

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Superconductivity –

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

Supraconductivité –

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

U

ICS 29.050

ISBN 978-2-83220-864-9

**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 Apparatus.....	8
6 Measurement procedure.....	8
6.1 Preparation of specimen.....	8
6.1.1 General	8
6.1.2 Procedures	8
6.2 Measurement	9
6.2.1 Photo of cross-section	9
6.2.2 Transfer.....	9
6.2.3 Cutting.....	9
6.2.4 Measurement of paper mass.....	9
6.3 Test procedure for the second specimen	9
6.4 Paper mass	9
7 Calculation of results	9
8 Uncertainty of the test method	10
9 Test report.....	10
9.1 Copper to non-copper volume ratio.....	10
9.2 Identification of test specimen	10
Annex A (normative) Measurement – Image processing method	11
Annex B (normative) Measurement – Copper mass method	12
Annex C (normative) Measurement method using planimeter	13
Annex D (informative) Specimen polishing method	14
Annex E (informative) Difference of the copper to non-copper volume ratio before and after the Nb ₃ Sn generation heat treatment process	15
Annex F (informative) Paper mass bias at copy	16
Annex G (informative) Cross-sections of Cu/Nb ₃ Sn wires.....	17
Annex H (informative) Uncertainty considerations	18
Annex I (informative) Uncertainty evaluation in the test method of the copper to non-copper volume ratio of Nb ₃ Sn composite superconducting wires.....	23
Figure G.1 – Cross-sections of four Cu/Nb ₃ Sn wire types according to the layout of the stabilizer	17

Table H.1 – Output signals from two nominally identical extensometers	19
Table H.2 – Mean values of two output signals	19
Table H.3 – Experimental standard deviations of two output signals	19
Table H.4 – Standard uncertainties of two output signals	20
Table H.5 – Coefficient of variations of two output signals	20

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –

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

FOREWORD

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

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2002. It constitutes a technical revision. The main revision is the addition of two new annexes, "Uncertainty considerations" (Annex H) and "Uncertainty evaluation in the test method of the copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires" (Annex I).

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

FDIS	Report on voting
90/322/FDIS	90/325/RVD

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

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

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

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

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

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

INTRODUCTION

The copper to non-copper volume ratio of superconducting wires serves as an important numeric value used when determining the critical current density and its stability, which are two of the important characteristics of superconducting wires. This standard is concerned with the standardization of the test method for the copper to non-copper volume ratio of copper stabilized Nb₃Sn multi-filamentary composite superconducting wires (hereinafter referred to as Cu/Nb₃Sn wires).

Cu/Nb₃Sn wires can be classified into four types according to the layout of the stabilizer as shown in Annex G: the external stabilizer type, the internal stabilizer type, the distributed stabilizer type and the contiguous stabilizer with distributed barrier type. The test method specified by this standard may be applicable to a type whose cross-section is of the external stabilizer or the internal stabilizer type regardless of the production process employed.

With regard to the internal stabilizer type, the internal structure of some Cu/Nb₃Sn wires prevents copper from being dissolved and removed. This precludes the application of the copper mass method, unlike with copper matrix Nb-Ti superconducting wires. New methods are therefore needed, as detailed in the following:

- the paper mass method, where a photo of the cross-section of the wire being measured is traced onto tracing paper, or a copy is made of the photo using a copying machine; the paper is then cut out into different portions to measure the mass of each piece of paper;
- the image processing method, where the image of the photo of the cross-section is digitized and the areas are analyzed with software;
- the copper mass method, where the copper of the specimen is dissolved in nitric acid solution to leave only the non-copper portion, and to measure the mass of the specimen and the non-copper portion of specimen.

This standard is concerned with the paper mass method which is adopted more generally. As supplementary methods, the image processing method and the copper mass method adopted for Cu/Nb₃Sn wires are specified in Annex A and Annex B, respectively. The method using a planimeter is specified in Annex C. In Annex D an example of a polishing method is also specified.

SUPERCONDUCTIVITY –

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

1 Scope

This part of IEC 61788 describes a test method for determining the copper to non-copper volume ratio of Cu/Nb₃Sn wires.

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

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

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

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

2 Normative references

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

IEC 60050 (all parts), *International Electrotechnical Vocabulary* (available at <<http://www.electropedia.org>>

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

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	36
6 Mode opératoire	36
6.1 Préparation de l'éprouvette	36
6.1.1 Généralités.....	36
6.1.2 Procédures.....	36
6.2 Mesure.....	37
6.2.1 Photographie de la section	37
6.2.2 Transfert.....	37
6.2.3 Découpage	37
6.2.4 Mesure du poids papier	37
6.3 Méthode d'essai pour la seconde éprouvette.....	37
6.4 Poids papier	37
7 Calcul des résultats	37
8 Incertitude de la méthode d'essai	38
9 Rapport d'essai	38
9.1 Rapport volumique cuivre/non-cuivre.....	38
9.2 Identification de l'éprouvette d'essai.....	38
Annexe A (normative) Mesure – Méthode de traitement d'image.....	39
Annexe B (normative) Mesure – Méthode de la masse de cuivre	40
Annexe C (normative) Méthode de mesure planimétrique	41
Annexe D (informative) Méthode de polissage de l'éprouvette	42
Annexe E (informative) Différence de rapport volumique cuivre/non-cuivre avant et après traitement thermique de génération Nb ₃ Sn	43
Annexe F (informative) Biais du poids papier lors de la duplication.....	44
Annexe G (informative) Sections des fils Cu/Nb ₃ Sn.....	45
Annexe H (informative) Considérations relatives à l'incertitude	46
Annexe I (informative) Evaluation de l'incertitude de la méthode d'essai du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb ₃ Sn.....	51
Figure G.1 – Sections de quatre types de fils Cu/Nb ₃ Sn selon l'implantation du matériau stabilisateur	45

Tableau H.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques	47
Tableau H.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie.....	47
Tableau H.3 – Ecart types expérimentaux de deux signaux de sortie	47
Tableau H.4 – Incertitudes types de deux signaux de sortie.....	48
Tableau H.5 – Coefficient de variation de deux signaux de sortie.....	48

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

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

AVANT-PROPOS

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

La Norme internationale CEI 61788-12 a été établie par le comité d'études 90 de la CEI: Supraconductivité.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 2002, dont elle constitue une révision technique. La principale révision est l'ajout de deux nouvelles annexes, «Considérations relatives à l'incertitude» (Annexe H) et «Evaluation de l'incertitude de la méthode d'essai du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn» (Annexe I).

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
90/322/FDIS	90/325/RVD

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

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

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

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

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

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

INTRODUCTION

Le rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils supraconducteurs est une valeur numérique importante utilisée pour déterminer la densité de courant critique et sa stabilité, qui sont deux des caractéristiques importantes des fils supraconducteurs. La présente norme couvre une méthode d'essai normalisée pour le rapport volumique cuivre/non-cuivre de fils en composite supraconducteur Nb₃Sn en cuivre stabilisé multiconducteur (ci-dessous désignés par le terme fils Cu/Nb₃Sn).

Les fils Cu/Nb₃Sn peuvent être classés en quatre types en fonction de l'implantation du stabilisateur, comme illustré à l'Annexe G: le type à stabilisateur externe, le type à stabilisateur interne, le type à stabilisateur réparti et le type à stabilisateur contigu avec barrière répartie. Il est admis d'appliquer la méthode d'essai couverte par la présente norme à un type dont la section est du type à stabilisateur externe ou à stabilisateur interne, quel que soit le processus de production employé.

Pour le type de stabilisateur interne, la structure interne de certains des fils Cu/Nb₃Sn empêche la dissolution et l'enlèvement du cuivre. Contrairement aux fils supraconducteurs Nb-Ti à matrice en cuivre, cela empêche l'application de la méthode de la masse de cuivre. De nouvelles méthodes sont par conséquent nécessaires, comme décrit ci-après:

- la méthode du poids papier, par laquelle une photographie de la section du fil à mesurer est reproduite sur du papier à tracer, ou une copie de la photographie est effectuée au moyen d'un photocopieur. Le papier est ensuite coupé en différentes portions pour mesurer le poids de chaque morceau de papier;
- la méthode de traitement d'image, par laquelle l'image de la photographie de la section est numérisée et les surfaces correspondantes sont analysées par logiciel;
- la méthode de la masse de cuivre, par laquelle le cuivre de l'éprouvette est dissous dans une solution d'acide nitrique pour ne conserver que la partie non-cuivre et pour mesurer le poids de l'éprouvette et de la partie non-cuivre de l'éprouvette.

La présente norme traite de la méthode du poids papier qui est la plus généralement adoptée. Comme méthodes supplémentaires, les Annexes A et B décrivent respectivement la méthode de traitement d'image et la méthode de la masse de cuivre adoptées pour les fils Cu/Nb₃Sn. L'Annexe C spécifie la méthode utilisant un planimètre et l'Annexe D donne un exemple de méthode de polissage.

SUPRACONDUCTIVITÉ –

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

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61788 décrit une méthode d'essai de détermination du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils Cu/Nb₃Sn.

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

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

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

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

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60050 (toutes les parties), *Vocabulaire Électrotechnique International* (disponible à <<http://www.electropedia.org>>)

CEI 61788-5, *Supraconductivité – Partie 5: Mesure du rapport volumique matrice/supraconducteur – Rapport volumique cuivre/supraconducteur des fils en composite supraconducteur Cu/Nb-Ti*