

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Superconductivity –

Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb superconductors

Supraconductivité –

Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61788-23:2018



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2018 IEC, Geneva, Switzerland

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

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

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

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

About the IEC

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

About IEC publications

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

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue

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

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

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

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

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

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing 21 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

67 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

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

A propos de l'IEC

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

A propos des publications IEC

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

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue

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

Recherche de publications IEC - webstore.iec.ch/advsearchform

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

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne de termes électroniques et électriques. Il contient 21 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

67 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Superconductivity –

Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb superconductors

Supraconductivité –

Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 17.220; 29.050

ISBN 978-2-8322-5719-7

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

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	7
4 Principle	8
5 Measurement apparatus	9
5.1 Mandrel or base plate	9
5.2 Cryostat and support of mandrel or base plate	9
6 Specimen preparation.....	10
7 Data acquisition and analysis	11
7.1 Data acquisition hardware.....	11
7.2 Resistance (R_1) at room temperature	11
7.3 Residual resistance (R_2) just above the superconducting transition.....	11
7.4 Validation of the residual resistance measurement.....	13
7.5 Residual resistance ratio.....	13
8 Uncertainty of the test method	13
9 Test report.....	13
9.1 General.....	13
9.2 Test information.....	13
9.3 Specimen information	13
9.4 Test conditions	14
9.5 RRR value	14
Annex A (Informative) Additional information relating to the measurement of RRR.....	15
A.1 Considerations for specimens and apparatus.....	15
A.2 Considerations for specimen mounting orientation	16
A.3 Alternative methods for increasing temperature of specimen above superconducting transition temperature	16
A.3.1 General	16
A.3.2 Heater method.....	16
A.3.3 Controlled methods.....	16
A.4 Other test methods	16
A.4.1 General	16
A.4.2 Measurement of resistance versus time	17
A.4.3 Comparison of ice point and room temperature.....	17
A.4.4 Extrapolation of the resistance to 4,2 K	17
A.4.5 Use of magnetic field to suppress superconductivity at 4,2 K.....	18
A.4.6 AC techniques	18
Annex B (informative) Uncertainty considerations	19
B.1 Overview.....	19
B.2 Definitions.....	19
B.3 Consideration of the uncertainty concept	19
B.4 Uncertainty evaluation example for TC 90 standards.....	21

Annex C (informative) Uncertainty evaluation for resistance ratio measurement of Nb superconductors	23
C.1 Evaluation of uncertainty.....	23
C.1.1 Room temperature measurement uncertainty.....	23
C.1.2 Cryogenic measurement uncertainty.....	24
C.1.3 Estimation of uncertainty for typical experimental conditions.....	26
C.2 Round robin test summary	26
Bibliography.....	28

Figure 1 – Relationship between temperature and resistance near the superconducting transition.....	8
---	---

Figure A.1 – Determination of the value of R_2 from a resistance versus time plot	17
---	----

Figure C.1 – Graphical description of the uncertainty of regression related to the measurement of R_2	25
---	----

Table B.1 – Output signals from two nominally identical extensometers	20
---	----

Table B.2 – Mean values of two output signals	20
---	----

Table B.3 – Experimental standard deviations of two output signals.....	20
---	----

Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals	21
--	----

Table B.5 – Coefficient of variations of two output signals.....	21
--	----

Table C.1 – Uncertainty of measured parameters	26
--	----

Table C.2 – RRR values obtained by round robin test	27
---	----

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61788-23:2018

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –**Part 23: Residual resistance ratio measurement –
Residual resistance ratio of Nb 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 61788-23 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

The text of this International Standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
90/400/FDIS	90/403/RVD

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

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

A list of all parts in 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 document 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 document. At this date, the document will be

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

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61788-23:2018

INTRODUCTION

High-purity niobium is the chief material used to make superconducting radio-frequency cavities. Similar grades of niobium may be used in the manufacture of superconducting wire. Procurement of raw materials and quality assurance of delivered products often use the residual resistance ratio (RRR) to specify or assess the purity of a metal. RRR is defined for non-superconducting metals as the ratio of electrical resistance measured at room temperature (293 K) to the resistance measured for the same specimen at low temperature ($\sim 4,2$ K). The low-temperature value is often called the residual resistance. Higher purity is associated with higher values of RRR.

Niobium presents special problems due to its transformation to a superconducting state at ~ 9 K, so DC electrical resistance is effectively zero below this temperature. The definition above would then yield an infinite value for RRR. This document describes a test method to determine the residual resistance value by using a plot of the resistance to temperature as the test specimen is gradually warmed through the superconducting transition in the absence of an applied magnetic field. This results in a determination of the residual resistance at just above superconducting transition, ~ 10 K, from which RRR is subsequently determined.

International standards also exist to determine the residual resistance ratio of superconducting wires. In contrast to superconducting wires, which are usually a composite of a superconducting material and a non-superconducting material and the RRR value is representative of only the non-superconducting component, here the entire specimen is composed of superconducting niobium. Frequently, niobium is procured as a sheet, bar, tube, or rod, and not as a wire. For such forms, test specimens will likely be a few millimeters in the dimensions transverse to electric current flow. This difference is significant when making electrical resistance measurements, since niobium samples will likely be much longer than that for the same length-to-diameter ratio as a wire, and higher electrical current may be required to produce sufficient voltage signals. Guidance for sample dimensions and electrical connections is provided in Annex A. Test apparatus should also take into consideration aspects such as the orientation of a test specimen relative to the liquid helium surface, accessibility through ports on common liquid helium dewars, design of current contacts, and minimization of thermal gradients over long specimen lengths. These aspects distinguish the present document from similar wire standards.

Other test methods have been used to determine RRR. Some methods use a measurement at a temperature other than 293 K for the high resistance value. Some methods use extrapolations at 4,2 K in the absence of an applied magnetic field for the low resistance value. Other methods use an applied magnetic field to suppress superconductivity at 4,2 K. A comparison between this document and some other test methods is presented in Annex A. It should be noted that systematic differences of up to 10 % are produced by these other methods, which is larger than the target uncertainty of this document. Care should therefore be taken to apply this document or the appropriate corrections listed in Annex A according to the test method used.

Whenever possible, this test method should be transferred to vendors and collaborators who also perform RRR measurements. To promote consistency, the results of inter-laboratory comparisons are described in Annex C.

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb superconductors

1 Scope

This part of IEC 61788 addresses a test method for the determination of the residual resistance ratio (RRR), r_{RRR} , of cavity-grade niobium. This method is intended for high-purity niobium grades with $15 < r_{RRR} < 600$. The test method should be valid for specimens with rectangular or round cross-section, cross-sectional area greater than 1 mm² but less than 20 mm², and a length not less than 10 nor more than 25 times the width or diameter.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements 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* (available at: www.electropedia.org)

3 Terms and definitions

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

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <http://www.iso.org/obp>

3.1

residual resistance ratio

RRR

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

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

where R_1 is the resistance at 293 K and R_2 is the resistance just above the superconducting transition, at ~10 K.

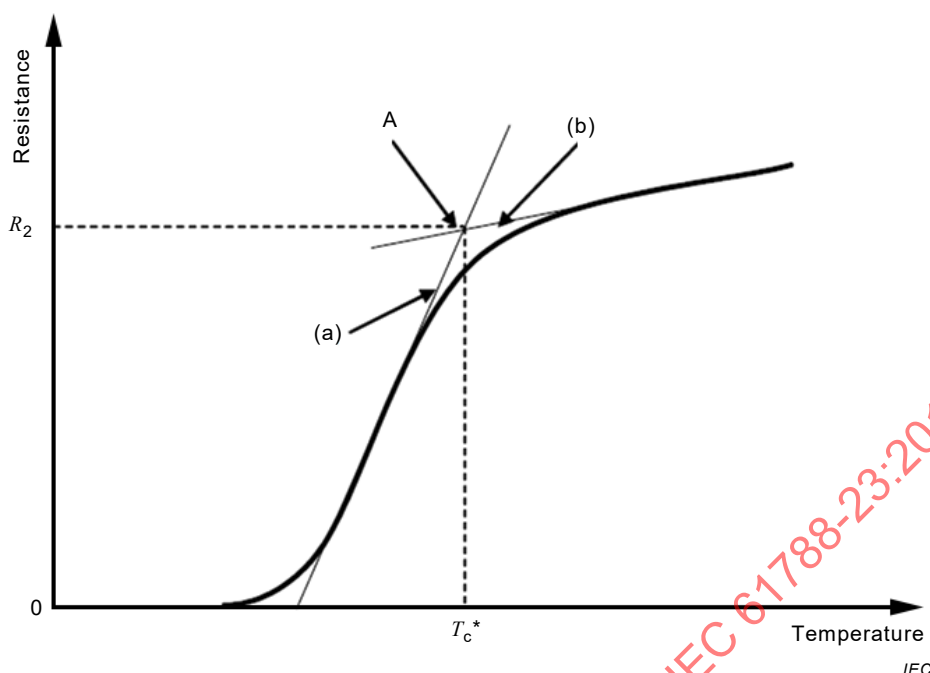


Figure 1 – Relationship between temperature and resistance near the superconducting transition

Note 1 to entry: In this document, the room temperature is defined as 20 °C = 293 K, and R_{RRR} is obtained as follows: Figure 1 shows schematically resistance versus temperature data and the graphical procedure used to determine the value of R_2 . In this figure, the region of maximum slope is extrapolated upward in resistance, as shown by line (a), and the region of minimum slope at temperatures above the transition temperature is extrapolated downward in temperature, as shown by line (b). The intersection of these extrapolations at point A determines the value of R_2 as well as a temperature value T_c^* .

Note 2 to entry: The value T_c^* is similar to the transition value defined in [1]¹, and should not be confused with the value defined at the midpoint of the transition, called T_c^* in [2].

Note 3 to entry: Some standards or documented techniques, e.g. [3][4][5], define R_{RRR} with the value of R_1 determined at a temperature other than 293 K, or the value of R_2 determined at a temperature below the superconducting transition. The user of this document should be alert for such differences in definition.

Note 4 to entry: This note applies to the French language only.

4 Principle

The 4-point DC electrical resistance technique shall be performed both at room temperature and at cryogenic temperature. The test may be done either as a function of temperature or as a function of time with increasing temperature.

The relative combined standard uncertainty of this method is 3 % with coverage factor 2.

Measurements shall have the following attributes:

- a) Measuring current is sufficiently high to provide voltage signals of the order of 1 µV. For electrical safety, maximum current density should never exceed 1 A mm⁻².

¹ Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

- b) Contact resistance for current leads is sufficiently low to avoid excessive heating of the sample. Typical cryogenic measurement conditions require power dissipation at contacts to be less than 1 mW.
- c) Sample sizes shall be sufficiently large to minimize effects from cutting and handling damage. Typical samples are 1 mm to 3 mm in cross-section dimension and $> 5 \text{ mm}^2$ in cross-sectional area.
- d) Sample length shall be at least 10 times and not more than 25 times the width or diameter.

Annex A discusses considerations for sample dimensions and measuring current.

5 Measurement apparatus

5.1 Mandrel or base plate

A straight mandrel or base plate shall be used to support the specimen. Possible materials of construction include pure copper, pure aluminum, pure silver, electrical grades of Cu-Zr, Cu-Cr-Zr, Cu-Be, and other copper alloys, electrical grades of Al-Mg, Al-Ag, and other aluminum alloys, and electrical grades of silver alloys. These provide high thermal conductivity and serve to remove thermal gradients during measurement. Care should be taken to insulate the specimen from the mandrel. Possible insulating materials include polyethylene terephthalate, polyester, and polytetrafluoroethylene, which may be applied as foils, tapes, or coatings. Glass-fiber reinforced epoxy or other composite materials with good thermal conductivity at cryogenic temperature may also be used.

The base plate should have a clean and smooth surface finish. There should be no burrs, ridges, seams, or other asperities that may affect the specimen. High purity niobium specimens are soft and are susceptible to indentation by surface flaws, and such indentations may alter the sample and invalidate the resistance measurement.

The mandrel or base plate shall support the entire length and width of the specimen. Mandrel or base plate geometry should not impose a bending strain of more than 0,2 % on the sample.

A thermometer accurate to 0,1 K is helpful but not required. The mandrel or base plate may incorporate a mounting for a cryogenic thermometer directly against the body of the mandrel or base plate and near the center of the test specimen.

Practical base plates are at least 30 mm in length to accommodate assembly of pieces and handling of samples by human hands. Multiple samples may be mounted against a single base plate.

5.2 Cryostat and support of mandrel or base plate

The apparatus shall make provisions for mechanical support of the mandrel or base plate. In addition, such support shall provide electrical leads to carry currents for samples and thermometers, and measure their voltages. For R_1 and R_2 measurements, the support shall permit current to flow through only the sample, so that the entire resulting voltage measured is only that generated by the sample.

The support structure shall permit measurement of both R_1 and R_2 without dismounting or remounting the test specimen. Measurement of R_2 shall require the use of a cryostat, which shall, moreover, integrate with the support.

The cryostat shall include a liquid helium reservoir at the bottom of a substantial vertical column. A support structure shall accommodate the raising and lowering of the sample into or out of the helium bath. In addition, anchoring of the sample position, either while immersed in liquid helium or suspended above the surface of the liquid at an arbitrary height, shall be provided. Such suspension permits the equilibration of temperature during measurement and slow increase of temperature with height above the helium bath. Alternately, immersion of the sample into the bath followed by reduction of the bath level via boil-off or pressurized transfer can also be used to vary temperature.

A heater may be employed to warm the mandrel or base plate. Care should be taken to distribute the heater along the mandrel and avoid excessive power settings. For instance, a point source of 1 W heat input operating at the center of a 1 cm² mandrel upon which a 5 cm sample is mounted could produce thermal gradients of 2,5 K along the sample if the thermal conductivity is 100 W m⁻¹ K⁻¹.

Proper cryogenic techniques shall be followed for the construction of the cryostat and apparatus. This includes the use of low thermal conductivity materials such as thin-walled stainless steel tubes, composite materials, ceramics, and insulation, to prevent excessive boil-off due to heat conduction from the surroundings. A can or shield may surround the base plate or mandrel with mounted sample to improve thermal stability. Provisions for pressure relief and vacuum isolation of the liquid helium should be incorporated with the apparatus.

6 Specimen preparation

High-purity niobium is quite malleable, and even the slightest force can produce deformation of the material. Since dislocations are one source of electron scattering, specimen deformation may inadvertently contribute to the residual resistivity and affect the test result. Therefore, special protocols shall be observed when preparing the specimen. Cutting techniques shall avoid heat and strain to the extent possible. Discharge machining, fluid-jet cutting, or low-speed conventional machining are acceptable and widely-used techniques for applications using high-purity niobium. Specimens cut from larger pieces should be protected and immobilized against a support piece during transport. Operations to de-burr samples should be done with great care to not bend, excessively heat or otherwise damage the sample. Light sanding with fine paper is one acceptable approach.

Specimens should be rectangular or circular bars with uniform cross-section. Long sides of the specimen shall be parallel. Any twisting or curvature shall be avoided to ensure that bending or torsion is not applied to the test specimen during mounting to the mandrel or base plate. Specimens that form an arc or a “U” shape are acceptable provided that the entire curvature can be supported on a plane, without applying torsion to the bent specimen.

The specimen shall be clean and have no trace of residues from cutting fluids or any other surface contaminants. Degreasing with solvents, followed by ultrasonic cleaning using a mild water-based detergent, followed by rinsing with distilled or ultra-pure water, then drying in air, is preferred for cleaning residues. Chemical etching to clean the surface poses a risk of introducing contaminants, especially hydrogen and oxygen, and should be avoided. Gentle mechanical polishing of the regions where voltage taps and current leads attach is usually sufficient to remove surface oxides. Coating these regions with indium foil or another metal, for example by evaporation or sputtering, is an acceptable method to protect polished contacts provided care is taken to avoid coating the entire specimen.

The test specimen shall be a single piece and shall not include any joints or splices.

A mechanical method shall be used to affix the test specimen to the mandrel or base plate. Special care shall be taken during the installation and instrumentation of the specimen to ensure that there is no excessive force, bending strain, tensile strain, or torsion applied to the specimen.

The test specimen shall be instrumented with current contacts near each end of the specimen and a pair of voltage contacts over the central portion between the current contacts (i.e. a 4-point measurement technique). The voltage contacts shall be separated from the current contacts by a distance no smaller than the largest dimension (width, thickness, or diameter) perpendicular to the specimen length.

7 Data acquisition and analysis

7.1 Data acquisition hardware

Modern power supplies can be computer controlled and come with a variety of features that permit remote control of the current output. Use of such power supplies is not required but could greatly enable automation of the data acquisition. Pulsed modes permit application of current only when voltage signals are being acquired, thereby removing heat generated in the sample during the off cycle. If pulsed current application is used, the pulse duration shall include ample periods for voltage signals to settle and be filtered.

Some power supplies incorporate an internal shunt to regulate the output current. If such a power supply is used, the internal shunt shall be calibrated periodically with an external shunt and voltage measurement.

The test set-up may establish an arbitrary baseline voltage U_0 which might be detectable when the sample is in the superconducting state and the power supply is off. The value U_0 can drift over time due to changes in the thermal environment and other effects. More complex hardware includes compensation for drift and automatic nulling such that the time average of U_0 is 0. Digital voltage meters are not required but greatly enhance the data acquisition. Besides compensation for drift and voltage nulling, filtering and internal compensation for thermally-induced voltages can improve the accuracy of the voltage measurement. Filtering should average voltage signals for a time at least as long as the thermal time constant of the apparatus at low temperature, typically of the order of 0,1 s to 10 s. Care should be taken to understand how voltages are corrected for drift and thermal effects. Sensitive voltage meters, especially nanovolt meters, require a pre-amplifier that needs to be at thermal equilibrium, which may require several hours of operation in advance of the measurement.

Data acquisition via computer greatly facilitates the recording and reporting of data.

7.2 Resistance (R_1) at room temperature

The ambient temperature T_1 of the measurement laboratory shall be measured. A specimen current I_1 shall be applied per the requirements in Clause 4. The resulting voltage U_1 shall be recorded together with I_1 and T_1 . The resistance shall be determined by

$$R_1 = \frac{U_1}{I_1} [1 - 0,0037 (T_1 - 293)] \quad (2)$$

with T_1 in units of kelvin. The coefficient 0,003 7 reflects the experimentally observed rate of change of resistance with temperature given in [5].

7.3 Residual resistance (R_2) just above the superconducting transition

The measurement of R_2 shall be made with the sample still mounted on the mandrel or base plate for the measurement of R_1 .

The specimen shall be placed in a cryostat as specified in 5.2. The specimen shall be slowly lowered into a liquid helium bath and cooled to liquid helium temperature. While a vigorous boil-off of liquid helium will accompany the initial cool down, removal of heat from the mandrel, especially if it is shielded, can require a time period of more than 5 min. Current may be applied, and voltage may be monitored during this period, but no measurement shall be made until the vigorous boil-off of liquid helium has subsided.

After the boil-off rate is suitable for measurements, a voltage measurement U_0 shall be recorded while the sample is immersed in liquid helium. The sample should be in the superconducting state under these conditions. Current I_2 shall then be applied per requirements of Clause 4 and with considerations of Clause 5. Voltage readings shall be acquired for forward and reverse current polarity, U_0^+ and U_0^- respectively. Any differences between U_0 , U_0^+ , and U_0^- shall be recorded.

The specimen shall then be gradually warmed so that a transition from the superconducting state into the normal state occurs gradually. An apparatus that conforms to Clause 6 will permit gradual warming of the specimen by raising the level of the mandrel above the level of the liquid helium bath, for example. Two voltages U_2^+ and U_2^- shall be measured almost simultaneously with the application of the same measuring current I_2 with forward and reverse polarity, respectively. The current shall not be applied when measurements are not being recorded. The voltage U_2 shall be determined by

$$U_2 = \frac{|U_2^+ - U_2^-|}{2} \quad (3)$$

where it should be noted that the sign of U_2^- is opposite that of U_2^+ ; i.e. Formula (3) indicates an average of the two numbers approximately equal in magnitude. A resistance R shall be determined from the voltage by

$$R = \frac{U_2}{I_2} \quad (4)$$

As the sample is warmed, values R shall be recorded as a function of either the temperature T determined by the thermometer attached to the mandrel or base plate, or the time t . Graphical aids and data analysis software are acceptable tools for plotting the resistance versus temperature curve or resistance versus time curve and performing extrapolations.

A resistance versus temperature curve shall thus be obtained as in Figure 1. The resistance versus temperature curve shall be continuously recorded until a temperature of at least 15 K is reached. The resistance versus temperature curve shall be analyzed by drawing a line through the region of steepest slope near the midpoint of the resistance rise, line (a) on Figure 1, and extrapolating this line sufficiently above the value of R recorded at 15 K. A second line shall be drawn through the region of the resistance versus temperature curve above the transition, line (b) in Figure 1, and this line shall be extrapolated to sufficiently lower temperature such that it intersects with line (a). The intersection is labelled as point A in Figure 1. The value of resistance R_2 corresponding to intersection point A shall be recorded, along with the value of temperature T_c^* corresponding to intersection point A.

7.4 Validation of the residual resistance measurement

The determination of R_2 shall be valid if all the following criteria are met: Interfering voltages shall be such that

$$\frac{|U_0^+ - U_0^-|}{I_2 R_2} < 3 \% \quad (5)$$

Thermal drift or scatter shall be such that, for consecutive values U_2^+ and U_2^- recorded with temperature near T_c^* ,

$$\frac{|U_2^+ + U_2^-|}{I_2 R_2} < 3 \% \quad (6)$$

The ambient temperature shall be such that

$$283 \text{ K} < T_1 < 303 \text{ K} \quad (7)$$

7.5 Residual resistance ratio

The RRR shall be calculated using Formula (1) and recorded.

8 Uncertainty of the test method

Based on the outcome of inter-laboratory comparison, discussed fully in Clause C.2, a typical uncertainty across laboratories of 0,3 % to 1,3 % has been obtained.

9 Test report

9.1 General

A test report shall be provided to summarize the findings of the RRR test procedure.

9.2 Test information

The following shall be included to record the test information:

- a) date and time of the measurement;
- b) operator name;
- c) version of the procedure followed.

9.3 Specimen information

The following information pertinent to the specimen shall be included in the test report:

- a) vendor's heat treatment, fabrication, or other tracking information such as a purchase order number;
- b) sheet or piece identification number, if any;
- c) specimen shape and orientation relative to the helium bath.

9.4 Test conditions

The following test conditions shall be included in the test report:

- a) room temperature T_1 ;
- b) transport currents I_1 and I_2 ;
- c) voltages U_1 and U_2 , noting that U_2 varies with temperature and therefore requires reporting as a table or graph;
- d) resistances R_1 and R_2
- e) voltages U_0 , U_0^+ , U_0^- or validation condition (5);

The following additional information may be included in the test report:

- f) voltage tap distance L ;
- g) specimen dimensions and cross-sectional area A ;
- h) resistivity $\rho_1 = R_1 A L^{-1}$ and $\rho_2 = R_2 A L^{-1}$.

9.5 RRR value

The RRR value shall be quoted as $r_{\text{RRR}} \pm u_{\text{RRR}}$, for example 300 ± 15 ($k = 2$), where u_{RRR} is the combined standard uncertainty per Annex C. Alternately, r_{RRR} may be quoted as a minimum value, for example 285 minimum, to denote the lower limit of the confidence interval represented by the uncertainty. It is not necessary to report the uncertainty for a single measurement.

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

Annex A (Informative)

Additional information relating to the measurement of RRR

A.1 Considerations for specimens and apparatus

The requirements in Clause 4 imply several general guidelines for preparing specimens and the configuration of the measurement apparatus:

- a) Niobium sheet stock is typically 2 mm to 5 mm thick. This implies a typical cross-sectional area A of a sample of $\sim 10 \text{ mm}^2 = 0,1 \text{ cm}^2$ if a bar is machined with width approximately the same as the sheet thickness.
- b) Voltage tap separation depends on the apparatus dimensions, but cannot be longer than about 80 % of the length of the niobium bar cut from sheets. To conserve liquid helium, this is about 10 cm maximum, so a voltage tap separation L of 2 cm to 5 cm is reasonable.
- c) Given that the resistivity ρ of pure niobium at 293 K is approximately $15 \mu\Omega\text{-cm}$, a typical resistance of the niobium bar is $R = \rho L/A = 15 \mu\Omega\text{-cm} \times 5 \text{ cm} / 0,1 \text{ cm}^2 = 750 \mu\Omega$.
- d) If $r_{\text{RRR}} = 300$, then a resistance of $750 / 300 = 2,5 \mu\Omega$ can be expected at $\sim 10 \text{ K}$. Thus, given the scope described in Clause 1, a resistance of $1 \mu\Omega$ to $20 \mu\Omega$ should be expected.
- e) To produce a measurement signal of $\sim 1 \mu\text{V}$ at 10 K , as required by Clause 4, a current of $1 \mu\text{V} / 2,5 \mu\Omega = 0,4 \text{ A}$ will be required. Thus, a target of 1 A measuring current should be used to provide ample allowance for variations in RRR among different specimens. This corresponds to a current density of approximately $0,1 \text{ A/mm}^2$.
- f) As an alternate guideline, assuming a voltage of $1 \mu\text{V}$ at 10 K is produced by 1 A measuring current for $r_{\text{RRR}} = 300$, then $(L/A) = 1 \mu\Omega \times 300 / 15 \mu\Omega\text{-cm} = 20 \text{ cm}^{-1}$. If the sample width w is the same as its $0,2 \text{ cm}$ to $0,5 \text{ cm}$ thickness, then the aspect ratio of the sample $L/w = (L/A) \times (A/w) = 20 \text{ cm}^{-1} \times (w^2/w) = 20 \text{ cm}^{-1} \times w$ is approximately 4 to 10. This justifies the requirement d) of Clause 4.

With a measuring current of 1 A , a contact resistance of $1 \text{ mW} / (1 \text{ A})^2 = 1 \text{ m}\Omega$ should be achieved. This resistance is typical of that produced by contacts with $\sim 1 \text{ mm}^2$ area. Examples are

- 1) a clean set screw contacting clean Nb metal,
- 2) a clean conductive spring clip contacting clean Nb metal,
- 3) a conductive terminal clamp anchored by a screw or spring, or
- 4) a tightly wound fine copper wire (diameter about $0,2 \text{ mm}$) that surrounds the contact region, with solder connection between current leads and wire.

Polishing the contact area, or applying a soft metal such as indium, may be used to reduce contact resistance. Contacts with small area, such as pin contacts or blade contacts, will probably not yield a suitable contact resistance.

- g) To provide proper thermal sinking and thermal contact to thermometers, good thermal conductors should be used to support the sample. Such materials include copper, silver, or aluminum. Mild alloys of these metals increase the mechanical strength without greatly reducing the thermal conductivity.

A.2 Considerations for specimen mounting orientation

The orientation of the specimen relative to the cryostat is not specified. The considerations in Clause A.1 result in a specimen that can be much longer than the typical width of the orifice at the top of a measurement dewar. Long samples are therefore conveniently inserted through a small dewar orifice in a vertical orientation. However, thermal gradients along the specimen may also result in such cases. Horizontal orientation may reduce significantly any thermal gradients, but might also place undue constraints on the sample dimensions. “U”-shaped specimens both accommodate the ability to lie flat in a horizontal orientation as well as provide a sufficient length between voltage taps, as long as no bending strain has been introduced during the specimen preparation procedure.

A.3 Alternative methods for increasing temperature of specimen above superconducting transition temperature

A.3.1 General

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 mandrel or the measuring base plate) and the distance between the heater and the specimen.

A.3.2 Heater method

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

A.3.3 Controlled methods

- a) **Adiabatic method:** In this method, the cryostat holds a chamber in which the specimen, a sample holder, a heater and so on are contained. Before the chamber is immersed in the liquid helium bath, air inside the chamber is pumped out and helium gas is filled. Then, the chamber is immersed in the liquid helium bath and the specimen is cooled to a temperature below the critical temperature. After the helium gas is pumped out, the specimen can be heated above the superconducting transition by the heater under adiabatic condition.
- b) **Quasi-adiabatic method:** In this method, the cryostat holds the specimen a certain distance above the liquid helium bath for the entire cryogenic measurement. A thermal anchor from the measurement mandrel or the measurement base plate to the liquid helium bath allows the specimen to be cooled to a temperature below the critical temperature. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater located in the measurement mandrel or the measurement base plate under quasi-adiabatic condition.
- c) **Refrigerator method:** In this method, an electromechanical apparatus (a refrigerator) is used to cool the specimen, which is mounted to a measurement mandrel or a measurement base plate, to a temperature below the critical temperature. The specimen can be heated above the superconducting transition by a heater or by controlling the refrigerator power.

A.4 Other test methods

A.4.1 General

A recent document [6] has compared several methods for determining the residual resistivity ratio of niobium.

A.4.2 Measurement of resistance versus time

If R as a function of time with increasing temperature is recorded, then a resistance versus time curve is obtained, as in Figure A.1. The resistance versus time curve is continuously recorded both below and above the transition. Care should be taken not to re-cool the specimen without re-starting the acquisition of R versus t . The resistance versus time data is analysed by drawing a line through the region of steepest slope near the midpoint of the resistance rise, line (a) on Figure A.1, and extrapolating this line above the value of R recorded after the transition occurs, where t_c^* represents the time at which the transition is completed. A second line is drawn through the region of the resistance versus time data after the transition occurs, line (b) in Figure A.1, and this line is extrapolated to an earlier time such that it intersects with line (a). The intersection is labelled as point A in Figure A.1. The value of resistance R_2 corresponding to intersection point A is recorded.

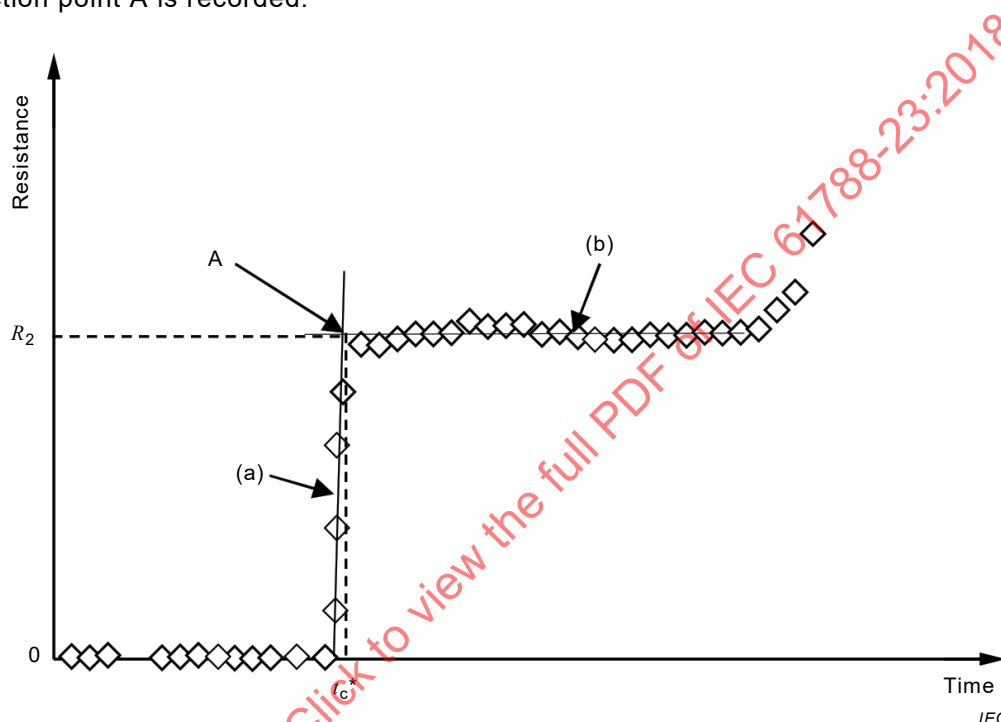


Figure A.1 – Determination of the value of R_2 from a resistance versus time plot

A.4.3 Comparison of ice point and room temperature

Standard specifications of niobium metal may specify that the value of R_1 be obtained at 273 K. An example is [1]. According to Formula (2), the discrepancy between values of R_1 between 273 K and 293 K is 7,4 %. Actual measurements, drawn from the round robin test described in Clause C.2, reveal a slightly higher difference, of 8,2 % $\pm$ 0,2 %.

A.4.4 Extrapolation of the resistance to 4,2 K

In [2], [3], [4], and [5], it was pointed out that the phonon contribution to niobium resistivity has a temperature dependence below 10 K. In this regime, the temperature dependence of resistance $R(T)$ can be fit with low uncertainty by a function of the form

$$R(T) = R_0 + aT^2 + bT^3 J_3(\theta_D/T) \quad (\text{A.1})$$

where R_0 is a residual resistance, a and b are constants, θ_D is the Debye temperature, and $J_3(x)$ is the Grüneisen integral of the third kind. In [2], linear plots of $R(T)$ versus T^3 were observed, suggesting that the coefficient a is small. A correction formula, to account for the difference between measurements of residual resistance at ~10 K and by extrapolation to 4,2 K, was derived in [3]. This formula is re-written here to give a relationship between RRR as determined by this document and a value determined by a ratio of R_1 to the resistance extrapolated to 4,2 K:

$$\frac{R_1}{R(4,2 \text{ K})} = \frac{r_{\text{RRR}}}{1 - 2,16 \times 10^{-4} r_{\text{RRR}}} \quad (\text{A.2})$$

For $r_{\text{RRR}} = 300$, Formula (A.2) will produce a resistance ratio of 321, resulting in a difference of 7 %.

A.4.5 Use of magnetic field to suppress superconductivity at 4,2 K

Superconductivity can be suppressed by the application of a magnetic field. For niobium, application of a field higher than 1 T will produce the normal state. In this case, a magneto-resistance appears, so a fit of the data shall be used to extrapolate to a value of $R(4,2 \text{ K})$ at zero applied field. In [2] and [6], it was pointed out that fits generally obey Kohler's rule with linear dependence of R on an applied field H for field perpendicular to current. Curvature of $R(H)$ produced significant deviation from Kohler's rule for samples measured with current parallel to field. An acceptable uncertainty of 4 % was noted for field perpendicular to current, whereas uncertainty was 14 % for field parallel to current.

Agreement between the value of $R(4,2 \text{ K})$ produced by extrapolation and that determined by the method outlined in A.4.4 above was noted in [5]. Therefore, Formula (2) to estimate resistance at 4,2 K by extrapolation applies.

A.4.6 AC techniques

In [3], the use of a contactless method to apply an AC magnetic field and detect the signal according to induced current was described. However, this technique requires calibration by transfer of a reference sample measured either according to this document or to one of the techniques mentioned above. No direct relationship between the value of RRR obtained according to this document and the signal produced by the AC technique was described.

Annex B (informative)

Uncertainty considerations

B.1 Overview

In 1995, a number of international standards organizations, including IEC, decided to unify the use of statistical terms in their standards. It was decided to use the word “uncertainty” for all quantitative (associated with a number) statistical expressions and eliminate the quantitative use of “precision” and “accuracy.” The words “accuracy” and “precision” could still be used qualitatively. The terminology and methods of uncertainty evaluation are standardized in ISO/IEC Guide 98-3:2008 [7].

It was left to each technical committee to decide whether 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 TC 90 experts' engineering judgment and propagation of error analysis. Where possible, the standards have simple limits for the influence of some quantities so that the user is not required to evaluate the uncertainty of such quantities. The overall uncertainty of a standard was then confirmed by an interlaboratory comparison.

B.2 Definitions

Statistical definitions can be found in three sources: ISO/IEC Guide 98-3:2008, ISO/IEC Guide 99:2007 [8], and the NIST Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results (NIST)[9]. Not all statistical terms used in this document are explicitly defined in ISO/IEC Guide 98-3:2008. For example, the terms “relative standard uncertainty” and “relative combined standard uncertainty” are used in ISO/IEC Guide 98-3:2008, 5.1.6, Annex J but are not formally defined in that document (see [9]).

B.3 Consideration of the uncertainty concept

Statistical evaluations in the past frequently used the coefficient of variation (COV), which is the ratio of the standard deviation and the mean (N.B. the COV is often called the relative standard deviation). Such evaluations have been used to assess the precision of the measurements and give the closeness of repeated tests. The standard uncertainty (SU) depends more on the number of repeated tests and less on the mean than the COV and therefore in some cases gives a more realistic picture of the data scatter and test judgment. The example in Table B.1 shows

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

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

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

Table B.2 – Mean values of two output signals

Mean ($\bar{X}$) [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 (σ) [V]	
E_1	E_2
0,000 303 48	0,000 213 381

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

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

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

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

Coefficient of variation (COV) %	
E_1	E_2
25,4982	0,009 1

$$X_{\text{COV}} = \frac{\sigma}{X} \quad (\text{B.4})$$

The standard uncertainty is very similar for the two extensometer deflections. In contrast the coefficient of variation (X_{COV}) is different by nearly a factor of 2 800 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 Guide to the expression of uncertainty in measurement (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) Derive in the first step a mathematical measurement model in the form of an 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, F_{LC} :

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

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

Here the input quantities are the measured force 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) Identify the type of distribution for each input quantity (e.g. Gaussian distributions for Type A measurements and rectangular distributions for Type B measurements).

Evaluate the standard uncertainty of the Type A measurements, $u_A = \sigma/\sqrt{n}$, where σ is the experimental standard deviation and n is the total number of measured data points.

- c) Evaluate the standard uncertainties of the Type B measurements:

$$u_B = \sqrt{\frac{1}{3}d_w^2 + \dots}$$

where d_w is the range of rectangular distributed values.

- d) 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 [10],[11].

- e) 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.
- f) 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 [12], [13]. In particular, the indicated partial derivatives can be easily obtained when such a software tool is used.

Annex C (informative)

Uncertainty evaluation for resistance ratio measurement of Nb superconductors

C.1 Evaluation of uncertainty

C.1.1 Room temperature measurement uncertainty

The uncertainty of the test method arises from the terms in Formula (1), namely the uncertainty in room temperature resistance u_{R1} and the uncertainty in cryogenic resistance u_{R2} . For simplicity, the coverage factor k is kept equal to 1.

Since r_{RRR} is defined by Formula (1) as R_1 / R_2 , deviations Δr_{RRR} can be expressed by:

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

The uncertainty u_{RRR} in the RRR measurement can then be expressed as:

$$\frac{u_{RRR}}{r_{RRR}} = \left[\left(\frac{u_{R1}}{R_1} \right)^2 + \left(\frac{u_{R2}}{R_2} \right)^2 \right]^{0,5} \quad (C.2)$$

Formula (2) can be rearranged as

$$R_1 = \frac{U_1}{I_1} (2,084 - 0,0037 T_1) \quad (C.3)$$

from which the deviations ΔR_1 can be expressed as:

$$\Delta R_1 = (2,084 - 0,0037 T_1) \left(\Delta U_1 \frac{1}{I_1} - \Delta I_1 \frac{U_1}{I_1^2} \right) - \Delta T_1 \frac{0,0037 U_1}{I_1} \quad (C.4)$$

By expressing the deviations in Formula (C.4) as the uncertainties u_{U1} , u_{I1} , and u_{T1} respectively, the uncertainty of R_1 is

$$u_{R1} = \left[\left(\frac{C}{I_1} \right)^2 u_{U1}^2 + \left(\frac{C U_1}{I_1^2} \right)^2 u_{I1}^2 + \left(\frac{0,0037 U_1}{I_1} \right)^2 u_{T1}^2 \right]^{0,5} \quad (C.5)$$

where the constant $C = (2,084 - 0,0037 T_1)$ lies between 0,97 and 1,03 when the condition (7) is valid.

C.1.2 Cryogenic measurement uncertainty

The cryogenic measurement relies on acquiring a number of data points R defined by Formula (4). For each measured data point R_i , deviations ΔU_2 and ΔI_2 exist. They produce an uncertainty u_{Ri} according to

$$u_{Ri} = \left[2 \left(\frac{u_{U2}}{I_2} \right)^2 + \left(\frac{U_2}{I_2^2} \right)^2 u_{I2}^2 \right]^{0,5} \quad (\text{C.6})$$

where u_{U2} is the uncertainty in U_2 and u_{I2} is the uncertainty in I_2 , and it should be noted that the factor 2 accounts for the averaging of values U_2^+ and U_2^- in [2]. It is assumed that the uncertainties in Formula (C.6) are not dependent on temperature or time. Using conservative ratings for uncertainties that are often met by modern electronics, $u_{U2} = 0,0028 U_2$ and $u_{I2} = 0,0028 I_2$ (see Table C.1), it can be estimated that, under ideal conditions, $u_{Ri}/R_i = 0,5\%$. However, this assessment assumes that thermal gradients, thermal currents, and other factors do not contribute systematic variations in addition to the random uncertainty imposed by the measurement equipment. In some test configurations, observed uncertainty for each data point can be 5 %.

The measurement technique discussed in 7.3 requires the user of this document to separate the points R_i into two ensembles related to line (a) and line (b) respectively. For either ensemble, the data points R_i will vary around the mean values $\hat{R}_i$ by an uncertainty u_{Ri} . When the temperature method of Figure 1 is used, each ensemble of R_i values approximates the linear function $\hat{R}_i(T) = \alpha T + \beta$, and linear regression analysis can be used to assess the uncertainties u_α and u_β . A parallel analysis applies to the method of Figure C.1.

The uncertainty of regression for line (a) and line (b), denoted by s_a and s_b respectively, can be expressed as

$$s_{a,b} = \sqrt{\frac{\sum_{a,b} (R_i - \hat{R}_i)^2}{N_{a,b} - 2}} \quad (\text{C.7})$$

where the subscripts a and b denote the ensemble of points used for line (a) or line (b) respectively. The denominator indicates that two degrees of freedom have been removed from the number, N_a or N_b , of data points in ensemble (a) or ensemble (b) respectively, due to the conditions that the ensemble of data points represents the true population, and that the set of data points is representative of the true data. Formula (C.7) thus requires the recording of at least 3 data points for each line to keep the denominator positive.

For the temperature method, the uncertainty of slope for lines (a) and (b), denoted as u_α^a and u_α^b respectively, depends on the ensemble of measured temperature T_i relative to the average temperatures $\bar{T}_a$ and $\bar{T}_b$ of ensembles (a) and (b), respectively, via

$$u_\alpha^{a,b} = \frac{s_{a,b}}{\sqrt{\sum_{a,b} (T_i - \bar{T}_{a,b})^2}} \quad (\text{C.8})$$

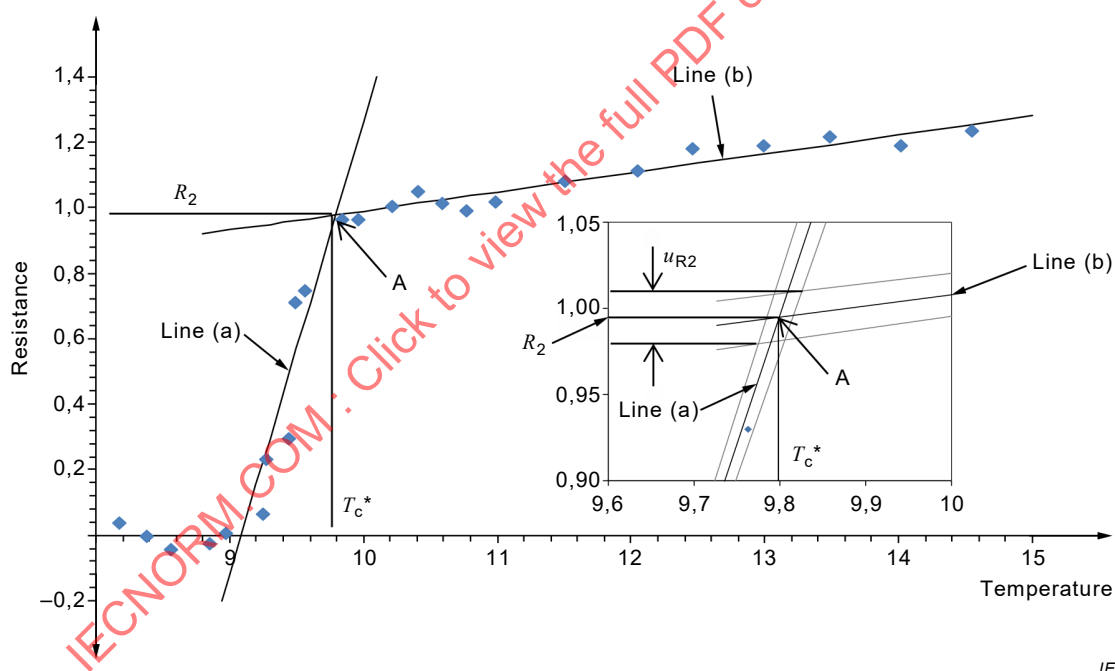
Here, the subscripts again denote different ensembles of data points associated with either line (a) or line (b). Formula (C.8) indicates that measurements over a broader range of temperature will reduce the uncertainty in the slope, provided that a linear regression holds for the full temperature range. A similar expression can be derived for recording measurements as a function of time.

The uncertainty of intercept at T_c^* for either line can be expressed as

$$u_{\beta}^{a,b} = s_{a,b} \sqrt{\frac{\sum_{a,b} (T_i - T_c^*)^2}{N_{a,b} \sum_{a,b} (T_i - \bar{T}_{a,b})^2}} \quad (C.9)$$

Since the uncertainty in Formula (C.9) lies along the vertical line used to determine T_c^* , a correction needs to be added to account for the extrapolation of line (b) onto line (a) to arrive at the uncertainty u_{R2} in the value of R_2 . This can be approximated by

$$u_{R2} = \left[\left(\alpha_b u_{\beta}^a / \alpha_a \right)^2 + \left(u_{\beta}^b \right)^2 \right]^{0,5} \quad (C.10)$$



IEC

Figure C.1 – Graphical description of the uncertainty of regression related to the measurement of R_2

A graphical representation of the uncertainty is shown in Figure C.1. It should be noted that any contributions of thermoelectric voltage are not considered in this uncertainty analysis.

C.1.3 Estimation of uncertainty for typical experimental conditions

The cryogenic resistance uncertainty is estimated here, assuming that cryogenic measurements acquired 5 data points for line (a) and 10 data points for line (b). The data ensemble (a) is assumed to be acquired in 0,2 K intervals with $\overline{T}_a = 9,5$ K, and ensemble (b) is assumed to be acquired in 0,5 K intervals with $\overline{T}_b = 11,0$ K, with values $R_i \geq 1,0 \mu\Omega$ above the transition and $T_c^* = 9,8$ K. The slope of line (a) is $2 \mu\Omega K^{-1}$, and the slope of line (b) is $0,05 \mu\Omega K^{-1}$. For this estimation, an uncertainty $u_{Ri} = 0,05 \mu\Omega$ is assumed for each data point. From Formula (C.7), $s_a \approx 0,065 \mu\Omega$, and $s_b \approx 0,055 \mu\Omega$. From Formula (C.8), a careful fit for line (a) would have an uncertainty of slope of $0,21 \mu\Omega K^{-1}$, while the fit for line (b) would have an uncertainty of slope of $0,010 \mu\Omega K^{-1}$. The intercepts of lines (a) and (b) with a hypothetical vertical line at T_c^* would have an uncertainty from Formula (C.9) of $0,069 \mu\Omega$ and $0,032 \mu\Omega$ respectively. The combined uncertainty u_{R2} from Formula (C.10) is then $0,032 \mu\Omega$. It should be noted that the uncertainty u_{R2} scales approximately as $u_{Ri}(2/N_b)^{0,5}$ since point A lies at the end of line (b).

Table C.1 – Uncertainty of measured parameters

Uncertainty	Type	Value	Remarks
u_{U1} / U_1	B	0,28 %	Instrument uncertainty of 0,5 %
u_{I1} / I_1	B	0,28 %	Instrument uncertainty of 0,5 %
u_{T1}	B	0,58 K	Thermometer uncertainty of 1,0 K
u_{U2} / U_2	B	0,28 %	Instrument uncertainty of 0,5 %
u_{I2} / I_2	B	0,28 %	Instrument uncertainty of 0,5 %

These additional parameters apply for the room temperature uncertainty estimation: $T_1 = 300$ K, $U_1 = 3,00 \mu V$, $I_1 = 10,0$ mA. These parameters give $r_{RRR} = 292$ for the value of R_2 above. In view of the data in Table C.1, $u_{U1} = 0,0028 \times U_1 = 8,40$ nV, $u_{I1} = 0,0028 \times I_1 = 28,0 \mu A$, and $u_{T1} = 0,58$ K. From Formula (C.5), $u_{R1} = 1,32 \mu\Omega$.

From Formula (C.2), it can be estimated that $u_{RRR} = 9,43$. That is, $r_{RRR} = 292 \pm 9,43$ for this example. This uncertainty is dominated by the uncertainty u_{R2} .

As summarized in Clause C.2 below, inter-laboratory comparison results gave a typical uncertainty much lower than the value $(9,43/292) = 3,2$ % assessed above. High-quality equipment, careful design of apparatus, and well-controlled test conditions may have resulted in lower values of u_{R2} compared with the assumed uncertainty of $0,05 \mu V$. Higher measuring current I_2 and acquisition of more data points than assumed for N_b above may also contribute to reduced uncertainty according to Formulas (C.6) and (C.9).

C.2 Round robin test summary

Four international testing laboratories participated in a round robin test of 10 niobium specimens. All specimens were prepared by the vendor in a manner consistent with this document. Test techniques included both that defined by this document as well as those described by A.4.1, A.4.2 and A.4.3. Table C.2 summarizes the results of the round robin test. A typical uncertainty across laboratories of 0,3 % to 1,3 % has thus been obtained.

Table C.2 – RRR values obtained by round robin test

Sample	RRR by International Standard					
	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4	Average	$\sigma N^{-0,5}$ (% of average)
1	367	370	364		367	0,4
2	347	348	348		348	< 0,1
3	391	390	386		389	0,3
4	379	378	375		377	0,3
5	417	418	418	417	418	< 0,1
6	408	395	417		407	1,3
7	382	377	381		380	0,3
8	383	370	378		380	0,3
9	344	328	341		338	1,2
10	332	332	333	336	333	0,3

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61788-23:2018

Bibliography

- [1] ASTM B393-09e1, *Standard Specification for Niobium and Niobium Alloy Strip, Sheet, and Plate*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009, www.astm.org
- [2] GOODRICH, L. F., STAUFFER, T. C., SPLETT, J. D., and VECCHIA, D. F. *Measuring Residual Resistivity Ratio of High-Purity Nb*, NIST publication 31484, also published in *Advances in Cryogenic Engineering (Materials)* 50A, 41 (2004)
- [3] SINGER, W., ERMAKOV, A., and SINGER, X. *RRR-measurement techniques on high purity niobium*. Tesla Technology Collaboration report 2010-02 (2010) at http://flash.desy.de/reports_publications/tesla_reports/ttc_reports_2010/.
- [4] WEBB, G.W. Low-temperature electrical resistivity of pure niobium. *Physical Review* vol. 181, 1127 (1969)
- [5] ANTOINE, C.Z. Analysis of impurities in high purity niobium: surface vs bulk. *Materiaux et Techniques*, No 7-8, 2003, 45
- [6] SPLETT, J. D., VECCHIA, D. F., and GOODRICH, L. F. A Comparison of Methods for Computing the Residual Resistivity Ratio of High-Purity Niobium. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* 116, 2011, 489-504
- [7] ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*
- [8] ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*
- [9] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*. NIST Technical Note 1297, 1994 (Available at <<http://physics.nist.gov/Pubs/pdf.html>>)
- [10] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique. *Analyst*, vol 119, 1994, 2161-2166
- [11] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [12] CHURCHILL, E., HARRY, H.K., and COLLE, R. *Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results*. NBS Special Publication 644 (1983)
- [13] JAB NOTE Edition 1:2003, *Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing)* (Available at <<http://www.jab.or.jp>>).
- [14] IEC 61788-4:2016, *Superconductivity – Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti and Nb₃Sn composite superconductors*
- [15] IEC 61788-10:2006, *Superconductivity – Part 10: Critical temperature measurement – Critical temperature of composite superconductors by a resistance method*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61788-23:2018

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	32
INTRODUCTION	34
1 Domaine d'application	35
2 Références normatives	35
3 Termes et définitions	35
4 Principe	36
5 Appareillage de mesure	37
5.1 Mandrin ou embase	37
5.2 Cryostat et support du mandrin ou de l'embase	37
6 Préparation de l'éprouvette	38
7 Acquisition et analyse des données	39
7.1 Matériel d'acquisition des données	39
7.2 Résistance (R_1) à température ambiante	40
7.3 Résistance résiduelle (R_2) juste au-dessus de la transition supraconductrice	40
7.4 Validation du mesurage de la résistance résiduelle	41
7.5 Rapport de résistance résiduelle (RRR)	41
8 Incertitude de la méthode d'essai	41
9 Rapport d'essai	42
9.1 Généralités	42
9.2 Informations d'essai	42
9.3 Informations sur l'éprouvette	42
9.4 Conditions d'essai	42
9.5 Valeur de RRR	42
Annexe A (informative) Informations supplémentaires concernant le mesurage du RRR	43
A.1 Considérations relatives aux éprouvettes et à l'appareillage	43
A.2 Considérations relatives à l'orientation du montage de l'éprouvette	44
A.3 Autres méthodes pour augmenter la température d'une éprouvette au-dessus de la température de transition supraconductrice	44
A.3.1 Généralités	44
A.3.2 Méthode du réchauffeur	44
A.3.3 Méthodes à contrôle	44
A.4 Autres méthodes d'essai	45
A.4.1 Généralités	45
A.4.2 Mesurage de la résistance en fonction du temps	45
A.4.3 Comparaison du point de glace et de la température ambiante	45
A.4.4 Extrapolation de la résistance à 4,2 K	46
A.4.5 Utilisation du champ magnétique pour supprimer la supraconductivité à 4,2 K	46
A.4.6 Méthodes par courant alternatif	46
Annexe B (informative) Considérations relatives à l'incertitude	47
B.1 Vue d'ensemble	47
B.2 Définitions	47
B.3 Considérations relatives au concept d'incertitude	48
B.4 Exemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du comité d'études 90	49

Annexe C (informative) Évaluation de l'incertitude de mesure du rapport de résistance des supraconducteurs de Nb	51
C.1 Évaluation de l'incertitude	51
C.1.1 Incertitude de mesure de la température ambiante	51
C.1.2 Incertitude de mesure cryogénique	52
C.1.3 Estimation de l'incertitude pour des conditions expérimentales typiques	54
C.2 Résumé de l'essai interlaboratoires	54
Bibliographie.....	56
 Figure 1 – Rapport entre la température et la résistance à proximité de la transition supraconductrice	36
Figure A.1 – Détermination de la valeur de R_2 à partir d'une courbe de la résistance en fonction du temps	45
Figure C.1 – Représentation graphique de l'incertitude de régression associée au mesurage de R_2	53
 Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques.....	48
Tableau B.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie.....	48
Tableau B.3 – Écarts types expérimentaux de deux signaux de sortie.....	49
Tableau B.4 – Incertitudes types de deux signaux de sortie.....	49
Tableau B.5 – Coefficient de variation de deux signaux de sortie.....	49
Tableau C.1 – Incertitude des paramètres mesurés.....	54
Tableau C.2 – Valeurs de RRR obtenues par l'essai interlaboratoires.....	55

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

**Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle –
Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 61788-23 a été établie par le comité d'études 90 de l'IEC: Supraconductivité.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
90/400/FDIS	90/403/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 internationale.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

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

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61788-23:2018

INTRODUCTION

Le niobium de grande pureté est la matière principale utilisée dans la fabrication des cavités radioélectriques supraconductrices. Des nuances similaires de niobium peuvent être utilisées dans la fabrication de fils supraconducteurs. Le rapport de résistance résiduelle (RRR) est souvent utilisé dans le cadre de l'approvisionnement en matières premières et l'assurance qualité des produits livrés pour spécifier ou évaluer la pureté d'un métal. Le RRR est défini pour des métaux non supraconducteurs comme le rapport de la résistance électrique mesurée à température ambiante (293 K) sur la résistance mesurée pour la même éprouvette à basse température ($\sim 4,2$ K). La valeur à basse température est souvent appelée résistance résiduelle. Une plus grande pureté est associée à des valeurs plus élevées de RRR.

Le niobium pose des problèmes particuliers en raison de son passage à un état supraconducteur à ~ 9 K, car la résistance électrique en courant continu est effectivement nulle en dessous de cette température. La définition ci-dessus donnerait alors une valeur infinie du RRR. Le présent document spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer la valeur de la résistance résiduelle à l'aide d'une courbe de la résistance en fonction de la température puisque l'éprouvette s'échauffe progressivement au cours de la transition supraconductrice en l'absence de l'application d'un champ magnétique. Cette méthode donne une valeur de résistance résiduelle juste au-dessus de la transition supraconductrice ~ 10 K, qui sert de base à la détermination du RRR.

Il existe également des normes internationales permettant de déterminer le rapport de résistance résiduelle (RRR) des fils supraconducteurs. Contrairement aux fils supraconducteurs, qui sont généralement constitués d'un matériau supraconducteur et d'un matériau non supraconducteur (la valeur du RRR étant seulement représentative du composant non supraconducteur), l'éprouvette indiquée dans le présent document est totalement constituée de niobium supraconducteur. Le niobium est souvent obtenu sous la forme d'une feuille, d'une barre, d'un tube ou d'une tige et non sous forme de fil. De ce fait, les éprouvettes sont susceptibles de présenter des dimensions transversales de l'ordre de quelques millimètres à la circulation du courant électrique. Cette différence est importante lors du mesurage de la résistance électrique, puisque les échantillons de niobium sont susceptibles d'être beaucoup plus longs que ceux d'un fil pour un même rapport longueur/diamètre, et il peut être nécessaire de disposer d'un courant électrique plus élevé pour produire suffisamment de signaux de tension. L'Annexe A fournit des recommandations pour les dimensions des échantillons et les connexions électriques. De même, il convient que l'appareillage d'essai prenne en compte les aspects suivants: orientation de l'éprouvette par rapport à la surface de l'hélium liquide, accessibilité par des orifices sur les vases Dewar classiques d'hélium liquide, conception des contacts de courant et réduction le plus possible des gradients thermiques sur d'importantes longueurs d'éprouvettes. Ces aspects différencient le présent document des normes similaires relatives aux fils.

D'autres méthodes d'essai ont été utilisées pour calculer le RRR. Certaines méthodes procèdent à un mesurage à une température autre que 293 K pour la valeur de la résistance élevée. Certaines méthodes utilisent des extrapolations à 4,2 K en l'absence d'application d'un champ magnétique pour la valeur de résistance faible. D'autres méthodes appliquent un champ magnétique pour supprimer la supraconductivité à 4,2 K. L'Annexe A présente une comparaison entre le présent document et certaines autres méthodes d'essai. Il convient de noter que ces autres méthodes produisent des différences systématiques jusqu'à 10 %, ce qui représente une valeur plus grande que l'incertitude cible du présent document. Il convient donc de veiller à appliquer le présent document ou les corrections appropriées indiquées à l'Annexe A selon la méthode d'essai utilisée.

Il convient de fournir dans la mesure du possible cette méthode d'essai aux fournisseurs et aux collaborateurs qui effectuent également des mesurages du RRR. Pour assurer la cohérence, les résultats des comparaisons interlaboratoires sont décrits à l'Annexe C.

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 61788 spécifie une méthode d'essai pour la détermination du rapport de résistance résiduelle (RRR), r_{RRR} , du niobium à cavités. Cette méthode est destinée aux nuances de niobium de grande pureté de $15 < r_{RRR} < 600$. Il convient que la méthode d'essai soit valide pour des éprouvettes à sections rectangulaires ou circulaires, de surface de section supérieure à 1 mm^2 mais inférieure à 20 mm^2 , et dont la longueur n'est pas inférieure à 10 fois ni supérieure à 25 fois la largeur ou le diamètre.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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).

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

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1

rapport de résistance résiduelle RRR

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

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

où R_1 est la résistance à 293 K et R_2 est la résistance juste au-dessus de la transition supraconductrice, à ~ 10 K.

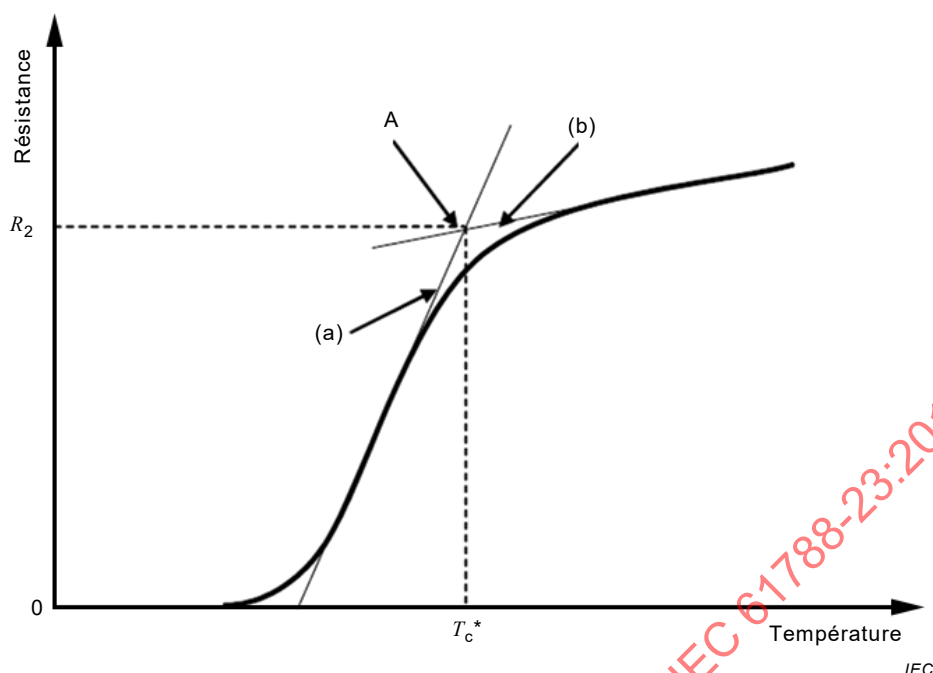


Figure 1 – Rapport entre la température et la résistance à proximité de la transition supraconductrice

Note 1 à l'article: Dans le présent document, la température ambiante est définie comme étant de 20 °C = 293 K et R_{RRR} est obtenu comme suit: la Figure 1 représente de manière schématique la résistance en fonction des données de température et la procédure graphique utilisée pour déterminer la valeur de R_2 . Sur cette figure, la région de pente maximale est extrapolée en résistance vers le haut, comme indiqué par la ligne (a), et la région de pente minimale à des températures supérieures à la température de transition est extrapolée en température vers le bas, comme indiqué par la ligne (b). Le point d'intersection A de ces extrapolations détermine la valeur de R_2 ainsi qu'une valeur de température T_c^* .

Note 2 à l'article: La valeur T_c^* est similaire à la valeur de transition définie dans [1]¹, et il convient de ne pas la confondre avec la valeur définie au point médian de la transition, appelée T_c^* dans [2].

Note 3 à l'article: Certaines normes ou techniques documentées, par exemple [3], [4] et [5], définissent R_{RRR} avec la valeur de R_1 déterminée à une température autre que 293 K, ou la valeur de R_2 déterminée à une température inférieure à la transition supraconductrice. Il convient que l'utilisateur du présent document soit informé de ces différences contenues dans la définition.

Note 4 à l'article: Le terme abrégé «RRR» est dérivé du terme anglais développé correspondant «residual resistance ratio».

4 Principe

La technique de résistance électrique en courant continu à 4 points doit être réalisée à la fois à température ambiante et à température cryogénique. L'essai peut être effectué soit en fonction de la température, soit en fonction du temps avec une montée en température.

L'incertitude type composée relative de cette méthode est de 3 % avec un facteur d'élargissement de 2.

Les mesurages doivent avoir les attributs suivants:

¹ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la Bibliographie.

- a) Le courant de mesure est suffisamment élevé pour fournir des signaux de tension de l'ordre de 1 μV . Pour la sécurité électrique, il convient que la densité de courant maximale ne dépasse jamais 1 A mm^{-2} .
- b) La résistance de contact des conducteurs de courant est suffisamment faible pour éviter un échauffement excessif de l'échantillon. Les conditions de mesure cryogénique typiques exigent une dissipation de puissance inférieure à 1 mW au niveau des contacts.
- c) Les effectifs d'échantillons doivent être suffisamment importants pour réduire le plus possible les effets préjudiciables de la coupe et de la manipulation. Les échantillons types présentent une section transversale comprise entre 1 mm et 3 mm et une surface de section $> 5 \text{ mm}^2$.
- d) La longueur de l'échantillon doit être d'au moins 10 fois et d'au plus 25 fois la largeur ou le diamètre.

L'Annexe A traite des considérations relatives aux dimensions de l'échantillon et au courant de mesure.

5 Appareillage de mesure

5.1 Mandrin ou embase

Un mandrin ou une embase rectiligne doit être utilisé(e) pour supporter l'éprouvette. Les matériaux possibles de construction comprennent le cuivre pur, l'aluminium pur, l'argent pur, les nuances électriques de Cu-Zr, Cu-Cr-Zr, Cu-Be et autres alliages de cuivre, les nuances électriques d'Al-Mg, d'Al-Ag et autres alliages d'aluminium ainsi que les nuances électriques d'alliages d'argent. Ceux-ci offrent une conductivité thermique élevée et servent à éliminer les gradients thermiques pendant le mesurage. Il convient de veiller à isoler l'éprouvette du mandrin. Les matériaux isolants éventuels qui peuvent être appliqués sous forme de feuilles, de rubans ou de revêtements comprennent le polyéthylène téréphtalate, le polyester et le polytétrafluoroéthylène. Il est également admis d'utiliser de la résine époxyde renforcée de fibre de verre ou d'autres matériaux composites ayant une bonne conductivité thermique à température cryogénique.

Il convient que l'embase présente un fini de surface propre et lisse. Il convient que l'embase soit exempte de bavures, arêtes, coutures ou autres aspérités pouvant altérer l'éprouvette. Les éprouvettes de niobium de grande pureté sont souples et de ce fait sont susceptibles de subir des indentations causées par des défauts de surface. Ces indentations peuvent altérer l'échantillon et invalider le mesurage de la résistance.

Le mandrin ou l'embase doit supporter toute la longueur et toute la largeur de l'éprouvette. Il convient que la géométrie du mandrin ou de l'embase n'exerce aucune contrainte de flexion supérieure à 0,2 % sur l'échantillon.

Un thermomètre d'une exactitude de 0,1 K est utile mais non exigé. Le mandrin ou l'embase peut intégrer un montage pour le thermomètre cryogénique à placer directement sur le corps du mandrin ou de l'embase et à proximité du centre de l'éprouvette.

Dans la pratique, la longueur des embases est d'au moins 30 mm pour permettre l'assemblage des pièces et la manipulation des échantillons à la main. Plusieurs échantillons peuvent être montés sur une seule embase.

5.2 Cryostat et support du mandrin ou de l'embase

L'appareillage doit prévoir un support mécanique du mandrin ou de l'embase. De plus, ce support doit fournir des fils électriques pour le transport du courant pour les échantillons et les thermomètres, et doit mesurer leurs tensions. Pour les mesurages de R_1 et de R_2 , le support ne doit laisser passer le courant qu'à travers l'échantillon, de sorte que toute la tension résultante mesurée ne soit que celle générée par l'échantillon.

La structure de support doit permettre de mesurer à la fois R_1 et R_2 sans démontage ni remontage de l'éprouvette. Le mesurage de R_2 doit être effectué à l'aide d'un cryostat qui, de plus, doit s'intégrer au support.

Le cryostat doit comprendre un réservoir à hélium liquide au fond d'une grande colonne verticale. Une structure de support doit permettre d'immerger et de retirer l'échantillon dans et hors du bain d'hélium. De plus, une pièce d'ancrage de la position de l'échantillon, lorsqu'il est immergé dans de l'hélium liquide ou suspendu au-dessus de la surface du liquide à une hauteur arbitraire, doit être prévue. Cette suspension permet de stabiliser la température pendant le mesurage et de l'augmenter lentement en fonction de la hauteur au-dessus du bain d'hélium. En variante, l'immersion de l'échantillon dans le bain, suivie de la réduction du niveau du bain par évaporation ou transfert sous pression peut permettre également de faire varier la température.

Un réchauffeur peut servir à chauffer le mandrin ou l'embase. Il convient de veiller à répartir la chaleur le long du mandrin et à éviter des réglages d'intensité excessifs. Par exemple, une source ponctuelle d'entrée de chaleur de 1 W fonctionnant au centre d'un mandrin de 1 cm² sur lequel est monté un échantillon de 5 cm peut produire des gradients thermiques de 2,5 K le long de l'échantillon si la conductivité thermique est de 100 W m⁻¹ K⁻¹.

Des techniques cryogéniques appropriées doivent être appliquées pour la construction du cryostat et de l'appareillage. Cela comprend l'utilisation de matériaux à faible conductivité thermique tels que des tubes en acier inoxydable à paroi mince, des matériaux composites, de la céramique et des isolants pour éviter l'évaporation excessive due à la conduction thermique émanant du laboratoire environnant. L'embase ou le mandrin comportant l'échantillon peut être entouré d'un boîtier ou d'un blindage pour augmenter la stabilité thermique. Il convient de prévoir sur l'appareillage des dispositifs pour la limitation de pression et l'isolation sous vide de l'hélium liquide.

6 Préparation de l'éprouvette

Le niobium de grande pureté est assez malléable de sorte que même la plus petite force peut déformer le matériau. Étant donné que les dislocations sont à l'origine de la diffusion d'électrons, la déformation de l'éprouvette peut contribuer par inadvertance à la résistivité résiduelle et affecter le résultat de l'essai. Des protocoles spéciaux doivent donc être suivis lors de la préparation de l'éprouvette. Les techniques de découpage doivent dans toute la mesure du possible éviter la chaleur et la contrainte. L'usinage par électroérosion, le découpage par jet de fluide ou l'usinage conventionnel à faible vitesse sont des techniques acceptables et largement utilisées pour les applications utilisant du niobium de grande pureté. Il convient de protéger les éprouvettes découpées à partir de pièces plus grandes et de les bloquer contre un support pendant le transport. Il convient de réaliser les opérations d'ébavurage des échantillons avec soin afin de ne pas plier, chauffer excessivement ou endommager les échantillons. Elles peuvent être réalisées par ponçage léger avec du papier fin.

Il convient que les éprouvettes soient des barres rectangulaires ou circulaires de section transversale uniforme. Les grands côtés de l'éprouvette doivent être parallèles. Il faut éviter toute torsion ou courbure afin de n'appliquer aucune flexion ou torsion à l'éprouvette lors de son montage sur le mandrin ou l'embase. Les éprouvettes formant un arc ou un "U" sont acceptables à condition que toute la courbure puisse être supportée sur un plan, sans appliquer de torsion à l'éprouvette pliée.

L'éprouvette doit être propre et exempte de trace de résidus de fluides de coupe ou autres contaminants de surface. Les résidus sont de préférence nettoyés par dégraissage à l'aide de solvants, suivi d'un nettoyage aux ultrasons avec un détergent doux à base aqueuse et rinçage à l'eau distillée ou ultra pure, puis du séchage à l'air. Il convient d'éviter tout décapage chimique pour nettoyer la surface au risque d'introduire des contaminants, en particulier de l'hydrogène et de l'oxygène. En général, il suffit de procéder à un polissage mécanique doux des régions de connexion des prises de réglage de tension et des conducteurs de courant pour éliminer les oxydes de surface. Le revêtement de ces régions avec une feuille d'indium ou un autre métal

(par évaporation ou par pulvérisation cathodique, par exemple) est une méthode acceptable pour protéger des contacts polis à condition de ne pas revêtir l'ensemble de l'éprouvette.

L'éprouvette doit être constituée d'une seule pièce et ne doit présenter aucun joint ou épissure.

Une méthode mécanique doit être utilisée pour fixer l'éprouvette sur le mandrin ou l'embase. L'installation et l'instrumentation de l'éprouvette doivent être réalisées avec soin de manière à éviter l'application excessive de toute charge, contrainte de flexion, contrainte de traction ou torsion sur l'éprouvette.

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 la partie centrale entre les contacts de courant (c'est-à-dire une technique de mesure à 4 points). Une distance non inférieure à la plus grande dimension (largeur, épaisseur ou diamètre) perpendiculaire à la longueur de l'éprouvette doit séparer les contacts de tension des contacts de courant.

7 Acquisition et analyse des données

7.1 Matériel d'acquisition des données

Les alimentations électriques modernes peuvent être commandées par ordinateur et présentent une variété de caractéristiques qui favorisent la commande à distance de la sortie de courant. Il n'est pas exigé d'utiliser de telles alimentations bien qu'elles puissent largement faciliter l'automatisation de l'acquisition des données. Des modes pulsés permettent d'appliquer le courant seulement lorsque des signaux de tension sont en cours d'acquisition, éliminant ainsi la chaleur générée dans l'échantillon pendant le cycle d'arrêt. En cas d'application du courant pulsé, la durée d'impulsion doit inclure de longues périodes pour la stabilisation et le filtrage des signaux de tension.

Certaines alimentations incorporent un shunt interne pour réguler le courant de sortie. Si une telle alimentation est utilisée, le shunt interne doit être étalonné périodiquement avec un mesurage du shunt externe et de la tension.

Le montage d'essai peut fixer une tension de base arbitraire U_0 , qui peut être détectée lorsque l'échantillon est dans l'état supraconducteur et l'alimentation est coupée. La valeur U_0 peut dériver au fil du temps en raison des variations de l'environnement thermique et d'autres facteurs. Un matériel de conception avancée permet la compensation de la dérive et le retour à zéro automatique de sorte que la moyenne temporelle de U_0 soit égale à 0. Les tensiomètres numériques ne sont pas exigés mais améliorent considérablement l'acquisition des données. Outre la compensation de la dérive et le retour à zéro de la tension, le filtrage et la compensation interne des tensions à induction thermique peuvent améliorer l'exactitude de mesure de la tension. Il convient que le filtrage couvre en moyenne les signaux de tension pendant une durée au moins égale à la constante de temps thermique de l'appareillage à basse température, généralement un intervalle de 0,1 s à 10 s. Il convient de bien comprendre la façon dont les tensions sont corrigées pour la dérive et les effets thermiques. Les tensiomètres sensibles, en particulier les nanovoltmètres, exigent un préamplificateur qui doit être à l'équilibre thermique et qui peut nécessiter plusieurs heures de fonctionnement avant le mesurage.

L'acquisition de données par ordinateur facilite considérablement l'enregistrement et la consignation des données.

7.2 Résistance (R_1) à température ambiante

La température ambiante T_1 du laboratoire de mesure doit être mesurée. Un courant d'essai I_1 doit être appliqué conformément aux exigences de l'Article 4. La tension résultante U_1 doit être enregistrée avec I_1 et T_1 . La résistance doit être déterminée par

$$R_1 = \frac{U_1}{I_1} [1 - 0,0037 (T_1 - 293)] \quad (2)$$

avec T_1 en unités de kelvin. Le coefficient 0,003 7 reflète le taux de variation expérimental de la résistance en fonction de la température mentionné dans [5].

7.3 Résistance résiduelle (R_2) juste au-dessus de la transition supraconductrice

Le mesurage de R_2 doit être effectué avec l'échantillon toujours monté sur le mandrin ou l'embase de mesure de R_1 .

L'éprouvette doit être placée dans un cryostat spécifié en 5.2. L'éprouvette doit être lentement immergée dans un bain d'hélium liquide et refroidie à la température de l'hélium liquide. Pendant qu'une forte évaporation d'hélium liquide accompagne le refroidissement initial, l'élimination de la chaleur du mandrin, surtout s'il est blindé, peut nécessiter plus de 5 min. Le courant peut être appliqué et la tension surveillée pendant cette période, mais aucun mesurage ne doit être effectué avant la fin de la forte évaporation de l'hélium liquide.

Lorsque le taux d'évaporation convient aux mesurages, la tension U_0 doit être mesurée pendant que l'échantillon est immergé dans l'hélium liquide. Il convient que l'échantillon soit à l'état supraconducteur dans ces conditions. Le courant I_2 doit ensuite être appliqué selon les exigences de l'Article 4 et les considérations de l'Article 5. Les tensions doivent être relevées pour la polarité de courant direct et de courant inverse, respectivement U_0^+ et U_0^- . Les différences entre U_0 , U_0^+ et U_0^- doivent être enregistrées.

L'éprouvette doit ensuite être progressivement chauffée de façon à passer progressivement de l'état supraconducteur à l'état normal. Un appareil satisfaisant à l'Article 6 permet de réchauffer progressivement l'éprouvette en élevant par exemple le niveau du mandrin au-dessus du niveau du bain d'hélium liquide. Deux tensions U_2^+ et U_2^- doivent être mesurées presque simultanément en appliquant le même courant de mesure I_2 avec la polarité directe et inverse, respectivement. Le courant ne doit pas être appliqué lorsque les mesurages ne sont pas enregistrés. La tension U_2 doit être déterminée par la formule

$$U_2 = \frac{|U_2^+ - U_2^-|}{2} \quad (3)$$

pour laquelle il convient de noter que le signe de U_2^- est opposé à celui de U_2^+ . Il s'ensuit que la Formule (3) indique une moyenne des deux nombres à peu près égaux en valeur. Une résistance R doit être déterminée à partir de la tension par la formule

$$R = \frac{U_2}{I_2} \quad (4)$$

Lors du réchauffement de l'échantillon, les valeurs de R doivent être enregistrées en fonction soit de la température T déterminée par le thermomètre fixé au mandrin ou à l'embase, soit du temps t . Les outils de représentation graphique et les logiciels d'analyse de données peuvent être utilisés pour tracer la courbe de la résistance en fonction de la température ou la courbe de la résistance en fonction du temps et pour effectuer des extrapolations.

Une courbe de la résistance en fonction de la température doit donc être obtenue (voir Figure 1). La courbe de la résistance en fonction de la température doit être enregistrée en continu jusqu'à ce qu'une température d'au moins 15 K soit atteinte. La courbe de la résistance en fonction de la température doit être analysée en traçant une ligne dans la région de plus forte pente près du point médian de montée en résistance, ligne (a) de la Figure 1, et en extrapolant cette ligne suffisamment au-dessus de la valeur de R enregistrée à 15 K. Une seconde ligne doit être tracée dans la région de la courbe de la résistance en fonction de la température au-dessus de la transition, ligne (b) de la Figure 1, et cette ligne doit être extrapolée à une température suffisamment basse pour couper la ligne (a). L'intersection est désignée comme le point A de la Figure 1. La valeur de la résistance R_2 correspondant au point d'intersection A doit être enregistrée, ainsi que la valeur de la température T_c^* correspondant au point d'intersection A.

7.4 Validation du mesurage de la résistance résiduelle

La détermination de R_2 doit être valide si tous les critères suivants sont remplis: Les tensions parasites doivent être telles que

$$\frac{|U_0^+ - U_0^-|}{I_2 R_2} < 3\% \quad (5)$$

La dérive ou la dispersion thermique doit être telle que, pour des valeurs consécutives U_2^+ et U_2^- enregistrées avec une température proche de T_c^* ,

$$\frac{|U_2^+ + U_2^-|}{I_2 R_2} < 3\% \quad (6)$$

La température ambiante doit être telle que

$$283 \text{ K} < T_1 < 303 \text{ K} \quad (7)$$

7.5 Rapport de résistance résiduelle (RRR)

Le RRR doit être calculé au moyen de la Formule (1) et la valeur obtenue doit être enregistrée.

8 Incertitude de la méthode d'essai

D'après les résultats de la comparaison interlaboratoires, récapitulés à l'Article C.2, une incertitude type de 0,3 % à 1,3 % a été obtenue entre laboratoires.

9 Rapport d'essai

9.1 Généralités

Un rapport d'essai qui résume les résultats de la méthode d'essai de RRR doit être fourni.

9.2 Informations d'essai

Les informations d'essai enregistrées doivent comprendre les éléments suivants:

- a) la date et l'heure du mesurage;
- b) le nom de l'opérateur;
- c) la version de la méthode d'essai suivie.

9.3 Informations sur l'éprouvette

Les informations suivantes concernant l'éprouvette doivent être consignées dans le rapport d'essai:

- a) les informations de traitement thermique du fournisseur, de fabrication ou toute autre information de suivi, comme un numéro de bon de commande;
- b) le numéro d'identification de la feuille ou de la pièce, le cas échéant;
- c) la forme et l'orientation de l'éprouvette par rapport au bain d'hélium.

9.4 Conditions d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les conditions d'essai suivantes:

- a) la température ambiante T_1 ;
- b) les courants de transport I_1 et I_2 ;
- c) les tensions U_1 et U_2 , en notant que U_2 varie en fonction de la température et exige donc d'être consignée sous forme de tableau ou de graphique;
- d) les résistances R_1 et R_2 ;
- e) les tensions U_0 , U_0^+ , U_0^- ou les conditions de validation (5);

Les informations supplémentaires suivantes peuvent être incluses dans le rapport d'essai:

- f) la distance de la prise de réglage de tension L ;
- g) les dimensions de l'éprouvette et la surface de la section A ;
- h) la résistivité $\rho_1 = R_1 AL^{-1}$ et $\rho_2 = R_2 AL^{-1}$.

9.5 Valeur de RRR

La valeur de RRR doit être exprimée comme $r_{RRR} \pm u_{RRR}$, par exemple, 300 ± 15 ($k = 2$), où u_{RRR} est l'incertitude type composée selon l'Annexe C. En variante, r_{RRR} peut être exprimée comme une valeur minimale (par exemple, la valeur minimale 285) pour indiquer la limite inférieure de l'intervalle de confiance représenté par l'incertitude. Il n'est pas nécessaire de consigner l'incertitude pour un seul mesurage.

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

Annexe A (informative)

Informations supplémentaires concernant le mesurage du RRR

A.1 Considérations relatives aux éprouvettes et à l'appareillage

Les exigences de l'Article 4 impliquent plusieurs lignes directrices générales pour la préparation des éprouvettes et la configuration de l'appareillage de mesure:

- a) Le matériau en feuille de niobium a généralement 2 mm à 5 mm d'épaisseur. Ceci implique un échantillon d'une surface de section type A de $\sim 10 \text{ mm}^2 = 0,1 \text{ cm}^2$ si une barre est usinée avec une largeur approximativement égale à l'épaisseur de la feuille.
- b) La distance de séparation entre les prises de réglage de tension dépend des dimensions de l'appareil, mais ne peut dépasser environ 80 % de la longueur de la barre de niobium découpée à partir des feuilles. Pour conserver l'hélium liquide, elle est d'environ 10 cm au maximum; ainsi une distance de séparation de la prise de réglage de tension L de 2 cm à 5 cm est raisonnable.
- c) Considérant que la résistivité ρ du niobium pur à 293 K est d'environ $15 \mu\Omega\text{-cm}$, une résistance type de la barre de niobium est de $R = \rho L/A = 15 \mu\Omega\text{-cm} \times 5 \text{ cm} / 0,1 \text{ cm}^2 = 750 \mu\Omega$.
- d) Si $r_{\text{RRR}} = 300$, une résistance de $750 / 300 = 2,5 \mu\Omega$ peut donc être obtenue à $\sim 10 \text{ K}$. Ainsi, compte tenu du domaine d'application décrit à l'Article 1, il convient de prévoir une résistance de $1 \mu\Omega$ à $20 \mu\Omega$.
- e) Pour produire un signal de mesure de $\sim 1 \mu\text{V}$ à 10 K , selon les exigences l'Article 4, un courant de $1 \mu\text{V} / 2,5 \mu\Omega = 0,4 \text{ A}$ est exigé. Il convient alors d'utiliser un courant de mesure cible de 1 A pour offrir de grandes possibilités de variations de RRR entre différentes éprouvettes. Ceci correspond à une densité de courant d'environ $0,1 \text{ A/mm}^2$.
- f) Comme ligne directrice alternative, en partant du principe qu'une tension de $1 \mu\text{V}$ à 10 K est produite par un courant de mesure de 1 A pour $r_{\text{RRR}} = 300$, alors $(L/A) = 1 \mu\Omega \times 300 / 15 \mu\Omega\text{-cm} = 20 \text{ cm}^{-1}$. Si la largeur de l'échantillon w est la même que son épaisseur de $0,2 \text{ cm}$ à $0,5 \text{ cm}$, alors le rapport de forme de l'échantillon $L/w = (L/A) \times (A/w) = 20 \text{ cm}^{-1} \times (w^2/w) = 20 \text{ cm}^{-1} \times w$ est d'environ 4 à 10. Ceci justifie l'exigence d) de l'Article 4.

Il convient d'obtenir une résistance de contact de $1 \text{ mW} / (1 \text{ A})^2 = 1 \text{ m}\Omega$ avec un courant de mesure de 1 A . Cette résistance est caractéristique de celle produite par les contacts ayant une surface égale à $\sim 1 \text{ mm}^2$. Des exemples sont comme suit:

- 1) une vis pression propre en contact avec du métal Nb propre,
- 2) une pince à ressort conductrice propre en contact avec du métal Nb propre,
- 3) une pince à bornes conductrice ancrée par une vis ou un ressort, ou
- 4) un fil de cuivre fin étroitement enroulé (diamètre d'environ $0,2 \text{ mm}$) qui entoure la zone de contact, avec une connexion à souder entre les conducteurs de courant et le fil.

Le polissage de la zone de contact ou l'application d'un métal mou tel que l'indium peut servir à réduire la résistance de contact. Les contacts avec une petite surface, tels que les contacts à broche ou les contacts à lame, ne produisent probablement pas une résistance de contact appropriée.

- g) Pour assurer un affaissement thermique approprié et un bon contact thermique avec les thermomètres, il convient d'utiliser des conducteurs thermiques de qualité pour supporter l'échantillon. Ces matériaux conducteurs comprennent le cuivre, l'argent et l'aluminium. Des alliages doux de ces métaux augmentent la résistance mécanique sans réduire considérablement la conductivité thermique.

A.2 Considérations relatives à l'orientation du montage de l'éprouvette

L'orientation de l'éprouvette par rapport au cryostat n'est pas spécifiée. Les considérations de l'Article A.1 donnent lieu à une éprouvette qui peut être beaucoup plus longue que la largeur type de l'orifice se trouvant à la partie supérieure d'un vase Dewar de mesure. Des échantillons de grande longueur peuvent donc être introduits en orientation verticale dans un vase Dewar à travers ce petit orifice. Cependant, ce type de cas peut engendrer des gradients thermiques le long de l'éprouvette. L'orientation horizontale peut réduire considérablement les gradients thermiques, mais peut également imposer des contraintes excessives sur les dimensions de l'échantillon. Les éprouvettes en "U" peuvent à la fois être placées à plat en orientation horizontale et fournir une longueur suffisante entre les prises de réglage de tension, tant qu'aucune contrainte de flexion n'a été introduite lors de la préparation des éprouvettes.

A.3 Autres méthodes pour augmenter la température d'une éprouvette au-dessus de la température de transition supraconductrice

A.3.1 Généralités

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

A.3.2 Méthode du réchauffeur

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

A.3.3 Méthodes à contrôle

- a) Méthode adiabatique: Dans cette méthode, le cryostat comporte une chambre qui contient l'éprouvette, un support d'échantillon, un réchauffeur, etc. Avant d'immerger la chambre dans le bain d'hélium liquide, l'air de la chambre est expulsé pour la remplir ensuite d'hélium. La chambre est ensuite immergée dans le bain d'hélium liquide et l'éprouvette est refroidie à une température inférieure à la température critique. Après l'expulsion de l'hélium, l'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice par le réchauffeur sous condition adiabatique.
- b) Méthode quasi adiabatique: Dans cette méthode, le cryostat maintient l'éprouvette à une certaine distance au-dessus du bain d'hélium liquide tout au long du mesurage à température cryogénique. Une pièce d'ancrage thermique allant du mandrin de mesure ou de l'embase de mesure au bain d'hélium liquide permet de refroidir l'éprouvette à une température inférieure à la température critique. L'éprouvette peut être chauffée au-dessus de la valeur de transition supraconductrice par un réchauffeur situé dans le mandrin de mesure ou l'embase de mesure sous condition quasi adiabatique.
- c) Méthode du réfrigérateur: Dans cette méthode, un dispositif électromécanique (réfrigérateur) est utilisé pour refroidir l'éprouvette, qui est montée sur un mandrin de mesure ou une embase de mesure, à une température inférieure à la température critique. 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.4 Autres méthodes d'essai

A.4.1 Généralités

Un document récent [6] a comparé plusieurs méthodes de détermination du rapport de résistance résiduelle du niobium.

A.4.2 Mesurage de la résistance en fonction du temps

Si R est enregistrée en fonction du temps avec une montée en température, alors une courbe de la résistance en fonction du temps est obtenue (voir la Figure A.1). La courbe de la résistance en fonction du temps est enregistrée en continu au-dessous et au-dessus de la transition. Il convient de veiller à ne pas refroidir à nouveau l'éprouvette sans recommencer l'acquisition de R en fonction de t . Les données de la résistance en fonction du temps sont analysées en traçant une ligne dans la région de plus forte pente près du point médian de montée en résistance, ligne (a) de la Figure A.1, et en extrapolant cette ligne au-dessus de la valeur de R enregistrée après la survenance de la transition, où t_c^* représente le temps auquel la transition prend fin. Une seconde ligne est tracée dans la région des données de la résistance en fonction du temps après la survenance de la transition, ligne (b) de la Figure A.1, et cette ligne est extrapolée à un temps antérieur de sorte qu'elle coupe la ligne (a). L'intersection est désignée comme le point A de la Figure A.1. La valeur de la résistance R_2 correspondant au point d'intersection A est enregistrée.

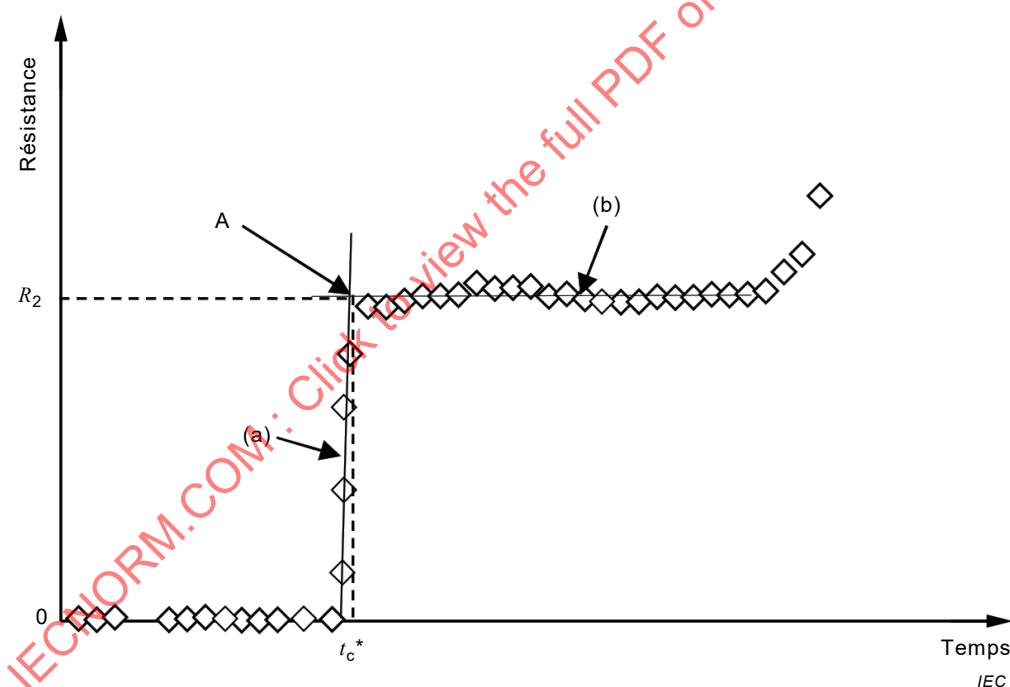


Figure A.1 – Détermination de la valeur de R_2 à partir d'une courbe de la résistance en fonction du temps

A.4.3 Comparaison du point de glace et de la température ambiante

Les spécifications de référence du métal niobium peuvent spécifier d'obtenir la valeur de R_1 à 273 K. [1] en est un exemple. Selon la Formule (2), l'écart des valeurs de R_1 entre 273 K et 293 K est de 7,4 %. Les mesurages réels, indiqués dans l'essai interlaboratoires décrit à l'Article C.2, révèlent un écart légèrement plus grand, de 8,2 % $\pm$ 0,2 %.

A.4.4 Extrapolation de la résistance à 4,2 K

Il a été souligné dans [2], [3], [4] et [5] que la contribution des phonons à la résistivité du niobium dépend de la température en dessous de 10 K. Dans ce régime, la dépendance en température de la résistance $R(T)$ peut être ajustée avec une faible incertitude par une fonction de la forme

$$R(T) = R_0 + aT^2 + bT^3 J_3(\theta_D/T) \quad (\text{A.1})$$

où R_0 est une résistance résiduelle, a et b sont des constantes, θ_D est la température de Debye, et $J_3(x)$ est l'intégrale de Grüneisen du troisième type. Dans [2], des tracés linéaires de $R(T)$ en fonction de T^3 ont été constatés, lesquels indiquent que le coefficient a est faible. Une formule de correction, permettant de tenir compte de la différence entre les mesurages de la résistance résiduelle à ~ 10 K et les mesurages par extrapolation à 4,2 K, a été dérivée dans [3]. Cette formule est reformulée ici pour fournir une relation entre la valeur RRR telle que déterminée par le présent document et une valeur déterminée par un rapport de R_1 sur la résistance extrapolée à 4,2 K.

$$\frac{R_1}{R(4,2 \text{ K})} = \frac{r_{\text{RRR}}}{1 - 2,16 \times 10^{-4} r_{\text{RRR}}} \quad (\text{A.2})$$

Pour $r_{\text{RRR}} = 300$, la Formule (A.2) génère un rapport de résistance de 321, ce qui entraîne une différence de 7 %.

A.4.5 Utilisation du champ magnétique pour supprimer la supraconductivité à 4,2 K

La supraconductivité peut être supprimée par l'application d'un champ magnétique. L'application d'un champ supérieur à 1 T produit l'état normal pour le niobium. Dans ce cas, une résistance magnétique se produit et les données doivent donc être ajustées pour permettre d'extrapoler à une valeur de $R(4,2 \text{ K})$ au champ nul appliqué. Il a été souligné dans [2] et [6] que les ajustements obéissent généralement à la règle de Köhler avec une dépendance linéaire de R par rapport au champ appliqué H en ce qui concerne le champ perpendiculaire au courant. La courbure de $R(H)$ a généré un écart significatif par rapport à la règle de Köhler pour les échantillons mesurés avec le courant parallèle au champ. Il a été noté une incertitude acceptable de 4 % pour le champ perpendiculaire au courant, alors que l'incertitude était de 14 % pour le champ parallèle au courant.

Il a été observé dans [5] une correspondance entre la valeur de $R(4,2 \text{ K})$ obtenue par extrapolation et celle déterminée par la méthode décrite en A.4.4 ci-dessus. Par conséquent, la Formule (2) pour estimer la résistance à 4,2 K par extrapolation s'applique.

A.4.6 Méthodes par courant alternatif

L'utilisation d'une méthode sans contact pour appliquer un champ magnétique en courant alternatif et détecter le signal en fonction du courant induit a été décrite dans [3]. Cependant, cette méthode exige un étalonnage par transfert d'un échantillon de référence mesuré soit par le présent document, soit par l'une des méthodes mentionnées ci-dessus. Aucune relation directe entre la valeur de RRR obtenue selon le présent document et le signal produit par la méthode par courant alternatif n'a été décrite.