnitude but negative polarity (polarity opposite that used for the initial curve) shall be applied and the voltage U_{0-} shall be recorded at this temperature. The procedural steps shall be repeated to record the voltage versus temperature curve with this negative current. In addition, when the measurement current, I_2, decreases to 0, the recording of U_{20-} shall be made at within ±1 K from the temperature at which U_{20+} was recorded.

Each of the two voltage versus temperature curves shall be analysed by drawing a line (a) through the data where the absolute value of voltage sharply increases with temperature (see Figure 2) and drawing a second line (b) through the data above the transition where the voltage is nearly constant for Nb-Ti or raised gradually and almost linearly for Nb_3Sn with temperature increase. U_{2+}^* and U_{2-}^* in Figure 2 shall be determined at the intersection of these two lines for the positive and negative polarity curves, respectively.

The corrected voltages, U_{2+} and U_{2-}, shall be calculated using the following equations: $U_{2+} = U_{2+}^* - U_{0+}$ and $U_{2-} = U_{2-}^* - U_{0-}$. The average voltage, $\overline{U}_2$, shall be defined as

$$\overline{U}_2 = \frac{|U_{2+} - U_{2-}|}{2} \tag{5}$$

A valid R_2^* measurement requires that the shift of thermoelectric voltage be within acceptable limits during the measurements of U_{2+} and U_{2-}. Thus, the following condition shall be met for a valid measurement:

$$\frac{|\Delta_+ - \Delta_-|}{\overline{U}_2} < 3\,\% \tag{6}$$

where Δ_+ and Δ_- are defined as $\Delta_+ = U_{20+} - U_{0+}$ and $\Delta_- = U_{20-} - U_{0-}$. If the R_2^* measurement does not meet the validity requirements in 7.2.2, specifically either in Formula (4) or (6), then improvement steps either in hardware or experimental operation shall be taken to meet these requirements before results are reported.

Formula (7) shall be used to calculate the measured resistance (R_2^*) just above the superconducting transition.

$$R_2^* = \frac{\overline{U}_2}{I_2} \tag{7}$$

7.2.3 Optional acquisition methods

The method described in the body of this part of IEC 61788 is the “reference” method and optional acquisition methods are outlined in A.3.

7.3 Correction on measured R_2^* of Nb-Ti composite superconductor for bending strain

If there is no pure Cu component in the superconductor, then R_2 shall be set equal to R_2^*.

For a specimen with a pure Cu component, the bending strain shall be defined by $\varepsilon_b = 100 \times (h/r)$ (%), where h is a half of the specimen thickness and r is the bending radius. If the bending strain is less than 0,3 %, then no correction is necessary, and R_2 shall be set equal to R_2^*.

If neither of the above two situations applies, then the resistance R_2 just above the superconducting transition under the strain-free condition shall be estimated by

$$R_2 = R_2^* - \Delta\rho \times \frac{L}{S_{Cu}} \tag{8}$$

where $\Delta\rho$ is defined below and S_{Cu} and L are defined in 8.4. The increase in the resistivity of pure copper at 4,2 K due to tensile strain, ε (%), is expressed by

$$\Delta\rho\ (\Omega\text{m}) = 6{,}24 \times 10^{-12}\varepsilon - 5{,}11 \times 10^{-14}\varepsilon^2;\ \varepsilon \leq 2\ \% \tag{9}$$

The calculation of Formula (9) shall be carried out assuming that the equivalent tensile strain ε is $(1/2)\varepsilon_b$ and $(4/3\ \pi)\varepsilon_b$ for rectangular and round wires, respectively. The bending strain dependency of residual resistance ratio for pure copper is described in A.4.

7.4 Residual resistance ratio (RRR)

The RRR value shall be calculated using Formula (1).

8 Uncertainty and stability of the test method

8.1 Temperature

The room temperature shall be determined with a standard uncertainty not exceeding 0,6 K, while holding the specimen, which is mounted on the measurement mandrel or on the measurement base plate, at room temperature.

8.2 Voltage measurement

For the resistance measurement, the voltage signal shall be measured with a relative standard uncertainty not exceeding 0,3 %.

8.3 Current

When the current is directly applied to the specimen with a programmable DC current source, the specimen test current shall be determined with a relative standard uncertainty not exceeding 0,3 %.

When the specimen test current is determined from a voltage-current characteristic of a standard resistor by the four-terminal technique, the standard resistor, with a relative combined standard uncertainty not exceeding 0,3 %, shall be used.

The fluctuation of DC specimen test current, provided by a DC power supply, shall be less than 0,5 % during every resistance measurement.

8.4 Dimension

The distance along the specimen between the two voltage taps (L) shall be determined with a relative combined standard uncertainty not exceeding 5 %.

For correction of the bending strain effect in the case of the wire with pure Cu matrix, the cross-sectional area of Cu matrix (S_{Cu}) shall be determined using a nominal value of copper to non-copper ratio and nominal dimensions of the specimen. The wire diameter (d) and mandrel radius (R_{d}) shall be determined with relative standard uncertainty not exceeding 1 % and 3 %, respectively.

9 Test report

9.1 RRR value

The obtained RRR value (r_{RRR}) shall be reported as

$$r_{\mathrm{RRR}}(1 \pm U_{\mathrm{re}}) \quad (n = \cdots), \tag{10}$$

where

U_{re} is the expanded relative uncertainty:

$$U_{\mathrm{re}} = 2u_{\mathrm{r}} \ (k = 2)$$

where

u_{r} denotes the relative combined standard uncertainty,

k is a coverage factor, and

n is the sampling number.

It is desired that n be larger than 4 so that the normal distribution can be assumed for observed results to estimate the standard deviation. If n is not sufficiently large, a rectangular distribution shall be assumed.

9.2 Specimen

The test report for the result of the measurements shall also include the following items, if known:

a) Manufacturer;

b) Classification and/or symbol;

c) Shape and area of the cross-section;

d) Dimensions of the cross-sectional area;

e) Number of filaments or subelements;

f) Diameter of the filaments or subelements;

g) Cu to Nb-Ti volume ratio, Cu-Ni to Nb-Ti volume ratio, or Cu, Cu-Ni to Nb-Ti volume ratio, or Al, Cu to Nb-Ti volume ratio or volume ratio among Cu-Ni, Cu, and Nb-Ti or among Al, Cu, and Nb-Ti for Nb-Ti specimen;

h) Cu to non-Cu volume ratio for Nb_3Sn specimen;

i) Cross-sectional area of the Cu matrix (S_{Cu}).

9.3 Test conditions

9.3.1 Measurements of R_1 and R_2

The following test conditions shall be reported for the measurements of R_1 and R_2:

a) Total length of the specimen;

b) Distance between the voltage measurement taps (L);

c) Length of each current contact;

d) Transport currents (I_1 and I_2);

e) Current densities (I_1 and I_2 divided by the nominal total wire cross-sectional area);

f) Voltages (U_1, U_{0+}, U_{0rev}, U_{2+}^{*}, U_{20+}, U_{0-}, U_{2-}^{*}, U_{20-} and $\bar{U}_2$);

g) Resistances (R_m, R_1, R_2^{*} and R_2);

h) Resistivities ($\rho_1 = (R_1 \times S_{Cu})/L$ and $\rho_2 = (R_2 \times S_{Cu})/L$);

i) Material, shape, and dimensions of the mandrel or the base plate;

j) Installation method of the specimen in the mandrel or the base plate;

k) Insulating material of the mandrel or the base plate.

9.3.2 Measurement of R_1

The following test conditions shall be reported for the measurement of R_1:

a) Temperature setting and holding method of the specimen;

b) T_m: Temperature for measurement of R_m.

9.3.3 Measurement of R_2

The following test conditions shall be reported for the measurement of R_2:

a) Rate of increasing temperature;

b) Method of cooling down and heating up.

Additional information relating to the measurement of RRR is given in Annex A. Annex B describes definitions and an example of uncertainty in measurement. Uncertainty evaluation in the reference test method of RRR for composite superconductors is given in Annex C.

Annex A
(informative)

Additional information relating to the measurement of RRR

A.1 Recommendation on specimen mounting orientation

When a specimen is in the form of straight wire, horizontal mounting of the wire on the base plate is recommended since this mounting orientation can reduce possible thermal gradient along the wire compared to the vertical mounting orientation. Here the horizontal mounting orientation means that the wire axis is parallel to the surface of liquid helium.

A.2 Alternative methods for increasing temperature of specimen above superconducting transition temperature

The following methods are also recommended for increasing temperature above the superconducting transition of the specimen. The rate of increasing temperature of the whole specimen within a range between 0,1 K/min and 10 K/min should be applied for these methods. In order to dampen the rate of increasing temperature and to avoid a large temperature gradient, special care should be taken in selecting heater power, heat capacity (the specimen with the measurement mandrel or the measurement base plate) and the distance between the heater and the specimen.

a) Heater method

The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater installed in the measurement mandrel or in the measurement base plate after taking the specimen out of the liquid helium bath in the cryostat.

b) Adiabatic methods

1) Adiabatic method

In this method, the cryostat holds a chamber in which the specimen, a sample holder, a heater and so on are contained. Before the chamber is immersed in the liquid helium bath, air inside the chamber is pumped out and helium gas is filled. Then, the chamber is immersed in the liquid helium bath and the specimen is cooled to a temperature of 5 K or lower. After the helium gas is pumped out, the specimen can be heated above the superconducting transition by the heater under adiabatic condition.

2) Quasi-adiabatic method

In this method, the cryostat holds the specimen a certain distance above the liquid helium bath for the entire cryogenic measurement. A thermal anchor from the measurement mandrel or the measurement base plate to the liquid helium bath allows the specimen to be cooled to a temperature of 5 K or lower. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater located in the measurement mandrel or the measurement base plate under quasi-adiabatic condition.

c) Refrigerator method

In this method, an electromechanical apparatus (a refrigerator) is used to cool the specimen, which is mounted on a measurement mandrel or a measurement base plate, to a temperature of 6 K or lower. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater or by controlling the refrigerator power.

A.3 Alternative measurement methods of R_2 or R_2^*

The following methods can optionally be used for acquisition of R_2 or R_2^*.

a) Modified reference method

This is a simplified method with acquisition of only one voltage-temperature curve and is used only for Nb-Ti composite superconductors. The voltage of the specimen is measured in the superconducting state under a desired direction of current (I_2) and then with current in the opposite direction. These values are U_{0+} and $U_{0\text{rev}}$ as shown in Figure A.1. The current is then changed back to the initial direction. After the transition to the normal state, the voltage is measured as U'_{2+} in a plateau region of the curve within about 4 K above the transition. Then the voltage is read under a zero current (U_{20}). The current direction is then reversed and the voltage is measured again (U'_{2-}). The cryogenic resistance is obtained from

$$R_2^* = \frac{\overline{U}_2}{I_2} \tag{A.1}$$

with

$$\overline{U}_2 = \frac{\left| U'_{2+} - U'_{2-} \right|}{2} \tag{A.2}$$

This approximately compensates for the effect of thermoelectric voltage. The following conditions should be fulfilled to ensure that the influence of the interfering voltage and the thermoelectric voltage shift on R_2^* measurement is not appreciably large:

$$\frac{\left| U_{0+} - U_{0\text{rev}} \right|}{\overline{U}_2} < 1\ \% \tag{A.3}$$

$$\frac{\Delta_{2+} - \Delta_{2-}}{\overline{U}_2} < 3\ \% \tag{A.4}$$

where Δ_{2+} and Δ_{2-} are defined by $\Delta_{2+} = \left| U'_{2+} - U_{20} \right|$ and $\Delta_{2-} = \left| U'_{2-} - U_{20} \right|$, respectively.

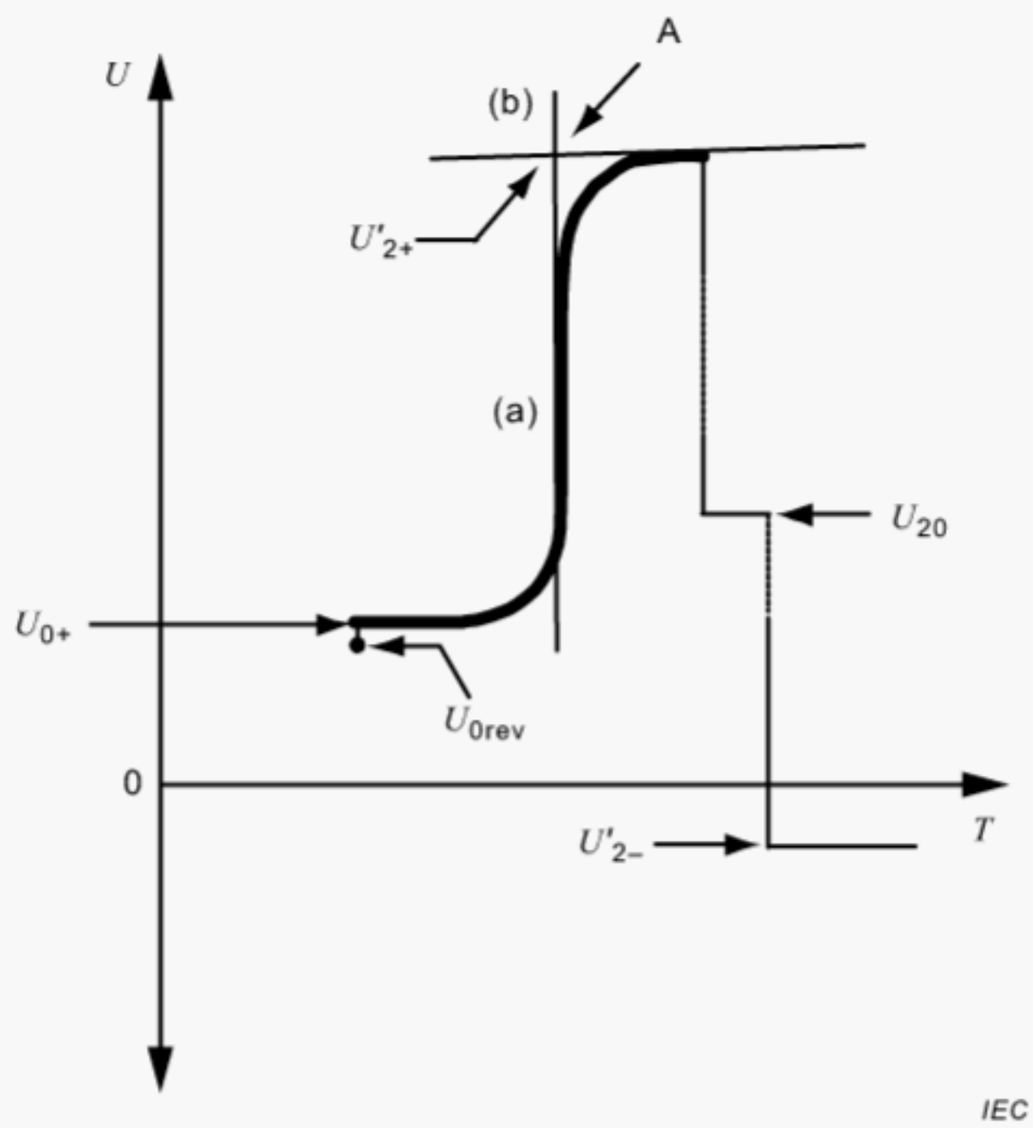


Figure A.1 – Definition of voltages

b) Fixed temperature method

In this method R_2 or R_2^* is directly determined at a fixed temperature in a plateau region within about 4 K above the transition for Nb-Ti composite superconductors, and R_2 is directly determined at 20 K for Nb_3Sn composite superconductors, instead of using the method described in 7.2. In this case it is desirable to check that the whole specimen is at a uniform and fixed temperature. In the measurement of Nb_3Sn composite superconductor the fixed temperature of 20 K should be determined with a combined standard uncertainty not exceeding 0,6 K. The fixed temperature and the combined standard uncertainty should be noted in the test report. Also the U_{0+} and U_{0-}, which are defined in 7.2.2, should be recorded as the zero voltage level in the fixed method. In order to eliminate the influence of thermoelectric voltage, two voltage signals of the specimen, say U_{2+} and U_{2-}, should be acquired nearly simultaneously by reversal of the test current. For the fixed method the effect of thermoelectric voltage on determination of cryogenic resistance can be eliminated.

c) Computer-based method

A computer can be used to control the current direction and warming of the specimen and to measure the voltage-temperature curve. Changes in current direction by periodic current reversals or periodic current on and off cycles are used to correct for offset voltages in order that the measurements can be made during one cycle of changing the specimen temperature. The effect of thermoelectric voltage should also be checked.

d) Other simplified methods with periodic checks

Simplified methods without temperature measurement might also be accepted, if an operator with sufficient experience performs the measurement using a given apparatus and if the following condition is satisfied. If a simplified laboratory practice can be shown, through periodic checks, to achieve the same result as the method in this part of IEC 61788, within its stated uncertainty, then the simplified practice may be used in place of this reference method. These periodic checks could be accomplished by doing one of the following:

1) an interlaboratory comparison where one laboratory uses the reference method and another laboratory uses their simplified method;

2) a single laboratory comparison where one laboratory "checks" their simplified method against the reference method;

3) periodic measurement of a small set of reference samples with well-known RRR values using the simplified method;
4) regular/frequent measurements with multiple specimens, one of which is a reference sample that would not be mounted/dismounted and would be measured every time as a calibrator.

A.4 Bending strain dependency of RRR for Nb-Ti composite superconductor

In general, the resistivity (ρ) of a pure metal such as copper at a very-low temperature increases as its applied strain increases. In general, a lower ρ wire has a larger percentage change in ρ than a higher ρ wire. There is almost no effect of strain on the room temperature resistivity of a metal. This means that the change in r_{RRR} with strain is more significant for a material whose r_{RRR} is high. According to the result of the intercomparison tests [1][1], the dependency on bending strain was low for a specimen of low r_{RRR}. Bending strain is applied when the specimen is mounted on the measurement mandrel. Since the bending strain is inversely proportional to a radius of bent curvature, the smaller the diameter of the measurement mandrel the larger is the bending strain being applied to the specimen.

The increase in resistivity, $\Delta\rho$, at 4 K as a function of cold working ratio, r_{CW} [%], for pure copper is shown in Chapter 8 of reference [2]. Since the value of r_{CW} is approximately equal to the value of tensile strain, ε, when ε is small, the result is expressed as in Formula (9). The dependency of the copper resistivity increase on bending strain can be obtained by replacing the bending strain by an equivalent tensile strain.

Figure A.2 shows the relationship between r_{RRR} and bending strain for Nb-Ti composite superconductors with pure Cu matrix, obtained from the measured values of the intercomparison test performed in 1993 and 1994. The lines in the figure are the relationships calculated according to Formula (9) for each specimen. The measured values basically agree with the calculated values, and high r_{RRR} materials are sensitive to bending strain. Using Formula (9), Figure A.3 shows the dependency of round Cu wires where r_{RRR} with zero strain ($r_{RRR}(0)$) varies from 50 to 350. Figure A.4 shows bending strain dependency of r_{RRR} normalized by the value at zero strain. A similar dependency of rectangular Cu wires is shown in Figures A.5 and A.6. For copper with r_{RRR} of 350, which is the highest limit of r_{RRR} in this part of IEC 61788, the r_{RRR} decreases by about 10 % for a bending strain of 2 %, with respect to the zero strain value.

[1] Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

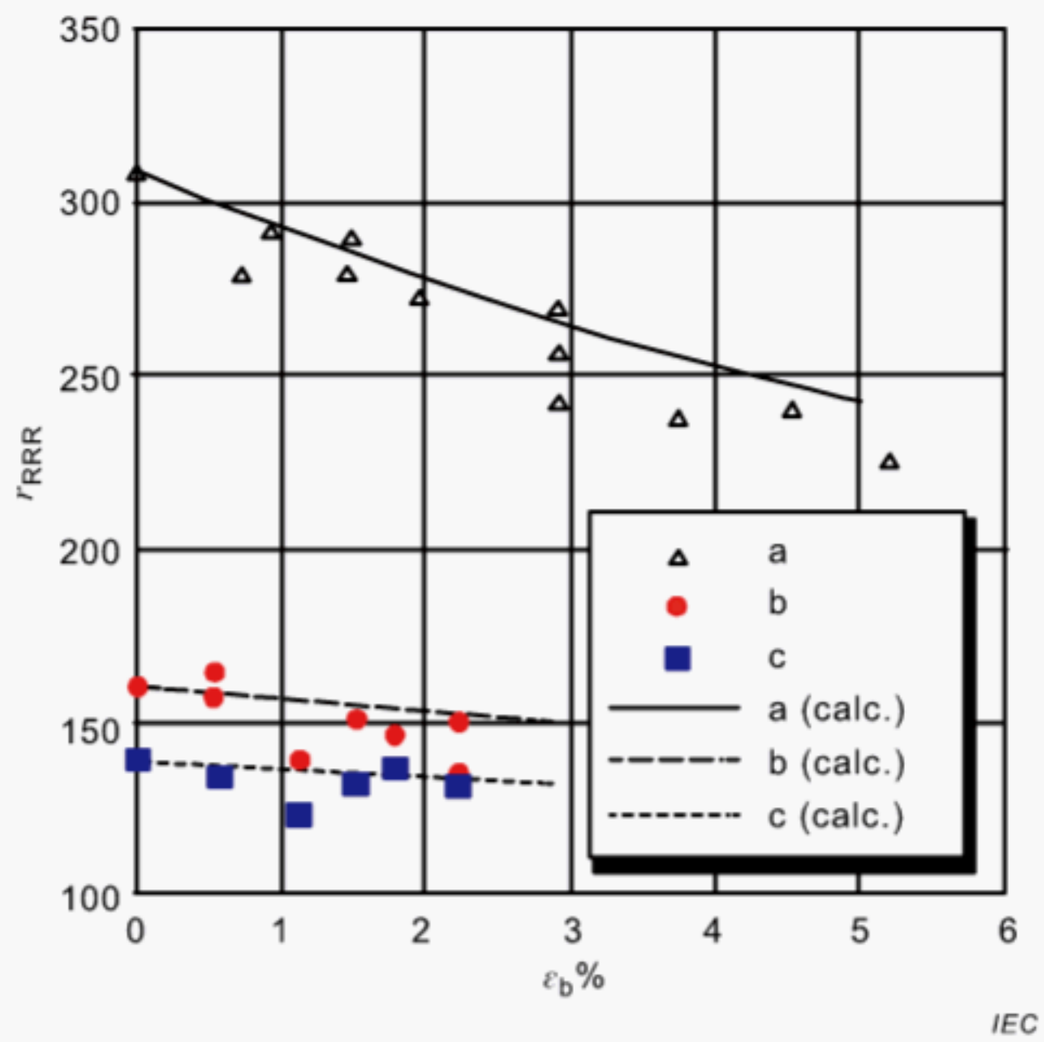


Figure A.2 – Bending strain dependency of RRR value for pure Cu matrix of Nb-Ti composite superconductors (comparison between measured values and calculated values)

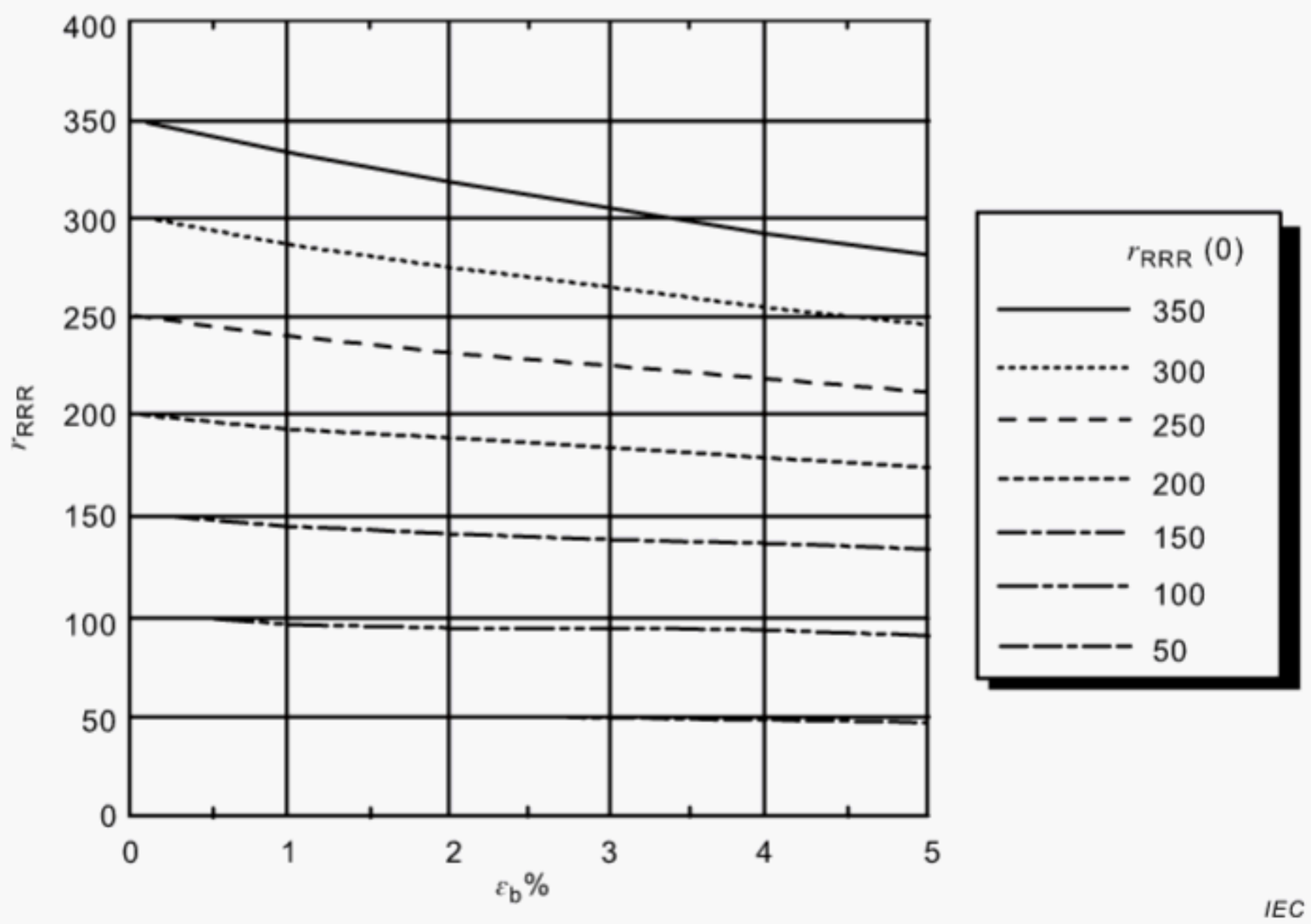


Figure A.3 – Bending strain dependency of RRR value for round Cu wires

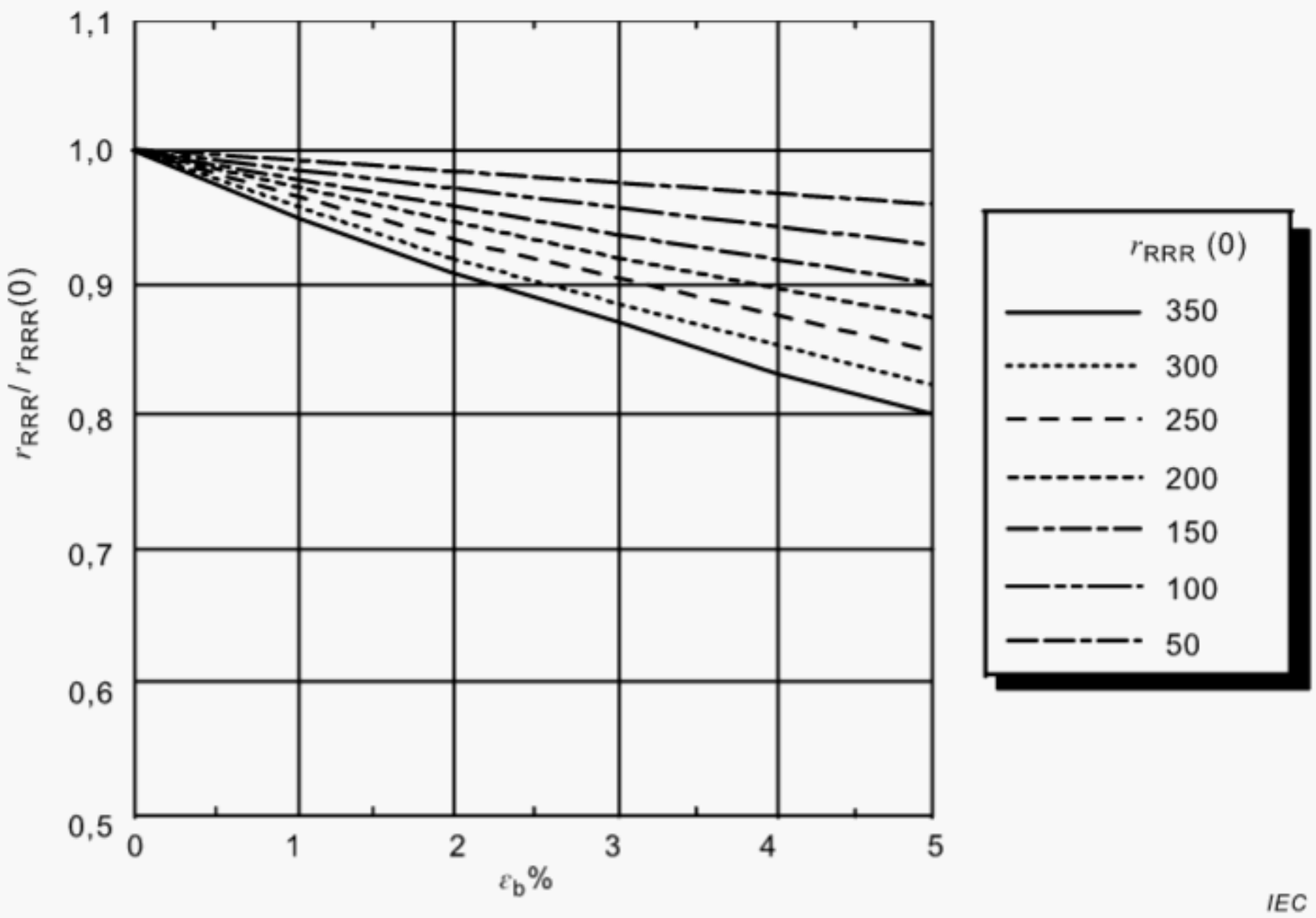


Figure A.4 – Bending strain dependency of normalized RRR value for round Cu wires

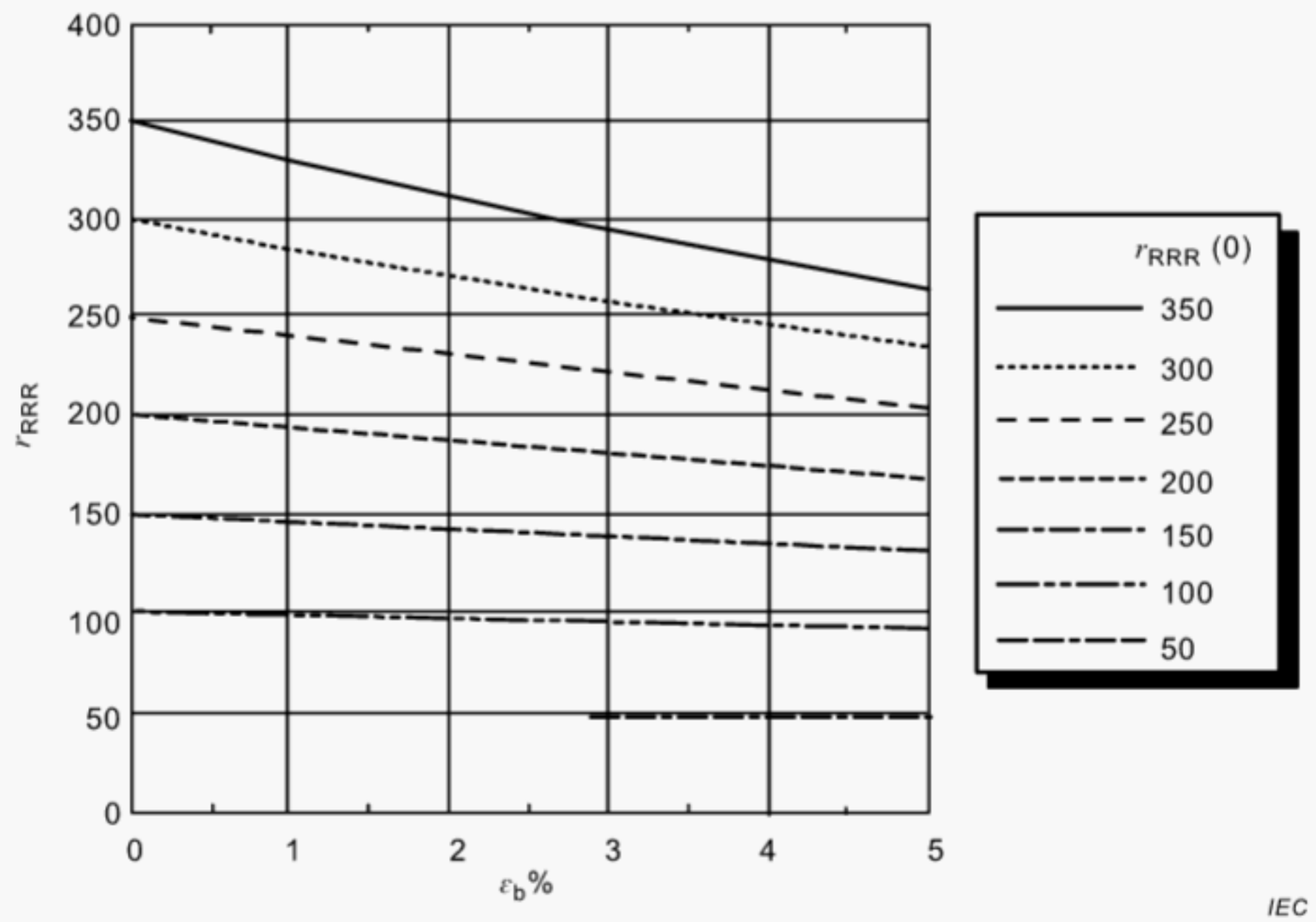


Figure A.5 – Bending strain dependency of RRR value for rectangular Cu wires

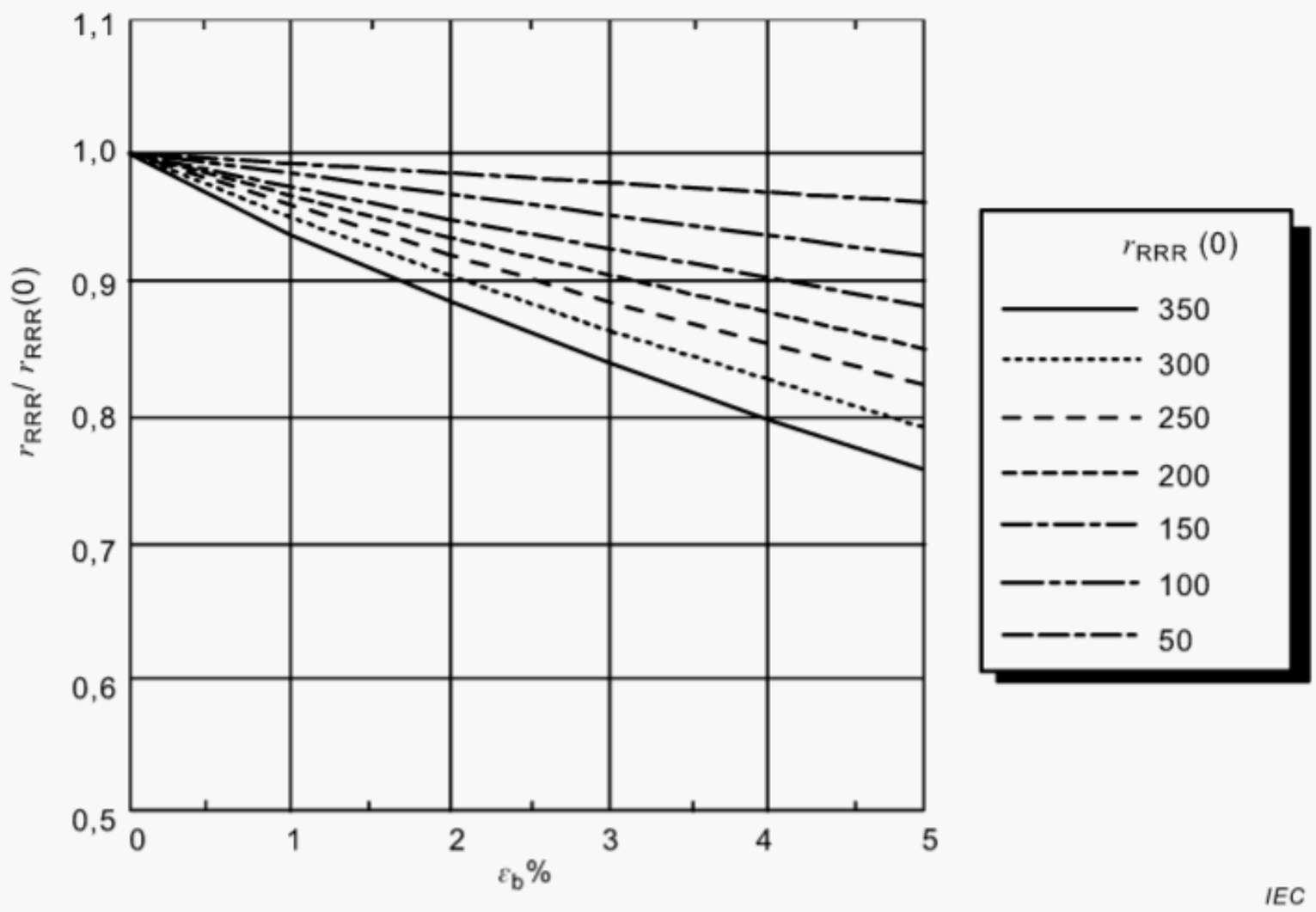


Figure A.6 – Bending strain dependency of normalized RRR value for rectangular Cu wires

To evaluate a high-r_{RRR} material, it is therefore desirable to use a straight base plate or a mandrel with a large coil diameter so that the evaluation can be performed with the least possible bending strain being applied. In addition to this, special care should be taken with the specimen so that there is no significant strain applied to it during handling.

The minimum diameters, d_{min}, of the measurement mandrel for round and rectangular wires are listed in Table A.1 and Table A.2, respectively.

Table A.1 – Minimum diameter of the measurement mandrel for round wires

Wire diameter d [mm]	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50
Minimum diameter d_{min} [mm]	10,6	15,9	21,2	26,5	31,8

Table A.2 – Minimum diameter of the measurement mandrel for rectangular wires

Thickness t [mm]	0,25	0,50	0,75	1,00
Minimum diameter d_{min} [mm]	6,3	12,5	18,8	25,0

A.5 Procedure of correction of bending strain effect

Clause A.5 describes the procedure of correction of bending strain effect on the resistance at low temperature given in 7.3. For a specimen of thickness $2h$ mounted on a mandrel of radius R_d, the bending strain is given by

$$\varepsilon_b = 100 \times (h/R_d)\ \%. \tag{A.5}$$

Then, the equivalent tensile strain is

$$\varepsilon = (1/2)\varepsilon_b \tag{A.6}$$

for a rectangular wire and

$$\varepsilon = [4/(3\pi)]\varepsilon_b \tag{A.7}$$

for a round wire. The increase in the resistivity of pure copper at 4,2 K is calculated by substituting this ε value into Formula (9). Then, the corrected resistance at low temperature is calculated using Formula (8).

Annex B
(informative)

Uncertainty considerations

B.1 Overview

In 1995, a number of international standards organizations, including IEC, decided to unify the use of statistical terms in their standards. It was decided to use the word “uncertainty” for all quantitative (associated with a number) statistical expressions and eliminate the quantitative use of “precision” and “accuracy”. The words “accuracy” and “precision” could still be used qualitatively. The terminology and methods of uncertainty evaluation are standardized in ISO/IEC Guide 98-3:2008 [3].

It was left to each Technical Committee to decide if they were going to change existing and future standards to be consistent with the new unified approach. Such change is not easy and creates additional confusion, especially for those who are not familiar with statistics and the term uncertainty. At the June 2006 TC 90 meeting in Kyoto, it was decided to implement these changes in future standards.

Converting “accuracy” and “precision” numbers to the equivalent “uncertainty” numbers requires knowledge about the origins of the numbers. The coverage factor of the original number may have been 1, 2, 3, or some other number. A manufacturer’s specification that can sometimes be described by a rectangular distribution will lead to a conversion number of $1/\sqrt{3}$. The appropriate coverage factor was used when converting the original number to the equivalent standard uncertainty. The conversion process is not something that the user of the standard needs to address for compliance to TC 90 standards, it is only explained here to inform the user about how the numbers were changed in this process. The process of converting to uncertainty terminology does not alter the user’s need to evaluate their measurement uncertainty to determine if the criteria of the standard are met.

The procedures outlined in TC 90 measurement standards were designed to limit the uncertainty of any quantity that could influence the measurement, based on TC 90 experts’ engineering judgment and propagation of error analysis. Where possible, the standards have simple limits for the influence of some quantities so that the user is not required to evaluate the uncertainty of such quantities. The overall uncertainty of a standard was then confirmed by an interlaboratory comparison.

B.2 Definitions

Statistical definitions can be found in three sources: ISO/IEC Guide 98-3:2008, ISO/IEC Guide 99:2007 [4], and the NIST Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results (NIST) [5]. Not all statistical terms used in this part of IEC 61788 are explicitly defined in ISO/IEC Guide 98-3:2008. For example, the terms “relative standard uncertainty” and “relative combined standard uncertainty” are used in ISO/IEC Guide 98-3:2008 (5.1.6, Annex J), but they are not formally defined in ISO/IEC Guide 98-3:2008 (see [5]).

B.3 Consideration of the uncertainty concept

Statistical evaluations in the past frequently used the coefficient of variation (COV), which is the ratio of the standard deviation and the mean (N.B. the COV is often called the relative standard deviation). Such evaluations have been used to assess the precision of the measurements and give the closeness of repeated tests. The standard uncertainty (SU) depends more on the number of repeated tests and less on the mean than the COV and

therefore in some cases gives a more realistic picture of the data scatter and test judgment. The example in Table B.1 shows a set of electronic drift and creep voltage measurements from two nominally identical extensometers using the same signal conditioner and data acquisition system. The $n = 10$ data pairs are taken randomly from the spreadsheet of 32 000 cells. Here, extensometer number one (E_1) is at zero offset position whilst extensometer number two (E_2) is deflected to 1 mm. The output signals are in volts. Tables B.2, B.3, B.4 and B.5 are the mean values, experimental standard deviations, standard uncertainties and COV values of two output signals, respectively.

Table B.1 – Output signals from two nominally identical extensometers

Output signal [V]	
E_1	E_2
0,001 220 70	2,334 594 73
0,000 610 35	2,334 289 55
0,001 525 88	2,334 289 55
0,001 220 70	2,334 594 73
0,001 525 88	2,334 594 73
0,001 220 70	2,333 984 38
0,001 525 88	2,334 289 55
0,000 915 53	2,334 289 55
0,000 915 53	2,334 594 73
0,001 220 70	2,334 594 73

Table B.2 – Mean values of two output signals

Mean ($\overline{X}$) [V]	
E_1	E_2
0,001 190 19	2,334 411 62

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \quad \text{[V]} \tag{B.1}$$

Table B.3 – Experimental standard deviations of two output signals

Experimental standard deviation (σ) [V]	
E_1	E_2
0,000 303 48	0,000 213 381

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{n} \left(X_i - \overline{X} \right)^2} \quad \text{[V]} \tag{B.2}$$

Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals

Standard uncertainty (u) [V]	
E_1	E_2
0,000 095 97	0,000 067 48

$$u = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \text{ [V]} \tag{B.3}$$

Table B.5 – COV values of two output signals

COV value [%]	
E_1	E_2
25,498 2	0,009 1

$$X_{\text{COV}} = \frac{\sigma}{\overline{X}} \tag{B.4}$$

The standard uncertainty is very similar for the two extensometer deflections. In contrast, the COV value (X_{COV}) is nearly a factor of 2 800 different between the two data sets. This shows the advantage of using the standard uncertainty, which is independent of the mean value.

B.4 Uncertainty evaluation example for TC 90 standards

The observed value of a measurement does not usually coincide with the true value of the measurand. The observed value may be considered as an estimate of the true value. The uncertainty is part of the "measurement error" which is an intrinsic part of any measurement. The magnitude of the uncertainty is both a measure of the metrological quality of the measurements and improves the knowledge about the measurement procedure. The result of any physical measurement consists of two parts: an estimate of the true value of the measurand and the uncertainty of this “best” estimate. ISO/IEC Guide 98-3:2008, within this context, is a guide for a transparent, standardized documentation of the measurement procedure. One can attempt to measure the true value by measuring “the best estimate” and using uncertainty evaluations which can be considered as two types: Type A uncertainties (repeated measurements in the laboratory in general expressed in the form of Gaussian distributions) and Type B uncertainties (previous experiments, literature data, manufacturer’s information, etc. often provided in the form of rectangular distributions).

The calculation of uncertainty using the ISO/IEC Guide 98-3:2008 procedure is illustrated in the following example:

a) The user derives in the first step a mathematical measurement model in the form of identified measurand as a function of all input quantities. A simple example of such model is given for the uncertainty of a force, F_{LC} measurement using a load cell:

$$F_{\text{LC}} = F_{\text{m}} + d_{\text{W}} + d_{\text{R}} + d_{\text{Re}},$$

where F_{m}, d_{W}, d_{R}, and d_{Re} represent the force expected due to an applied standard mass, the manufacturer’s data, repeated checks of standard mass/day and the reproducibility of checks on different days, respectively.

Here the input quantities are: the measured force of standard mass using different balances (Type A), manufacturer's data deviation (Type B), repeated test results using the digital electronic system (Type B), and reproducibility of the final values measured on different days (Type B).

b) The user should identify the type of distribution for each input quantity (e.g. Gaussian distributions for Type A measurements and rectangular distributions for Type B measurements).

c) Evaluate the standard uncertainty of the Type A measurements:

$$u_{\mathrm{A}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

where σ is the experimental standard deviation and n is the total number of measured data points.

d) Evaluate the standard uncertainties of the Type B measurements:

$$u_{\mathrm{B}} = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot d_{\mathrm{W}}{}^{2} + \ \ldots\ldots}$$

where d_{W} is the range of rectangular distributed values.

e) Calculate the combined standard uncertainty for the measurand by combining all the standard uncertainties using the expression

$$u_{\mathrm{C}} = \sqrt{u_{\mathrm{A}}{}^{2} + u_{\mathrm{B}}{}^{2}}$$

In this case, it has been assumed that there is no correlation between input quantities. If the model equation has terms with products or quotients, the combined standard uncertainty is evaluated using partial derivatives and the relationship becomes more complex due to the sensitivity coefficients [6], [7].

f) Optional – the combined standard uncertainty of the estimate of the referred measurand can be multiplied by a coverage factor (e.g. 1 for 68 % or 2 for 95 % or 3 for 99 %) to increase the probability that the measurand can be expected to lie within the interval.

g) Report the result as the estimate of the measurand ± the expanded uncertainty, together with the unit of measurement, and, at a minimum, state the coverage factor used to compute the expanded uncertainty and the estimated coverage probability.

To facilitate the computation and standardize the procedure, use of appropriate certified commercial software is a straightforward method that reduces the amount of routine work [8], [9] [2]. In particular, the indicated partial derivatives can be easily obtained when such a software tool is used. Further references for the guidelines of measurement uncertainties are given in [5], [10], and [11].

---

2 References [8] and [9] give example(s) of suitable products available commercially. This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by IEC of these products.

Annex C
(informative)

Uncertainty evaluation in test method of RRR for Nb-Ti and Nb_3Sn composite superconductors

C.1 Evaluation of uncertainty

Uncertainty in the residual resistance ratio is composed of the standard uncertainty in the room temperature resistance (u_{R1}) and that in the cryogenic resistance (u_{R2}). In the following the coverage factor k is assumed to be 1 for simplicity.

The residual resistance ratio of the superconducting wire is given by $r_{\mathrm{RRR}} = R_1/R_2$. If the deviations of R_1 and R_2 from their statistical averages are ΔR_1 and ΔR_2, the deviation of the residual resistance ratio, Δr_{RRR}, is

$$\frac{\Delta r_{\mathrm{RRR}}}{r_{\mathrm{RRR}}} = \frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2}. \tag{C.1}$$

Hence, the relative standard uncertainty of r_{RRR} is

$$u_r = \left[\left(\frac{u_{R1}}{R_1}\right)^2 + \left(\frac{u_{R2}}{R_2}\right)^2\right]^{1/2}. \tag{C.2}$$

Since the room temperature resistance is given by

$$R_1 = \frac{U_1}{\left[1 + 0{,}00393\left(T_{\mathrm{m}} - 293\right)\right] I_1}\left[\Omega\right], \tag{C.3}$$

the deviation of R_1 is

$$\begin{aligned}\Delta R_1 &= \frac{\partial R_1}{\partial U_1}\Delta U_1 + \frac{\partial R_1}{\partial T_{\mathrm{m}}}\Delta T_{\mathrm{m}} + \frac{\partial R_1}{\partial I_1}\Delta I_1 \\ &= \frac{1}{1 + 0{,}00393\left(T_{\mathrm{m}} - 293\right)}\left(\frac{\Delta U_1}{I_1} - 0{,}00393 R_1 \Delta T_{\mathrm{m}} - \frac{U_1}{I_1^2}\Delta I_1\right) \\ &\cong \frac{\Delta U_1}{I_1} - 0{,}00393 R_1 \Delta T_{\mathrm{m}} - \frac{U_1}{I_1^2}\Delta I_1\left[\Omega\right],\end{aligned} \tag{C.4}$$

where ΔU_1, ΔT_{m} and ΔI_1 are the deviations of the voltage, temperature and applied current, respectively. The approximation in Formula (C.4) is based on the fact that the effect of difference of temperature from 293 K (20 °C) on sensitivity coefficients is small. Its effect on the final target uncertainty is 0,2 % at most (for measurement at 273 K (0 °C)). The corresponding deviation of the room temperature can be divided as

$$\Delta T_{\mathrm{m}} = \Delta T_{\mathrm{m1}} + \Delta T_{\mathrm{m2}} \qquad [\mathrm{K}] \tag{C.5}$$

where ΔT_{m1} is a difference between the measured room temperature and the specimen temperature, and ΔT_{m2} is the deviation caused by the bolometer. Thus, the standard uncertainty in the room temperature resistance is given by

$$u_{R1} = \left[\left(\frac{u_{U1}}{I_1} \right)^2 + u_{RTm1}^2 + (0{,}00393 R_1)^2 u_{Tm2}^2 + \left(\frac{U_1}{I_1^2} \right)^2 u_{I1}{}^2 \right]^{1/2} \quad [\Omega], \tag{C.6}$$

where

u_{U1} [V] is the type B uncertainty in the room temperature voltage ($u_{U1}/U_1 = 0{,}005/\sqrt{3}$),

u_{I1} [A] is the type B uncertainty in the room temperature current ($u_{I1}/I_1 = 0{,}005/\sqrt{3}$),

u_{Tm2} [K] is the type B uncertainty in the room temperature measurement using a bolometer ($u_{Tm2} = 1/\sqrt{3}$ [K]).

The u_{RTm1} [Ω] is the type B uncertainty in R_1 due to the difference of the room temperature from the specimen temperature and is formally expressed as $u_{RTm1} = -0{,}00393 I_1 u_{Tm1}$. However, u_{Tm1} is not obtained from a mathematical model but u_{Tm1} is directly estimated as ±17 % of R_1 from the results of round robin testing on RRR of Nb-Ti [12]. Assuming a similar situation, it can also be assumed as $u_{RTm1}/R_1 = 0{,}017/\sqrt{3}$.

In the cryogenic resistance measurement, the specimen voltage is measured twice with a change in the current direction. It should be noted that the voltage at the transition is determined by drawing two straight lines and an appreciable uncertainty may appear in these analyses. This uncertainty is denoted by b. Then, the standard uncertainty in the cryogenic temperature resistance is similarly given by

$$u_{R2} = \left[2\left(\frac{u_{U2}}{I_2} \right)^2 + 2b^2 + \left(\frac{U_2}{I_2^2} \right)^2 u_{I2}{}^2 \right]^{1/2} \quad [\Omega] \tag{C.7}$$

where u_{U2} [V] is the type B uncertainty due to the voltmeter, and u_{I2} [A] is the type B uncertainty in the current. In the above, $u_{U2}/U_2 = 0{,}005/\sqrt{3}$ and $u_{I2}/I_2 = 0{,}005/\sqrt{3}$. The first and second terms are doubled because the measurements are done twice. Hence, when the sample is measured in a bending-free condition, the relative combined standard uncertainty is given by

$$u_r = \left[1{,}43 \times 10^{-4} + 2\left(\frac{b}{R_2} \right)^2 \right]^{1/2}. \tag{C.8}$$

When the sample current is measured using a voltmeter and a standard resistor, the uncertainties of the voltage and resistance affect the uncertainty of measurement. If the value of the voltage and its standard uncertainty are U and u_U, and if the value of the resistance and its standard uncertainty are R and u_R, $(U_1/I_1{}^2)^2 u_{I1}{}^2$ in Formula (C.6) and $(U_2/I_2{}^2)^2 u_{I2}{}^2$ in Formula (C.7) are respectively replaced by

$$\left(\frac{U_1}{I_1} \right)^2 \left(\frac{u_U^2}{U^2} + \frac{u_R^2}{R^2} \right), \quad \left(\frac{U_2}{I_2} \right)^2 \left(\frac{u_U^2}{U^2} + \frac{u_R^2}{R^2} \right) \tag{C.9}$$

When the cryogenic resistance is measured in a bent condition, the result needs to be compensated for the strain effect using the given equation with the distance between the two voltage taps (L), the diameter (d), copper ratio (r_{Cu}) and the radius of a mandrel (R_{d}) used for the measurement. We assume that a round wire of diameter d is wound on a measurement mandrel of radius R_{d}. With the aid of Formulae (8) and (9) the value of the compensated cryogenic resistance is given by

$$\begin{aligned} R_2 &= R_2^* - 6{,}24\times10^{-12}\,\frac{8}{3\pi^2}\,\frac{L}{d r_{\mathrm{Cu}} R_{\mathrm{d}}} \\ &= R_2^* - 1{,}69\times10^{-12}\,\frac{L}{d r_{\mathrm{Cu}} R_{\mathrm{d}}} \qquad [\Omega] \end{aligned} \tag{C.10}$$

where we have used ε = (4/3 π)(d/2R_{d}) and $S_{\mathrm{Cu}} = \pi(d/2)^2 r_{\mathrm{Cu}}$, and the small second term in Formula (9) was neglected. The quantity r_{Cu} is a ratio that copper occupies in a cross-sectional area of the wire and can be given by $r_{\mathrm{Cu}} = c/(1 + c)$ using the copper ratio, c. If the second term in Formula (C.10) is denoted by δR_2, the contribution to the combined standard uncertainty of u_{R2} from the uncertainties of L, d, r_{Cu} and R_{d} is estimated as

$$u_{R2}^* = |\delta R_2| \left[\left(\frac{u_L}{L}\right)^2 + \left(\frac{u_d}{d}\right)^2 + \left(\frac{u_{r\mathrm{Cu}}}{r_{\mathrm{Cu}}}\right)^2 + \left(\frac{u_{R\mathrm{d}}}{R_{\mathrm{d}}}\right)^2 \right]^{1/2} \qquad [\Omega] \tag{C.11}$$

where u_L [m], u_d [m], $u_{r\mathrm{Cu}}$ and $u_{R\mathrm{d}}$ [m] are the type B standard uncertainties of distance between voltage taps, diameter, copper ratio and radius of mandrel, respectively. L is required to be measured within the uncertainty $u_L/L = 0{,}05/\sqrt{3}$. It is assumed that the uncertainty of d is $u_d/d = 0{,}02/\sqrt{3}$. The relative uncertainties of r_{Cu} and R_{d} are required to be smaller than $0{,}05/\sqrt{3}$. The maximum compensation is about $\delta R_2/R_2 = 0{,}10$ when the bending strain is 2 % for r_{RRR} = 350. Hence, the relative combined standard uncertainty of cryogenic resistance due to the bending strain correction is estimated at most to be

$$\frac{u_{R2}^*}{R_2} = 0{,}513\times10^{-2}. \tag{C.12}$$

From the above analysis the relative combined standard uncertainty in the residual resistance ratio is given by

$$u_{\mathrm{r}} = \frac{u}{(R_1/R_2)} = \left[\left(\frac{u_{RI}}{R_1}\right)^2 + \left(\frac{u_{R2}}{R_2}\right)^2 + \left(\frac{u_{R2}^*}{R_2}\right)^2 \right]^{1/2} = \left[1{,}69\times10^{-4} + 2\left(\frac{b}{R_2}\right)^2 \right]^{1/2}. \tag{C.13}$$

According to the round robin test shown in C.2, u_{r} was estimated as 2,44 × 10^{-2}. Thus, b/R_2 is estimated as

$$\frac{b}{R_2} = 1{,}46\times10^{-2}. \tag{C.14}$$

The type and target value of uncertainty of each measurement are listed in Table C.1.

Table C.1 – Uncertainty of each measurement

Uncertainty	Type	Value	Remarks
u_{U1}/U_1	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta U_1\rvert/U_1 < 0{,}005$
u_{I1}/I_1	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta I_1\rvert/I_1 < 0{,}005$
u_{Tm2}	B	$1/\sqrt{3}$ K	$\lvert\Delta T_m\rvert < 1$K
u_{U2}/U_2	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta U_2\rvert/U_2 < 0{,}005$
u_{I2}/I_2	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta I_2\rvert/I_2 < 0{,}005$
u_L/L	B	$0{,}05/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta L\rvert/L < 0{,}05$
u_d/d	B	$0{,}02/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta d\rvert/d < 0{,}02$
$u_{r\mathrm{Cu}}/r_{\mathrm{Cu}}$	B	$0{,}05/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta r_{\mathrm{Cu}}\rvert/r_{\mathrm{Cu}} < 0{,}05$
$u_{R\mathrm{d}}/R_{\mathrm{d}}$	B	$0{,}05/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta R_{\mathrm{d}}\rvert/R_{\mathrm{d}} < 0{,}05$

C.2 Summary of round robin test of RRR of a Nb-Ti composite superconductor

The round robin test of RRR was carried out on a Cu/Nb-Ti composite superconductor. The specifications of the test superconductor are:

- diameter: 0,80 mm, 0,86 mm including insulating layer;
- Cu/Nb-Ti ratio: 6,5;
- mean filament diameter: about 70 μm;
- number of filaments: 16;
- twist pitch: 30 mm;
- critical current: more than 185 A (3 T, 4,2 K);
- r_{RRR}: more than 150.

Participating institutes were provided with specimens that were nearly straight. Some specimens were measured in the as-received condition and some were measured wound on a bobbin under a strained condition. The number of participating institutes was 13 from five countries and the number of determinations was 77. R_2 was measured following the method defined in 7.2 and 7.3, and those in A.3. The details of the measurements are described in reference [12]. The effect of the strain was corrected using Formulae (8) and (9). The distribution of the measured r_{RRR} is shown in Figure C.1. Almost all of the data, except for three, were concentrated fairly sharply. The average was 178,5, the standard deviation was 4,4 and the COV value was 2,44 %. If the three extraordinary data are omitted, the average was 178,2, the standard deviation was 3,1 and the COV value was 1,73 %.

Hence, it is reasonable to define the target relative combined standard uncertainty of this method not to exceed 2,5 % based on the COV value in the round robin test.

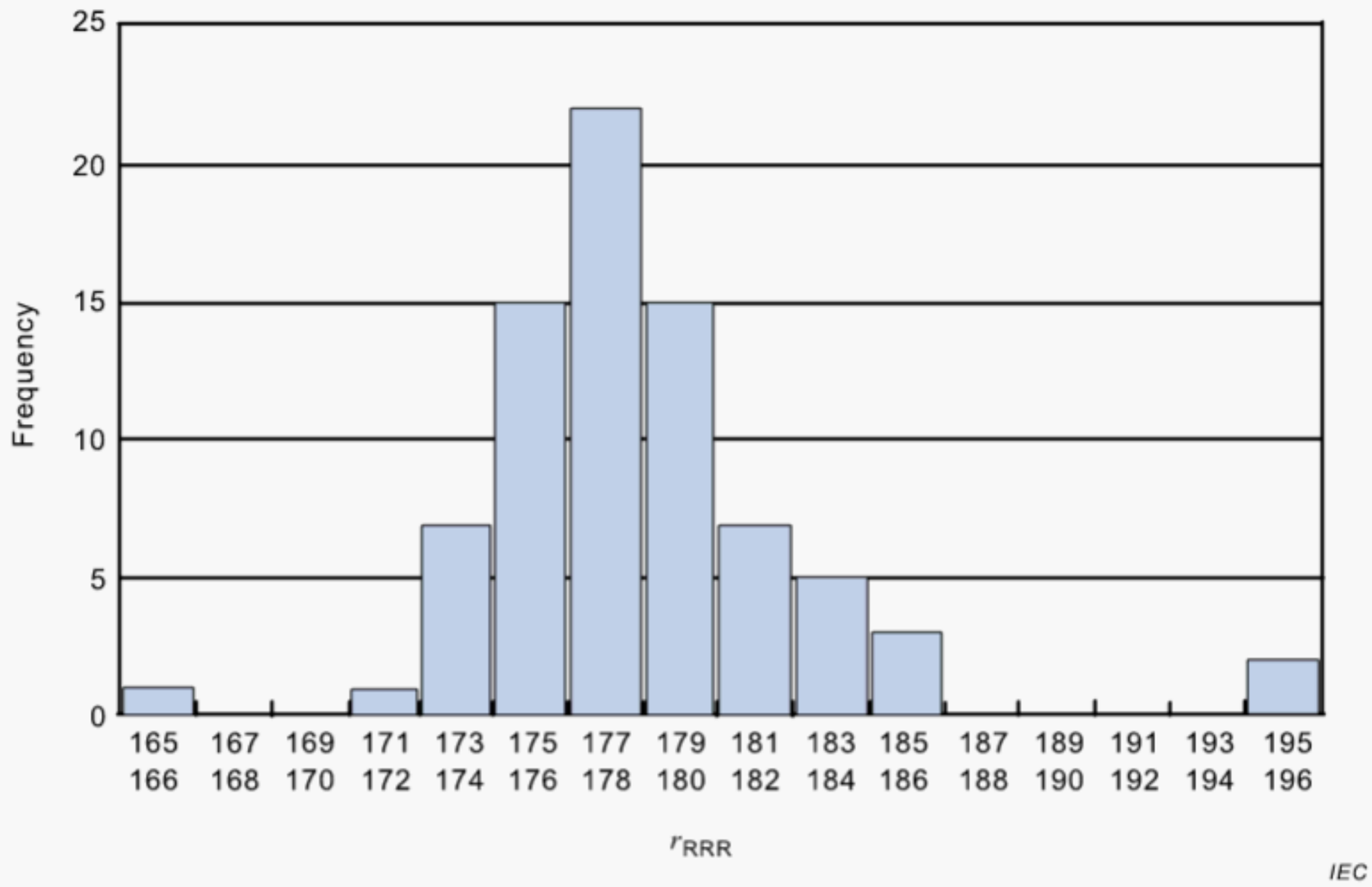


Figure C.1 – Distribution of observed r_{RRR} of Cu/Nb-Ti composite superconductor

C.3 Reason for large COV value in the intercomparison test on Nb_3Sn composite superconductor

The COV value of the intercomparison test for Nb_3Sn samples was 6,07 % [13]. This value is much larger than that for Nb-Ti (2,44 %), although there is no contribution from additional uncertainty in correction of the strain effect. For clarification of this reason an intercomparison test was performed between two laboratories for three Nb_3Sn samples, two of which were cut from the same batch of heat treatment. The r_{RRR} obtained using the reference method agreed within 1 % between the two laboratories for the three samples as shown in Table C.2, while the r_{RRR} values were different between the two samples obtained from the same batch [14]. This indicates that the large COV value in the former intercomparison test originated from inhomogeneity of samples, while the test method itself was fairly accurate. This inhomogeneity may be due to the high sensitivity to heat treatment conditions or due to defects of the diffusion barrier. Since a r_{RRR} value is commonly required to be greater than a minimum value in order to pass, the existence of inhomogeneities may require that several specimens of a given wire be measured and reported.

Table C.2 – Obtained values of R_1, R_2 and r_{RRR} for three Nb_3Sn samples

Sample	Laboratory 1			Laboratory 2		
	R_1(293 K) [Ω]	$R_2(T_c^*)$ [Ω]	r_{RRR}	R_1(293 K) [Ω]	$R_2(T_c^*)$ [Ω]	r_{RRR}
B	$1{,}593 \times 10^{-3}$	$1{,}49 \times 10^{-5}$	107	$1{,}61 \times 10^{-3}$	$1{,}49 \times 10^{-5}$	108
C	$1{,}719 \times 10^{-3}$	$1{,}66 \times 10^{-5}$	104	$1{,}74 \times 10^{-3}$	$1{,}66 \times 10^{-5}$	105
D	$1{,}619 \times 10^{-3}$	$1{,}61 \times 10^{-5}$	100	$1{,}65 \times 10^{-3}$	$1{,}62 \times 10^{-5}$	101

For this reason the uncertainty in the test method of RRR for Nb_3Sn is expected to be as low as that for Nb-Ti. Therefore, the value of $b/R_2 = 1{,}46 \times 10^{-2}$ obtained in the intercomparison test for RRR measurement in Nb-Ti can also be used to estimate the uncertainty of r_{RRR} in Nb_3Sn with Formula (C.8). In addition, the result shown in Table C.2 indicates that the main difference between the measurements in the two laboratories comes from the observed values of R_1. This is considered to be caused by the uncertainty in the room temperature.

Bibliography

[1] MURASE S., SAITOH T., MATSUSHITA T. and OSAMURA K. Standardization of the method for the determination of the residual resistance ratio (RRR) of Cu/Nb-Ti composite superconductors. *Proc. of ICEC16/ICMC*, Kitakyushu, May 1996, p.1795

[2] SIMON N.J., DREXLER E.S., REED R.P. *Properties of Copper and Copper Alloys at Cryogenic Temperatures.* NIST Monograph, 177 (1992)

[3] ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

[4] ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*

[5] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results. NIST Technical Note 1297, 1994 (Available at <http://physics.nist.gov/Pubs/guidelines/TN1297/tn1297s.pdf>)

[6] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique, *Analyst*, Vol. 119, 2161 (1994)

[7] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement

[8] Available at <http://www.metrodata.de/>

[9] Available at <http://www.isgmax.com/>

[10] CHURCHILL, E., HARRY, H.K. and COLLE ,R. Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results. NBS Special Publication 644 (1983)

[11] JAB NOTE Edition 1:2003, Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing). (Available at <http://www.jab.or.jp>)

[12] MATSUSHITA T., OTABE E.S., MURASE S., OSAMURA K. and HUA CY. *Adv. in Supercond.* XI, Tokyo, Springer, 1507 (1999)

[13] MURASE S., SAITOH T., MORIAI H., MATSUSHITA T and OSAMURA K., Advances in Superconductivity. XI, Tokyo, Springer, 1511 (1999)

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 36
INTRODUCTION 38
1 Domaine d'application 39
2 Références normatives 39
3 Termes et définitions 39
4 Principe 40
5 Appareillage 40
5.1 Matériau du mandrin de mesure ou de l'embase de mesure 40
5.2 Diamètre du mandrin de mesure et longueur de l'embase de mesure 40
5.3 Cryostat pour le mesurage de la résistance (R_2) 41
6 Préparation de l'éprouvette 41
7 Acquisition et analyse des données 41
7.1 Résistance (R_1) à température ambiante 41
7.2 Résistance (R_2 ou R_2^*) juste au-dessus de la transition supraconductrice 41
7.2.1 Correction de l'effet contrainte/déformation 41
7.2.2 Acquisition des données de la résistance cryogénique 42
7.2.3 Méthodes d'acquisition facultatives 44
7.3 Correction de R_2^* mesurée d'un composite supraconducteur de Nb-Ti pour une flexion 44
7.4 Rapport de résistance résiduelle (RRR) 44
8 Incertitude et stabilité de la méthode d'essai 44
8.1 Température 44
8.2 Mesurage de tension 45
8.3 Courant 45
8.4 Dimension 45
9 Rapport d'essai 45
9.1 Valeur de RRR 45
9.2 Éprouvette 45
9.3 Conditions d'essai 46
9.3.1 Mesurages de R_1 et R_2 46
9.3.2 Mesurage de R_1 46
9.3.3 Mesurage de R_2 46
Annexe A (informative) Informations supplémentaires concernant le mesurage du RRR 47
A.1 Recommandation concernant l'orientation du montage de l'éprouvette 47
A.2 Autres méthodes pour augmenter la température d'une éprouvette au-dessus de la température de transition supraconductrice 47
A.3 Autres méthodes de mesure de R_2 ou R_2^* 48
A.4 Dépendance du RRR vis-à-vis de la flexion du composite supraconducteur de Nb-Ti 50
A.5 Mode opératoire de correction de l'effet contrainte/déformation de flexion 53
Annexe B (informative) Considérations relatives à l'incertitude 55
B.1 Vue d'ensemble 55
B.2 Définitions 55
B.3 Considérations relatives au concept d'incertitude 56

B.4 Exemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du comité d'études 90 57
Annexe C (informative) Évaluation de l'incertitude de la méthode d'essai de RRR pour des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn 59
C.1 Évaluation de l'incertitude 59
C.2 Résumé de l'essai interlaboratoires de RRR d'un composite supraconducteur de Nb-Ti 62
C.3 Justification de la valeur de COV élevée dans l'essai interlaboratoires du composite supraconducteur de Nb_3Sn 63
Bibliographie 65

Figure 1 – Rapport entre la température et la résistance 40
Figure 2 – Courbes de la tension en fonction de la température et définitions de chaque tension 42
Figure A.1 – Définition des tensions 49
Figure A.2 – Dépendance de la valeur du RRR vis-à-vis de la flexion pour la matrice en cuivre pur des composites supraconducteurs de Nb-Ti (comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées) 51
Figure A.3 – Dépendance de la valeur du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre circulaires 51
Figure A.4 – Dépendance de la valeur normalisée du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre circulaires 52
Figure A.5 – Dépendance de la valeur du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre rectangulaires 52
Figure A.6 – Dépendance de la valeur normalisée du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre rectangulaires 53
Figure C.1 – Distribution du r_{RRR} observé du composite supraconducteur de Cu/Nb-Ti 63

Tableau A.1 – Diamètre minimum du mandrin de mesure pour les fils circulaires 53
Tableau A.2 – Diamètre minimum du mandrin de mesure pour les fils rectangulaires 53
Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques 56
Tableau B.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie 56
Tableau B.3 – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie 57
Tableau B.4 – Incertitudes-types de deux signaux de sortie 57
Tableau B.5 – Valeurs du COV de deux signaux de sortie 57
Tableau C.1 – Incertitude de chaque mesurage 62
Tableau C.2 – Valeurs obtenues de R_1, R_2 et r_{RRR} pour trois échantillons de Nb_3Sn 64

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 4: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn

AVANT-PROPOS

1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.

2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.

3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.

4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.

5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.

6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.

7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.

8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.

9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 61788-4 a été établie par le comité d'études 90 de l'IEC: Supraconductivité.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition parue en 2011. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

a) l'uniformisation des méthodes d'essai similaires relatives au rapport de résistance résiduelle (RRR) des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn, la description des composites supraconducteurs de Nb_3Sn étant faite dans l'IEC 61788-11.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
90/359/FDIS	90/360/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 61788, publiées sous le titre général *Supraconductivité*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "http://webstore.iec.ch" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

INTRODUCTION

Le cuivre, Cu/Cu-Ni ou l'aluminium est utilisé comme matériau de matrice dans les composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn et fonctionne comme un shunt électrique lorsque la supraconductivité est interrompue. Il contribue également à la reprise de la supraconductivité en dirigeant la chaleur générée dans le supraconducteur vers le fluide de refroidissement environnant. La résistivité à la température cryogénique du cuivre est une grandeur importante qui influe sur la stabilité et les pertes en courant alternatif du supraconducteur. Le rapport de résistance résiduelle est défini comme le rapport de la résistance du supraconducteur à température ambiante à celle juste au-dessus de la transition supraconductrice.

La présente partie de l'IEC 61788 spécifie la méthode d'essai relative au rapport de résistance résiduelle des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn. La méthode des courbes est utilisée pour mesurer la résistance juste au-dessus de la transition supraconductrice. D'autres méthodes sont décrites en A.3.

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 4: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 61788 spécifie une méthode d'essai pour la détermination du rapport de résistance résiduelle (RRR) des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn avec une matrice de Cu, Cu-Ni, Cu/Cu-Ni et Al. Cette méthode est destinée à être utilisée avec des éprouvettes de supraconducteurs présentant une structure monolithique avec une section rectangulaire ou circulaire, un RRR de valeur inférieure à 350 et une surface de section inférieure à 3 mm^2. Dans le cas de Nb_3Sn, les éprouvettes ont subi un traitement thermique de réaction.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 60050-815, *Vocabulaire Electrotechnique International – Partie 815: Supraconductivité* (disponible sous: www.electropedia.org)

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC 60050-815, ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1
rapport de résistance résiduelle
RRR
rapport de la résistance à la température ambiante à la résistance juste au-dessus de la transition supraconductrice

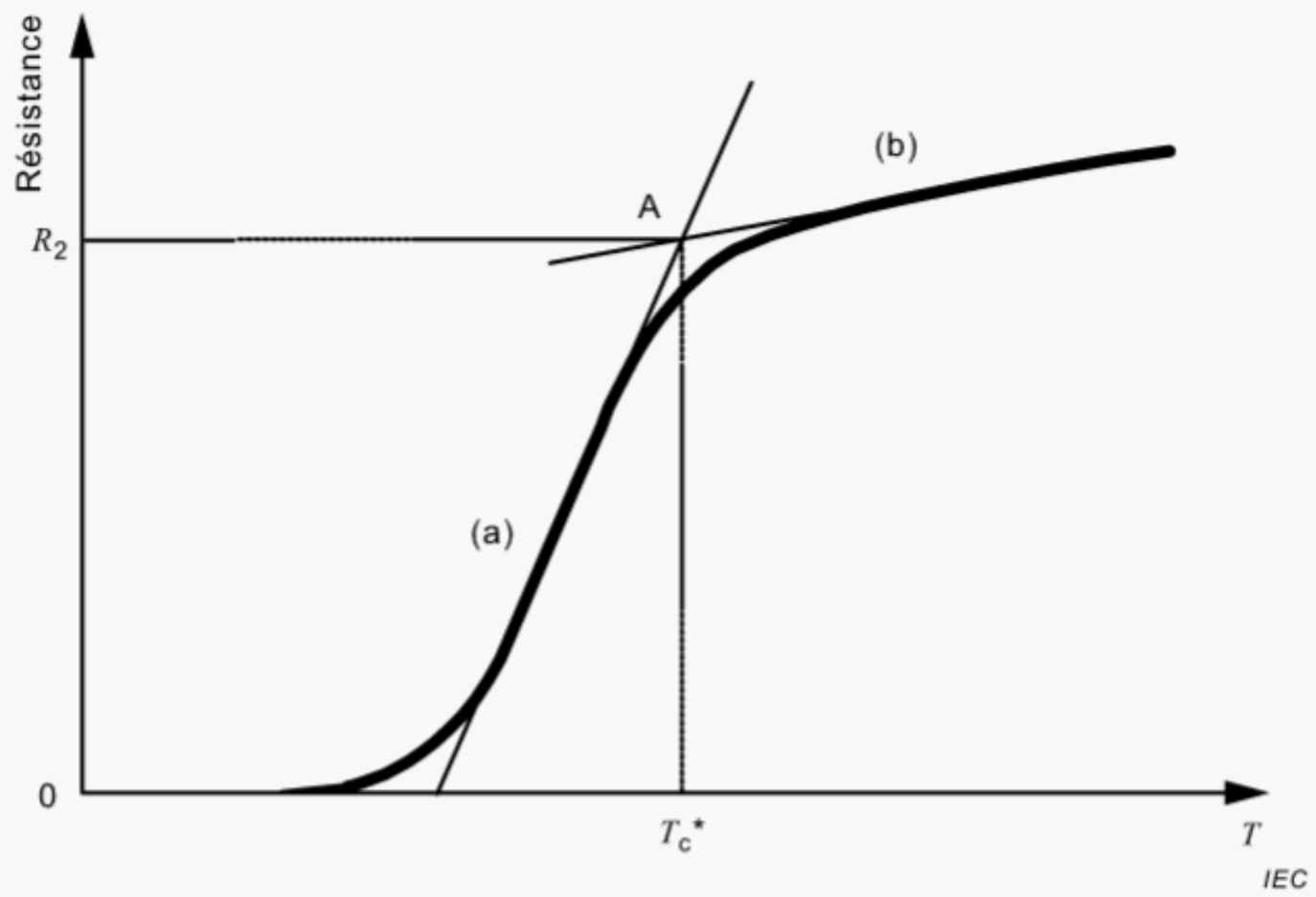
Note 1 à l'article: L'abréviation «RRR» est dérivée du terme anglais développé correspondant «residual resistance ratio».

Note 2 à l'article: Dans la présente partie de l'IEC 61788 relative aux composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn, la température ambiante est définie à 293 K (20 °C), et le rapport de résistance résiduelle est obtenu au moyen de la Formule (1), où la résistance (R_1) à 293 K est divisée par la résistance (R_2) juste au-dessus de la transition supraconductrice.

$$r_{\mathrm{RRR}} = \frac{R_1}{R_2} \tag{1}$$

Ici r_{RRR} est une valeur du rapport de résistance résiduelle, R_2.est une valeur de la résistance mesurée dans une condition sans contrainte et dans un champ magnétique externe nul.

La Figure 1 représente de manière schématique une courbe de la résistance en fonction de la température obtenue sur une éprouvette en mesurant la résistance cryogénique.



La résistance cryogénique R_2, est déterminée par l'intersection, A, de deux lignes droites (a) et (b) à la température T_c^*.

Figure 1 – Rapport entre la température et la résistance

4 Principe

Le mesurage de la résistance à température ambiante comme à température cryogénique doit être effectué au moyen de la technique des quatre bornes. Aucun champ magnétique n'est appliqué pour la réalisation de tous les mesurages.

L'incertitude-type composée relative à la cible de cette méthode est définie comme une incertitude élargie (k = 2) ne devant pas dépasser 5 %.

La flexion maximale induite durant le montage et le refroidissement de l'éprouvette de Nb-Ti ne doit pas dépasser 2 %. En ce qui concerne l'éprouvette de Nb_3Sn, le mesurage doit être effectué dans une condition sans contrainte ou avec une contrainte thermique admissible.

5 Appareillage

5.1 Matériau du mandrin de mesure ou de l'embase de mesure

Le mandrin de mesure pour une éprouvette de Nb-Ti enroulée ou l'embase de mesure pour une éprouvette de Nb-Ti ou de Nb_3Sn rectiligne doit être en cuivre, en aluminium, en argent ou matériau équivalent dont la conductivité thermique est supérieure ou égale à 100 W/(m·K) à la température de l'hélium liquide (4,2 K). La surface du matériau doit être recouverte d'une couche de matériau isolant (bande ou couche de polyéthylène téréphtalate, de polyester, de polytétrafluoroéthylène, etc.) d'une épaisseur maximale de 0,1 mm.

5.2 Diamètre du mandrin de mesure et longueur de l'embase de mesure

Le diamètre du mandrin de mesure doit être suffisamment grand pour maintenir la flexion inférieure ou égale à 2 % pour l'éprouvette de Nb-Ti. L'éprouvette de Nb_3Sn sur une embase doit être mesurée dans une condition sans contrainte ou avec une contrainte thermique admissible.

L'une des dimensions de l'embase de mesure doit être d'au moins 30 mm de long.

5.3 Cryostat pour le mesurage de la résistance (R_2)

Le cryostat doit comprendre une structure de support de l'éprouvette et un réservoir à hélium liquide pour le mesurage de la résistance R_2. La structure de support de l'éprouvette doit permettre d'immerger et de retirer l'éprouvette, qui est montée sur un mandrin de mesure ou une embase de mesure, dans et hors du bain d'hélium liquide. La structure de support de l'éprouvette doit en outre être réalisée de façon qu'un courant puisse traverser l'éprouvette et que la tension résultante générée le long de l'éprouvette puisse être mesurée.

6 Préparation de l'éprouvette

L'éprouvette d'essai ne doit présenter aucun joint ou épissure de 30 mm de long ou plus, et doit être munie de contacts de courant à proximité de chacune de ses extrémités et d'une paire de contacts de tension sur sa partie centrale. La distance entre les deux prises de réglage de tension (L) doit être supérieure ou égale à 25 mm. Un thermomètre de mesure de la température cryogénique doit être fixé à proximité de l'éprouvette.

Une méthode mécanique doit être utilisée pour maintenir l'éprouvette contre la couche de matériau isolant du mandrin ou de l'embase de mesure. Il convient de réaliser l'instrumentation et l'installation de l'éprouvette sur un mandrin de mesure ou une embase de mesure avec soin, de manière à éviter des flexions ou des déformations de traction indésirables. Dans l'absolu, il est prévu que l'éprouvette de Nb_3Sn soit la plus rectiligne possible; cependant, ce n'est pas toujours le cas, c'est pourquoi il convient de veiller à bien mesurer l'éprouvette à l'état de livraison.

L'éprouvette doit être montée sur un mandrin de mesure ou sur une embase de mesure pour effectuer ces mesurages. Les deux mesurages de résistance R_1 et R_2, doivent être effectués sur la même éprouvette et le même montage.

7 Acquisition et analyse des données

7.1 Résistance (R_1) à température ambiante

L'éprouvette fixée doit être mesurée à température ambiante (T_m (K)), où T_m respecte la condition suivante: 273 K ≤ T_m ≤ 308 K. Un courant (I_1 (A)) doit traverser l'éprouvette de sorte que la densité du courant se situe entre 0,1 A/mm^2 et 1 A/mm^2 sur la base de la surface totale de la section du fil, et la tension résultante (U_1 (V)), I_1 et T_m doivent être enregistrées. La Formule (2) ci-dessous doit être utilisée pour calculer la résistance (R_m) à température ambiante. La résistance (R_1) à 293 K (20 °C) doit être calculée au moyen de la Formule (3) pour un fil avec matrice en cuivre. La valeur fixée de R_1 doit être égale à R_m, sans aucune correction de température, pour les fils qui ne contiennent pas de composant en cuivre pur.

$$R_m = \frac{U_1}{I_1} \tag{2}$$

$$R_1 = \frac{R_m}{\left[1 + 0{,}00393 \times \left(T_m - 293\right)\right]} \tag{3}$$

7.2 Résistance (R_2 ou R_2^*) juste au-dessus de la transition supraconductrice

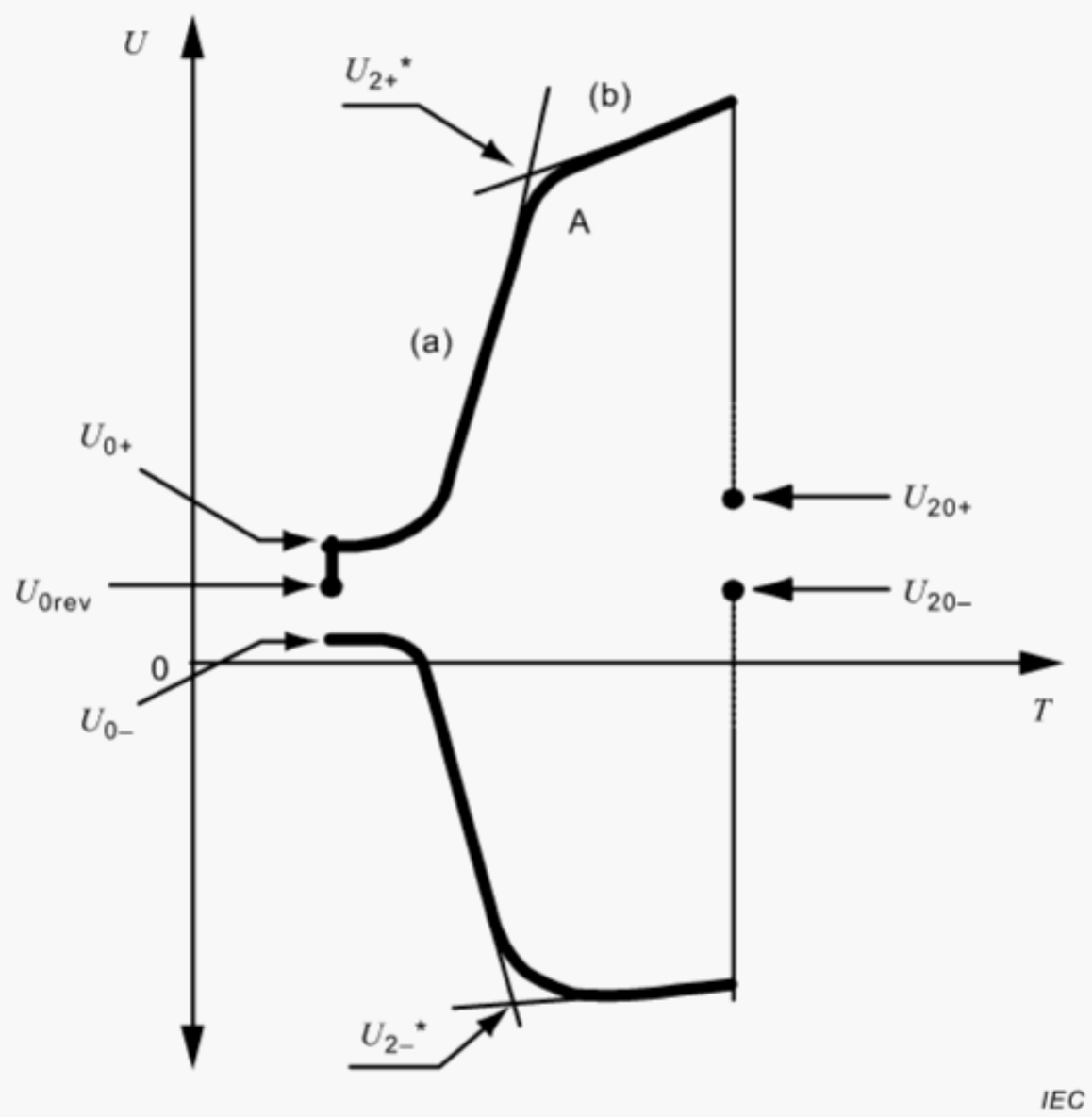
7.2.1 Correction de l'effet contrainte/déformation

Dans l'état contraint de l'éprouvette de Nb-Ti, la résistance cryogénique mesurée, R_2^*, n'est pas une valeur correcte de R_2. La correction correspondante de l'effet contrainte/déformation est décrite en 7.3.

7.2.2 Acquisition des données de la résistance cryogénique

L'éprouvette, toujours montée comme pour le mesurage à température ambiante, doit être placée dans le cryostat pour le mesurage électrique spécifié en 5.3. Un montage horizontal de l'éprouvette est recommandé en A.1. D'autres cryostats qui utilisent un élément chauffant pour faire varier la température de l'éprouvette sont décrits en A.2. L'éprouvette doit être lentement immergée dans le bain d'hélium liquide et refroidie à la température de l'hélium liquide pendant au moins 5 min.

Pendant les phases de réalisation des mesurages de R_2^* à basse température, un courant (I_2) de l'éprouvette doit traverser l'éprouvette de sorte que la densité du courant se situe entre 0,1 A/mm² et 10 A/mm² sur la base de la surface totale de la section du fil, et la tension résultante (U (V)), I_2 (A), et la température de l'éprouvette (T (K)) doivent être enregistrées. Pour conserver un rapport signal/bruit suffisamment élevé, le mesurage doit être effectué en respectant la condition selon laquelle la valeur absolue de la tension résultante supérieure à la transition supraconductrice dépasse 10 µV. Les données à obtenir et leur analyse sont représentées à la Figure 2.



NOTE Les tensions indicées + et – sont celles qui sont obtenues au premier mesurage et au deuxième mesurage avec des courants positif et négatif, respectivement, U_{20+} et U_{20-} sont les tensions obtenues avec un courant nul. Pour des raisons de clarté, U_{0rev} mesurée avec un courant nul et U_{0-} ne coïncident pas. Une droite (a) est tracée dans la région de transition avec une forte augmentation de la tension avec la température et une droite (b) est tracée dans la région avec une tension presque constante.

Figure 2 – Courbes de la tension en fonction de la température et définitions de chaque tension

Lorsque l'éprouvette est à l'état supraconducteur et que le courant d'essai (I_2) est appliqué, deux tensions doivent être mesurées presque simultanément: U_{0+} (la tension initiale enregistrée avec une polarité de courant positive) et U_{0rev} (la tension enregistrée pendant une courte variation de polarité du courant appliqué). Un mesurage valide de R_2^* exige l'absence de tensions de perturbation excessives et implique que l'éprouvette soit initialement à l'état supraconducteur. La condition suivante doit alors être remplie pour effectuer un mesurage valide:

$$\frac{|U_{0+} - U_{0\text{rev}}|}{\overline{U}_2} < 1\ \% \tag{4}$$

où $\overline{U}_2$ est la tension moyenne pour l'éprouvette à l'état normal à température cryogénique, définie par la Formule (5).

L'éprouvette doit être progressivement chauffée de sorte qu'elle passe entièrement à l'état normal. Lorsque le cryostat pour le mesurage de la résistance spécifié en 5.3 est utilisé, cela peut être effectué en soulevant simplement l'éprouvette jusqu'à une position appropriée au-dessus du niveau de l'hélium liquide. La courbe de la tension en fonction de la température de l'éprouvette doit être obtenue en maintenant la vitesse de montée en température entre 0,1 K/min et 10 K/min. La courbe de la tension en fonction de la température doit être enregistrée en continu pendant la transition jusqu'à l'état normal, jusqu'à une température inférieure à 15 K pour l'éprouvette de Nb-Ti et inférieure à 25 K pour l'éprouvette de Nb_3Sn. Le courant de l'éprouvette doit ensuite être ramené à zéro et la tension correspondante, U_{20+}, doit être enregistrée à une température inférieure à 15 K pour l'éprouvette de Nb-Ti et inférieure à 25 K pour l'éprouvette de Nb_3Sn.

L'éprouvette doit ensuite être lentement immergée dans le bain d'hélium liquide et refroidie à ±1 K près de la température à laquelle le signal de tension initial, U_{0+}, a été enregistré. Un courant de l'éprouvette, I_2, ayant la même intensité mais une polarité négative (polarité inverse par rapport à celle utilisée pour la courbe initiale) doit être appliqué, et la tension U_{0-} doit être enregistrée à cette température. Les étapes du mode opératoire doivent être répétées pour enregistrer la courbe du rapport entre la tension et la température avec ce courant négatif. En outre, lorsque le courant de mesure, I_2, diminue jusqu'à 0, l'enregistrement de U_{20-} doit être effectué à ±1 K près de la température à laquelle U_{20+} a été enregistrée.

Chacune des deux courbes de rapport entre la tension et la température doit être analysée en traçant une droite (a) sur la courbe des données au niveau où la valeur absolue de la tension augmente fortement avec la température (voir Figure 2) et en traçant une seconde droite (b) sur la courbe des données au-dessus de la transition, au niveau où la tension est presque constante pour Nb-Ti ou a augmenté progressivement et presque linéairement pour Nb_3Sn par rapport à la montée en température. U_{2+}^* et U_{2-}^* sur la Figure 2 doivent être déterminées à l'intersection de ces deux droites, respectivement pour les courbes de polarité positive et négative.

Les tensions corrigées, U_{2+} et U_{2-}, doivent être calculées au moyen des équations suivantes: $U_{2+} = U_{2+}^* - U_{0+}$ et $U_{2-} = U_{2-}^* - U_{0-}$. La tension moyenne, $\overline{U}_2$, doit être définie comme suit:

$$\overline{U}_2 = \frac{|U_{2+} - U_{2-}|}{2} \tag{5}$$

Un mesurage valide de R_2^* implique d'effectuer la variation de tension thermoélectrique dans des limites acceptables pendant les mesurages de U_{2+} et U_{2-}. La condition suivante doit alors être remplie pour effectuer un mesurage valide:

$$\frac{|\Delta_+ - \Delta_-|}{\overline{U}_2} < 3\,\% \tag{6}$$

où Δ_+ et Δ_- sont définis par $\Delta_+ = U_{20+} - U_{0+}$ et $\Delta_- = U_{20-} - U_{0-}$. Si le mesurage de R_2^* ne respecte pas les exigences de validité en 7.2.2, particulièrement de la Formule (4) ou (6), des mesures pour l'amélioration du matériel ou du mode opératoire expérimental doivent être prises pour respecter ces exigences avant de consigner les résultats.

La Formule (7) doit être utilisée pour calculer la résistance mesurée (R_2^*) juste au-dessus de la transition supraconductrice.

$$R_2^* = \frac{\overline{U}_2}{I_2} \tag{7}$$

7.2.3 Méthodes d'acquisition facultatives

La méthode de «référence» est celle décrite dans le corps de la présente partie de l'IEC 61788 tandis que les méthodes d'acquisition facultatives sont décrites en A.3.

7.3 Correction de R_2^* mesurée d'un composite supraconducteur de Nb-Ti pour une flexion

S'il n'y a pas de composant en cuivre pur dans le supraconducteur, R_2 doit alors être égale à R_2^*.

Pour une éprouvette avec un composant en cuivre pur, la flexion doit être définie par ε_b = 100 × (h/r) (%), où h est égale à la moitié de l'épaisseur de l'éprouvette et r est le rayon de courbure. Si la flexion est inférieure à 0,3 %, aucune correction n'est alors nécessaire, et R_2 doit être égale à R_2^*.

Si aucune des deux situations ci-dessus ne s'applique, la résistance R_2 juste au-dessus de la transition supraconductrice dans une condition sans contrainte doit alors être estimée comme suit:

$$R_2 = R_2^* - \Delta\rho \times \frac{L}{S_{\mathrm{Cu}}} \tag{8}$$

où $\Delta\rho$ est défini ci-dessous et S_{Cu} et L sont définis en 8.4. L'augmentation de résistivité du cuivre pur à 4,2 K due à la déformation de traction, ε (%), s'exprime comme suit:

$$\Delta\rho\ (\Omega\mathrm{m}) = 6{,}24 \times 10^{-12}\varepsilon - 5{,}11 \times 10^{-14}\varepsilon^2;\ \varepsilon \leq 2\ \% \tag{9}$$

Le calcul de la Formule (9) doit être effectué en partant du principe que la déformation de traction équivalente ε est respectivement de $(1/2)\varepsilon_b$ et $(4/3\pi)\varepsilon_b$ pour des fils rectangulaires et circulaires. La dépendance du rapport de résistance résiduelle en fonction de la flexion pour le cuivre pur est décrite en A.4.

7.4 Rapport de résistance résiduelle (RRR)

La valeur du RRR doit être calculée en utilisant la Formule (1).

8 Incertitude et stabilité de la méthode d'essai

8.1 Température

La température ambiante doit être déterminée avec une incertitude-type ne dépassant pas 0,6 K, en maintenant à température ambiante l'éprouvette, qui est montée sur le mandrin de mesure ou sur l'embase de mesure.

8.2 Mesurage de tension

Pour le mesurage de résistance, le signal de tension doit être mesuré avec une incertitude-type relative ne dépassant pas 0,3 %.

8.3 Courant

Lorsque le courant est appliqué directement à l'éprouvette avec une source de courant continu programmable, le courant d'essai de l'éprouvette doit être déterminé avec une incertitude-type relative ne dépassant pas 0,3 %.

Lorsque le courant d'essai de l'éprouvette est déterminé à partir de la caractéristique tension-courant d'une résistance étalon par la technique à quatre bornes, la résistance étalon, avec une incertitude-type composée relative ne dépassant pas 0,3 %, doit être utilisée.

La fluctuation du courant d'essai continu de l'éprouvette, fourni par une alimentation en courant continu, doit être inférieure à 0,5 % pendant chaque mesurage de résistance.

8.4 Dimension

La distance le long de l'éprouvette entre les deux prises de tension (L) doit être déterminée avec une incertitude-type composée relative ne dépassant pas 5 %.

Pour la correction de l'effet contrainte/déformation de flexion dans le cas du fil avec une matrice en cuivre pur, la surface de section de la matrice de cuivre (S_{Cu}) doit être déterminée en utilisant une valeur nominale du rapport entre le cuivre et l'absence de cuivre et les dimensions nominales de l'éprouvette. Le diamètre du fil (d) et le rayon du mandrin (R_{d}) doivent être déterminés avec une incertitude-type relative ne dépassant respectivement pas 1 % et 3 %.

9 Rapport d'essai

9.1 Valeur de RRR

La valeur du RRR (r_{RRR}) obtenue doit être consignée comme suit

$$r_{\mathrm{RRR}}(1 \pm U_{\mathrm{re}})\ (n = \cdots), \tag{10}$$

où

U_{re} est l'incertitude élargie relative:

$$U_{\mathrm{re}} = 2u_{\mathrm{r}}\ (k = 2)$$

où

u_{r} représente l'incertitude-type composée relative,

k est un facteur d'élargissement, et

n est le nombre d'échantillonnages.

Il est souhaitable que n soit supérieur à 4 de façon à pouvoir considérer une distribution normale pour les résultats observés afin d'estimer l'écart-type. Si n n'est pas suffisamment grand, une distribution rectangulaire doit être considérée.

9.2 Éprouvette

Le rapport d'essai des résultats des mesurages doit également comprendre les éléments suivants, s'ils sont connus:

a) Fabricant;

b) Classification et/ou symbole;

c) Forme et surface de la section;

d) Dimensions de la surface de section;

e) Nombre de filaments ou de sous-éléments;

f) Diamètre des filaments ou des sous-éléments;

g) Rapport volumique Cu sur Nb-Ti, rapport volumique Cu-Ni sur Nb-Ti ou rapport volumique Cu, Cu-Ni sur Nb-Ti, ou rapport volumique Al, Cu sur Nb-Ti ou rapport volumique entre Cu-Ni, Cu et Nb-Ti ou entre Al, Cu et Nb-Ti pour l'éprouvette de Nb-Ti;

h) Rapport volumique cuivre/non-cuivre pour l'éprouvette de Nb_3Sn;

i) Surface de section de la matrice de cuivre (S_{Cu}).

9.3 Conditions d'essai

9.3.1 Mesurages de R_1 et R_2

Les conditions d'essai suivantes doivent être consignées pour les mesurages de R_1 et R_2:

a) Longueur totale de l'éprouvette;

b) Distance entre les prises de mesure de tension (L);

c) Longueur de chaque contact de courant;

d) Courants de transport (I_1 et I_2);

e) Densités de courant (I_1 et I_2 divisées par la surface nominale totale de la section du fil);

f) Tensions (U_1, U_{0+}, U_{0rev}, U_{2+}^*, U_{20+}, U_{0-}, U_{2-}^*, U_{20-} et $\bar{U}_2$);

g) Résistances (R_m, R_1, R_2^* et R_2);

h) Résistivités ($\rho_1 = (R_1 \times S_{Cu})/L$ et $\rho_2 = (R_2 \times S_{Cu})/L$);

i) Matériau, forme et dimensions du mandrin ou de l'embase;

j) Méthode d'installation de l'éprouvette sur le mandrin ou l'embase;

k) Matériau isolant du mandrin ou de l'embase.

9.3.2 Mesurage de R_1

Les conditions d'essai suivantes doivent être consignées pour le mesurage de R_1:

a) Réglage de la température et méthode de fixation de l'éprouvette;

b) T_m: Température pour le mesurage de R_m.

9.3.3 Mesurage de R_2

Les conditions d'essai suivantes doivent être consignées pour le mesurage de R_2:

a) Vitesse de montée en température;

b) Méthode de refroidissement et de chauffage.

L'Annexe A fournit des informations supplémentaires concernant le mesurage du RRR. L'Annexe B présente les définitions et un exemple de l'incertitude de mesure. L'Annexe C spécifie l'évaluation de l'incertitude dans la méthode d'essai de référence du RRR pour les composites supraconducteurs.

Annexe A
(informative)

Informations supplémentaires concernant le mesurage du RRR

A.1 Recommandation concernant l'orientation du montage de l'éprouvette

Lorsque l'éprouvette se présente sous la forme d'un fil rectiligne, un montage horizontal du fil sur l'embase est recommandé, car cette orientation du montage peut diminuer le gradient thermique possible le long du fil par comparaison à l'orientation verticale du montage. Orientation horizontale du montage signifie ici que l'axe du fil est parallèle à la surface de l'hélium liquide.

A.2 Autres méthodes pour augmenter la température d'une éprouvette au-dessus de la température de transition supraconductrice

Les méthodes suivantes sont également recommandées pour augmenter la température au-dessus de la valeur de transition supraconductrice de l'éprouvette. Pour ces méthodes, il convient d'appliquer une vitesse de montée en température de l'ensemble de l'éprouvette comprise entre 0,1 K/min et 10 K/min. Pour ralentir la vitesse de montée en température et éviter un gradient de température élevé, il convient de choisir avec soin la puissance et la capacité thermiques (éprouvette avec mandrin de mesure ou embase de mesure), ainsi que la distance entre le réchauffeur et l'éprouvette.

a) Méthode du réchauffeur

L'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice par un réchauffeur monté dans le mandrin de mesure ou l'embase de mesure après avoir retiré l'éprouvette du bain d'hélium liquide dans le cryostat.

b) Méthodes adiabatiques

1) Méthode adiabatique

Dans cette méthode, le cryostat maintient une chambre qui contient l'éprouvette, un support d'échantillon, un réchauffeur, etc. Avant d'immerger la chambre dans le bain d'hélium liquide, l'air de la chambre est expulsé pour la remplir ensuite d'hélium. La chambre est ensuite immergée dans le bain d'hélium liquide et l'éprouvette est refroidie à une température inférieure ou égale à 5 K. Après l'expulsion de l'hélium, l'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice par le réchauffeur sous condition adiabatique.

2) Méthode quasi adiabatique

Dans cette méthode, le cryostat maintient l'éprouvette à une certaine distance au-dessus du bain d'hélium liquide tout au long du mesurage à température cryogénique. Une pièce d'ancrage thermique allant du mandrin de mesure ou de l'embase de mesure au bain d'hélium liquide permet de refroidir l'éprouvette à une température inférieure ou égale à 5 K. L'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice par un réchauffeur situé dans le mandrin de mesure ou l'embase de mesure sous condition quasi adiabatique.

c) Méthode du réfrigérateur

Dans cette méthode, un dispositif électromécanique (réfrigérateur) est utilisé pour refroidir l'éprouvette, qui est montée sur un mandrin de mesure ou une embase de mesure, à une température inférieure ou égale à 6 K. L'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice au moyen d'un réchauffeur ou en contrôlant la puissance du réfrigérateur.

A.3 Autres méthodes de mesure de R_2 ou R_2^*

Les méthodes facultatives suivantes peuvent être utilisées pour obtenir R_2 ou R_2^*.

a) Méthode de référence modifiée

Il s'agit d'une méthode simplifiée avec acquisition d'une seule courbe tension-température, elle n'est utilisée que pour les composites supraconducteurs de Nb-Ti. La tension de l'éprouvette est mesurée dans l'état supraconducteur avec un sens de courant désiré (I_2), puis avec un courant en sens inverse. Ces valeurs sont U_{0+} et $U_{0\text{rev}}$ comme représenté à la Figure A.1. Le courant est ensuite inversé dans le sens initial. Après transition à l'état normal, la tension est mesurée, $U_{2+}^{'}$, dans une région de plateau de la courbe à moins de 4 K environ au-dessus de la transition. La tension est ensuite lue avec un courant nul (U_{20}). Le sens du courant est ensuite inversé et la tension est de nouveau mesurée ($U_{2-}^{'}$). La résistance cryogénique est obtenue d'après

$$R_2^* = \frac{\overline{U}_2}{I_2} \tag{A.1}$$

avec

$$\overline{U}_2 = \frac{\left| U_{2+}^{'} - U_{2-}^{'} \right|}{2} \tag{A.2}$$

Ceci compense approximativement l'effet de la tension thermoélectrique. Il convient de satisfaire aux conditions suivantes pour s'assurer que l'influence de la tension de perturbation et du décalage de la tension thermoélectrique sur le mesurage de R_2^* ne soit pas d'une importance notable:

$$\frac{\left| U_{0+} - U_{0\text{rev}} \right|}{\overline{U}_2} < 1\ \% \qquad \text{A.3)}$$

$$\frac{\Delta_{2+} - \Delta_{2-}}{\overline{U}_2} < 3\,\% \tag{A.4}$$

où Δ_{2+} et Δ_{2-} sont respectivement définies par $\Delta_{2+} = \left| U_{2+}^{'} - U_{20} \right|$ et $\Delta_{2-} = \left| U_{2-}^{'} - U_{20} \right|$.

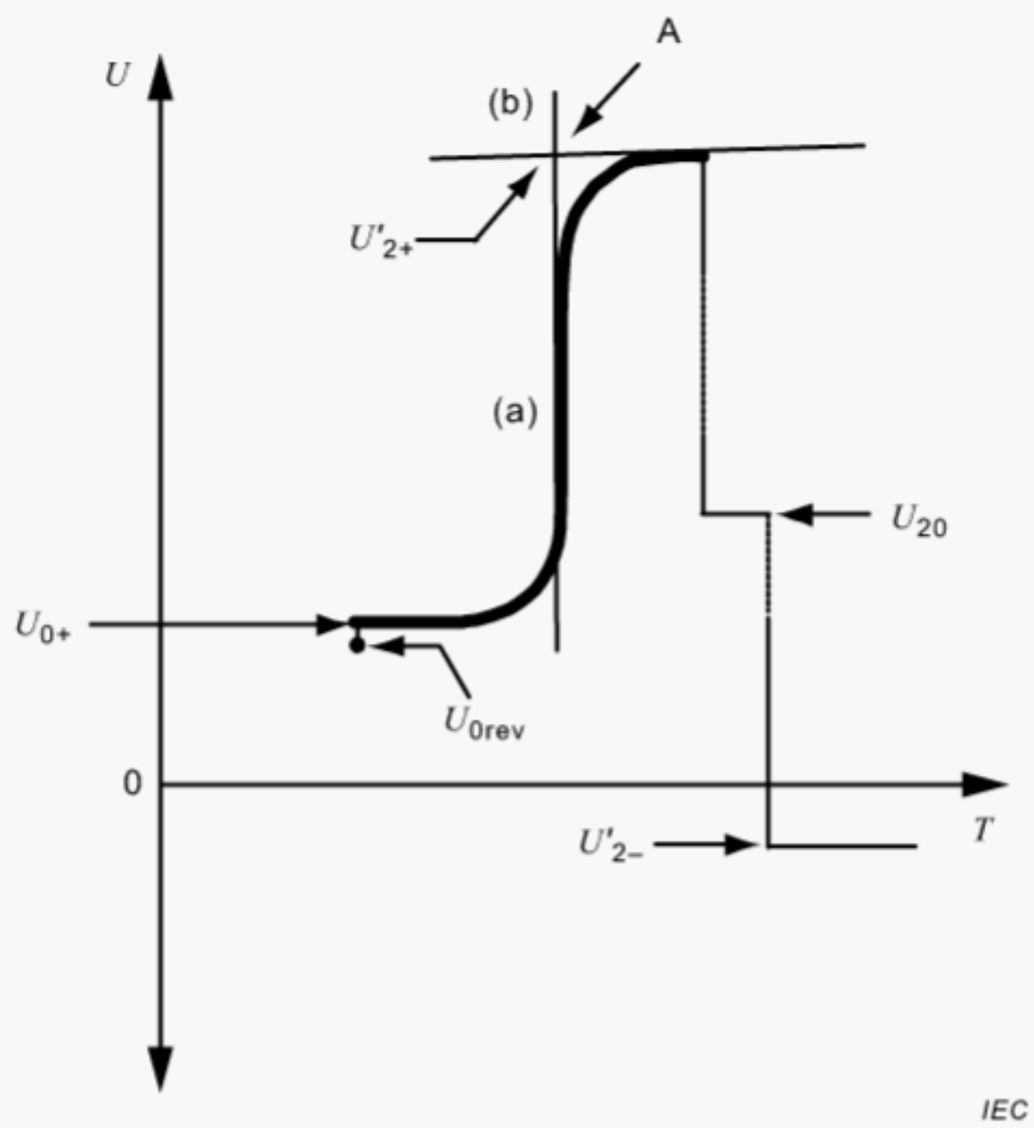


Figure A.1 – Définition des tensions

b) Méthode par température fixe

Dans cette méthode, R_2 ou R_2^* est directement déterminée à une température fixe dans une région de plateau à moins de 4 K environ au-dessus de la transition pour les composites supraconducteurs de Nb-Ti, et R_2 est directement déterminée à 20 K pour les composites supraconducteurs de Nb_3Sn, au lieu d'utiliser la méthode décrite en 7.2. Dans ce cas, il est souhaitable de vérifier que l'ensemble de l'éprouvette présente une température uniforme et fixe. Lors du mesurage des composites supraconducteurs de Nb_3Sn, il convient de déterminer la température fixe de 20 K avec une incertitude-type composée ne dépassant pas 0,6 K. Il convient d'indiquer la température fixe et l'incertitude-type composée dans le rapport d'essai. Il convient également d'enregistrer U_{0+} et U_{0-} qui sont définis en 7.2.2, comme le niveau de tension nulle dans la méthode fixe. Pour éliminer l'influence de la tension thermoélectrique, il convient d'obtenir les deux signaux de tension de l'éprouvette, à savoir U_{2+} et U_{2-}, pratiquement simultanément par inversion du courant d'essai. Pour la méthode fixe, l'effet de la tension thermoélectrique sur la détermination de la résistance cryogénique peut être éliminé.

c) Méthode informatique

Un ordinateur peut être utilisé pour contrôler le sens du courant et le chauffage de l'éprouvette et pour mesurer la courbe tension-température. Les modifications de sens du courant par inversions périodiques du courant ou cycles de marche et d'arrêt périodiques du courant sont utilisées pour corriger les tensions de décalage afin de pouvoir effectuer les mesurages pendant un cycle de variation de température de l'éprouvette. Il convient de vérifier également l'effet de la tension thermoélectrique.

d) Autres méthodes simplifiées avec vérifications régulières

Des méthodes simplifiées sans mesurage de température peuvent également être acceptées, à condition qu'un opérateur ayant suffisamment d'expérience effectue les mesurages au moyen d'un instrument donné et si la condition suivante est satisfaite. S'il peut être démontré, par des vérifications régulières, qu'une pratique de laboratoire simplifiée peut obtenir les mêmes résultats que la méthode décrite dans la présente partie de l'IEC 61788, dans ses limites d'incertitude déclarées, la méthode simplifiée peut alors être utilisée à la place de la méthode de référence. Ces vérifications régulières peuvent être effectuées au moyen de l'une des solutions suivantes:

3) une comparaison interlaboratoires pour laquelle un laboratoire utilise la méthode de référence et l'autre utilise la méthode simplifiée;
4) une comparaison dans un seul laboratoire pour laquelle le laboratoire «vérifie» sa méthode simplifiée par rapport à la méthode de référence;
5) mesurage régulier d'un ensemble restreint d'échantillons de référence présentant des valeurs RRR connues, au moyen de la méthode simplifiée;
6) mesurages réguliers/fréquents avec plusieurs éprouvettes, dont une est un échantillon de référence qui n'est pas monté/démonté et est mesuré chaque fois en tant qu'étalon.

A.4 Dépendance du RRR vis-à-vis de la flexion du composite supraconducteur de Nb-Ti

La résistivité (ρ) d'un métal pur tel que le cuivre à très basse température augmente généralement à mesure que la déformation appliquée augmente. En général, un fil de plus faible résistivité ρ présente une variation de pourcentage plus grande de ρ qu'un fil de plus grande résistivité ρ. La déformation n'a pratiquement aucun effet sur la résistivité à température ambiante d'un métal. Ceci signifie que la variation de r_{RRR} avec la déformation est plus significative pour un matériau dont le r_{RRR} est élevé. Selon le résultat des essais interlaboratoires [1][1], la dépendance vis-à-vis de la flexion était faible pour une éprouvette de faible r_{RRR}. La flexion est appliquée lorsque l'éprouvette est montée sur le mandrin de mesure. Étant donné que la flexion est inversement proportionnelle au rayon de courbure, plus le diamètre du mandrin de mesure est petit, plus la flexion appliquée à l'éprouvette est grande.

L'augmentation de résistivité, $\Delta\rho$, à 4 K en fonction du rapport d'écrouissage, r_{CW} [2] [%], pour du cuivre pur, est présentée au Chapitre 8 de la référence [2]. Étant donné que la valeur du r_{CW} (rapport d'écrouissage) est approximativement égale à la valeur de la déformation de traction, ε, lorsque ε est petite, le résultat est exprimé comme dans la Formule (9). La dépendance de l'augmentation de résistivité du cuivre sur la flexion peut être obtenue en remplaçant la flexion par une déformation de traction équivalente.

La Figure A.2 présente la relation entre le r_{RRR} et la flexion pour des composites supraconducteurs de Nb-Ti avec une matrice en cuivre pur, obtenue d'après les valeurs mesurées de l'essai interlaboratoires effectué en 1993 et en 1994. Les lignes de la figure sont les relations calculées selon la Formule (9) pour chaque éprouvette. Les valeurs mesurées sont fondamentalement en accord avec les valeurs calculées, et des matériaux ayant un r_{RRR} élevé sont sensibles à la flexion. En utilisant la Formule (9), la Figure A.3 présente la dépendance des fils de cuivre circulaires lorsque le r_{RRR} avec une déformation nulle ($r_{RRR}(0)$) varie de 50 à 350. La Figure A.4 présente la dépendance de la valeur du r_{RRR} normalisée par la valeur à déformation nulle par rapport à la flexion. Une dépendance similaire des fils de cuivre rectangulaires est représentée aux Figures A.5 et A.6. Pour du cuivre avec un r_{RRR} de 350, qui est la limite la plus élevée de la valeur du r_{RRR} dans la présente partie de l'IEC 61788, le r_{RRR} diminue d'environ 10 % pour une flexion de 2 % par rapport à la valeur de déformation nulle.

---

1 Les chiffres entre crochets se réfèrent à la Bibliographie.

2 CW = *cold working* en anglais.

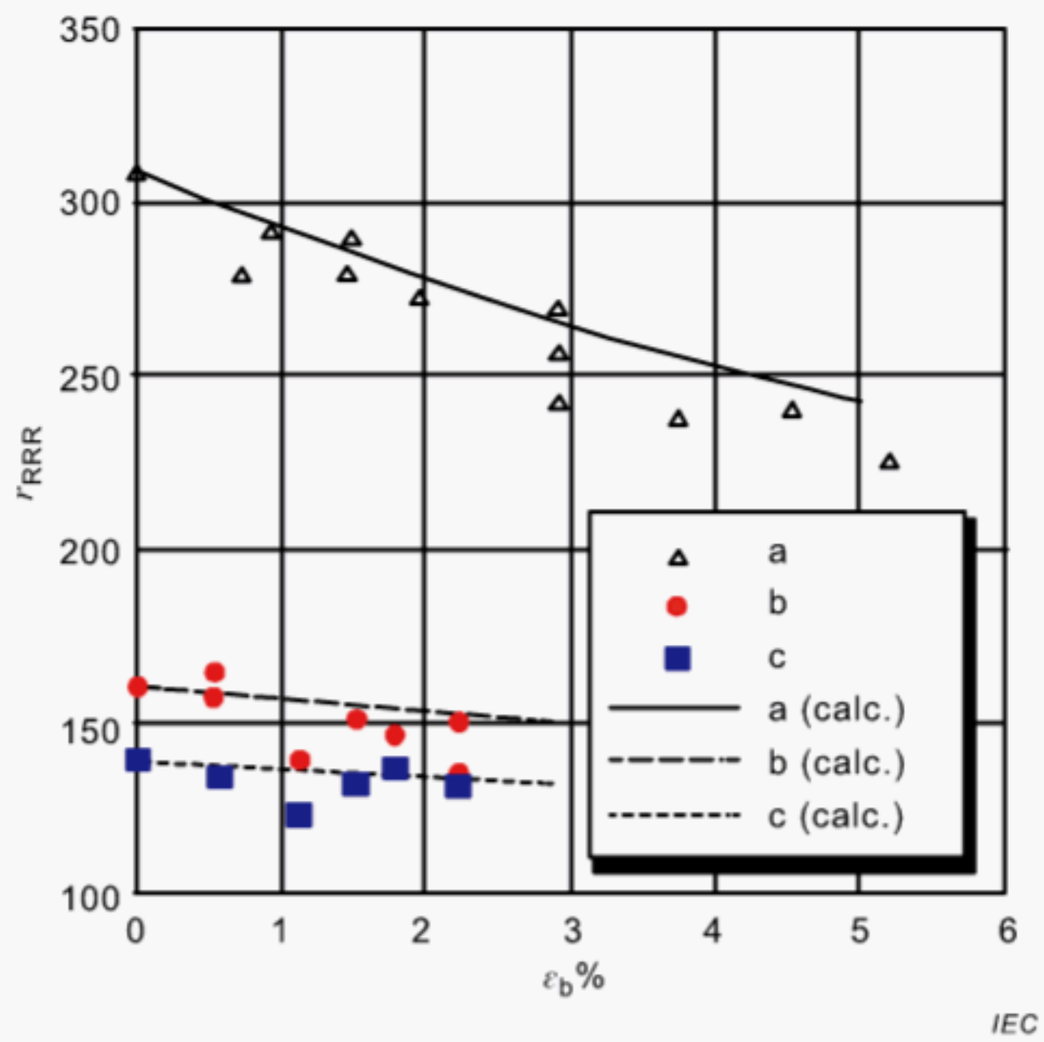


Figure A.2 – Dépendance de la valeur du RRR vis-à-vis de la flexion pour la matrice en cuivre pur des composites supraconducteurs de Nb-Ti (comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées)

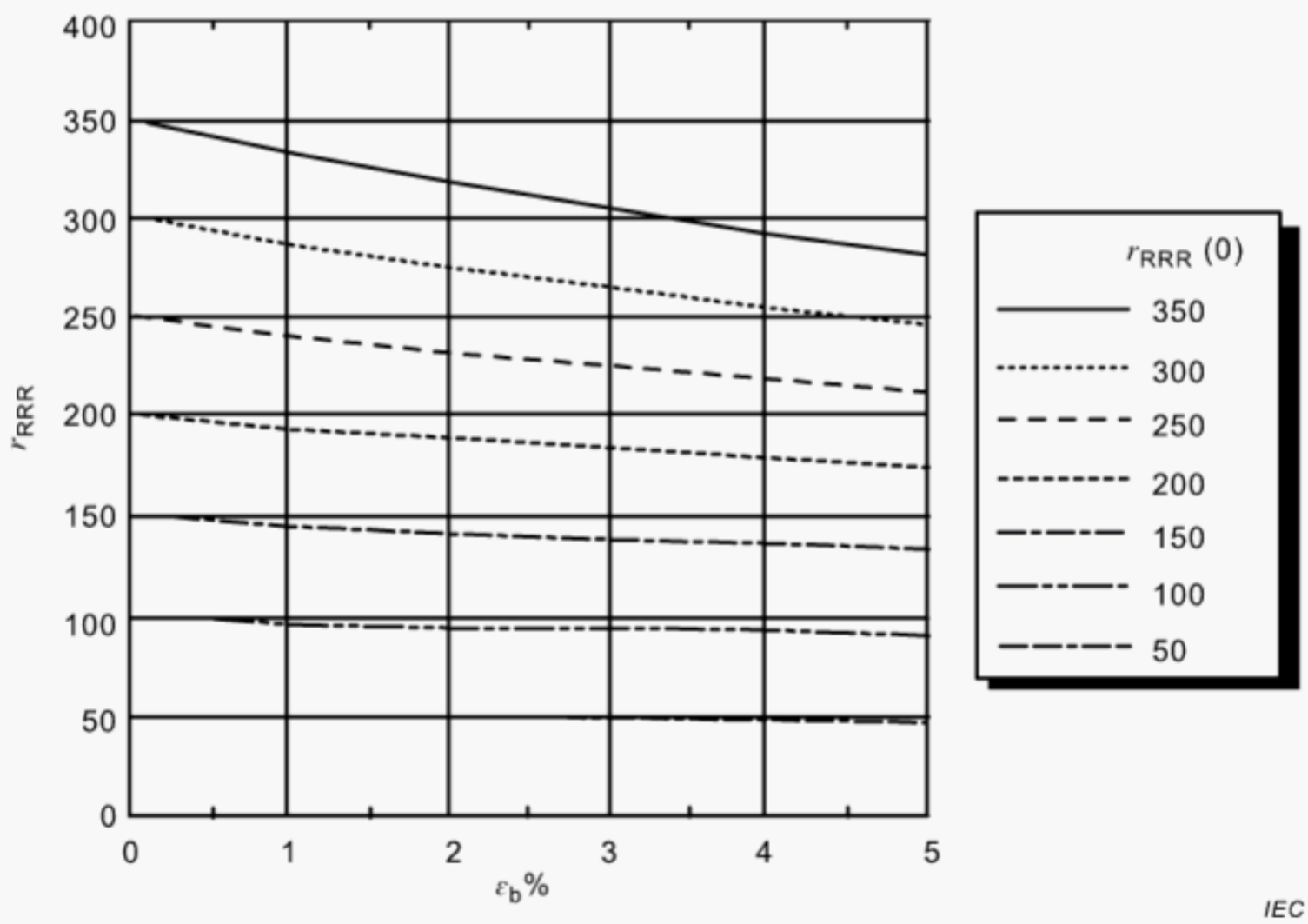


Figure A.3 – Dépendance de la valeur du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre circulaires

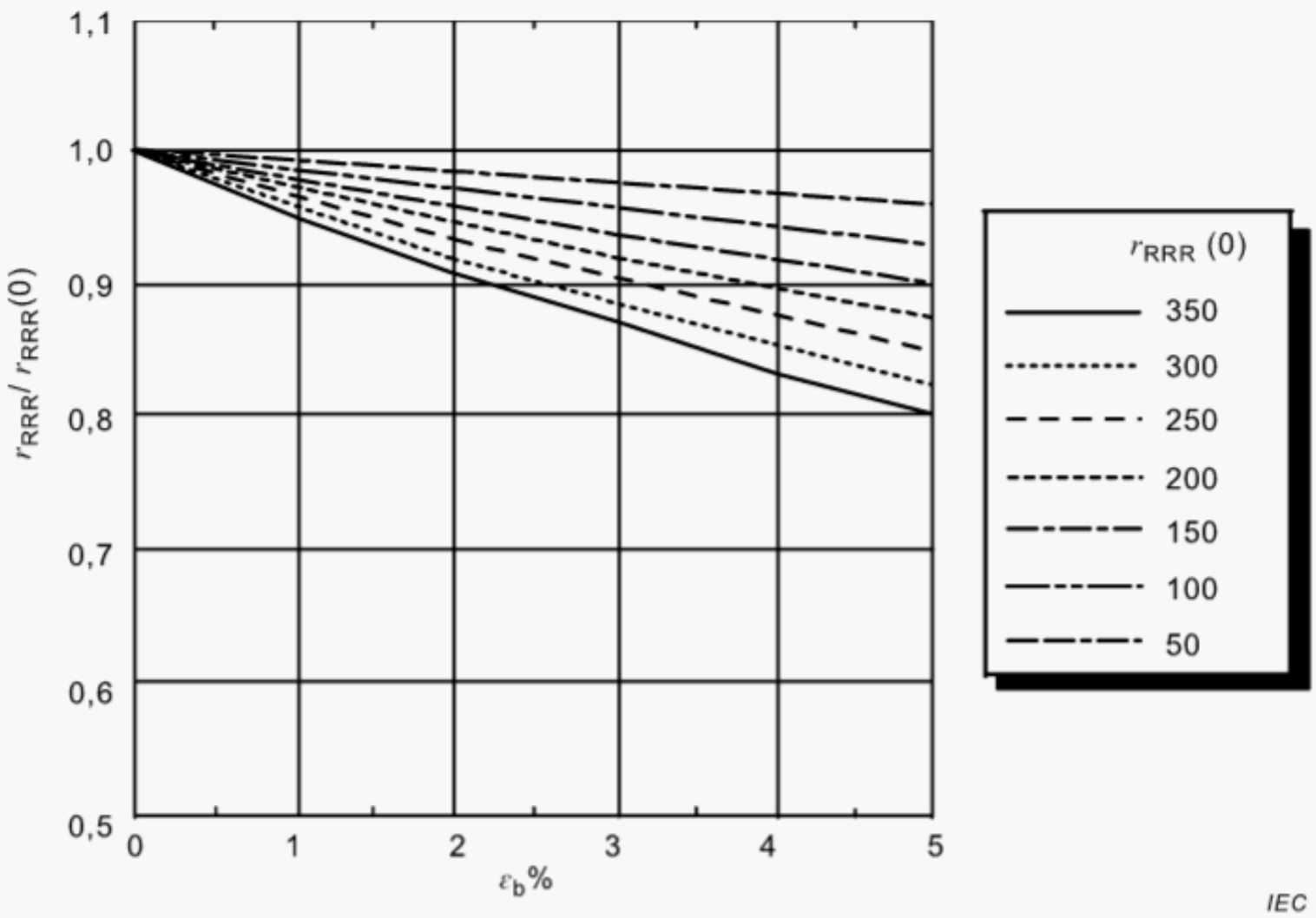


Figure A.4 – Dépendance de la valeur normalisée du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre circulaires

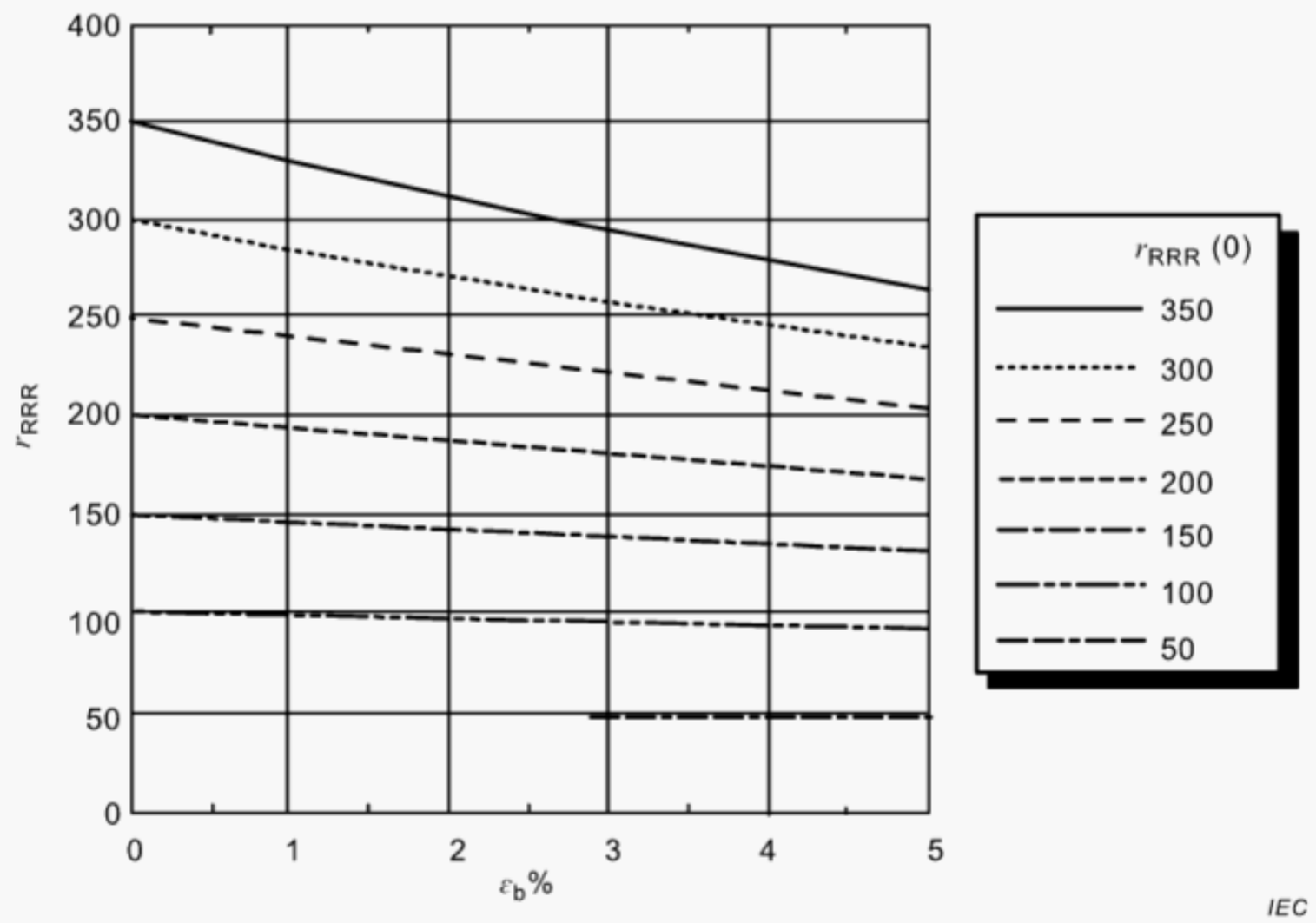


Figure A.5 – Dépendance de la valeur du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre rectangulaires

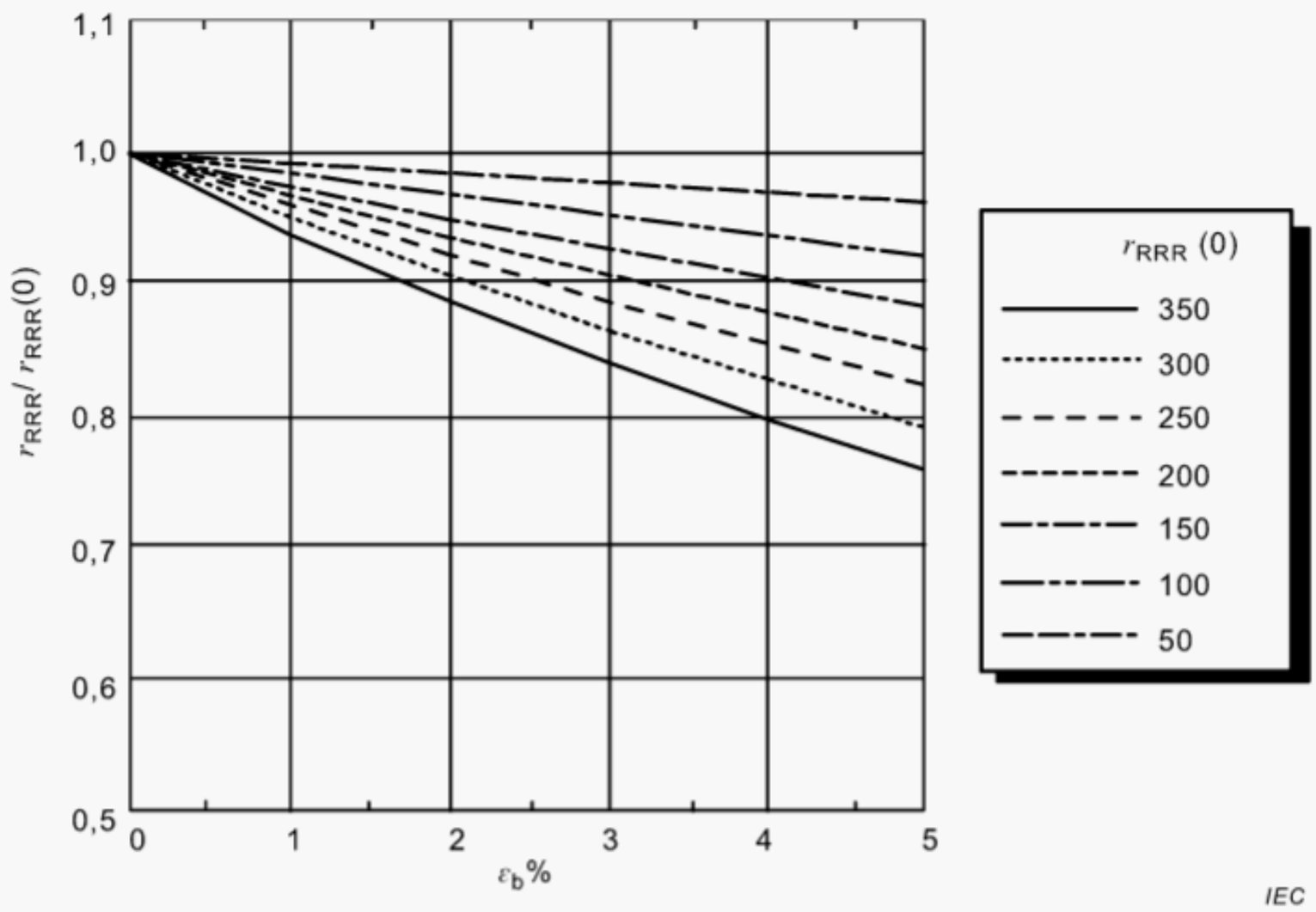


Figure A.6 – Dépendance de la valeur normalisée du RRR vis-à-vis de la flexion pour des fils de cuivre rectangulaires

Pour évaluer un matériau à r_{RRR} élevé, il est donc souhaitable d'utiliser une embase rectiligne ou un mandrin avec un grand diamètre de bobine, de façon à pouvoir effectuer l'évaluation en appliquant la plus faible flexion possible. Il convient en outre de prendre un soin particulier avec l'éprouvette, de façon à ne pas lui appliquer de déformation significative durant la manipulation.

Les Tableaux A.1 et A.2 indiquent les diamètres minimums, d_{min}, du mandrin de mesure, respectivement pour les fils circulaires et rectangulaires.

Tableau A.1 – Diamètre minimum du mandrin de mesure pour les fils circulaires

Diamètre du fil d [mm]	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50
Diamètre minimum d_{min} [mm]	10,6	15,9	21,2	26,5	31,8

Tableau A.2 – Diamètre minimum du mandrin de mesure pour les fils rectangulaires

Épaisseur t [mm]	0,25	0,50	0,75	1,00
Diamètre minimum d_{min} [mm]	6,3	12,5	18,8	25,0

A.5 Mode opératoire de correction de l'effet contrainte/déformation de flexion

L'Article A.5 décrit le mode opératoire de correction de l'effet contrainte/déformation de flexion sur la résistance à basse température, indiqué en 7.3. Pour une éprouvette d'une épaisseur $2h$ montée sur un mandrin de rayon R_d, la flexion est donnée par

$$\varepsilon_b = 100 \times (h/R_d)\ \%. \qquad \text{(A.5)}$$

La déformation de traction équivalente est alors

$$\varepsilon = (1/2)\varepsilon_b \quad (A.6)$$

pour un fil rectangulaire et

$$\varepsilon = [4/(3\pi)]\varepsilon_b \quad (A.7)$$

pour un fil circulaire. L'augmentation de la résistivité du cuivre pur à 4,2 K est calculée en remplaçant cette valeur de ε dans la Formule (9). La résistance corrigée à basse température est alors calculée en utilisant la Formule (8).

Annexe B
(informative)

Considérations relatives à l'incertitude

B.1 Vue d'ensemble

Un certain nombre d'organisations internationales de normalisation, incluant l'IEC, ont décidé en 1995 d'uniformiser l'utilisation des termes statistiques dans leurs normes. Il a été décidé d'utiliser le terme «incertitude» pour toutes les expressions statistiques quantitatives (associées à un nombre) et d'éliminer l'utilisation quantitative des termes «précision» et «exactitude». Les termes «exactitude» et «précision» peuvent toujours être utilisés d'une manière qualitative. La terminologie et les méthodes d'évaluation de l'incertitude sont normalisées dans le Guide ISO/IEC 98-3:2008 [3].

Il a été laissé à chaque comité d'études le soin de décider de modifier les normes existantes et futures de manière à être cohérentes avec la nouvelle approche uniformisée. Une telle modification n'est pas aisée et crée une confusion supplémentaire, en particulier pour les personnes qui ne sont pas familiarisées avec les statistiques et le terme incertitude. Lors de la réunion du comité d'études 90 à Kyoto en juin 2006, il a été décidé de mettre en œuvre ces modifications dans les futures normes.

La conversion des nombres d'«exactitude» et de «précision» en nombres équivalents d'«incertitude» nécessite la connaissance des origines des nombres. Le facteur d'élargissement du nombre d'origine peut avoir été 1, 2, 3 ou un autre nombre. Une spécification d'un fabricant pouvant parfois être décrite par une loi rectangulaire conduit à un nombre de conversion de $1/\sqrt{3}$. Le facteur d'élargissement approprié a été utilisé lors de la conversion du nombre d'origine en incertitude-type équivalente. Le processus de conversion n'est pas une opération que l'utilisateur de la norme a besoin de traiter pour la conformité avec les normes du comité d'études 90; il n'est expliqué ici que pour informer l'utilisateur sur la façon dont les nombres ont été modifiés dans ce processus. Le processus de conversion en terminologie d'incertitude ne modifie pas la nécessité pour les utilisateurs d'évaluer leur incertitude de mesure pour déterminer si les critères de la norme sont satisfaits.

Les modes opératoires décrits dans les normes de mesure du comité d'études 90 ont été conçus pour limiter l'incertitude de toute grandeur pouvant avoir une influence sur le mesurage, en se fondant sur l'estimation d'ingénierie des experts du comité d'études 90 et sur la propagation de l'analyse d'erreurs. Dans la mesure du possible, les normes ont des limites simples pour l'influence de certaines grandeurs, de sorte qu'il n'est pas demandé à l'utilisateur d'évaluer l'incertitude de ces grandeurs. L'incertitude globale d'une norme a ensuite été confirmée par une comparaison interlaboratoires.

B.2 Définitions

Des définitions statistiques peuvent être consultées dans trois sources: le Guide ISO/IEC 98-3:2008, le Guide ISO/IEC 99:2007 [4] et le NIST Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results [5]. Tous les termes de statistique utilisés dans la présente partie de l'IEC 61788 ne sont pas explicitement définis dans le Guide ISO/IEC 98-3:2008. Par exemple, les termes «incertitude-type relative» et «incertitude-type composée relative» sont utilisés dans le Guide ISO/IEC 98-3:2008 (5.1.6, Annexe J), mais ils ne sont pas formellement définis dans le Guide ISO/IEC 98-3:2008 (voir [5]).

B.3 Considérations relatives au concept d'incertitude

Précédemment, les évaluations statistiques utilisaient fréquemment le coefficient de variation (COV[3]), qui est le rapport entre l'écart-type et la moyenne (N.B. le COV est souvent appelé écart-type relatif). Ces évaluations ont été utilisées pour estimer la précision des mesurages et fournir l'étroitesse d'accord entre des essais répétés. L'incertitude-type (SU[4]) dépend davantage du nombre d'essais répétés et moins de la moyenne que le COV et, en conséquence, elle fournit dans certains cas une image plus réaliste de la dispersion des données et de l'estimation de l'essai. L'exemple du Tableau B.1 représente un ensemble de mesurages électroniques de dérive et de tension de fluage de deux extensomètres nominalement identiques utilisant le même dispositif de conditionnement de signal et le même système d'acquisition de données. Les n = 10 paires de données sont prélevées de manière aléatoire sur la feuille de calcul de 32 000 cellules. Ici, l'extensomètre numéro un (E_1) est dans la position de décalage nul, tandis que l'extensomètre numéro deux (E_2) est dévié de 1 mm. Les signaux de sortie sont en volts. Les Tableaux B.2, B.3, B.4 et B.5 représentent respectivement les valeurs moyennes, les écarts-types expérimentaux, les incertitudes-types et les valeurs du COV de deux signaux de sortie.

Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques

Signal de sortie [V]	
E_1	E_2
0,001 220 70	2,334 594 73
0,000 610 35	2,334 289 55
0,001 525 88	2,334 289 55
0,001 220 70	2,334 594 73
0,001 525 88	2,334 594 73
0,001 220 70	2,333 984 38
0,001 525 88	2,334 289 55
0,000 915 53	2,334 289 55
0,000 915 53	2,334 594 73
0,001 220 70	2,334 594 73

Tableau B.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie

Moyenne ($\overline{X}$) [V]	
E_1	E_2
0,001 190 19	2,334 411 62

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \text{ [V]} \qquad \text{(B.1)}$$

3 COV = *coefficient of variation* en anglais.

4 SU = *standard uncertainty* en anglais.

Tableau B.3 – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie

Écart-type expérimental (σ) [V]	
E_1	E_2
0,000 303 48	0,000 213 381

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{n} \left(X_i - \overline{X} \right)^2} \quad \text{[V]} \tag{B.2}$$

Tableau B.4 – Incertitudes-types de deux signaux de sortie

Incertitude-type (u) [V]	
E_1	E_2
0,000 095 97	0,000 067 48

$$u = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad \text{[V]} \tag{B.3}$$

Tableau B.5 – Valeurs du COV de deux signaux de sortie

Valeur du COV [%]	
E_1	E_2
25,498 2	0,009 1

$$X_{\text{COV}} = \frac{\sigma}{\overline{X}} \tag{B.4}$$

L'incertitude-type est très semblable pour les déviations des deux extensomètres. En revanche, la valeur du COV (X_{COV}) diffère d'un facteur de presque 2 800 entre les deux ensembles de données. Ceci présente l'avantage d'utiliser l'incertitude-type qui est indépendante de la valeur moyenne.

B.4 Exemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du comité d'études 90

La valeur d'un mesurage observée ne coïncide habituellement pas avec la valeur vraie du mesurande. La valeur observée peut être considérée comme une estimation de la valeur vraie. L'incertitude fait partie de l'«erreur de mesure», qui est une partie intrinsèque de tout mesurage. L'amplitude de l'incertitude est une mesure de la qualité métrologique des mesurages et améliore également la connaissance du mode opératoire de mesure. Le résultat de tout mesurage physique est constitué de deux parties: une estimation de la valeur vraie du mesurande et l'incertitude de cette «meilleure» estimation. Dans ce contexte, le Guide ISO/IEC 98-3:2008 est un guide pour une documentation normalisée transparente du mode opératoire de mesure. Il est possible de tenter de mesurer la valeur vraie en mesurant «la meilleure estimation» et en utilisant des évaluations d'incertitude pouvant être considérées de deux types: les incertitudes de Type A (mesurages répétés en laboratoire exprimés généralement sous forme de lois de Gauss) et les incertitudes de Type B (expériences antérieures, données documentées, informations du fabricant, etc., souvent fournies sous la forme de lois rectangulaires).

Le calcul d'incertitude utilisant le mode opératoire du Guide ISO/IEC 98-3:2008 est présenté dans l'exemple suivant:

a) Dans une première étape, l'utilisateur détermine un modèle de mesure mathématique sous forme de mesurande identifié en fonction de toutes les grandeurs d'entrée. Un exemple simple d'un tel modèle est donné pour l'incertitude de mesure d'une force, F_{LC} utilisant une cellule d'effort:

$$F_{LC} = F_m + d_W + d_R + d_{Re},$$

où F_m, d_W, d_R et d_{Re} représentent respectivement la force prévue due à une masse étalon appliquée, les données du fabricant, les vérifications répétées de poids étalon/jour et la reproductibilité des vérifications des jours différents.

Les grandeurs d'entrée sont ici: la force mesurée de la masse étalon en utilisant différentes balances (Type A), l'écart des données du fabricant (Type B), les résultats d'essais répétés en utilisant le système électronique numérique (Type B) et la reproductibilité des valeurs finales mesurées des jours différents (Type B).

b) Il convient que l'utilisateur identifie le type de loi pour chaque grandeur d'entrée (par exemple, lois de Gauss pour les mesurages de Type A et lois rectangulaires pour les mesurages de Type B).

c) Évaluer l'incertitude-type des mesurages de Type A:

$$u_A = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

où σ est l'écart-type expérimental et n est le nombre total de points de données mesurés.

d) Évaluer les incertitudes-types des mesurages de Type B:

$$u_B = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot d_W{}^2 + \ .....}$$

où d_w est la plage des valeurs des lois rectangulaires.

e) Calculer l'incertitude-type composée pour le mesurande en combinant toutes les incertitudes-types à l'aide de l'expression suivante:

$$u_C = \sqrt{u_A{}^2 + u_B{}^2}$$

Dans ce cas, il est considéré qu'il n'y a aucune corrélation entre les grandeurs d'entrée. Si l'équation modèle comporte des termes avec des produits ou des quotients, l'incertitude-type composée est évaluée en utilisant des dérivées partielles, et la relation devient plus complexe en raison des coefficients de sensibilité [6], [7].

f) Facultatif – l'incertitude-type composée de l'estimation du mesurande de référence peut être multipliée par un facteur d'élargissement (par exemple, 1 pour 68 %, 2 pour 95 % ou 3 pour 99 %) pour augmenter la probabilité que le mesurande puisse s'inscrire dans les limites de l'intervalle.

g) Consigner le résultat sous forme de l'estimation du mesurande ± l'incertitude élargie, avec l'unité de mesure et, au minimum, déclarer le facteur d'élargissement utilisé pour calculer l'incertitude élargie et la probabilité de couverture estimée.

Pour faciliter le calcul et normaliser le mode opératoire, l'utilisation d'un logiciel commercial certifié approprié constitue une méthode directe allégeant le volume de travail de routine [8], [9][5]. En particulier, les dérivées partielles indiquées peuvent être facilement obtenues avec un tel outil logiciel. D'autres références pour les lignes directrices des incertitudes de mesure sont données en [5], [10] et [11].

---

5 Les références [8] et [9] donnent des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'IEC approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

Annexe C
(informative)

Évaluation de l'incertitude de la méthode d'essai de RRR pour des composites supraconducteurs de Nb-Ti et de Nb_3Sn

C.1 Évaluation de l'incertitude

L'incertitude du rapport de résistance résiduelle est constituée de l'incertitude-type liée à la résistance à température ambiante (u_{R1}) et de celle liée à la résistance cryogénique (u_{R2}). Pour des raisons de simplicité, il est considéré ci-après que le facteur d'élargissement k est égal à 1.

Le rapport de résistance résiduelle du fil supraconducteur est donné par $r_{\mathrm{RRR}} = R_1/R_2$. Si les écarts de R_1 et R_2 par rapport à leurs moyennes statistiques sont ΔR_1 et ΔR_2, l'écart du rapport de résistance résiduelle, Δr_{RRR}, est

$$\frac{\Delta r_{\mathrm{RRR}}}{r_{\mathrm{RRR}}} = \frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2}. \tag{C.1}$$

Ainsi, l'incertitude-type relative de r_{RRR} est

$$u_r = \left[\left(\frac{u_{R1}}{R_1} \right)^2 + \left(\frac{u_{R2}}{R_2} \right)^2 \right]^{1/2}. \tag{C.2}$$

Étant donné que la résistance à température ambiante est donnée par

$$R_1 = \frac{U_1}{\left[1 + 0{,}00393\left(T_{\mathrm{m}} - 293\right)\right] I_1} \left[\Omega\right], \tag{C.3}$$

l'écart de R_1 est

$$\begin{aligned} \Delta R_1 &= \frac{\partial R_1}{\partial U_1} \Delta U_1 + \frac{\partial R_1}{\partial T_{\mathrm{m}}} \Delta T_{\mathrm{m}} + \frac{\partial R_1}{\partial I_1} \Delta I_1 \\ &= \frac{1}{1 + 0{,}00393\left(T_{\mathrm{m}} - 293\right)} \left(\frac{\Delta U_1}{I_1} - 0{,}00393 R_1 \Delta T_{\mathrm{m}} - \frac{U_1}{I_1^2} \Delta I_1 \right) \\ &\cong \frac{\Delta U_1}{I_1} - 0{,}00393 R_1 \Delta T_{\mathrm{m}} - \frac{U_1}{I_1^2} \Delta I_1 \qquad \left[\Omega\right], \end{aligned} \tag{C.4}$$

où ΔU_1, ΔT_{m} et ΔI_1 sont les écarts de la tension, de la température et du courant appliqué, respectivement. L'approximation dans la Formule (C.4) est fondée sur le fait que l'effet de la différence de température à partir de 293 K (20 °C) sur les coefficients de sensibilité est faible. Son effet sur l'incertitude cible finale est de 0,2 % au plus (pour un mesurage à 273 K (0 °C)). L'écart correspondant de la température ambiante peut être divisé ainsi

$$\Delta T_{\mathrm{m}} = \Delta T_{\mathrm{m1}} + \Delta T_{\mathrm{m2}} \qquad [\mathrm{K}] \tag{C.5}$$

où ΔT_{m1} est une différence entre la température ambiante mesurée et la température de l'éprouvette, et ΔT_{m2} est l'écart provoqué par le bolomètre. Par conséquent, l'incertitude-type liée à la résistance à température ambiante est donnée par

$$u_{R1} = \left[\left(\frac{u_{U1}}{I_1} \right)^2 + u_{RT\mathrm{m1}}^2 + (0{,}00393 R_1)^2 u_{T\mathrm{m2}}^2 + \left(\frac{U_1}{I_1^{\,2}} \right)^2 u_{I1}^{\,2} \right]^{1/2} \quad [\Omega] \qquad \text{(C.6)}$$

où

u_{U1} [V] est l'incertitude de type B liée à la tension à température ambiante ($u_{U1}/U_1 = 0{,}005/\sqrt{3}$),

u_{I1} [A] est l'incertitude de type B liée au courant à température ambiante ($u_{I1}/I_1 = 0{,}005/\sqrt{3}$),

$u_{T\mathrm{m2}}$ [K] est l'incertitude de type B liée au mesurage de la température ambiante utilisant un bolomètre ($u_{T\mathrm{m2}} = 1/\sqrt{3}$ [K]).

$u_{RT\mathrm{m1}}$ [Ω] est l'incertitude de type B liée à R_1 due à la différence entre la température ambiante et la température de l'éprouvette, et est formellement exprimée par $u_{RT\mathrm{m1}} = -0{,}00393 I_1 u_{T\mathrm{m1}}$. Néanmoins, $u_{T\mathrm{m1}}$ n'est pas obtenue à partir d'un modèle mathématique, mais $u_{T\mathrm{m1}}$ est estimée directement comme ±17 % de R_1 d'après les résultats d'essais interlaboratoires sur le RRR de Nb-Ti [12]. En considérant par hypothèse une situation similaire, elle peut également être estimée par $u_{RT\mathrm{m1}}/R_1 = 0{,}017/\sqrt{3}$.

Dans le mesurage de la résistance cryogénique, la tension de l'éprouvette est mesurée deux fois avec une modification du sens du courant. Il convient de noter que la tension à la transition est déterminée en traçant deux lignes droites et une incertitude notable peut apparaître dans ces analyses. Cette incertitude est représentée par b. L'incertitude-type liée à la résistance à la température cryogénique est alors donnée de façon similaire par

$$u_{R2} = \left[2\left(\frac{u_{U2}}{I_2} \right)^2 + 2b^2 + \left(\frac{U_2}{I_2^{\,2}} \right)^2 u_{I2}^{\,2} \right]^{1/2} \quad [\Omega] \qquad \text{(C.7)}$$

où u_{U2} [V] est l'incertitude de type B due au voltmètre, et u_{I2} [A] est l'incertitude de type B liée au courant. Ci-dessus $u_{U2}/U_2 = 0{,}005/\sqrt{3}$ et $u_{I2}/I_2 = 0{,}005/\sqrt{3}$. Le premier terme et le deuxième terme sont doublés car les mesurages sont effectués deux fois. Par conséquent, lorsque l'échantillon est mesuré dans un état sans flexion, l'incertitude-type composée relative est donnée par

$$u_{\mathrm{r}} = \left[1{,}43 \times 10^{-4} + 2\left(\frac{b}{R_2} \right)^2 \right]^{1/2} . \qquad \text{(C.8)}$$

Lorsque le courant de l'échantillon est mesuré à l'aide d'un voltmètre et d'une résistance étalon, les incertitudes de la tension et de la résistance affectent l'incertitude de mesure. Si la valeur de la tension et son incertitude-type sont U et u_U, et si la valeur de la résistance et son incertitude-type sont R et u_R, $(U_1/I_1^{\,2})^2 u_{I1}^{\,2}$ dans la Formule (C.6) et $(U_2/I_2^{\,2})^2 u_{I2}^{\,2}$ dans la Formule (C.7) sont respectivement remplacées par

$$\left(\frac{U_1}{I_1}\right)^2\left(\frac{u_U^2}{U^2}+\frac{u_R^2}{R^2}\right), \quad \left(\frac{U_2}{I_2}\right)^2\left(\frac{u_U^2}{U^2}+\frac{u_R^2}{R^2}\right) \tag{C.9}$$

Lorsque la résistance cryogénique est mesurée dans un état de flexion, il est nécessaire de compenser le résultat selon l'effet de la déformation en utilisant l'équation donnée avec la distance entre les deux prises de tension (L), le diamètre (d), le rapport de cuivre (r_{Cu}) et le rayon d'un mandrin (R_{d}) utilisé pour le mesurage. Il est considéré par hypothèse qu'un fil circulaire de diamètre d est enroulé sur un mandrin de mesure de rayon R_{d}. A l'aide des Formules (8) et (9), la valeur de la résistance cryogénique compensée est donnée par

$$\begin{aligned} R_2 &= R_2^* - 6{,}24\times10^{-12}\,\frac{8}{3\pi^2}\,\frac{L}{d r_{\mathrm{Cu}} R_{\mathrm{d}}} \\ &= R_2^* - 1{,}69\times10^{-12}\,\frac{L}{d r_{\mathrm{Cu}} R_{\mathrm{d}}} \qquad [\Omega] \end{aligned} \tag{C.10}$$

où ε = $(4/3\pi)(d/2R_{\mathrm{d}})$ et S_{cu} = $\pi(d/2)^2 r_{\mathrm{Cu}}$ ont été utilisés, et le second petit terme de la Formule (9) a été négligé. La grandeur r_{Cu} est une proportion que le cuivre occupe dans une surface de section du fil et peut être donnée par $r_{\mathrm{Cu}} = c/(1 + c)$ en utilisant le rapport de cuivre, c. Si le second terme de la Formule (C.10) est désigné par δR_2, la contribution à l'incertitude-type composée de u_{R2} à partir des incertitudes de L, d, r_{Cu} et R_{d} est estimée comme suit:

$$u_{R2}^* = |\delta R_2|\left[\left(\frac{u_L}{L}\right)^2+\left(\frac{u_d}{d}\right)^2+\left(\frac{u_{r\mathrm{Cu}}}{r_{\mathrm{Cu}}}\right)^2+\left(\frac{u_{R\mathrm{d}}}{R_{\mathrm{d}}}\right)^2\right]^{1/2} \qquad [\Omega], \tag{C.11}$$

où u_L [m], u_d [m], $u_{r\mathrm{Cu}}$ et $u_{R\mathrm{d}}$ [m] sont respectivement les incertitudes-types de type B de la distance entre les prises de tension, le diamètre, le rapport de cuivre et le rayon du mandrin. Il est nécessaire de mesurer L avec l'incertitude $u_L/L = 0{,}05/\sqrt{3}$. Il est considéré par hypothèse que l'incertitude de d est $u_d/d = 0{,}02/\sqrt{3}$. Il est nécessaire que les incertitudes relatives de r_{Cu} et R_{d} soient inférieures à $0{,}05/\sqrt{3}$. La compensation maximale est d'environ $\delta R_2/R_2 = 0{,}10$ lorsque la flexion est de 2 % pour r_{RRR} = 350. L'incertitude-type composée relative de la résistance cryogénique due à la correction de la flexion est ainsi estimée au plus à

$$\frac{u_{R2}^*}{R_2} = 0{,}513\times10^{-2}. \tag{C.12}$$

D'après l'analyse ci-dessus, l'incertitude-type combinée relative liée au rapport de résistance résiduelle est donnée par

$$u_{\mathrm{r}} = \frac{u}{(R_1/R_2)} = \left[\left(\frac{u_{RI}}{R_1}\right)^2+\left(\frac{u_{R2}}{R_2}\right)^2+\left(\frac{u_{R2}^*}{R_2}\right)^2\right]^{1/2} = \left[1{,}69\times10^{-4}+2\left(\frac{b}{R_2}\right)^2\right]^{1/2}. \tag{C.13}$$

Selon l'essai interlaboratoires représenté en C.2, u_{r} a été estimée comme 2,44 × 10^{-2}. Ainsi, l'estimation de b/R_2 est

$$\frac{b}{R_2} = 1{,}46 \times 10^{-2}. \qquad \text{(C.14)}$$

La valeur type et la valeur cible de l'incertitude de chaque mesurage sont énumérées dans le Tableau C.1.

Tableau C.1 – Incertitude de chaque mesurage

Incertitude	Type	Valeur	Remarques
u_{U1}/U_1	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta U_1\rvert/U_1 < 0{,}005$
u_{I1}/I_1	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta I_1\rvert/I_1 < 0{,}005$
$u_{T\mathrm{m}2}$	B	$1/\sqrt{3}$ K	$\lvert\Delta T_\mathrm{m}\rvert < 1$K
u_{U2}/U_2	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta U_2\rvert/U_2 < 0{,}005$
u_{I2}/I_2	B	$0{,}005/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta I_2\rvert/I_2 < 0{,}005$
u_L/L	B	$0{,}05/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta L\rvert/L < 0{,}05$
u_d/d	B	$0{,}02/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta d\rvert/d < 0{,}02$
$u_{r\mathrm{Cu}}/r_\mathrm{Cu}$	B	$0{,}05/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta r_\mathrm{Cu}\rvert/r_\mathrm{Cu} < 0{,}05$
$u_{R\mathrm{d}}/R_\mathrm{d}$	B	$0{,}05/\sqrt{3}$	$\lvert\Delta R_\mathrm{d}\rvert/R_\mathrm{d} < 0{,}05$

C.2 Résumé de l'essai interlaboratoires de RRR d'un composite supraconducteur de Nb-Ti

L'essai interlaboratoires de RRR a été réalisé sur un composite supraconducteur de Cu/Nb-Ti. Les caractéristiques du supraconducteur d'essai sont les suivantes:

- diamètre: 0,80 mm, 0,86 mm couche d'isolation comprise;
- rapport Cu/Nb-Ti: 6,5;
- diamètre moyen de filament: environ 70 μm;
- nombre de filaments: 16;
- pas de torsade: 30 mm;
- courant critique: supérieur à 185 A (3 T, 4,2 K);
- r_RRR: supérieur à 150.

Les établissements participants ont été dotés d'éprouvettes pratiquement rectilignes. Certaines éprouvettes ont été mesurées en l'état de livraison et certaines ont été mesurées enroulées sur une bobine dans un état contraint. Le nombre d'établissements participants était de 13 provenant de cinq pays et le nombre de déterminations était de 77. R_2 a été mesurée en suivant la méthode définie en 7.2 et 7.3 ainsi que les méthodes de A.3. Les détails des mesurages sont décrits dans la référence [12]. L'effet de la déformation a été corrigé en utilisant les Formules (8) et (9). La distribution du r_RRR mesuré est représentée à la Figure C.1. Presque toutes les données, sauf trois, étaient concentrées de façon relativement étroite. La moyenne était de 178,5, l'écart-type était de 4,4 et la valeur du COV (coefficient de variation) était de 2,44 %. Sans prendre en compte les trois données extraordinaires, la moyenne était de 178,2, l'écart-type était de 3,1 et la valeur du COV était de 1,73 %.

Ainsi, il est raisonnable de déterminer que l'incertitude-type composée relative cible de cette méthode ne dépasse pas 2,5 %, en se basant sur la valeur du COV de l'essai interlaboratoires.

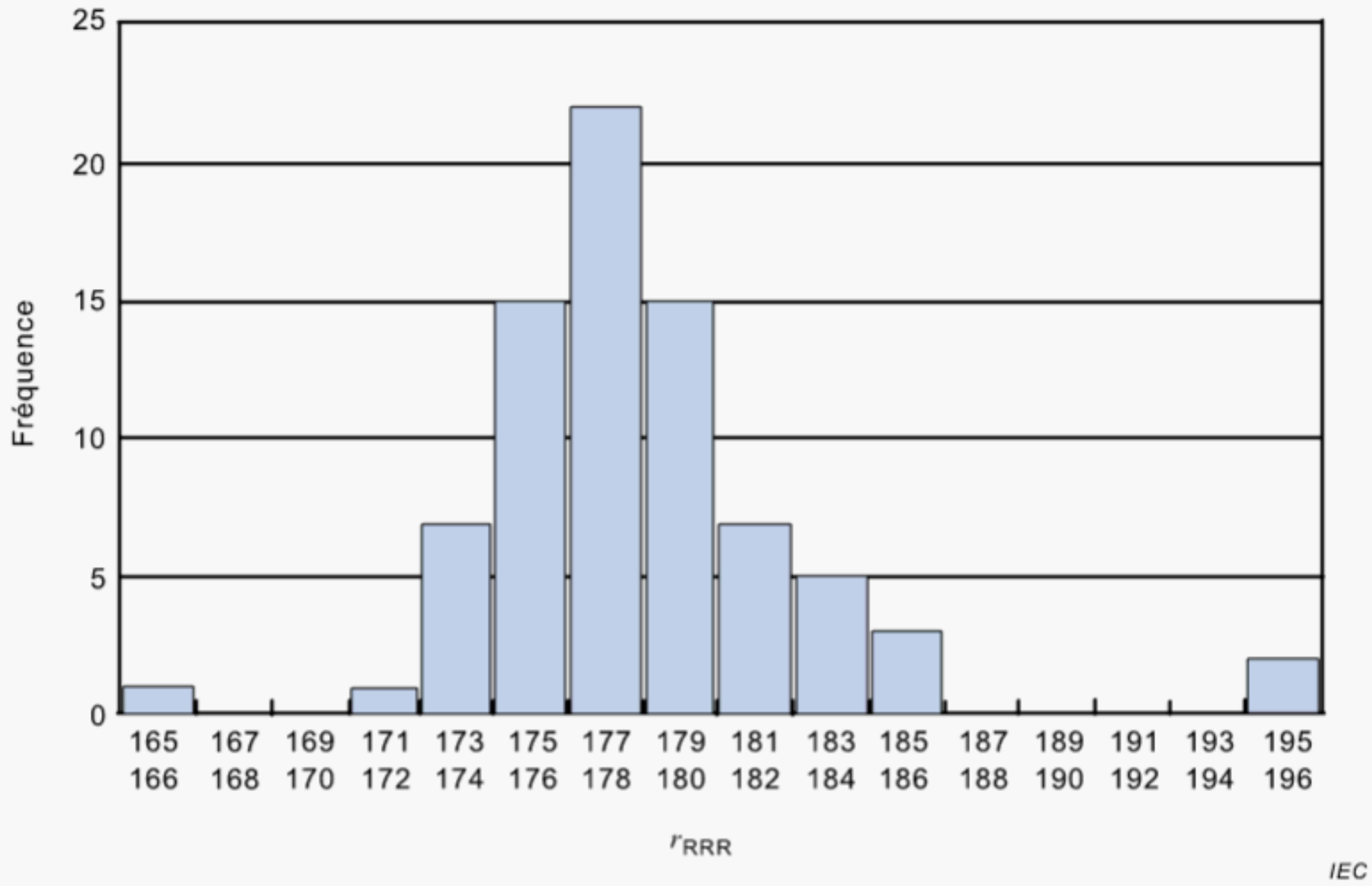


Figure C.1 – Distribution du r_{RRR} observé du composite supraconducteur de Cu/Nb-Ti

C.3 Justification de la valeur de COV élevée dans l'essai interlaboratoires du composite supraconducteur de Nb_3Sn

La valeur du COV de l'essai interlaboratoires pour les échantillons de Nb_3Sn était de 6,07 % [13]. Cette valeur est beaucoup plus élevée que celle pour Nb-Ti (2,44 %), bien qu'il n'y ait aucune contribution d'une incertitude supplémentaire de correction de l'effet contrainte/déformation. Pour clarifier cette justification, un essai interlaboratoires a été effectué entre deux laboratoires pour trois échantillons de Nb_3Sn, dont deux ont été prélevés du même lot de traitement thermique. Le r_{RRR} obtenu en utilisant la méthode de référence s'inscrivait dans les limites de 1 % pour les deux laboratoires pour les trois échantillons comme l'indique le Tableau C.2, tandis que les valeurs du r_{RRR} étaient différentes pour les deux échantillons provenant du même lot [14]. Cela indique que la valeur élevée de COV observée dans l'ancien essai interlaboratoires provenait de l'hétérogénéité des échantillons, alors que la méthode d'essai elle-même était assez exacte. Cette hétérogénéité peut être due à la haute sensibilité aux conditions de traitement thermique ou aux défauts de la barrière de diffusion. Étant donné que pour être conforme, une valeur de r_{RRR}, doit généralement être supérieure à une valeur minimale, l'existence d'hétérogénéités peut nécessiter de mesurer plusieurs éprouvettes d'un fil donné et d'en consigner les résultats.

Tableau C.2 – Valeurs obtenues de R_1, R_2 et r_{RRR} pour trois échantillons de Nb_3Sn

Échantillon	Laboratoire 1			Laboratoire 2		
	R_1(293 K) [Ω]	$R_2(T_c^*)$ [Ω]	r_{RRR}	R_1(293 K) [Ω]	$R_2(T_c^*)$ [Ω]	r_{RRR}
B	$1{,}593 \times 10^{-3}$	$1{,}49 \times 10^{-5}$	107	$1{,}61 \times 10^{-3}$	$1{,}49 \times 10^{-5}$	108
C	$1{,}719 \times 10^{-3}$	$1{,}66 \times 10^{-5}$	104	$1{,}74 \times 10^{-3}$	$1{,}66 \times 10^{-5}$	105
D	$1{,}619 \times 10^{-3}$	$1{,}61 \times 10^{-5}$	100	$1{,}65 \times 10^{-3}$	$1{,}62 \times 10^{-5}$	101

Pour cette raison, l'incertitude liée à la méthode d'essai de RRR pour Nb_3Sn est censée être aussi faible que celle pour Nb-Ti. Par conséquent, la valeur de b/R_2 = $1{,}46 \times 10^{-2}$ obtenue dans l'essai interlaboratoires pour le mesurage de RRR pour Nb-Ti peut également être utilisée pour estimer l'incertitude de r_{RRR} pour Nb_3Sn à l'aide de la Formule (C.8). En outre, les résultats présentés dans le Tableau C.2 indiquent que la principale différence entre les mesurages effectués par les deux laboratoires provient des valeurs observées de R_1. Cette différence est considérée comme étant provoquée par l'incertitude liée à la température ambiante.

Bibliographie

[1] MURASE S., SAITOH T., MATSUSHITA T. and OSAMURA K. Standardization of the method for the determination of the residual resistance ratio (RRR) of Cu/Nb-Ti composite superconductors. *Proc. of ICEC16/ICMC*, Kitakyushu, May 1996, p.1795

[2] SIMON N.J., DREXLER E.S., REED R.P. *Properties of Copper and Copper Alloys at Cryogenic Temperatures.* NIST Monograph, 177 (1992)

[3] Guide ISO/IEC 98-3:2008, *Incertitude de mesure – Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

[4] Guide ISO/IEC 99:2007, *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

[5] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results. NIST Technical Note 1297, 1994 (Disponible sous <http://physics.nist.gov/Pubs/guidelines/TN1297/tn1297s.pdf>)

[6] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique, *Analyst*, Vol. 119, 2161 (1994)

[7] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement

[8] Disponible sous <http://www.metrodata.de>

[9] Disponible sous <http://www.isgmax.com/>

[10] CHURCHILL, E., HARRY, H.K. and COLLE ,R. Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results. NBS Special Publication 644 (1983)

[11] JAB NOTE Edition 1:2003, Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing). (Disponible sur <http://www.jab.or.jp>)

[12] MATSUSHITA T., OTABE E.S., MURASE S., OSAMURA K. and HUA CY. *Adv. in Supercond.* XI, Tokyo, Springer, 1507 (1999)

[13] MURASE S., SAITOH T., MORIAI H., MATSUSHITA T and OSAMURA K., Advances in Superconductivity. XI, Tokyo, Springer, 1511 (1999)

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch