

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61788-12

Première édition
First edition
2002-06

Supraconductivité –

Partie 12:

**Mesure du rapport volumique
matrice/supraconducteur –**

**Rapport volumique cuivre/non-cuivre des
fils en composite supraconducteur Nb₃Sn**

Superconductivity –

Part 12:

**Matrix to superconductor volume
ratio measurement –**

**Copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn
composite superconducting wires**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61788-12:2002

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**

61788-12

Première édition
First edition
2002-06

Supraconductivité –

Partie 12:

**Mesure du rapport volumique
matrice/supraconducteur –**

**Rapport volumique cuivre/non-cuivre des
fils en composite supraconducteur Nb₃Sn**

Superconductivity –

Part 12:

**Matrix to superconductor volume
ratio measurement –**

**Copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn
composite superconducting wires**

© 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

N

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 Principe	10
5 Appareillage	10
6 Mode opératoire	10
6.1 Préparation de l'éprouvette	10
6.2 Mesure	12
6.3 Méthode d'essai pour la seconde éprouvette	12
6.4 Poids papier	12
7 Calcul de résultats	14
8 Fidélité et exactitude de la méthode d'essai	14
9 Rapport d'essai	14
9.1 Rapport volumique cuivre/non-cuivre	14
9.2 Identification de l'éprouvette d'essai	14
Annexe A (normative) Mesure – Méthode de traitement d'image	16
Annexe B (normative) Mesure – Méthode de la masse de cuivre	18
Annexe C (normative) Méthode de mesure planimétrique	20
Annexe D (informative) Méthode de polissage de l'éprouvette	22
Annexe E (informative) Différence de rapport cuivre/non-cuivre avant et après traitement thermique de génération Nb ₃ Sn	24
Annexe F (informative) Erreur de poids papier lors de la duplication	26
Annexe G (informative) Sections des fils Cu/Nb ₃ Sn	28

CONTENTS

FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	9
2 Normative references	9
3 Terms and definitions	9
4 Principle	11
5 Apparatus.....	11
6 Measurement procedure.....	11
6.1 Preparation of specimen.....	11
6.2 Measurement	13
6.3 Test procedure for the second specimen	13
6.4 Paper mass	13
7 Calculation of results.....	15
8 Precision and accuracy of the test method.....	15
9 Test report.....	15
9.1 Copper to non-copper volume ratio.....	15
9.2 Identification of test specimen	15
Annex A (normative) Measurement – Image processing method	17
Annex B (normative) Measurement – Copper mass method	19
Annex C (normative) Measurement method using planimeter	21
Annex D (informative) Specimen polishing method.....	23
Annex E (informative) Difference of the copper to non-copper volume ratio before and after the Nb ₃ Sn generation heat treatment process.....	25
Annex F (informative) Paper mass error at copy	27
Annex G (informative) Cross-sections of Cu/Nb ₃ Sn wires	29

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 12: Mesure du rapport volumique matrice/supraconducteur – Rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn

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 61788-12 a été établie par le Comité technique 90 de la CEI: Supraconductivité

Le texte anglais de cette norme est basé sur les documents 90/123/FDIS et 90/128/RVD. Le rapport de vote 90/128/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.

Les annexes A, B et C font partie intégrante de cette norme.

Les annexes D, E, F et G sont données 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 12: Matrix to superconductor volume ratio measurement –
Copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite
superconducting wires**

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 61788-12 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

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

FDIS	Report on voting
90/123/FDIS	90/128/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.

Annexes A, B and C form an integral part of this standard.

Annexes D, E, F and G are 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

Le rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils supraconducteurs est une valeur numérique importante utilisée pour déterminer la densité de courant critique et sa stabilité, qui sont deux des caractéristiques importantes des fils supraconducteurs. La présente norme couvre une méthode d'essai normalisée pour le rapport volumique cuivre/non-cuivre de fils en composite supraconducteur Nb_3Sn en cuivre stabilisé multiconducteur (ci-dessous désigné par le terme fils $\text{Cu}/\text{Nb}_3\text{Sn}$).

Les fils $\text{Cu}/\text{Nb}_3\text{Sn}$ peuvent être classés en quatre types en fonction de l'implantation du stabilisateur, comme illustré à l'Annexe G: le type à stabilisateur externe, le type à stabilisateur interne, le type à stabilisateur réparti et le type à stabilisateur contigu avec barrière répartie. Il est admis d'appliquer la méthode d'essai couverte par la présente norme à un type dont la section est du type à stabilisateur externe ou à stabilisateur interne, quel que soit le processus de production employé.

Pour le type de stabilisateur interne, la structure interne de certains des fils $\text{Cu}/\text{Nb}_3\text{Sn}$ empêche la dissolution et l'enlèvement du cuivre. Contrairement aux fils supraconducteurs Nb-Ti à matrice en cuivre, cela empêche l'application de la méthode de la masse de cuivre. De nouvelles méthodes sont par conséquent nécessaires, comme décrit ci-après:

- la méthode du poids papier, par laquelle une photographie de la section du fil à mesurer est reproduite sur du papier à tracer, ou une copie de la photographie est effectuée au moyen d'un photocopieur. Le papier est ensuite coupé en différentes portions pour mesurer le poids de chaque morceau de papier;
- la méthode de traitement de l'image, par laquelle l'image de la photographie de la section est numérisée et les surfaces correspondantes sont analysées par logiciel;
- la méthode du planimètre, par laquelle les surfaces des sections sont mesurées au moyen d'un planimètre.

La présente norme traite de la méthode du poids papier qui est la plus généralement adoptée. Comme méthodes supplémentaires, les Annexes A et B décrivent respectivement la méthode de traitement d'image et la méthode de la masse de cuivre adoptées pour les fils $\text{Cu}/\text{Nb}_3\text{Sn}$. L'Annexe C spécifie la méthode utilisant un planimètre et l'Annexe D donne un exemple de méthode de polissage.

INTRODUCTION

The copper to non-copper volume ratio of superconducting wires serves as an important numeric value used when determining the critical current density and its stability, which are two of the important characteristics of superconducting wires. This test method is concerned with the standardization of the test method for the copper to non-copper volume ratio of copper stabilized Nb_3Sn multi-filamentary composite superconducting wires (hereinafter referred to as $\text{Cu/Nb}_3\text{Sn}$ wires).

$\text{Cu/Nb}_3\text{Sn}$ wires can be classified into four types according to the layout of the stabilizer as shown in Annex G: the external stabilizer type, the internal stabilizer type, the distributed stabilizer type and the contiguous stabilizer with distributed barrier type. The test method specified by this standard may be applicable to a type whose cross-section is of the external stabilizer or the internal stabilizer type regardless of the production process employed.

With regard to the internal stabilizer type, the internal structure of some $\text{Cu/Nb}_3\text{Sn}$ wires prevents copper from being dissolved and removed. This defies the application of the copper mass method, unlike with copper matrix Nb-Ti superconducting wires. New methods are therefore needed, as detailed in the following:

- the paper mass method, where a photo of the cross-section of the wire being measured is traced onto tracing paper, or a copy is made of the photo using a copying machine; the paper is then cut out into different portions to measure the mass of each piece of paper;
- the image processing method, where the image of the photo of the cross-section is digitized and the areas are analyzed with software;
- the planimeter method, where the cross-sectional areas are measured with a planimeter.

This standard is concerned with the paper mass method which is adopted more generally. As supplementary methods, the image processing method and the copper mass method adopted for $\text{Cu/Nb}_3\text{Sn}$ wires are specified in Annex A and Annex B, respectively. The method using a planimeter is specified in Annex C. In Annex D an example of a polishing method is also specified.

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 12: Mesure du rapport volumique matrice/supraconducteur – Rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn

1 Domaine d'application

La présente norme couvre la méthode d'essai de détermination du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils Cu/Nb₃Sn.

La méthode d'essai donnée dans la présente norme est applicable aux fils en composite supraconducteur Nb₃Sn d'une section de 0,1 mm² à 3 mm² et d'un rapport volumique cuivre/non cuivre d'au moins 0,1. Elle ne fait aucunement référence au diamètre du filament; cependant, elle n'est pas applicable aux fils supraconducteurs dont le filament, Sn, CuSn, la barrière métallique et autres parties qui ne sont pas en cuivre dispersés dans la matrice en cuivre ainsi que les fils dont le matériau stabilisateur est dispersé. En outre, le rapport volumique cuivre/non cuivre peut être déterminé sur des éprouvettes avant ou après le processus de traitement thermique de formation du Nb₃Sn.

Le fil Cu/Nb₃Sn a une structure monolithique avec une section ronde ou rectangulaire.

Bien que son exactitude soit moindre, cette méthode peut être appliquée pour la mesure du rapport volumique cuivre/non cuivre de fils Cu/Nb₃Sn dont la section et le rapport volumique cuivre/non-cuivre ne s'inscrivent pas dans les plages spécifiées ci-dessus.

Il est admis d'appliquer cette méthode d'essai à d'autres fils en composite supraconducteur après y avoir apporté certaines modifications appropriées.

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 61788-5, *Supraconductivité – Partie 5: Mesure du rapport volumique matrice/supraconducteurs – Rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs de Cu/Nb-Ti*

3 Termes et définitions

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

Le rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils Cu/Nb₃Sn est défini comme le rapport entre la surface du cuivre stabilisateur et celle du matériau non-cuivre.

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 12: Matrix to superconductor volume ratio measurement – Copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires

1 Scope

This standard describes the test method for determining the copper to non-copper volume ratio of Cu/Nb₃Sn wires.

The test method given hereunder is applicable to Nb₃Sn composite superconducting wires with a cross-sectional area of 0,1 mm² to 3 mm² and a copper to non-copper volume ratio of 0,1 or more. It does not make any reference to the filament diameter; however, it is not applicable to those superconducting wires with their filament, Sn, CuSn, barrier material and other non-copper portions dispersed in the copper matrix or those with the stabilizer dispersed. Furthermore, the copper to non-copper volume ratio can be determined on specimens before or after the Nb₃Sn formation heat treatment process.

The Cu/Nb₃Sn wire has a monolithic structure with a round or rectangular cross-section.

Though degraded in accuracy, this method may be applicable to the measurement of the copper to non-copper volume ratio of the Cu/Nb₃Sn wires whose cross-section and copper to non-copper volume ratio fall outside the specified ranges.

This test method may be applied to other composite superconducting wires after some appropriate modifications.

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 61788-5, *Superconductivity – Part 5: Matrix to superconductor volume ratio measurement – Copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors*

3 Terms and definitions

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

The copper to non-copper volume ratio of Cu/Nb₃Sn wires is defined as the ratio of area of the stabilizer copper to that of non-copper.

4 Principe

Le principe de la présente méthode est décrit ci-après. Une photographie de la section polie du fil échantillon doit être prise au moyen d'un métallographe. Cette photographie est reproduite sur du papier à tracer ou photocopiée. Le papier à tracer ou la photocopie est ensuite coupé(e) en différentes portions afin de mesurer le poids de chaque morceau de papier. Le rapport cuivre/non-cuivre peut être obtenu à partir du rapport du poids de papier des deux parties.

5 Appareillage

- Métallographe
- Appareil photomicrographique
- Polisseuse
- Balance (il convient qu'elle soit capable de prendre des mesures à 0,1 mg près)
- Ciseaux ou cutter

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'éprouvette

L'éprouvette doit être préparée à partir d'un fil $\text{Cu/Nb}_3\text{Sn}$ avant ou après le traitement thermique de génération Nb_3Sn . Deux éprouvettes doivent être coupées d'un fil $\text{Cu/Nb}_3\text{Sn}$ à mesurer.

NOTE Dans le cas d'un fil ayant subi un étamage interne avant le traitement thermique, il faut bien faire la distinction entre le cuivre stabilisateur et le cuivre d'autres parties du fil.

6.1.1 Moule

Les deux éprouvettes doivent être moulées simultanément pour le polissage. Une résine appropriée doit être utilisée comme matériau de moulage pour enrober l'éprouvette à observer au métallographe. Au cours du moulage, il est primordial de s'assurer que la section de l'éprouvette est autant que possible perpendiculaire à la surface de polissage.

6.1.2 Polissage

L'éprouvette doit être émerisée et polie au moyen d'un matériau abrasif. Un microscope doit être utilisé pour vérifier que la surface polie est suffisamment lisse pour assurer la prise d'une bonne photographie, notamment la frontière entre les parties cuivre et non-cuivre ainsi que la périphérie de l'échantillon. Si, du fait de la présence d'éraflures abrasives, ces zones ne sont pas bien délimitées, la surface doit être polie de nouveau. Un exemple de méthode de polissage est spécifié à l'Annexe D.

6.1.3 Nettoyage et séchage

L'éprouvette polie doit être nettoyée à l'eau courante, à l'eau distillée, à l'acétone ou à l'alcool éthylique. On doit s'assurer que l'agent de nettoyage ne risque pas de dissoudre la résine d'enrobage de l'éprouvette. Il est admis, si nécessaire, d'utiliser une machine de nettoyage par ultrasons. Après nettoyage, l'éprouvette doit être séchée à l'air chaud ou froid pour éviter l'oxydation ou la décoloration de la surface polie.

4 Principle

The principle of this method is described in the following. A photo of the polished cross-section of the sample wire shall be taken with a metallograph. This photo is traced onto tracing paper, or a copy is made of the photo using a copy machine. The tracing paper or copy is then cut out into different portions to measure the mass of each piece of paper. The copper to non-copper volume ratio can be obtained from the ratio of the paper mass of both portions.

5 Apparatus

- Metallograph
- Photomicrographic camera
- Polishing machine
- Balance (should be capable of taking measurement to 0,1 mg)
- Scissors or cutter

6 Measurement procedure

6.1 Preparation of specimen

The specimen shall be prepared from a Cu/Nb₃Sn wire before or after the Nb₃Sn generation heat treatment process. Two specimens shall be cut out of a Cu/Nb₃Sn wire being measured.

NOTE In the case of measuring an internal tin processed wire before the treatment, the stabilizer copper has to be carefully distinguished from copper in other parts.

6.1.1 Mold

The two specimens shall be molded at the same time for polishing. As the molding material, an appropriate resin shall be used to embed the specimen for observation through the metallograph. When molding, it shall be carefully checked that the cross-section of the specimen is at right angles to the polishing surface as much as possible.

6.1.2 Polishing

The specimen shall be polished using emery paper and buffed using an abrasive material. A microscope shall be used to check that the polished surface is smooth enough to ensure good photographing, especially the boundary between the copper and non-copper portions and the periphery of the sample. The surface shall be re-polished, if these areas are not clear because of abrasive scratches. An example of the polishing method is specified in Annex D.

6.1.3 Cleaning and drying

The polished specimen shall be cleaned using running water, distilled water, acetone or ethyl alcohol. It shall be checked that the cleaning agent does not dissolve the resin in which the specimen is embedded. An ultrasonic cleaning machine may be used as necessary. After cleaning, the specimen shall be dried with chilled or hot air to prevent the polished surface from oxidizing or discoloring.

6.2 Mesure

6.2.1 Photographie de la section

Une image en noir et blanc ou en couleur de la section doit être prise au moyen d'un métallographe.

Pour l'ensemble de la section de l'éprouvette, l'agrandissement doit être choisi de manière à s'adapter à la taille de la photographie. Un appareil photomicrographique ayant une profondeur de champ aussi élevée que possible doit être utilisé de façon que la frontière entre les parties cuivre et non-cuivre ainsi que la périphérie de l'éprouvette soient lisibles et clairement délimitées sur la photographie.

6.2.2 Transfert

L'image de la photographie de la section doit être reproduite sur du papier à tracer de façon que la partie cuivre et la partie non-cuivre puissent être séparées.

Une autre méthode consiste à photocopier la photographie de la section. Un taux d'agrandissement du photocopieur qui correspond à l'image sur une feuille de papier et qui facilite le découpage doit être choisi. Si la photographie est dupliquée au moyen d'un photocopieur, on doit effectuer simultanément la photocopie d'une échelle afin de s'assurer que la déformation du photocopieur est ± 1 % (voir l'Annexe F).

6.2.3 Découpage

Une paire de ciseaux ou un cutter doivent être utilisés pour découper les parties cuivre et non-cuivre sur le papier à tracer ou la photocopie.

6.2.4 Mesure du poids papier

La première éprouvette doit être mesurée deux fois.

La partie cuivre et la partie non-cuivre doivent être pesées avec une précision de mesure de 0,1 mg. Chaque partie doit être mesurée deux fois et la moyenne des deux mesures doit être notée.

Pendant la pesée, on doit bien s'assurer que la mesure n'est pas affectée par l'humidité. Si les poids changent continuellement, l'éprouvette doit être maintenue dans la chambre des mesures pendant environ 10 min avant de reprendre la procédure.

6.3 Méthode d'essai pour la seconde éprouvette

Les étapes décrites en 6.2 doivent être recommencées pour mesurer le poids papier de la seconde éprouvette.

6.4 Poids papier

Le poids papier de la partie cuivre (M_{Cu}) par rapport à la partie non-cuivre (M_{non}) doit être obtenu en calculant la moyenne des poids papier mesurés au cours des étapes décrites en 6.2 et 6.3.

6.2 Measurement

6.2.1 Photo of cross-section

A black-and-white or color picture of the cross-section shall be taken using the metallograph.

The magnification shall be selected for the entire cross-section of the specimen to fit within the size of the photo. A photomicrographic camera with as much depth of focus as possible shall be used so that the boundary between copper and non-copper portions and the periphery of the specimen appear clear and vivid on the photo.

6.2.2 Transfer

The image of the cross-section shall be traced on tracing paper so that the copper portion and non-copper portion can be separated.

As an alternative method, a copy of the photo of the cross-section shall be made using a copying machine. A zoom ratio of the copier that will fit the image in a sheet of paper and allow the cutting work to be done easily shall be selected. If a copy is to be made using a copier, a copy of a scale shall be made at the same time, to check that the copier distortion is within ± 1 % (see Annex F).

6.2.3 Cutting

A scissors or a cutter shall be used to cut the tracing paper or the copy into the copper and non-copper portions.

6.2.4 Measurement of paper mass

The first specimen shall be measured twice.

The paper mass of the copper portion and non-copper portion shall be measured to a reading accuracy of 0.1 mg. Each portion shall be measured twice and the average of the two measurements shall be reported.

During the measurement, caution shall be taken to ensure that the measurement is not affected by humidity. If the weighings continue to change, the specimen shall remain in the measurement chamber for about 10 min before resuming the measurement sequence.

6.3 Test procedure for the second specimen

The steps given under 6.2 shall be repeated to measure the paper mass for the second specimen.

6.4 Paper mass

The paper mass of the copper portion (M_{Cu}) to that of the non-copper portion (M_{non}) shall be obtained by averaging the paper mass measured at steps 6.2 and 6.3.

7 Calcul de résultats

Pour chaque mesure effectuée en 6.2 et 6.3, le rapport volumique cuivre/non-cuivre doit être obtenu à partir du poids papier de la partie cuivre par rapport à la partie non-cuivre. En d'autres termes:

Rapport volumique cuivre/non-cuivre = M_{Cu}/M_{non}

Le rapport volumique doit être arrondi à deux décimales.

8 Fidélité et exactitude de la méthode d'essai

L'exactitude de cette méthode d'essai est affectée par le fléchissement de l'éprouvette résultant de l'opération de polissage, par le transfert sur le papier à tracer, par la déformation due au photocopieur et par la précision de la découpe des différentes parties sur le papier. La précision globale est de $\pm 5\%$.

9 Rapport d'essai

9.1 Rapport volumique cuivre/non-cuivre

Le rapport doit inclure les informations suivantes:

- a) rapport volumique cuivre/non-cuivre de chaque éprouvette;
- b) diamètre de fil ou dimension de la section s'il s'agit d'une forme rectangulaire;
- c) application ou non du traitement thermique de génération Nb₃Sn sur les éprouvettes.

Dans toute la mesure du possible, le rapport doit également comporter les informations suivantes:

- d) méthode de fabrication;
- e) configuration de la matrice cuivre;
- f) photographie de la section;
- g) conditions et informations relatives à la mesure;
- h) données brutes mesurées;
- i) informations relatives au matériel de mesure.

9.2 Identification de l'éprouvette d'essai

Dans toute la mesure du possible, l'éprouvette d'essai doit être identifiée par les informations suivantes:

- a) nom du fabricant de l'éprouvette;
- b) numéro d'identification;
- c) numéro de billette.

7 Calculation of results

For each measurement taken in 6.2 and 6.3, the copper to non-copper volume ratio shall be obtained from the ratio of the paper mass of the copper portion to that of the non-copper portion. That is:

Copper to non-copper volume ratio = $M_{\text{Cu}}/M_{\text{non}}$

The ratio shall be rounded to two decimal places.

8 Precision and accuracy of the test method

The accuracy of this test method is affected by the sag of the specimen occurring from polishing, transfer to tracing paper, distortion of the copying machine and accuracy in cutting out portions from the paper. The overall accuracy is $\pm 5\%$.

9 Test report

9.1 Copper to non-copper volume ratio

The report shall contain the following information:

- copper to non-copper volume ratio of each specimen;
- wire diameter or size of the cross-section if it is a rectangular shape;
- whether the specimens had or had not received the Nb_3Sn generation heat treatment.

The report shall contain the following information if known:

- manufacturing method;
- configuration of the copper matrix;
- photo of cross-section;
- measurement conditions and information;
- raw measured data;
- information of measurement equipment.

9.2 Identification of test specimen

The test specimen shall be identified by the following information if known:

- name of the manufacturer of the specimen;
- identification number;
- billet number.

Annexe A (normative)

Mesure – Méthode de traitement d'image

Les informations détaillées fournies ci-après décrivent la méthode qui peut être utilisée pour numériser l'image sur la photographie de la section transversale (méthode de traitement d'image).

A.1 Méthode

A.1.1 Des photographies de la section des éprouvettes doivent être prises en se conformant aux étapes décrites en 6.1 à 6.2.1.

A.1.2 Au moyen d'un scanner, l'image des photographies de la section doit être enregistrée sur un micro ordinateur.

A.1.3 Au moyen d'un logiciel d'analyse d'image, le nombre de pixels sur la partie cuivre et sur la partie non-cuivre doit être déterminé.

A.1.4 Le rapport volumique cuivre/non-cuivre de l'éprouvette doit être déterminé en utilisant l'équation suivante:

$$\text{Rapport volumique cuivre/non-cuivre} = \frac{\text{Nombre de pixels sur la partie cuivre}}{\text{Nombre de pixels sur la partie non-cuivre}}$$

A.2 Rapport d'essai

Outre celles qui sont énumérées à l'article 9, les informations suivantes doivent être indiquées: logiciel d'analyse d'image utilisé.

NOTE 1 L'exactitude de mesure de la méthode de traitement d'image est déterminée par la qualité de l'image de la photographie de la section. Pour assurer un niveau d'exactitude donné, il est important de prendre une image claire de la section de l'éprouvette parfaitement polie.

NOTE 2 La reproductibilité des mesures effectuées au moyen de la méthode de traitement de l'image appliqué à l'image enregistrée à partir de la même photographie selon le même agrandissement peut être estimée à ± 10 %.

Annex A (normative)

Measurement – Image processing method

The following details describe the method that can be used to digitize the image on the cross-sectional photo (image processing method).

A.1 Method

A.1.1 Following the steps from 6.1 through 6.2.1, photos of the cross-section of the specimens shall be taken.

A.1.2 Using a scanner, the image of the cross-section photos shall be captured in a personal computer.

A.1.3 Using image analysis software, the number of pixels on the copper portion and non-copper portion shall be determined.

A.1.4 The copper to non-copper volume ratio of the specimen shall be determined using the following equation:

$$\text{Copper to non - copper volume ratio} = \frac{\text{no. of pixels on the copper portion}}{\text{no. of pixels on the non - copper portion}}$$

A.2 Test report

The following information shall be reported in addition to the data listed in clause 9: image analysis software used.

NOTE 1 Measurement accuracy of the image processing method is determined by the quality of image of the photo of cross-section. What is required to ensure a given level of accuracy is taking a clear image of the specimen cross-section with a well polished condition.

NOTE 2 Reproducibility of the measurements taken through the image processing method applied to the image captured from the same photo at the same magnification can be estimated within ± 10 %.

Annexe B (normative)

Mesure – Méthode de la masse de cuivre

La présente annexe décrit l'application au composite supraconducteur Nb₃Sn de la méthode de la masse de cuivre (voir CEI 61788-5), utilisée pour mesurer le rapport volumique cuivre/supraconducteur des fils supraconducteurs Nb-Ti. Cette méthode ne peut être appliquée qu'au fil Cu/Nb₃Sn de type à stabilisateur externe de l'Annexe G(a) ou G(d) ayant une section circulaire et qui, de par sa nature, entraîne une dissolution du cuivre dans l'acide nitrique. Néanmoins, on doit éviter d'appliquer cette méthode à un fil ayant des barrières qui peuvent se rompre dans le processus de dissolution dans l'acide nitrique.

B.1 Méthode

B.1.1 Une éprouvette d'une longueur de 300 mm à 500 mm doit être découpée et on doit déterminer le poids (W_1), la longueur (L) et le diamètre (D) de l'éprouvette. Le diamètre doit être mesuré en cinq points placés à égale distance et, en utilisant la moyenne des mesures, le volume (V_1) doit être calculé:

$$V_1 = (D/2)^2 \times \pi \times L$$

B.1.2 Le cuivre de l'éprouvette doit être dissous dans une solution d'acide nitrique pour ne conserver que la partie non-cuivre. Une fois le cuivre dissous, l'éprouvette doit être rincée rapidement à l'eau pour réduire au minimum la quantité de bronze dissoute.

B.1.3 L'éprouvette doit être séchée complètement après rinçage.

B.1.4 Le poids (W_2) de la partie non-cuivre doit être mesuré.

B.1.5 Le volume (V_2) de la partie cuivre doit être calculé en utilisant la masse volumique du cuivre considérée égale à 8,93 g/cm³.

$$V_2 = (W_1 - W_2) / 8,93$$

B.1.6 Le rapport volumique cuivre/non-cuivre doit être calculé à partir du volume (V_1) de l'éprouvette et du volume (V_2) de la partie cuivre.

$$\text{Rapport volumique cuivre/non-cuivre} = V_2 / (V_1 - V_2)$$

B.1.7 La précision de cette méthode est de ± 2 %.

B.2 Rapport d'essai

Outre les informations énumérées à l'article 9, les informations suivantes doivent être fournies: informations nécessaires selon le rapport d'essai de la CEI 61788-5.

Annex B (normative)

Measurement – Copper mass method

The following describes the application of the copper mass method (see IEC 61788-5), which is employed for measuring the copper to superconductor volume ratio of Nb-Ti superconducting wires, to Nb₃Sn. This method can be applied only to the external stabilizer type Cu/Nb₃Sn wire in Annex G(a) or G(d) with a round cross-section that exhibits a nature whereby copper dissolves in nitric acid. Nevertheless, it shall be avoided to apply this method to such a wire having breakable barriers in the process of dissolving by nitric acid.

B.1 Method

B.1.1 A specimen with a length of 300 mm to 500 mm shall be cut and the mass (W_1), length (L) and diameter (D) of the specimen shall be determined. The diameter shall be measured at five equally divided points and, taking the average of the measurements, the volume (V_1) shall be calculated:

$$V_1 = (D/2)^2 \times \pi \times L$$

B.1.2 The copper of the specimen shall be dissolved in nitric acid solution to leave only the non-copper portion. At this time, the specimen shall be rinsed quickly with water once the copper has dissolved, thereby minimizing the amount of bronze dissolved.

B.1.3 The specimen shall be dried completely after rinsing.

B.1.4 The mass (W_2) of non-copper portion shall be measured.

B.1.5 The volume (V_2) of the copper portion shall be calculated using 8,93 g/cm³ as the specific mass of copper.

$$V_2 = (W_1 - W_2) / 8,93$$

B.1.6 The copper to non-copper volume ratio shall be calculated from the volume (V_1) of the specimen and volume (V_2) of the copper portion.

$$\text{Copper to non-copper volume ratio} = V_2 / (V_1 - V_2)$$

B.1.7 The accuracy of this method is within ± 2 %.

B.2 Test report

The following information shall be reported in addition to the data listed in clause 9: the necessary information according to the test report in IEC 61788-5.

Annexe C (normative)

Méthode de mesure planimétrique

La présente annexe décrit la méthode de mesure qui utilise un planimètre analogique ou numérique.

C.1 Méthode

C.1.1 Une photographie de la section doit être prise en se conformant aux étapes décrites en 6.1 à 6.2.1.

C.1.2 Au moyen d'un photocopieur, la photographie de la section doit être dupliquée. Le taux d'agrandissement du photocopieur doit être choisi de façon que la taille de l'image agrandie ait une largeur de plus de 120 mm et s'inscrive dans une feuille de papier.

C.1.3 Les valeurs des sections des parties cuivre et non-cuivre doivent être obtenues au moyen d'un planimètre. Afin d'améliorer l'exactitude de la mesure, il est recommandé d'effectuer 5 tours du planimètre afin d'intégrer toute la surface. La mesure doit être effectuée deux fois pour la même photographie et la valeur moyenne doit être la surface de la section si les valeurs mesurées ne diffèrent pas de plus de 5 %. Si la différence est supérieure à 5 %, la mesure doit être effectuée de nouveau.

NOTE Dans le cas d'une précision de mesure au planimètre de ± 1 %, un planimètre analogique ou numérique peut être utilisé.

C.1.4 Pour un fil de type à stabilisateur externe, la section de la partie cuivre doit être obtenue en soustrayant celle de la partie non cuivre de la surface totale de l'éprouvette. Pour un fil de type à stabilisateur interne, la section de la partie non-cuivre doit être obtenue en soustrayant celle de la partie cuivre de la surface totale.

C.2 Rapport d'essai

Outre les informations énumérées à l'article 9, les informations suivantes doivent être fournies: type de planimètre et taux d'agrandissement du photocopieur utilisé.

NOTE L'exactitude de la mesure au planimètre dépend de la qualité de la photographie. Pour prendre une photographie claire, il est primordial de polir l'éprouvette, notamment pour bien faire ressortir la limite externe et assurer un contraste uniforme de la photographie.

Annex C (normative)

Measurement method using planimeter

The following details describe the method using an analogue or a digital planimeter.

C.1 Method

C.1.1 According to steps 6.1 to 6.2.1, a photo of the cross-section shall be taken.

C.1.2 A copy of the photo of the cross-section shall be made using a copying machine. A zoom ratio of the copier shall be selected so that the size of the enlarged image is more than 120 mm in width and within a sheet of paper.

C.1.3 The values of cross-sections for copper and non-copper parts shall be obtained using a planimeter. Measurement with 5 turns of the planimeter to integrate the area is recommended in order to improve the measurement accuracy. The measurement shall be carried out twice for the same photo, and the average value shall be the cross-sectional area if the measured values are within 5 %. If this value is more than 5 %, the measurement shall be carried out again.

NOTE In the case of measurement accuracy of a planimeter within 1 %, either an analog or a digital planimeter apparatus can be used.

C.1.4 In the case of an external stabilizer type, the cross-sectional area of the copper part shall be obtained by subtracting that of the non-copper part from the whole area of the specimen. In the case of an internal stabilizer type, the cross-sectional area of the non-copper part shall be obtained by subtracting that of the copper part from the whole area.

C.2 Test report

The following information shall be reported in addition to the data listed in clause 9: type of planimeter and zoom ratio of the copy used.

NOTE The measurement accuracy in using a planimeter depends on the clarity of the photo. In order to take a clear photo, special attention shall be paid to polishing the specimen, and particularly to making the outer boundary clear and the contrast of the photo uniform.

Annexe D (informative)

Méthode de polissage de l'éprouvette

Dans la méthode utilisée pour mesurer le rapport volumique cuivre/non-cuivre à partir d'une photographie de la section, il est extrêmement important de réaliser un bon polissage de façon à prendre une photographie bien claire de la section. Des procédures types de polissage de l'éprouvette sont fournies ci-après pour référence.

D.1 Emerisage

Le but de ce processus de polissage est d'obtenir une surface de polissage plate de l'éprouvette enrobée dans la résine afin de permettre son observation au métallographe. Même si la granulométrie du papier d'émeri n'a pas d'importance, le polissage doit cependant être effectué du grain le plus grossier vers le grain le plus fin: n^{os} 120, 180, 400, 600, 800, 1 000, 1 200, 1 500 et 2 400. Pour obtenir la planéité requise de la surface à polir, appliquer une force uniforme, dans un sens uniquement. Lorsque la granulométrie du papier émeri est changée, polir dans le sens perpendiculaire au précédent et ne passer à la granulométrie suivante qu'une fois que les traces du polissage précédent ont été éliminées.

D.2 Polissage au disque

Ce processus est du type humide et utilise un disque de polissage en Al_2O_3 (alumine), SiO_2 , et des abrasifs diamantés. Pour une application optimale de ce processus, il convient que les matériaux abrasifs soient répartis uniformément sur le disque de polissage et que ce dernier soit parfaitement humidifié. Il faut tourner l'éprouvette pendant l'opération afin d'éviter de polir la surface dans un sens uniquement. Cela assure une surface uniformément polie. Un polissage trop long risque d'entraîner un affaissement de la périphérie du fil.

Si une observation au microscope révèle un affaissement et des rayures évidentes sur la surface polie, recommencer l'opération en commençant par du papier émeri de granulométrie appropriée.

D.3 Nettoyage et séchage

L'éprouvette polie doit être nettoyée à l'eau courante, à l'eau distillée, à l'acétone ou à l'alcool éthylique. S'assurer que l'agent de nettoyage ne risque pas de dissoudre la résine d'enrobage de l'éprouvette. Il est admis si nécessaire d'utiliser une machine de nettoyage par ultrasons. Après nettoyage, sécher l'éprouvette à l'air chaud ou froid pour éviter l'oxydation ou la décoloration de la surface polie.

Annex D (informative)

Specimen polishing method

In the method used to find the copper to non-copper volume ratio from the photo of the cross-section, it is extremely important to perform good polishing so that a clear photo of the cross-section can be taken. For reference, here are typical procedures for polishing the specimen.

D.1 Polishing with emery paper

The purpose of this polishing process is to make the polishing surface of the specimen embedded in resin flat for observation through the metallograph. The grain size of the emery paper may be omitted; however, polishing is to be done proceeding from coarse to fine grain, Nos.120, 180, 400, 600, 800, 1 000, 1 200, 1 500, and 2 400. To obtain the required flatness of the polishing surface, apply a uniform force to the surface in one direction only. Whenever the grain sizes are changed, polish in the direction at right angles to the preceding one and proceed with the next grain size only after traces of the preceding polishing have been eliminated.

D.2 Buffing

This polishing process is of a wet type, employing a buffing pad, Al_2O_3 (alumina), SiO_2 and diamond abrasives. The best possible conditions for this process are for the abrasive materials to be spread evenly over the buffing pad and the buffing pad to be uniformly damp. The specimen must be turned during buffing to prevent the surface from being polished in one direction only. This ensures a uniformly polished surface. An excessively long buffing operation can cause the wire periphery to sag.

If sag and noticeable scratches are evident on the polished surface through microscopic observation, re-polish it, starting with emery paper of an appropriate grain size.

D.3 Cleaning and drying

The polished specimen is to be cleaned using running water, distilled water, acetone, or ethyl alcohol. Check that the cleaning agent does not dissolve the resin in which the specimen is embedded. An ultrasonic cleaning machine may be used as necessary. After cleaning, let the specimen dry with chilled or hot air to prevent the polished surface from oxidizing or discoloring.