

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61788-10

Première édition
First edition
2002-06

Supraconductivité –

Partie 10:

**Mesure de la température critique –
Température critique des composites
supraconducteurs Nb-Ti, Nb₃Sn ainsi que
des oxydes supraconducteurs à base Bi
par une méthode par résistance**

Superconductivity –

Part 10:

**Critical temperature measurement –
Critical temperature of Nb-Ti, Nb₃Sn, and
Bi-system oxide composite superconductors
by a resistance method**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61788-10:2002

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique. Des renseignements relatifs à cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/catlg-f.htm) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/JP.htm) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology. Information relating to this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/catlg-e.htm) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (www.iec.ch/JP.htm) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC

61788-10

Première édition
First edition
2002-06

Supraconductivité –

Partie 10:

**Mesure de la température critique –
Température critique des composites
supraconducteurs Nb-Ti, Nb₃Sn ainsi que
des oxydes supraconducteurs à base Bi
par une méthode par résistance**

Superconductivity –

Part 10:

**Critical temperature measurement –
Critical temperature of Nb-Ti, Nb₃Sn, and
Bi-system oxide composite superconductors
by a resistance method**

© IEC 2002 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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'éditeur.

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 the publisher.

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

L

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	4
INTRODUCTION	6
1 Domaine d'application	8
2 Références normatives	8
3 Termes et définitions	8
4 Détermination de la température critique	8
5 Prescriptions	10
6 Appareillage	10
7 Mode opératoire	12
8 Détermination de T_c	14
9 Exactitude et stabilité	16
10 Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Informations supplémentaires relatives à la mesure de la température critique	20
Figure 1 – Détermination de la température critique (T_c)	18
Figure 2 – Courbes types de tension en fonction de la température pour le premier et le second passage	18

CONTENTS

FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	9
2 Normative references	9
3 Terms and definitions	9
4 Determination of critical temperature	9
5 Requirements	11
6 Apparatus.....	11
7 Measurement procedure.....	13
8 T_c determination.....	15
9 Accuracy and stability.....	17
10 Test report.....	17
Annex A (informative) Additional information relating to measurement of critical temperature	21
Figure 1 – Determination of critical temperature (T_c)	19
Figure 2 – Typical voltage versus temperature curves for first and second runs	19

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 10: Mesure de la température critique – Température critique des composites supraconducteurs Nb-Ti, Nb₃Sn ainsi que des oxydes supraconducteurs à base Bi par une méthode par résistance

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation internationale de normalisation composée de tous les comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI 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, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. 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 qui assurent la liaison avec la CEI participent également à cette préparation. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques, représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, spécifications techniques, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure du possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ces normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains éléments de la présente norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 61788-10 a été établie par le comité technique 90 de la CEI: Supraconductivité.

Le texte anglais de cette norme est basé sur les documents 90/122/FDIS et 90/127/RVD. Le rapport de vote 90/127/RVD donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La version française de cette norme n'a pas été soumise au vote.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 3.

L'annexe A est donnée uniquement à titre d'information.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant 2007. A cette date, la publication sera

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –**Part 10: Critical temperature measurement –
Critical temperature of Nb-Ti, Nb₃Sn, and Bi-system oxide
composite superconductors by a resistance method**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the 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, the IEC publishes International Standards. 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. The 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 the 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 National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical specifications, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61788-10 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

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

FDIS	Report on voting
90/122/FDIS	90/127/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 3.

Annex A is for information only.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until 2007. At this date, the publication will be

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

INTRODUCTION

Outre le courant critique et les champs critiques, la température critique est une caractéristique importante et fondamentale des matériaux supraconducteurs. De même, la température critique est importante pour les applications pratiques des supraconducteurs dans la mesure où, si elle est supérieure, la marge de température est plus large et la consommation d'énergie de refroidissement est plus faible. Il est ainsi urgent de disposer d'une méthode normalisée de mesure de la température critique, ce qui présente des avantages certains pour les utilisateurs de conducteurs.

Il existe nombre de méthodes d'essai permettant de mesurer la température critique des supraconducteurs: la méthode par résistance, les méthodes de mesure de la susceptibilité en courant continu qui utilisent les magnétomètres à SQUID et VSM (à échantillon vibrant), les méthodes de mesure de la susceptibilité en courant alternatif ainsi que les méthodes de mesure de la chaleur massique, etc.

Il est généralement admis que les méthodes d'essai, autres que la méthode par résistance, sont plus sensibles et apportent plus d'informations que la méthode d'essai par résistance; par ailleurs, elles conviennent mieux aux matériaux non homogènes, aux films épais et minces ainsi qu'aux matériaux en vrac et aux poudres, pour lesquels la méthode par résistance est difficile à mettre en oeuvre.

La méthode de mesure par la résistance est néanmoins utilisée dans la présente Norme internationale parce qu'elle est plus simple, plus fiable et applicable à la plupart des composites supraconducteurs pour utilisation industrielle.

Le cadre général de la présente norme a été principalement élaboré par la Japan Fine Ceramics Association (Association japonaise des fabricants de céramique de pointe), organisme membre du TIVA16 (matériaux supraconducteurs) du VAMAS (Versailles Project on Advanced Materials and Standards). Les révisions structurelles de ce cadre général ont principalement été entreprises par le Centre des Matériaux Nouveaux (New Materials Center) sous la supervision du Comité National Japonais et du VAMAS.

INTRODUCTION

In addition to critical current and critical field, critical temperature is an important, basic property of materials that exhibit superconductivity. Also, critical temperature is practically important in applications of superconductors, since the higher the critical temperature is, the larger is temperature margin and the lower the cooling power consumption. Thus, standardization of the measurement method of critical temperature is quite beneficial to conductor users and is urgently required.

There are a lot of test methods to measure the critical temperature of superconductors, including the resistance method, d.c. susceptibility methods using a SQUID magnetometer and VSM (vibrating-sample magnetometer), a.c. susceptibility methods, specific heat methods etc.

Test methods, other than the resistance method, may generally be more sensitive and informative compared to the resistance method and may be appropriate for non-homogeneous materials or for thick films, thin films, bulks and powders, for which the resistance method is difficult to apply.

In this International Standard, however, the resistance measurement method is employed. This is because the resistance method is simpler and more reliable and can be applied to most of the composite superconductors in industrial use.

The outline of this standard was basically prepared by the Japan Fine Ceramics Association, a member institution of VAMAS (Versailles Project on Advanced Materials and Standards), TWA16 (Superconducting materials). The extensive revisions of the outline were primarily made by the New Materials Center supervised by the Japan National Committee and VAMAS.

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 10: Mesure de la température critique – Température critique des composites supraconducteurs Nb-Ti, Nb₃Sn ainsi que des oxydes supraconducteurs à base Bi par une méthode par résistance

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61788 décrit une méthode d'essai permettant de déterminer par résistivité la température critique des composites supraconducteurs pour utilisation industrielle.

La présente norme couvre des composites supraconducteurs tels que les Cu/Nb-Ti, les Cu/Cu-Ni/Nb-Ti, les Cu-Ni/Nb-Ti, les Cu/Nb₃Sn ainsi que les oxydes supraconducteurs à base Bi stabilisés au métal qui ont une structure monolithique et se présentent sous la forme de fils ronds ou de rubans plats ou carrés constitués de supraconducteurs monofilamentaires ou multifilamentaires (voir article A.1).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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).

CEI 60050-815, *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) – Partie 815: Supraconductivité*

CEI 61788-4, *Supraconductivité – Partie 4: Mesure des taux de résistance résiduelle – Taux de résistance résiduelle des composites supraconducteurs de Nb-Ti*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente norme, les définitions données dans la CEI 60050-815 ainsi que la suivante s'appliquent.

3.1 température critique d'un supraconducteur

température en dessous de laquelle un matériau présente des caractéristiques de supraconductivité à des champs magnétiques nuls et sans courant de transport

4 Détermination de la température critique

Dans la présente norme, la température critique (T_c) est déterminée comme étant le point médian de transition de la résistivité de l'état normal à l'état supraconducteur, à une valeur minimale de courant de transport continu (courant de l'éprouvette) et sans aucun champ magnétique autre que le champ géomagnétique.

La figure 1 illustre schématiquement la courbe de la résistance en fonction de la température d'un composite supraconducteur. Tracer une tangente à la partie de la courbe se trouvant dans la région d'état normal. La valeur de température à l'intersection de la courbe de transition et d'une ligne à 50 % de la hauteur de la tangente est exprimée par T_c .

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 10: Critical temperature measurement – Critical temperature of Nb-Ti, Nb₃Sn, and Bi-system oxide composite superconductors by a resistance method

1 Scope

This part of IEC 61788 specifies a test method for the resistive determination of the critical temperature of composite superconductors for industrial use.

The composite superconductors covered in this standard include Cu/Nb-Ti, Cu/Cu-Ni/Nb-Ti and Cu-Ni/Nb-Ti composite superconductors, Cu/Nb₃Sn composite superconductors and metal-stabilized Bi-system oxide superconductors that have a monolithic structure and a shape of round, flat or square wire containing mono- or multi-cores of superconductors (see clause A.1).

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. 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 (IEV) – Part 815: Superconductivity*

IEC 61788-4, *Superconductivity – Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti composite superconductors*

3 Terms and definitions

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

3.1

critical temperature (of a superconductor)

temperature below which a material exhibits superconductivity at zero magnetic field strength and without any transport current

4 Determination of critical temperature

In this standard, the critical temperature (T_c) is determined as the mid-point of the resistive transition from the normal state to the superconducting state with a minimum of d.c. transport current (specimen current) and at no applied magnetic field strength except for geomagnetic field.

Figure 1 shows schematically a curve of resistance versus temperature for a composite superconductor. Draw a tangential line to the part of the curve in the normal state region. The value of the temperature at the intersection of the transition curve and a line with 50 % of the height of the tangential line is T_c .

Tracer également deux lignes à 10 % et à 90 % de la hauteur de la tangente. Les températures aux points d'intersection des deux lignes avec la courbe de transition, respectivement exprimées par $T_{c0,1}$ et $T_{c0,9}$, sont déterminées comme illustré à la figure 1. La largeur de transition ΔT_c est définie par l'expression $T_{c0,9} - T_{c0,1}$.

NOTE Il existe d'autres définitions possibles de la température critique non traitées dans la présente norme (voir article A.2).

5 Prescriptions

La résistance doit être mesurée en utilisant la technique des quatre sondes.

ΔT_c doit être inférieure à 3 % de T_c . Si ΔT_c dépasse 3 % de T_c , se reporter à l'article A.2.

La précision recherchée pour cette méthode, c'est-à-dire le coefficient de variation (COV) dans un essai comparatif, doit être d'au maximum 3 %.

Il incombe à l'utilisateur de la présente norme de consulter et d'établir les procédures d'hygiène et de sécurité appropriées et de considérer l'applicabilité des limites réglementaires correspondantes avant utilisation. Des instructions de sécurité spécifiques sont données ci-après.

Ce type de mesure présente des dangers. Un contact direct de la peau avec les canalisations de transfert de liquide froid, les vases de Dewar ou les différents organes de l'appareillage peuvent entraîner une congélation immédiate, comme un contact direct avec du fluide cryogénique en cas de déversement. Il est donc impératif d'observer les mesures de sécurité applicables à la manipulation de fluides cryogéniques.

6 Appareillage

L'appareillage est constitué d'une embase pour montage de l'éprouvette, une structure supportant l'éprouvette, un réservoir de fluide cryogénique, un système de contrôle/mesure de la température et un système de mesure de la résistance.

L'éprouvette doit être montée sur une embase de conception appropriée. Le matériau utilisé pour l'embase doit être non ferromagnétique, par exemple du cuivre, de l'aluminium, de l'argent ou un métal similaire dont la conductivité thermique est supérieure ou égale à 100 W/(m·deg.) à 4,2 K. La surface de l'embase doit être couverte d'une couche de matériau isolant (bande ou couche de mylar, de polyester, de polytétrafluoroéthylène, etc.) d'une épaisseur maximale de 0,1 mm.

L'une des dimensions de l'embase doit être d'au moins 15 mm de long.

L'éprouvette montée sur l'embase est introduite avec son support dans un cryostat rempli d'une quantité appropriée de fluide cryogénique. L'éprouvette est placée au-dessus du niveau du fluide cryogénique de façon que sa température soit contrôlée par l'équilibre entre le refroidissement du gaz cryogénique évaporé et la chaleur en provenance de l'extérieur du cryostat. D'autres méthodes de contrôle de la température, décrites à l'article A.3, peuvent être utilisées.

Le support de l'éprouvette doit être réalisé de façon que un courant puisse circuler dans l'éprouvette et qu'il soit possible de mesurer la tension résultante générée le long de l'éprouvette.

Pour le système de refroidissement mentionné ci-dessus, le support de l'éprouvette doit permettre de monter et de descendre l'éprouvette de manière à l'introduire et à la sortir du bain de fluide cryogénique.

Draw also two lines with heights equalling 10 % and 90 % of the tangential line. The temperatures at the respective intersections with the transition curve, denoted by $T_{c0,1}$ and $T_{c0,9}$, respectively, are determined as shown in figure 1. The transition width, ΔT_c is defined as $T_{c0,9} - T_{c0,1}$.

NOTE There are other possible definitions of critical temperature, which are not covered in this standard (see clause A.2).

5 Requirements

The resistance measurement shall be performed with the four-probe technique.

ΔT_c shall be less than 3 % of T_c . In the case that ΔT_c exceeds 3 % of T_c , see clause A.2.

The target precision of this method, the coefficient of variation (COV) in an inter-comparison test, shall be 3 % or less.

It is the responsibility of the user of this standard to consult and establish appropriate safety and health practices and to determine the applicability of regulatory limitations prior to use. Specific precautionary statements are given below.

Hazards exist in this type of measurement. Direct contact of skin with cold liquid transfer lines, storage dewars or apparatus components can cause immediate freezing, as can direct contact with a spilled cryogen. It is imperative that safety precautions for handling cryogenic liquids be observed.

6 Apparatus

The apparatus consists of a base plate for specimen mounting, a specimen support structure, a liquid cryogen reservoir, a temperature control/measurement system and a resistance measurement system.

The specimen shall be mounted on a properly designed base plate. The material used for the base plate shall be a non-ferromagnetic material, for instance copper, aluminum, silver or the like, whose thermal conductivity is equal to or better than 100 W/(m·deg.) at 4,2 K. The surface of the plate shall be covered with an insulating layer (tape or a layer made of mylar, polyester, poly tetra-fluoro-ethylene, etc.) whose thickness is 0,1 mm or less.

The base plate shall be at least 15 mm long in one dimension.

The specimen mounted on the base plate is inserted with a specimen support structure into a cryostat filled with an appropriate amount of liquid cryogen. The specimen is placed above the level of the liquid cryogen where balancing the cooling of evaporated cryogen gas with the heat coming from outside the cryostat controls its temperature. Alternative temperature control methods, described in clause A.3, may be employed.

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.

For the cooling system mentioned above, the specimen support structure shall allow the specimen to be lowered and raised into and out of the liquid cryogen bath.

Le fluide cryogénique doit être choisi parmi les produits tels que l'hélium liquide, l'hydrogène liquide, le néon liquide et l'azote liquide. Le point d'ébullition du fluide cryogénique choisi doit cependant être d'au moins 10 % inférieur à la valeur T_c de l'éprouvette.

Dans le cas de mesure inférieure à 20 K, on doit utiliser une pièce d'ancrage thermique permettant de maintenir une température uniforme. Le fluide cryogénique peut être utilisé comme pièce d'ancrage thermique. La pièce d'ancrage thermique doit être reliée à l'embase au moyen d'un matériau ayant une bonne conductivité thermique.

7 Mode opératoire

7.1 Montage de l'éprouvette

L'éprouvette d'essai doit être droite, d'une longueur d'au moins 10 mm, et de section uniforme. La distance entre deux prises de tension doit être d'au moins 5 mm et doit excéder la dimension de la section la plus longue.

Il convient que les prises de courant et de tension aient une faible résistance, en utilisant par exemple des fils de cuivre et des contacts soudés de manière à éviter le bruit et les fluctuations de tension. L'éprouvette doit être munie d'instruments disposant de contacts de mesure de courant à proximité de chaque extrémité ainsi que de deux prises de tension sur une partie centrale de l'éprouvette. Pour la mesure, l'éprouvette doit être montée sur l'embase.

La pose de l'instrumentation et l'installation de l'éprouvette sur l'embase doivent être réalisées avec soin de manière à éviter l'application de toute charge excessive sur l'éprouvette car cela peut donner lieu à des contraintes indésirables en flexion ou en traction. La contrainte appliquée doit être d'au maximum 0,1 %. Dans certains cas, une légère flexion ou déformation de l'éprouvette est admise pendant le traitement thermique de réaction. Ne pas redresser l'éprouvette si la contrainte résultante est supérieure à 0,1 %. Dans ce cas, la déformation de flexion/redressement (ε_b) est définie par l'expression $\varepsilon_b = 100 \times (h/2r)$ (%), où r est le rayon de courbure et h est l'épaisseur ou le diamètre de l'éprouvette.

On doit utiliser au moins deux capteurs de température étalonnés pour mesurer la température cryogénique. Un de ces capteurs doit être placé à proximité de l'éprouvette et l'autre à proximité de l'embase. Les capteurs de température doivent être du type à résistance: Pt, Pt-Rh, Pt-Co, Ge, C, C-verre et oxynitride de métal ou du type à thermocouple: Au-Fe/Ni-Cr, Au-Fe/Ag-Au, et Au-Fe/Cu.

7.2 Mesure

7.2.1 Premier passage

L'éprouvette doit être descendue lentement dans le bain de fluide cryogénique et laissée refroidir à la température du fluide cryogénique pendant au moins 5 min.

Un courant d'éprouvette de polarité positive doit être appliqué, et la tension résultante U_+ (V) entre les prises de tension et les températures T (K) et T_b (K) des capteurs à proximité de l'éprouvette et de l'embase doit être enregistrée.

Les valeurs de courant de l'éprouvette doivent être déterminées dans des conditions telles que la tension résultante juste au-dessus de la transition supraconductrice ne dépasse pas 5 mV/m pour éviter tout échauffement excessif par effet joule, mais soit supérieure à 2 mV/m pour obtenir une tension normale suffisamment élevée pour exclure la transition.

Lorsque l'éprouvette est en état supraconducteur, la tension initiale U_{0+} doit être mesurée.

The cryogen shall be selected from liquid helium, liquid hydrogen, liquid neon and liquid nitrogen. The boiling point of the cryogen selected, however, shall be at least 10 % lower than T_c of the specimen.

A thermal anchor to maintain a uniform temperature shall be used in the case of the measurement below 20 K. The cryogen can be used as the thermal anchor. The thermal anchor shall be connected to the base plate with a material with good thermal conductivity.

7 Measurement procedure

7.1 Mounting of specimen

The test specimen shall be a straight length, 10 mm or longer, with a uniform cross section. The distance between two voltage taps shall be 5 mm or longer and shall exceed the longest cross-sectional dimension.

Current and voltage taps should have a low resistance, e.g. by using copper wires and solder contacts in order to avoid noise and voltage fluctuations. The specimen shall be instrumented with current contacts near each end of the specimen and a pair of voltage taps over a central portion of the specimen. The specimen shall be mounted on the base plate for the measurement.

Special care shall be taken during instrumentation and installation of the specimen on the base plate to ensure that no excessive force is applied to the specimen, since this may cause undesired bending strain or tensile strain. The applied strain shall be kept within 0,1 %. In some cases, the specimen might be slightly bent or deformed during the reaction heat treatment. Do not straighten the specimen in the case that the resulting strain exceeds 0,1 %. Here, the bending/unbending strain (ε_b) is defined as $\varepsilon_b = 100 \times (h/2r)(\%)$, where r is the radius of curvature and h is the thickness or diameter of the specimen.

At least two calibrated temperature sensors for measuring cryogenic temperature shall be used. One shall be placed near the specimen and the other shall be placed near the base plate. Temperature sensors shall be selected from the resistance type: Pt, Pt-Rh, Pt-Co, Ge, C, C-glass and metal-oxynitride or the thermo-couple type: Au-Fe/Ni-Cr, Au-Fe/Ag-Au and Au-Fe/Cu.

7.2 Measurement

7.2.1 First run

The specimen shall be slowly lowered into the liquid cryogen bath and cooled to liquid cryogen temperature over a time period of at least 5 min.

A specimen current with a positive polarity shall be applied and the resulting voltage U_+ (V) between the voltage taps and temperatures T (K) and T_b (K) from the sensors near the specimen and the base plate, respectively, shall be recorded.

The specimen current values shall be determined under the condition that the resulting voltage just above the superconducting transition does not exceed 5 mV/m, to avoid an excess joule heat, but exceeds 2 mV/m to obtain enough normal voltage to discriminate the transition.

When the specimen is in the superconducting state, the initial voltage U_{0+} shall be measured.

L'éprouvette doit être progressivement réchauffée. Cela peut être obtenu tout simplement en remontant l'éprouvette en une position appropriée au-dessus du niveau du fluide cryogénique.

On doit continuer à enregistrer la courbe U_+-T jusqu'au moins une température de 10 % supérieure à T_c pour les oxydes supraconducteurs à base Bi et de 20 % supérieure à T_c pour les composites supraconducteurs Nb-Ti et Nb₃Sn. Dans la plage de températures de ± 10 % autour de la transition, une détermination valable de la température de l'éprouvette nécessite une différence de température mesurée d'environ 3 % entre les deux capteurs de température. Cela est donné par la formule suivante:

$$|T - T_b| / \bar{T} \leq 3 \% \quad (1)$$

où $\bar{T}$ est définie comme $\bar{T} = (T + T_b) / 2$. Si la condition ci-dessus est remplie, T doit être utilisée comme température de l'éprouvette. Si les différences de température sont significatives, il est admis d'utiliser un écran thermique relié à l'embase et couvrant l'éprouvette de façon à réduire efficacement ces différences.

Une mesure valable de la courbe U_+-T nécessite également que la courbe soit linéaire au-dessus de la transition supraconductrice, ce qui indique que le dégagement de chaleur n'est pas excessif.

7.2.2 Second passage

L'éprouvette doit être redescendue dans le bain de fluide cryogénique et laissée refroidir à la même température, ± 1 K, à laquelle la tension initiale U_{0+} a été enregistrée.

Le courant de l'éprouvette de même grandeur mais de polarité négative (polarité opposée à celle qui a été utilisée lors du premier passage) doit être appliqué; la tension résultante U_{0-} doit être enregistrée à cette température.

Le mode opératoire décrit aux quatrième et cinquième alinéas de 7.2.1 ci-dessus doit être recommencé pour enregistrer la courbe U_--T obtenue en utilisant ce courant de polarité négative.

Un ordinateur peut être utilisé pour contrôler le sens du courant et le réchauffage de l'éprouvette ainsi que pour mesurer la courbe $U-T$. Dans ce cas, le second passage peut être omis. Des modifications du sens du courant dues à des inversions périodiques du courant ou à des cycles de commutation périodiques sont utilisées pour corriger les tensions de décalage afin que les mesures puissent être effectuées au cours d'un cycle unique de changement de la température de l'éprouvette. Cette méthode est utile lorsque la transition à l'état normal n'est pas trop rapide. Il convient de vérifier l'effet de la tension thermoélectrique.

8 Détermination de T_c

La température critique T_{c+} du premier passage doit être déterminée à partir de la courbe $(U_+ - U_{0+})-T$ en utilisant la méthode illustrée en figure 1. De la même manière, la température critique T_{c-} du second passage doit être déterminée à partir de la courbe $(U_- - U_{0-})-T$.

Ainsi, la température critique T_c doit être déterminée par la formule

$$T_c = (T_{c+} + T_{c-}) / 2 \quad (2)$$

Pour que la mesure soit valable, la condition suivante doit être remplie.

$$|T_{c+} - T_{c-}| / T_c \leq 3 \% \quad (3)$$

$T_{c0,1}$ et $T_{c0,9}$ doivent également être déterminées en utilisant la même méthode.

The specimen shall be gradually warmed. This can be simply achieved by raising the specimen to an appropriate position above the liquid cryogen level.

The U_+-T curve shall continue to be recorded at least up to a temperature that is 10 % and 20 % above T_c for the Bi-system oxide composite superconductor and for Nb-Ti and Nb₃Sn composite superconductors, respectively. In the temperature range of ± 10 % around the transition, a valid determination of specimen temperature requires that the measured temperature difference between the two temperature sensors shall be within 3 %. That is:

$$|T - T_b| / \bar{T} \leq 3 \% \quad (1)$$

where $\bar{T}$ is defined as $\bar{T} = (T + T_b) / 2$. If the above condition is satisfied, T shall be used as the specimen temperature. If there are significant temperature differences, a radiation shield that is connected to the base plate and covers the specimen may be effective to reduce these differences.

A valid U_+-T curve measurement also requires that the curve shall be linear above the superconducting transition, which is an indication that the heat generation is not excessive.

7.2.2 Second run

The specimen shall then be slowly lowered into the liquid cryogen bath again and cooled to the same temperature, within ± 1 K, where the initial voltage U_{0+} was recorded.

The specimen current, with the same magnitude but negative polarity (polarity opposite that used in the first run) shall be applied and the resulting voltage U_{0-} shall be recorded at this temperature.

The procedure described in the fourth and fifth paragraphs of 7.2.1 shall be repeated to record the U_-T curve with this negative current.

A computer can be used to control the current direction and warming of the specimen and to measure the $U-T$ curve. The second run can be skipped in this case. Changes in current direction by periodic current reversals or periodic current on and off cycles are used to correct for off-set voltages in order that the measurements can be made during one cycle of changing the specimen temperature. This method is useful when the transition to the normal state is not too fast. The effect of thermoelectric voltage should be checked.

8 T_c determination

The critical temperature for the first run T_{c+} shall be determined from the $(U_+ - U_{0+})-T$ curve using the method shown in figure 1. Similarly, the critical temperature for the second run T_{c-} shall be determined from the $(U_- - U_{0-})-T$ curve.

The critical temperature T_c shall then be determined as

$$T_c = (T_{c+} + T_{c-}) / 2 \quad (2)$$

The following condition shall be met for a valid measurement.

$$|T_{c+} - T_{c-}| / T_c \leq 3 \% \quad (3)$$

$T_{c0,1}$ and $T_{c0,9}$ shall also be determined with the same method.

9 Exactitude et stabilité

9.1 Température

La température doit être déterminée avec une précision de $\pm 0,1$ K.

9.2 Tension de l'éprouvette

La tension doit être mesurée avec une précision de 0,5 %.

9.3 Courant de l'éprouvette

Le courant de l'éprouvette doit être déterminé à partir d'une caractéristique tension-courant d'une résistance étalon à quatre sondes ayant une précision d'au moins 0,5 %.

La fluctuation du courant de l'éprouvette, fourni par une alimentation en courant continu, doit être inférieure à 0,5 %.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai pour le résultat des mesures doit comprendre les valeurs T_c explicitement énumérées en 10.3 ainsi que les éléments suivants s'ils sont connus.

10.1 Eprouvette

- a) Fabricant
- b) Matériau supraconducteur et sa composition
- c) Forme et dimensions de la section
- d) Nombre de filaments
- e) Diamètre des filaments
- f) Rapport volumique du matériau stabilisateur/matériau non stabilisateur
- g) Etat à la livraison (diamètre de flexion de traitement thermique)

10.2 Conditions d'essai

- a) Longueur totale de l'éprouvette
- b) Distance entre prises de tension
- c) Longueur des contacts de courant
- d) Courant de l'éprouvette
- e) Densité de courant (courant d'éprouvette divisé par la section totale)
- f) Matériau, forme et dimensions de l'embase
- g) Méthode d'installation de l'éprouvette sur l'embase
- h) Matériau isolant de l'embase
- i) Type(s) de thermomètres
- j) Emplacement des thermomètres
- k) Méthode de réglage et de maintien de la température de l'éprouvette
- l) Vitesse de montée en température
- m) Méthode de contrôle de la température
- n) Tensions initiales (U_{0+} et U_{0-})

9 Accuracy and stability

9.1 Temperature

Temperature shall be determined to an accuracy of $\pm 0,1$ K.

9.2 Specimen voltage

The voltage shall be measured to an accuracy of 0,5 %.

9.3 Specimen current

The specimen current shall be determined from a voltage-current characteristic of a four-probe standard resistor with an accuracy of at least 0,5 %.

The fluctuation of the specimen current, provided by a d.c. power supply, shall be less than 0,5 %.

10 Test report

The test report for the result of the measurements shall include T_c explicitly listed in 10.3 and also the following items if known.

10.1 Specimen

- a) Manufacturer
- b) Superconducting material and its composition
- c) Shape and dimensions of the cross-section
- d) Number of filaments
- e) Diameter of filaments
- f) Stabilizer to non-stabilizer volume ratio
- g) As-received condition (bending diameter at heat-treatment)

10.2 Test conditions

- a) Total length of the specimen
- b) Distance between voltage taps
- c) Length of current contacts
- d) Specimen current
- e) Current density (specimen current divided by total cross-sectional area)
- f) Material, shape, and dimensions of the base plate
- g) Installation method of the specimen on the base plate
- h) Insulating material of the base plate
- i) Type(s) of thermometers
- j) Location of thermometers
- k) Temperature setting and holding method of the specimen
- l) Rate of temperature increase
- m) Temperature control method
- n) Initial voltages (U_{0+} and U_{0-})

10.3 Rapport relatif aux valeurs de T_c

- a) T_{c+} et T_{c-} .
- b) T_c
- c) ΔT_c
- d) $T_{c0,1}$ et $T_{c0,9}$ (facultatif)

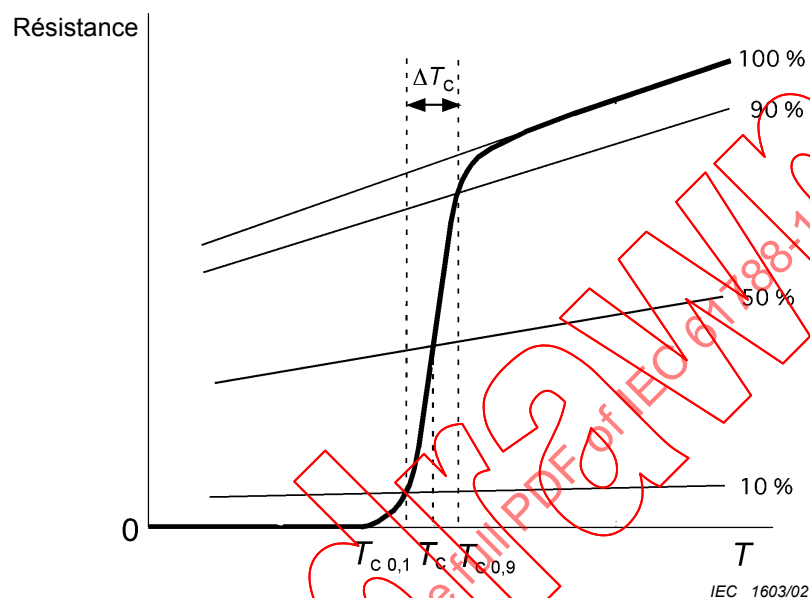
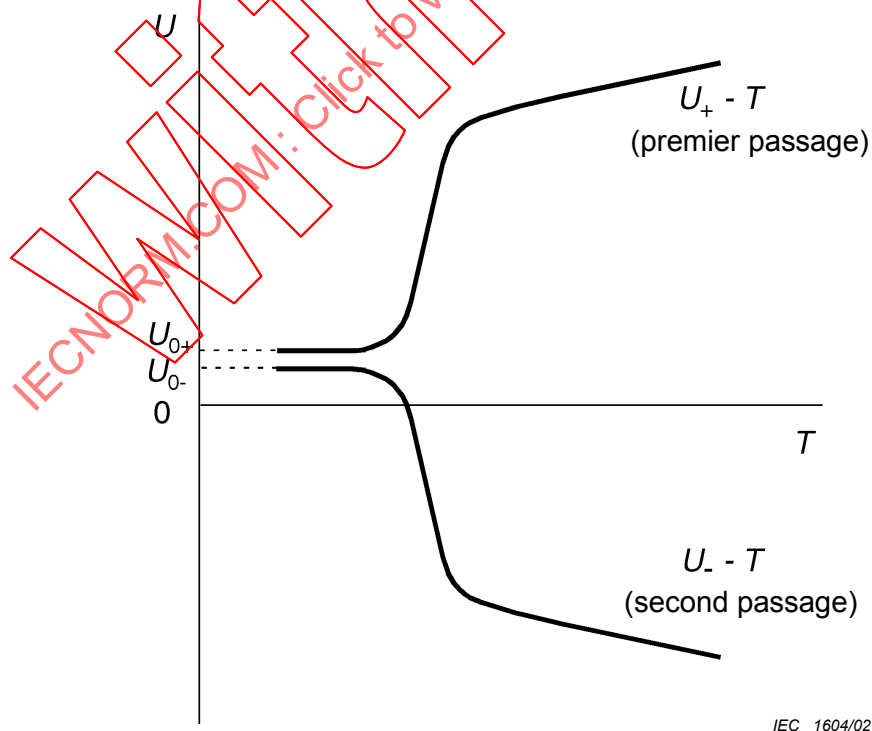


Figure 1 – Détermination de la température critique (T_c)



NOTE Les tensions à indices + et – sont celles obtenues lors des premier et second passages pour des courants positif et négatif, respectivement; U_{0+} et U_{0-} sont les tensions obtenues à la température initiale.

Figure 2 – Courbes types de tension en fonction de la température pour le premier et le second passage

10.3 Report of T_c

- a) T_{c+} and T_{c-}
- b) T_c
- c) ΔT_c
- d) $T_{c0,1}$ and $T_{c0,9}$ (optional)

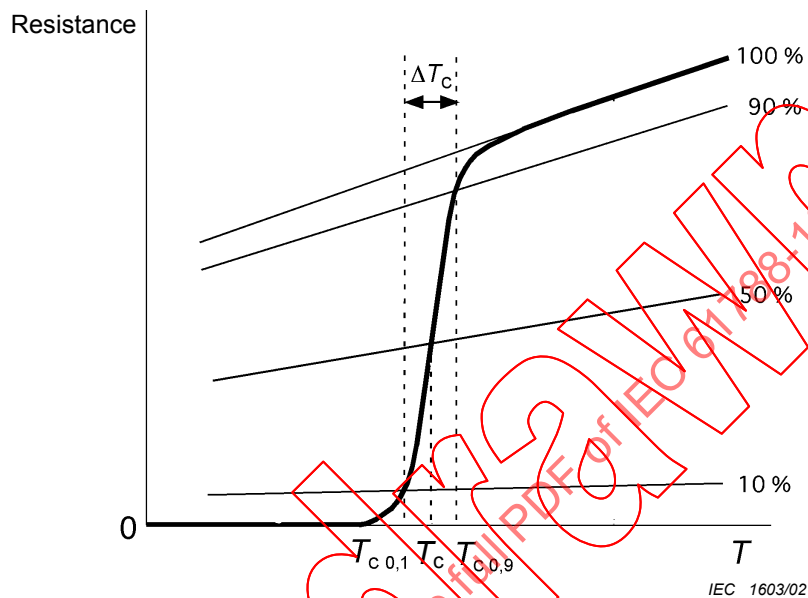
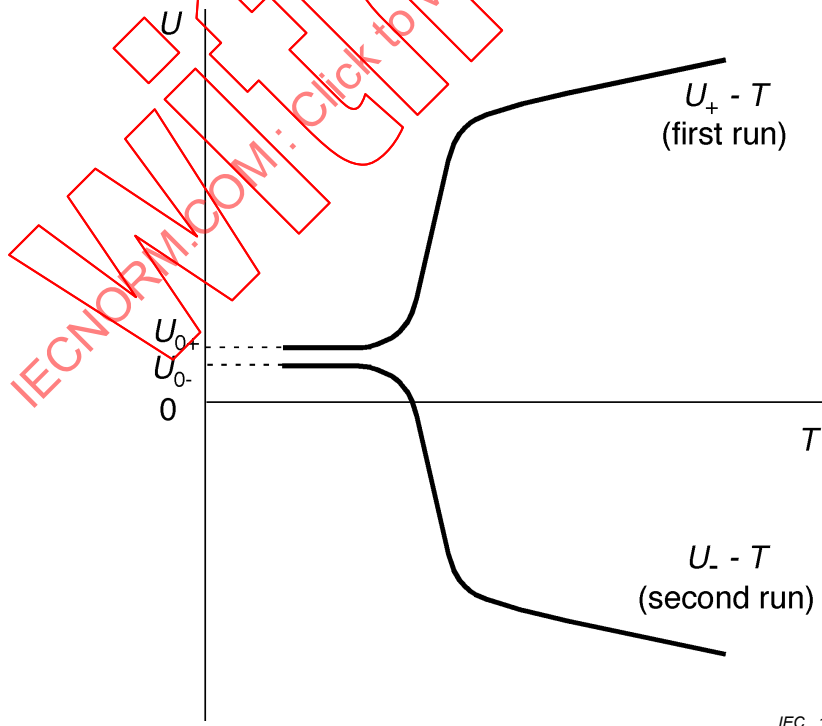


Figure 1 – Determination of critical temperature (T_c)



NOTE Voltages with subscripts + and – are those obtained in the first and second runs under positive and negative currents, respectively, and U_{0+} and U_{0-} are those obtained at the starting temperature.

Figure 2 – Typical voltage versus temperature curves for first and second runs

Annexe A (informative)

Informations supplémentaires relatives à la mesure de la température critique

A.1 Application

Il est prévu que la méthode donnée dans la présente norme s'applique à d'autres composites supraconducteurs tels que Nb_3Al et les oxydes supraconducteurs à base Y après certaines modifications pertinentes.

A.2 Autres définitions de la température critique

A.2.1 Méthode du critère de résistivité

La *température critique* peut être définie à un certain niveau de résistivité tel que $3 \times 10^{-9} \Omega\text{m}$. Cette méthode peut être appliquée aux fils et bandes en oxyde supraconducteur à gaine métallique.

A.2.2 Méthode du critère de la résistivité modifiée

La *température critique* peut être définie à un certain niveau de résistivité tel que $1 \times 10^{-8} \times (1/RRR) \Omega\text{m}$, où RRR est le rapport de résistance résiduelle du conducteur. Cette méthode est applicable aux fils conventionnels en composite métallique supraconducteur ainsi qu'aux fils et bandes en oxyde supraconducteur à gaine métallique. Cependant, cette méthode est quelque peu compliquée et moins pratique car la valeur de T_c ainsi définie pourrait être affectée par de nombreux paramètres tels que la distance entre prises de tension, le courant de l'éprouvette, la section totale du composite supraconducteur, la valeur de RRR , ainsi que la précision des mesures correspondantes.

A.2.3 Méthode du critère de transition à 10 %

La *température critique* peut être définie par $T_{c0,1}$. Il est admis que cette définition soit efficace pour des éprouvettes qui ont une transition résistive large ou à plusieurs étapes. Ce critère est applicable dans le cas où ΔT_c dépasse 3 % de T_c .

A.3 Méthodes de contrôle de la température à des températures cryogéniques

Il est admis d'utiliser les méthodes de contrôle de la température suivantes. Il convient dans ce cas de contrôler la température de l'éprouvette de façon que la vitesse de montée en température soit maintenue entre 0,1 K/min et 10 K/min. Il convient également de prêter une attention particulière à la puissance du réchauffeur, à la capacité thermique (du mandrin de l'éprouvette ou de l'embase) et à la distance entre le réchauffeur et l'éprouvette afin d'éviter à la fois une augmentation rapide de la température et un gradient de température élevé.

A.3.1 Méthode du réchauffeur

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

Annex A (informative)

Additional information relating to measurement of critical temperature

A.1 Application

The method given in this standard is expected to apply to other composite superconductors such as Nb₃Al and Y-base oxide composite superconductors after some appropriate modifications.

A.2 Other definitions of critical temperature

A.2.1 Resistivity criterion method

Critical temperature can be defined at a certain resistivity level such as $3 \times 10^{-9} \Omega\text{m}$. This method can be applied for metal-sheathed oxide superconducting wires and tapes.

A.2.2 Modified resistivity criterion method

Critical temperature can be defined at a certain resistivity level such as $1 \times 10^{-8} \times (1/RRR) \Omega\text{m}$, where *RRR* is the residual resistance ratio of the conductor. This method can be applied to conventional metallic composite superconducting wires as well as metal-sheathed oxide superconducting wires and tapes. However, this method is rather complicated and less practical because T_c thus defined should be affected by many parameters such as the distance between voltage taps, specimen current, total cross-sectional area of the composite superconductor and *RRR*, and their precisions.

A.2.3 10 %-transition criterion method

Critical temperature can be defined by $T_{c0,1}$. This definition may be effective for the specimen which shows a broad or multi-stage resistive transition. In the case that ΔT_c exceeds 3 % of T_c , this criterion can be applied.

A.3 Temperature control methods at cryogenic temperatures

The following temperature control methods may be used. In using these methods, the specimen temperature should be controlled in such a manner that the temperature-increasing rate is maintained between 0,1 K/min to 10 K/min. Special care concerning heater power, heat capacity (of the specimen mounted mandrel or the base plate) and distance between the heater and the specimen should be taken to avoid both a rapid increase and a large gradient in temperature.

A.3.1 Heater method

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

A.3.2 Méthode adiabatique

Dans cette méthode, le cryostat maintient l'éprouvette à une distance fixe au-dessus du fluide cryogénique pendant toute la mesure cryogénique. Une pièce d'ancrage thermique entre l'embase de mesure et le fluide cryogénique permet de refroidir l'éprouvette aux basses températures initiales. L'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice au moyen d'un réchauffeur placé dans l'embase de mesure.

A.3.3 Méthode du réfrigérateur

Un appareil électromécanique (un réfrigérateur) est utilisé pour refroidir l'éprouvette, qui est montée sur une embase de mesure à sa basse température initiale. L'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice au moyen d'un réchauffeur placé dans l'embase de mesure ou en contrôlant la puissance du réfrigérateur.

A.3.4 Méthode du gaz réfrigérant

Le cryostat dispose d'un flux de gaz réfrigérant (en général He), fourni à partir d'un réfrigérateur ou d'un fluide cryogénique, et est utilisé pour refroidir l'éprouvette et l'embase. L'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice par un réchauffeur placé dans l'embase de mesure.

A.3.2 Adiabatic method

In this method, the cryostat holds the specimen a fixed distance above the cryogen for the entire cryogenic measurement. A thermal anchor from the measuring plate to the cryogen allows the specimen to be cooled to its initial low temperatures. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater located in the measuring base plate.

A.3.3 Refrigerator method

In this method, an electromechanical apparatus (a refrigerator) is used to cool the specimen, which is mounted on a measuring base plate, to its initial low temperature. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater located in the measuring base plate or by controlling the refrigerator power.

A.3.4 Cooling gas method

In this method, the cryostat has a flow of cooling gas (usually He) which is supplied from a refrigerator or a liquid cryogen and is used to cool the specimen and the base plate. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater located in the measuring base plate.

Withd2Wm
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61788-10:2002