

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Superconductivity –

Part 11: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb₃Sn composite superconductors

Supraconductivité –

Partie 11: Mesure du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs composites de Nb₃Sn



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2011 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Email: inmail@iec.ch
Web: 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.

- Catalogue of IEC publications: www.iec.ch/searchpub

The IEC on-line Catalogue enables you to search by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, withdrawn and replaced publications.

- IEC Just Published: www.iec.ch/online_news/justpub

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details twice a month all new publications released. Available on-line and also by email.

- Electropedia: www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary online.

- Customer Service Centre: www.iec.ch/webstore/custserv

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please visit the Customer Service Centre FAQ or contact us:

Email: csc@iec.ch

Tel.: +41 22 919 02 11

Fax: +41 22 919 03 00

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) 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 CEI

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

- Catalogue des publications de la CEI: www.iec.ch/searchpub/cur_fut-f.htm

Le Catalogue en-ligne de la CEI vous permet d'effectuer des recherches en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Il donne aussi des informations sur les projets et les publications retirées ou remplacées.

- Just Published CEI: www.iec.ch/online_news/justpub

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille deux fois par mois les nouvelles publications parues. Disponible en-ligne et aussi par email.

- Electropedia: www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International en ligne.

- Service Clients: www.iec.ch/webstore/custserv/custserv_entry-f.htm

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions, visitez le FAQ du Service clients ou contactez-nous:

Email: csc@iec.ch

Tél.: +41 22 919 02 11

Fax: +41 22 919 03 00

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Superconductivity –

Part 11: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb₃Sn composite superconductors

Supraconductivité –

Partie 11: Mesure du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs composites de Nb₃Sn

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

S

ICS 17.220; 29.050

ISBN 978-2-88912-581-4

CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
4 Requirements	7
5 Apparatus.....	7
5.1 Material of measuring base plate.....	7
5.2 Length of the measuring base plate.....	7
5.3 Cryostat for the resistance, R_2 , measurement	7
6 Specimen preparation.....	8
7 Data acquisition and analysis	8
7.1 Resistance (R_1) at room temperature	8
7.2 Resistance (R_2) just above the superconducting transition.....	8
7.3 Residual resistance ratio (RRR)	10
8 Uncertainty and stability of the test method	11
8.1 Temperature.....	11
8.2 Voltage measurement.....	11
8.3 Current.....	11
8.4 Dimension	11
9 Test report.....	11
9.1 RRR value.....	11
9.2 Specimen	11
9.3 Test conditions.....	12
Annex A (informative) Additional information relating to the measurement of RRR	13
Annex B (informative) Uncertainty considerations	15
Annex C (informative) Uncertainty evaluation in test method of RRR for Nb_3Sn	19
Figure 1 – Relationship between temperature and resistance	7
Figure 2 – Voltage (U) versus temperature (T) curves and definitions of each voltage	9
Table B.1 – Output signals from two nominally identical extensometers	16
Table B.2 – Mean values of two output signals	16
Table B.3 – Experimental standard deviations of two output signals.....	16
Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals	17
Table B.5 – Coefficient of variations of two output signals.....	17
Table C.1 – Uncertainty of each measurement.....	20
Table C.2 – Obtained values of R_1 , R_2 and RRR for three Nb_3Sn samples.....	21

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –

**Part 11: Residual resistance ratio measurement –
Residual resistance ratio of Nb₃Sn 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 61788-11 has been prepared by IEC Technical Committee 90: Superconductivity.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2003. It constitutes a technical revision. The main revisions are the addition of two new annexes, "Uncertainty considerations" (Annex B) and "Uncertainty evaluation in test method of RRR for Nb₃Sn" (Annex C).

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

FDIS	Report on voting
90/268/FDIS	90/279/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 web site 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.

Withdrawal
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61788-11:2011

INTRODUCTION

Copper or aluminium is used as stabilizer material in multifilamentary Nb_3Sn superconductors and works as an electrical shunt when the superconductivity is interrupted. It also contributes to recovery of the superconductivity by conducting the heat generated in the superconductor to the surrounding coolant. The resistivity of copper used in the composite superconductor in the cryogenic temperature region is an important quantity which influences the stability 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.

In this International Standard, the test method for the residual resistance ratio of Nb_3Sn composite superconductors is described. The curve method is employed for the measurement of the resistance just above the superconducting transition. Other methods are described in Clause A.3.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61788-11:2011

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 11: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb₃Sn composite superconductors

1 Scope

This part of IEC 61788 covers a test method for the determination of the residual resistance ratio (*RRR*) of Nb₃Sn composite superconductors. This method is intended for use with superconductor specimens that have a monolithic structure with rectangular or round cross-section, *RRR* less than 350 and cross-sectional area less than 3 mm², and have received a reaction heat-treatment. Ideally, it is intended that the specimens be as straight as possible; however, this is not always the case, thus care must be taken to measure the specimen in its as received condition. All measurements are done without an applied magnetic field.

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

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 – Part 815: Superconductivity*

3 Terms and definitions

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

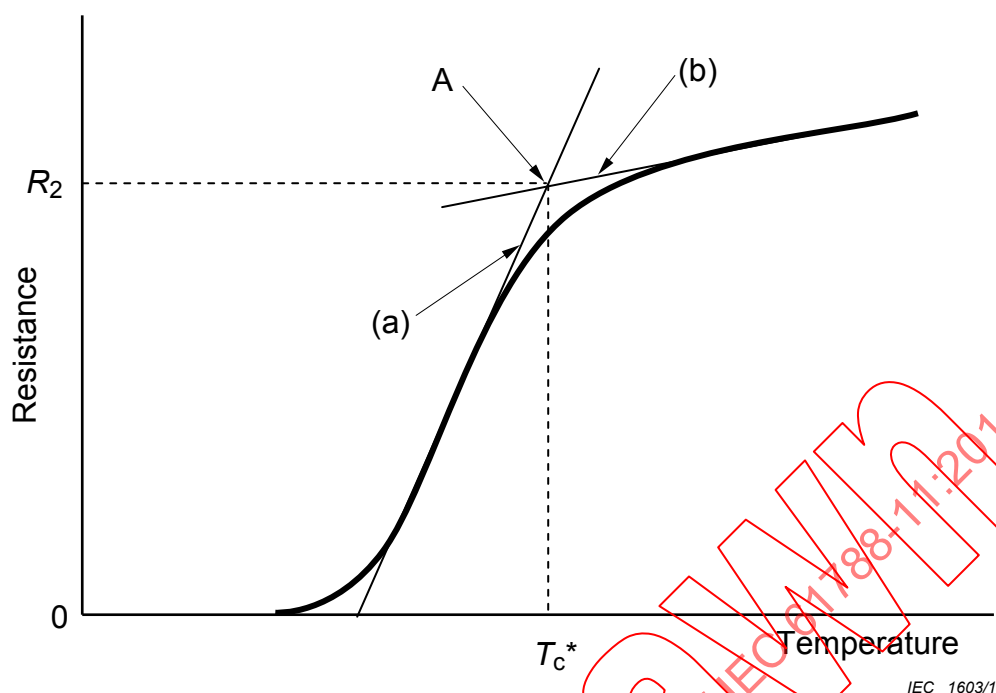
3.1 residual resistance ratio *RRR*

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

NOTE In this standard for Nb₃Sn composite superconductors, the room temperature is defined as 293 K (20 °C), and the residual resistance ratio is obtained in Equation (1) below, where the resistance (*R*₁) at 293 K is divided by the resistance (*R*₂) just above the superconducting transition.

$$RRR = \frac{R_1}{R_2} \quad (1)$$

Figure 1 shows schematically a resistance versus temperature curve acquired on a specimen while measuring cryogenic resistance. Draw a line in Figure 1 where the resistance sharply increases (a), and draw also a line in Figure 1 where the resistance increases gradually (b) with temperature. The value of resistance at the intersection of these two lines at $T=T_c^*$, A, is defined as resistance (*R*₂) just above the superconducting transition.



Temperature T_c^* is that at the intersection point.

Figure 1 – Relationship between temperature and resistance

4 Requirements

The resistance measurement both at room and cryogenic temperatures shall be performed with the four-terminal technique.

The target relative combined standard uncertainty of this method is defined as an expanded uncertainty ($k = 2$) not to exceed 10 % based on the coefficient of variation (COV) of 5 % in the intercomparison test (see Clause C.2).

5 Apparatus

5.1 Material of measuring base plate

Material of the measuring base plate shall be copper, aluminum, 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 Length of the measuring base plate

The measuring 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 the resistance, R_2 , measurement. The specimen support structure shall allow the specimen, which is mounted on a measurement base plate, to be lowered and raised into and 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, and shall be 30 mm or longer. 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 base plate. Special care shall be taken during instrumentation and installation of the specimen on the measurement base plate so that no excessive force, which may cause undesired bending strain or tensile strain, shall be applied to the specimen.

The specimen shall be instrumented with current contacts near each end of the specimen and a pair of voltage contacts over a central portion of the specimen. The specimen shall be mounted 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 $273 \leq T_m \leq 308$. A specimen current (I_1 (A)) shall be applied so that the current density is in the range of 0,1 A/mm² to 1 A/mm² based on the total wire cross-sectional area, and the resulting voltage (U_1 (V)), I_1 and T_m shall be recorded.

Equation (2) below shall be used to calculate the resistance (R_m) at room temperature. The resistance (R_1) at 293 K shall be calculated using equation (3) for a wire with Cu stabilizer. 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.

$$R_m = \frac{U_1}{I_1} \quad (2)$$

$$R_1 = \frac{R_m}{[1 + 0,00393 \cdot (T_m - 293)]} \quad (3)$$

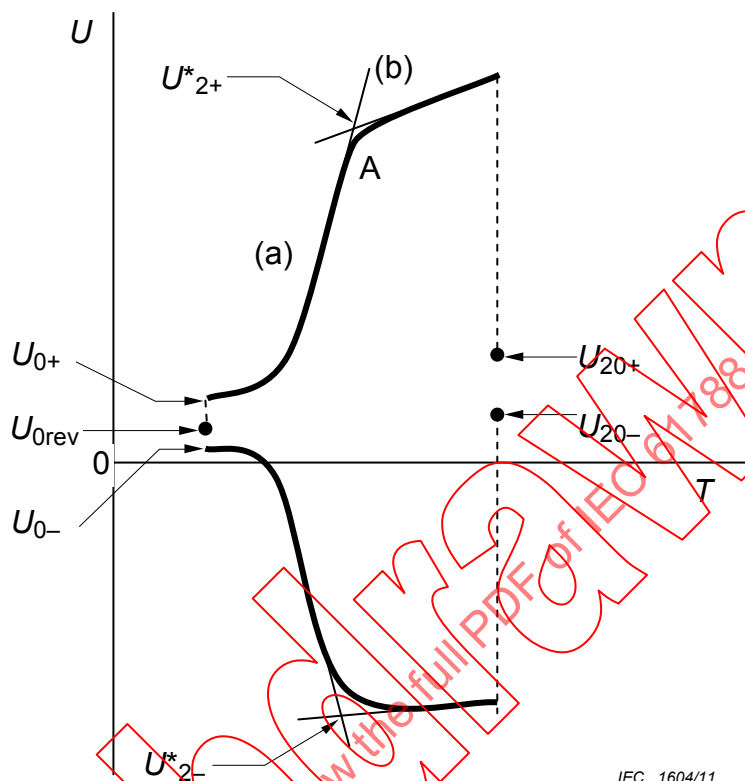
7.2 Resistance (R_2) just above the superconducting transition

7.2.1 The specimen, which is still mounted as it was for the room temperature measurement, shall be placed in the cryostat for electrical measurement specified under 5.3. Alternate cryostats that employ a heating element to sweep the specimen temperature are described in Clause A.2.

7.2.2 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.

7.2.3 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 of 0,1 A/mm² to 10 A/mm² 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 resulting voltage above the superconducting transition exceeds $10\ \mu\text{V}$. An illustration of the data to be acquired and its analysis is shown in Figure 2.



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} is not shown coincident with U_{0-} . Voltages U_{2+}^* and U_{2-}^* with asterisk are those at the intersection points.

Figure 2 – Voltage (U) versus temperature (T) curves and definitions of each voltage

7.2.4 When the specimen is in superconducting state and 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:

$$\frac{|U_{0+} - U_{0rev}|}{\bar{U}_2} < 1\% \quad (4)$$

where $\bar{U}_2$ is the average voltage for the specimen in the normal state at cryogenic temperature, which is defined in 7.2.10.

7.2.5 The specimen shall be gradually warmed so that it changes to the normal state completely. When the cryostat for the resistance measurement specified under 5.3 is used, this can be achieved simply by raising the specimen to an appropriate position above the liquid helium level.

7.2.6 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.

7.2.7 The voltage versus temperature curve shall continue to be recorded during the transition into the normal state, up to a temperature somewhat less than 25 K. Then, the specimen current shall be decreased to zero and the corresponding voltage, U_{20+} , shall be recorded at a temperature below 25 K.

7.2.8 The specimen shall then be slowly lowered into the liquid helium bath and cooled to the same temperature, within ± 1 K, where 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 7.2.5 to 7.2.7 shall be repeated to record the voltage versus temperature curve with this negative current. In addition, the recording of U_{20-} shall be made at the same temperature, within ± 1 K, where U_{20+} was recorded.

7.2.9 Each of the two voltages versus temperature curves shall be analyzed 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 raised gradually and almost linearly 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.

7.2.10 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, $\bar{U}_2$, shall be defined as

$$\bar{U}_2 = \frac{|U_{2+} - U_{2-}|}{2} \quad (5)$$

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

$$\frac{|\Delta_+ - \Delta_-|}{\bar{U}_2} < 3 \% \quad (6)$$

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 7.2.4 and this subclause, then improvement steps either in hardware or experimental operation shall be taken to meet these requirements before results are reported.

7.2.12 Equation (7) shall be used to calculate the measured resistance (R_2) just above the superconducting transition.

$$R_2 = \frac{\bar{U}_2}{I_2} \quad (7)$$

7.3 Residual resistance ratio (RRR)

The RRR shall be calculated using Equation (1).

8 Uncertainty and stability of the test method

8.1 Temperature

The room temperature shall be determined with a standard uncertainty not to exceed 0,6 K, while holding the specimen, which is mounted on the measuring 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 to exceed 0,5 %.

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 standard uncertainty not to exceed 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 to exceed 0,3 %, shall be used.

The fluctuation of d.c. specimen test current, provided by a d.c. 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 to exceed 5 %.

9 Test report

9.1 *RRR* value

The obtained *RRR* value shall be reported as

$$RRR(1 \pm U_{re}) \quad (n = \dots), \quad (8)$$

where $U_{re} = 2u_r$ ($k = 2$) is the expanded relative uncertainty with u_r denoting the 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 the estimation of the standard deviation. If n is not sufficiently large, a square distribution shall be assumed. In case of $n = 1$ the analytic method described in Annex C shall be used with $b/R_2 = 1,46 \times 10^{-2}$ estimated from the intercomparison test.

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;

- f) diameter of the filaments;
- g) Cu to non-copper ratio.

9.3 Test conditions

9.3.1 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 taps (L) ;
- c) length of the current contacts;
- d) transport currents (I_1 and I_2);
- e) current densities (I_1 and I_2 divided by the 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 , and R_2) ;
- h) material, shape, and dimensions of the base plate;
- i) installation method of the specimen in the base plate;
- j) insulating material of the base plate.

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

- a) temperature setting and holding method of the specimen,
- b) T_m : Temperature for measurement of R_m .

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

- a) rate of increasing temperature;
- b) method of cooling down and heating up.

Annex A (informative)

Additional information relating to the measurement of the residual resistance ratio (*RRR*)

A.1 Recommendation on specimen mounting orientation

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 Alternate 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 measuring 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 measuring 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 will be 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 measuring 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 measuring 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 to a measuring base plate, to a temperature of 5 K or lower. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater or by controlling the refrigerator power.

A.3 Alternative R_2 measurement method

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

a) Fixed temperature method

In this method R_2 is directly determined at a fixed temperature of 20 K, which is above and near the transition temperature, instead of the method described in 7.2. In this case, it is desirable that the whole specimen is at a uniform temperature and the fixed temperature of 20 K should be determined with a combined standard uncertainty not to exceed 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 the body of the text, 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 R_2 can well be eliminated.

b) 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 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 also be checked.

c) 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 standard, within its stated uncertainty, then the simplified practice can 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" its 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.

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 the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) [1]¹.

It was left to each TC 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 the Convener’s 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: the GUM, the International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM)[2], and the NIST Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results (NIST)[3]. Not all statistical terms used in this standard are explicitly defined in the GUM. For example, the terms “relative standard uncertainty” and “relative combined standard uncertainty” are used in the GUM (5.1.6, Annex J), but they are not formally defined in the GUM (see [3]).

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)

¹ The figures in square brackets refer to the reference documents in Clause B.5 of this Annex.

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 below shows a set of electronic drift and creep voltage measurements from two nominally identical extensometers using 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.

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

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

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

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

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \quad [\text{V}] \quad (\text{B.2})$$

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

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad [\text{V}] \quad (\text{B.3})$$

Table B.5 – Coefficient of variations of two output signals

Coefficient of variation (COV) [%]	
E_1	E_2
25,498 2	0,009 1

$$COV = \frac{s}{\bar{X}} \quad (\text{B.4})$$

The standard uncertainty is very similar for the two extensometer deflections. In contrast, the coefficient of variation 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. The GUM, 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 GUM procedure is illustrated in the following example:

- a) The user must derive in a first step a mathematical measurement model in form of identified measurand as a function of all input quantities. A simple example of such a model is given for the uncertainty of a force measurement using a load cell:

Force as measurand = W (weight of standard as expected) + d_W (manufacturer's data) + d_R (repeated checks of standard weight/day) + d_{Re} (reproducibility of checks at different days).

Here the input quantities are: the measured weight of standard weights using different balances (Type A), manufacturer's data (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,

$u_A = \frac{s}{\sqrt{n}}$ where, s 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:

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

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

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 [4, 5].

- 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 $\pm$ 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 [6, 7]. 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 [3, 8, and 9].

B.5 Reference documents of Annex B

- [1] ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement* (GUM 1995)
- [2] ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms* (VIM)
- [3] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*. NIST Technical Note 1297, 1994
- [4] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique. *Analyst*, 1994, 119, 2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [6] Available at http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html (cited 2011-04-04)
- [7] Available at <http://www.isgmax.com/> (cited 2011-04-04)
- [8] CHURCHILL, E., HARRY, H.K., and COLLE, R., *Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results*. NBS Special Publication 644 (1983)
- [9] JAB NOTE Edition 1:2003, *Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing)*

Annex C (informative)

Uncertainty evaluation in test method of RRR for Nb_3Sn

C.1 Evaluation of uncertainty

Uncertainty in the residual resistance ratio is composed of the 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 $X=R_1/R_2$. 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, ΔX , is

$$\frac{\Delta X}{X} = \frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2}. \quad (C.1)$$

Hence, the relative uncertainty of X is

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

Since the room temperature resistance is given by

$$R_1 = \frac{U_1}{[1 + 0,00393(T_m - 293)]I_1} \quad [\Omega], \quad (C.3)$$

the deviation of R_1 is

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

where ΔU_1 , ΔT_m and ΔI_1 are the deviations of the voltage, temperature and applied current, respectively. The approximation in equation (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

$$\Delta T_m = \Delta T_{m1} + \Delta T_{m2} \quad [K], \quad (C.5)$$

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 uncertainty in the room temperature resistance is given by

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

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 $u_{RTm1} = -0,00393I_1 u_{Tm1}$. However, u_{Tm1} is not obtained from mathematical model but u_{Tm1} is directly estimated as $\pm 1,7\%$ of R_1 from the results of round robin test on RRR of Nb-Ti [1]². 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 changing 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 uncertainty in the cryogenic temperature resistance is similarly given by

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

where u_{U2} [V] is the type B uncertainty due to the voltmeter, u_{I2} [A] is the type B uncertainty in the current. In the above $u_{U2}/U_2 = 0,005/\sqrt{3}$ and $u_{I2}/I_2 = 0,005/\sqrt{3}$.

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

$$\frac{u}{(R_1/R_2)} = \left[\left(\frac{u_{R1}}{R_1} \right)^2 + \left(\frac{u_{R2}}{R_2} \right)^2 \right]^{1/2} = \left[1,43 \times 10^{-4} + 2 \left(\frac{b}{R_2} \right)^2 \right]^{1/2}. \quad (C.8)$$

Table C.1 – Uncertainty of each measurement

uncertainty	type	value	remarks
u_{U1}/U_1	B	$0,005/\sqrt{3}$	$ \Delta U_1 /U_1 < 0,005$
u_{I1}/I_1	B	$0,005/\sqrt{3}$	$ \Delta I_1 /I_1 < 0,005$
u_{Tm}	B	$1/\sqrt{3}$ K	$ \Delta T_m < 1$ K
u_{U2}/U_2	B	$0,005/\sqrt{3}$	$ \Delta U_2 /U_2 < 0,005$
u_{I2}/I_2	B	$0,005/\sqrt{3}$	$ \Delta I_2 /I_2 < 0,005$

² The references in square brackets refer to the reference documents at the end of this annex.

C.2 Reason for large COV value in the intercomparison test

The COV of the intercomparison test for Nb₃Sn samples was 6,07 % [2]. 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 Nb₃Sn samples, the two of which were cut from the same batch of heat treatment. The *RRR* value obtained using the reference method agreed within 1 % between the two laboratories for the three samples as shown in Table C.2, while the *RRR* values were different between the two samples obtained from the same batch. 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. The source of this inhomogeneity may be due to the high sensitivity to heat treatment conditions or due to defects of the diffusion barrier. Since a common *RRR* specification is that, in order to pass, the value must be greater than a minimum value, 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 *RRR* for three Nb₃Sn samples.

Sample	Lab. 1			Lab. 2		
	$R_1(293\text{ K})[\Omega]$	$R_2(T_c^*)[\Omega]$	<i>RRR</i>	$R_1(293\text{ K})[\Omega]$	$R_2(T_c^*)[\Omega]$	<i>RRR</i>
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 Nb₃Sn 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 intercomparison test for *RRR* measurement in Nb-Ti can also be used to estimate the uncertainty of *RRR* in Nb₃Sn with Eq. (C.4) (see Annex C in [3]). 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 (see Annex C in [3]).

C.3 Reference documents of Annex B

- [1] MATSUSHITA T., OTABE E.S., MURASE S., OSAMURA K. and HUA CY., *Advances in Superconductivity XI*, Tokyo, Springer, 1999, p. 1507.
- [2] MURASE S., SAITOH T., MORIAI H., MATSUSHITA T and OSAMURA K., *Advances in Superconductivity XI*, Tokyo, Springer, 1999, p.1511.
- [3] IEC 61788-4³⁾, *Superconductivity – Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti composite superconductors*

³⁾ Third edition, to be published.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	23
INTRODUCTION.....	25
1 Domaine d'application	26
2 Références normatives.....	26
3 Termes et définitions	26
4 Exigences	27
5 Appareillage	27
5.1 Matériau de l'embase de mesure	27
5.2 Longueur de l'embase de mesure	27
5.3 Cryostat pour la mesure de la résistance R_2	27
6 Préparation de l'éprouvette.....	28
7 Acquisition et analyse des données	28
7.1 Résistance (R_1) à température ambiante	28
7.2 Résistance (R_2) immédiatement supérieure à la transition supraconductrice	28
7.3 Rapport de résistance résiduelle (RRR).....	30
8 Incertitude et stabilité de la méthode d'essai.....	31
8.1 Température.....	31
8.2 Mesure de tension.....	31
8.3 Courant.....	31
8.4 Dimension	31
9 Rapport d'essai	31
9.1 Valeur de RRR	31
9.2 Epreuve.....	31
9.3 Conditions d'essai	32
Annexe A (informative) Informations supplémentaires concernant la mesure du RRR	33
Annexe B (informative) Considérations relatives à l'incertitude	35
Annexe C (informative) Evaluation de l'incertitude de la méthode d'essai de RRR de Nb_3Sn	40
Figure 1 – Rapport entre la température et la résistance.	27
Figure 2 – Courbes de la tension (U) en fonction de la température (T) et définitions de chaque tension	29
Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques.....	36
Tableau B.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie	36
Tableau B.3 – Ecart-types expérimentaux de deux signaux de sortie	36
Tableau B.4 – Incertitudes-types de deux signaux de sortie.....	37
Tableau B.5 – Coefficient de variation de deux signaux de sortie.....	37
Tableau C.1 – Incertitude de chaque mesure	42
Tableau C.2 – Valeurs obtenues de R_1 , R_2 et RRR pour trois échantillons de Nb_3Sn	42

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

**Partie 11: Mesure du rapport de résistance résiduelle –
Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs
composites de Nb₃Sn**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des 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, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). 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 la CEI, participent également aux travaux. 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 de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI 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 la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI 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 la CEI. La CEI 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 la CEI, 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 la CEI, 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 la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, 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 la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI 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 CEI 61788-11 a été établie par le comité d'études 90 de la CEI: Supraconductivité.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 2003, dont elle constitue une révision technique. Les principales révisions sont l'ajout de deux nouvelles annexes, « Considérations relatives à l'incertitude » (Annexe B) et « Evaluation de l'incertitude de la méthode d'essai de RRR de Nb₃Sn » (Annexe C).

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
90/268/FDIS	90/279/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/CEI, Partie 2.

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

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 la CEI 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.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61788-11:2011

INTRODUCTION

Le cuivre ou l'aluminium sont utilisés comme stabilisateurs dans les supraconducteurs multifilamentaires de Nb_3Sn et fonctionnent comme une dérivation électrique lorsque la supraconductivité est interrompue. Ils contribuent également à la reprise de la supraconductivité en dirigeant la chaleur générée dans le supraconducteur vers le fluide de refroidissement environnant. La résistivité du cuivre utilisé dans les supraconducteurs composites dans la zone de température cryogénique est une grandeur importante qui influe sur la stabilité du supraconducteur. Le rapport de résistance résiduelle est défini comme le rapport entre la résistance du supraconducteur à température ambiante et celle immédiatement supérieure à la transition supraconductrice.

La présente Norme internationale décrit la méthode d'essai relative au rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs composites de Nb_3Sn . La méthode des courbes est utilisée pour mesurer la résistance immédiatement supérieure à la transition supraconductrice. D'autres méthodes sont décrites à l'Article A.3.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61788-11:2011

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 11: Mesure du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs composites de Nb₃Sn

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61788 spécifie une méthode d'essai pour la détermination du rapport de résistance résiduelle (*RRR*) des supraconducteurs composites de Nb₃Sn. Cette méthode est destinée à être utilisée avec des éprouvettes de supraconducteurs présentant une structure monolithique avec une section rectangulaire ou circulaire, un rapport *RRR* inférieur à 350 et une surface de section inférieure à 3 mm², et qui ont reçu un traitement thermique de réaction. Dans l'absolu, il est prévu que les éprouvettes soient aussi droites que possible; cependant, ce n'est pas toujours le cas, c'est pourquoi il faut s'assurer que la mesure est effectuée sur des éprouvettes en l'état de livraison. Toutes les mesures sont effectuées sans appliquer de champ magnétique.

La méthode décrite dans le corps de texte de la présente norme est la méthode de « référence » et des méthodes d'acquisition facultatives sont présentées à l'Article A.3.

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 – Partie 815: Supraconductivité*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans la CEI 60050-815, ainsi que les suivants, s'appliquent.

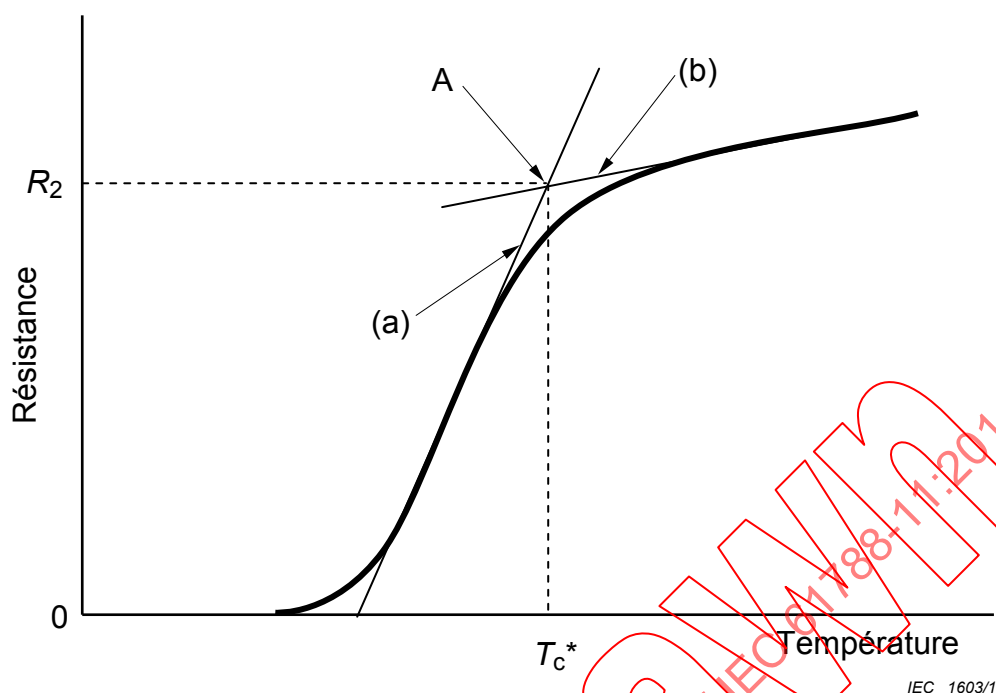
3.1 rapport de résistance résiduelle *RRR*

rapport entre la résistance à température ambiante et la résistance immédiatement supérieure à la transition supraconductrice

NOTE Dans la présente norme relative aux supraconducteurs composites de Nb₃Sn, la température ambiante est définie à 293 K (20°C), et le rapport de résistance résiduelle est obtenu au moyen de l'Equation (1) ci-dessous, où la résistance (*R*₁) à 293 K est divisée par la résistance (*R*₂) immédiatement supérieure à la transition supraconductrice.

$$RRR = \frac{R_1}{R_2} \quad (1)$$

La Figure 1 montre de manière schématique une courbe de la résistance en fonction de la température obtenue sur une éprouvette en mesurant la résistance cryogénique. Tracer une droite sur la Figure 1 au niveau où la résistance augmente fortement (a), puis tracer une autre droite sur la Figure 1 au niveau où la résistance augmente progressivement (b) avec la température. La valeur de la résistance à l'intersection de ces deux droites à $T=T_c^*$, *A*, est définie comme la résistance (*R*₂) immédiatement supérieure à la transition supraconductrice.



La température T_c^* est celle au niveau du point d'intersection.

Figure 1 – Rapport entre la température et la résistance

4 Exigences

Les mesures de la résistance à température ambiante comme à température cryogénique doivent être effectuées au moyen de la technique des quatre bornes.

L'incertitude-type composée relative à la cible de cette méthode est définie comme une incertitude élargie ($k = 2$) ne devant pas dépasser 10 %, basée sur le coefficient de variation (COV, coefficient of variation) de 5 % dans l'essai inter-laboratoires (voir Article C.2).

5 Appareillage

5.1 Matériau de l'embase de mesure

L'embase de mesure 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 téréphtalate de polyéthylène, de polyester, de polytétrafluoroéthylène, etc.) d'une épaisseur maximale de 0,1 mm.

5.2 Longueur de l'embase de mesure

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

5.3 Cryostat pour la mesure de la résistance R_2

Le cryostat doit comprendre une structure de support de l'éprouvette et un réservoir à hélium liquide pour la mesure de la résistance R_2 . La structure supportant l'éprouvette doit permettre d'immerger et de retirer l'éprouvette, qui est montée sur 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 l'on puisse mesurer la tension résultante générée le long de l'éprouvette.

6 Préparation de l'éprouvette

L'éprouvette d'essai ne doit présenter aucun joint ou épissure, et doit avoir une longueur supérieure ou égale à 30 mm. 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 de l'embase de mesure. L'instrumentation et l'installation de l'éprouvette sur l'embase de mesure doivent être réalisées avec soin de manière à éviter l'application de toute charge excessive sur l'éprouvette qui pourrait entraîner des contraintes indésirables en flexion ou en traction.

L'éprouvette 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. L'éprouvette doit être montée sur une embase de mesure pour effectuer ces mesures. Les deux mesures de résistance R_1 et R_2 doivent être prises 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, $273 \leq T_m \leq 308$. Un courant (I_1 (A)) doit traverser l'éprouvette de sorte que la densité du courant se situe entre $0,1 \text{ A/mm}^2$ 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 enregistrés.

L'Equation (2) ci-dessous doit être utilisée pour calculer la résistance (R_m) à température ambiante. La résistance (R_1) à 293 K doit être calculée au moyen de l'Equation (3) pour un fil avec stabilisateur 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.

$$R_m = \frac{U_1}{I_1} \quad (2)$$

$$R_1 = \frac{R_m}{[1 + 0,00393 \cdot (T_m - 293)]} \quad (3)$$

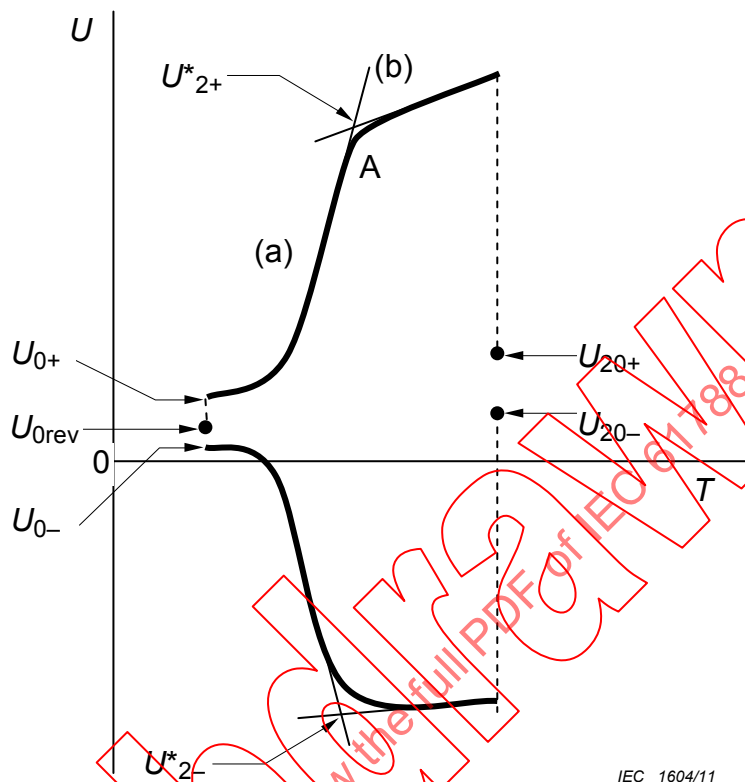
7.2 Résistance (R_2) immédiatement supérieure à la transition supraconductrice

7.2.1 L'éprouvette, toujours montée comme pour la mesure à température ambiante, doit être placée dans le cryostat pour la mesure électrique spécifiée en 5.3. D'autres cryostats conformes et qui utilisent un élément chauffant pour faire varier la température de l'éprouvette sont décrits à l'Article A.2.

7.2.2 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.

7.2.3 Pendant les phases d'obtention des mesures de R_2 à basse température, un courant (I_2) doit traverser l'éprouvette de sorte que la densité du courant se situe entre $0,1 \text{ A/mm}^2$ et 10 A/mm^2 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 enregistrés. Pour conserver un

rapport signal/bruit suffisamment élevé, la mesure doit être effectuée en respectant la condition selon laquelle la valeur absolue de la tension résultante supérieure à la transition supraconductrice dépasse $10 \mu\text{V}$. Les données à obtenir et leur analyse sont illustrées à la Figure 2.



Les tensions indicées + et - sont celles qui sont obtenues à la première et à la seconde mesures avec des courants positif et négatif, respectivement, et U_{20+} et U_{20-} sont les tensions obtenues avec un courant zéro. Pour des raisons de clarté, U_{0rev} et U_{0-} ne coïncident pas. Les tensions U_{2+}^* et U_{2-}^* avec un astérisque sont celles situées au niveau des points d'intersection.

Figure 2 – Courbes de la tension (U) en fonction de la température (T) et définitions de chaque tension

7.2.4 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 un court changement de polarité du courant appliqué). Une mesure 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 une mesure valide:

$$\frac{|U_{0+} - U_{0rev}|}{\bar{U}_2} < 1 \% \quad (4)$$

où $\bar{U}_2$ est la tension moyenne pour l'éprouvette à l'état normal à température cryogénique, définie en 7.2.10.

7.2.5 L'éprouvette doit être progressivement chauffée de sorte qu'elle passe entièrement à l'état normal. Lorsque le cryostat pour la mesure 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.

7.2.6 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.

7.2.7 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 25 K. 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 25 K.

7.2.8 L'éprouvette doit ensuite être lentement immergée dans le bain d'hélium liquide et refroidie à la température, à ± 1 K près, 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 7.2.5 à 7.2.7 du mode opératoire doivent être répétées pour enregistrer la courbe du rapport entre la tension et la température avec ce courant négatif. L'enregistrement de U_{20-} doit en outre être effectué à la température, à ± 1 K près, à laquelle U_{20+} a été enregistrée.

7.2.9 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 augmente progressivement et presque linéairement par rapport à la montée en température. U_{2+}^* et U_{2-}^* sur la Figure 2 doivent être déterminés à l'intersection de ces deux droites, respectivement pour les courbes de polarité positive et négative.

7.2.10 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, $\bar{U}_2$, doit être définie comme suit:

$$\bar{U}_2 = \frac{|U_{2+} - U_{2-}|}{2} \quad (5)$$

7.2.11 Une mesure valide de R_2 implique que le changement de tension thermoélectrique soit effectué dans des limites acceptables pendant les mesures de U_{2+} et U_{2-} . La condition suivante doit alors être remplie pour effectuer une mesure valide,

$$\frac{|\Delta_+ - \Delta_-|}{\bar{U}_2} < 3 \% \quad (6)$$

où Δ_+ et Δ_- sont définis par $\Delta_+ = U_{20+} - U_{0+}$ et $\Delta_- = U_{20-} - U_{0-}$. Si la mesure de R_2 ne respecte pas les exigences de validité de 7.2.4 et du présent paragraphe, des mesures pour l'amélioration du matériel ou du mode opératoire expérimental doivent être prises pour respecter ces exigences avant de consigner les résultats.

7.2.12 L'Equation (7) doit être utilisée pour calculer la résistance mesurée (R_2) immédiatement au-dessus de la transition supraconductrice.

$$R_2 = \frac{\bar{U}_2}{I_2} \quad (7)$$

7.3 Rapport de résistance résiduelle (RRR)

Le RRR doit être calculé au moyen de l'Equation (1).

8 Incertitude et stabilité de la méthode d'essai

8.1 Température

La température ambiante doit être déterminée avec une incertitude-type ne devant pas dépasser pas 0,6 K, tout en maintenant l'éprouvette, montée sur l'embase de mesure, à température ambiante.

8.2 Mesure de tension

Pour la mesure de résistance, le signal de tension doit être mesuré avec une incertitude-type relative ne devant pas dépasser 0,5 %.

8.3 Courant

Lorsque le courant est directement appliqué à l'éprouvette avec une source de courant continu programmable, le courant d'essai de l'éprouvette doit être déterminé avec une incertitude-type ne devant pas dépasser 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, on doit utiliser la résistance étalon, avec une incertitude-type composée relative ne devant pas dépasser 0,3 %.

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 mesure 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 devant pas dépasser 5 %.

9 Rapport d'essai

9.1 Valeur de RRR

La valeur du RRR obtenue doit être rapportée comme suit

$$RRR(1 \pm U_{re}) \quad (n = \dots), \quad (8)$$

où $U_{re} = 2u_r$ ($k=2$) est l'incertitude élargie relative, u_r représentant l'incertitude, k est un facteur d'élargissement et n est le nombre d'échantillonnages. On souhaite que n soit supérieur à 4 de façon à pouvoir faire l'hypothèse de la distribution normale pour l'estimation de l'écart-type. Si n n'est pas suffisamment grand, on doit supposer une distribution au carré. Si $n = 1$, la méthode analytique décrite à l'Annexe C doit être utilisée avec $b/R_2 = 1,46 \times 10^{-2}$ estimé d'après l'essai interlaboratoires.

9.2 Epreuve

Le rapport d'essai des résultats des mesures 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;

- f) diamètre des filaments;
- g) rapport cuivre / non cuivre.

9.3 Conditions d'essai

9.3.1 Les conditions d'essai suivantes doivent être rapportées pour les mesures de R_1 et R_2 :

- a) longueur totale de l'éprouvette;
- b) distance entre les prises de tension (L);
- c) longueur des contacts de courant;
- d) courants de transport (I_1 et I_2);
- e) densités de courant (I_1 et I_2 divisé par la surface 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 , et R_2);
- h) matériau, forme et dimensions de l'embase;
- i) méthode d'installation de l'éprouvette sur l'embase;
- j) matériau isolant de l'embase.

9.3.2 Les conditions d'essai suivantes doivent être rapportées pour les mesures de R_1 :

- a) réglage de la température et méthode de fixation de l'éprouvette;
- b) T_m : Température pour la mesure de R_m .

9.3.3 Les conditions d'essai suivantes doivent être rapportées pour les mesures de R_2 :

- a) vitesse de montée en température;
- b) méthode de refroidissement et de chauffage.

Annexe A (informative)

Informations supplémentaires concernant la mesure du rapport de résistance résiduelle (*RRR*)

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

Un montage horizontal du fil sur l'embase est recommandé, car cette orientation de montage peut diminuer le gradient thermique possible le long du fil par comparaison à l'orientation verticale du montage. L'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 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 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 que la chambre ne soit immergée dans le bain d'hélium liquide, on expulse l'air de la chambre et on la remplit de gaz hélium. Ensuite, la chambre est immergée dans le bain d'hélium liquide et l'éprouvette sera refroidie à une température inférieure ou égale à 5 K. Après l'expulsion du gaz 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 de la mesure à température cryogénique. Une pièce d'ancrage thermique allant 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 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 une embase de mesure, à une température inférieure ou égale à 5 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 Autre méthode de mesure de R_2

Les méthodes facultatives suivantes peuvent être utilisées pour obtenir R_2 .

a) Méthode par température fixe

Dans cette méthode, R_2 est directement déterminé à une température fixe de 20 K immédiatement supérieure à la température de transition. Elle est utilisée à la place de la méthode décrite en 7.2. Il est souhaitable dans ce cas que l'ensemble de l'éprouvette soit à une température uniforme, et il convient de déterminer la température fixe de 20 K avec une incertitude-type composée ne devant pas dépasser 0,6 K. Il convient de consigner dans le rapport d'essai la température fixe et l'incertitude-type composée. Il convient également d'enregistrer U_{0+} et U_{0-} , qui sont définis dans le corps du texte, comme le niveau de tension nulle dans la méthode fixe. Pour éliminer l'influence de la tension thermoélectrique, il est recommandé 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 R_2 peut être éliminé.

b) 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 changements de sens du courant par inversions périodiques du courant ou cycles de marche et d'arrêt périodiques du courant sont utilisés pour corriger les tensions de décalage afin de pouvoir prendre les mesures pendant un cycle de changement de température de l'éprouvette. Cette méthode est utile lorsque la transition jusqu'à l'état normal n'est pas trop rapide. Il convient de vérifier également l'effet de la tension thermoélectrique.

c) Autres méthodes simplifiées avec vérifications régulières

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

- 1) une comparaison interlaboratoires dans laquelle un laboratoire utilise la méthode de référence et l'autre utilise la méthode simplifiée;
- 2) une comparaison dans un seul laboratoire dans laquelle le laboratoire « vérifie » sa méthode simplifiée par rapport à la méthode de référence;
- 3) mesures régulières d'un ensemble restreint d'échantillons de référence présentant des valeurs RRR (Rapport de résistance résiduelle) connues, au moyen de la méthode simplifiée.

Annexe B (informative)

Considérations relatives à l'incertitude

B.1 Vue d'ensemble

Un certain nombre d'organisations internationales de normalisation, incluant la CEI, 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 d'incertitude sont normalisées dans le « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure » (GUM) [1]¹.

On a 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. Un tel changement n'est pas aisé 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 changements 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 répartition rectangulaire conduit à un nombre de conversion de $1/\sqrt{3}$. Le facteur de recouvrement 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 doit traiter pour la conformité avec les normes du comité d'études 90, il n'est expliqué ici que pour informer l'utilisateur de 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 la mesure, en se fondant sur l'estimation d'ingénierie du responsable et sur la propagation de l'erreur d'analyse. 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

On peut trouver des définitions statistiques dans trois sources: le GUM (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure), le VIM (Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés) [2] et le NIST Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results [3]. Tous les termes de statistique utilisés dans la présente norme ne sont pas explicitement définis dans le GUM (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure). Par exemple, les termes « incertitude-type relative » et « incertitude-type composée relative » sont utilisés dans le GUM (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure) (5.1.6, Annexe J), mais ils ne sont pas formellement définis dans le GUM (voir [3]).

¹ Les nombres entre crochets se réfèrent aux documents de référence de l'Article B.5 de la présente annexe.

B.3 Considérations relatives au concept d'incertitude

Précédemment, les évaluations statistiques utilisaient fréquemment le Coefficient de variation (COV, *Coefficient of Variation*), qui est le rapport entre l'écart-type et la moyenne (N.B. le COV (Coefficient de variation) est souvent appelé écart-type relatif). On utilisait ces évaluations pour estimer la précision des mesures et fournir l'étroitesse des essais répétés. L'incertitude-type (SU, *standard uncertainty*) dépend davantage du nombre d'essais répétés et moins de la moyenne que le COV (Coefficient de variation) 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 ci-dessous représente un ensemble de mesures 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.

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

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

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

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