

Edition 2.0 2021-08

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Superconductivity -

Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of cavity-grade Nb superconductors

Supraconductivité -

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ICS 17.220; 29.050 ISBN 978-2-8322-4957-4

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

	DRD	
	JCTION	
1 Scop	pe	7
2 Norn	native references	7
3 Term	ns and definitions	7
4 Princ	ciple	8
5 Meas	surement apparatus	9
5.1	Mandrel or base plate	9
5.2	Cryostat and support of mandrel or base plate	9
6 Spec	cimen preparation	10
7 Data	acquisition and analysis	11
7.1	Data acquisition hardware	11
7.2	Resistance (R ₁) at room temperature	
7.3	Residual resistance (R_2) just above the superconducting transition	11
7.4	Validation of the residual resistance measurement	
7.5	Residual resistance ratio	
	ertainty of the test method	
	report	
9.1	General	
9.2	Test information	_
9.3	Specimen information	
9.4	Test conditions	
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	1 General	16
A.3.2	2 Heater method	16
A.3.3		
A.4	Other test methods	
A.4.1		_
A.4.2		
A.4.3		
A.4.4 A.4.5	,	
A.4.6 A.4.6	3	
	(informative) Uncertainty considerations	
B.1	Overview	
В.1 В.2	Definitions	
B.3	Consideration of the uncertainty concept	
B.4	Uncertainty evaluation example for IEC TC 90 standards	
Annex C	(informative) Uncertainty evaluation for resistance ratio measurement of Nb	
- ap 51 0011		т

C.1 Evaluation of uncertainty	24
C.1.1 Room temperature measurement uncertainty	24
C.1.2 Cryogenic measurement uncertainty	25
C.1.3 Estimation of uncertainty for typical experimental conditions	27
C.2 Inter-laboratory comparison summary	28
Bibliography	29
Figure 1 – Relationship between temperature and resistance near the superconductin transition	
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	27
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	21
Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals	21
Table B.5 – Coefficients of variation of two output signals	21
Table C.1 – Uncertainty of measured parameters	27
Table C.2 – RRR values obtained by inter-laboratory comparison using liquid helium.	

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY -

Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of cavity-grade 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.

IEC 61788-23 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity. It is an International Standard.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2018. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- a) The scope of this standard was modified to restrict the range of residual resistance ratio to that encountered by providers of material for superconducting radio-frequency cavities.
- b) The references to technical material were updated and corrected.

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

FDIS	Report on voting
90/478/FDIS	90/482/RVD

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

The language used for the development of this International Standard is English.

This document was drafted in accordance with ISO/IEC Directives, Part 2, and developed in accordance with ISO/IEC Directives, Part 1 and ISO/IEC Directives, IEC Supplement, available at www.iec.ch/members_experts/refdocs. The main document types developed by IEC are described in greater detail at www.iec.ch/standardsdev/publications.

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 website under 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.

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 (~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 \sim 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, \sim 10 K, from which RRR is subsequently determined.

International Standards also exist to determine the RRR 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 millimetres 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 this 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. Note that systematic differences of up to 10 % are produced by these other methods, which is larger than the target uncertainty of this document. It is therefore important 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 Clause C.2.

SUPERCONDUCTIVITY -

Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of cavity-grade Nb superconductors

1 Scope

This part of IEC 61788 addresses a test method for the determination of the residual resistance ratio (RRR), $r_{\rm RRR}$, of cavity-grade niobium. This method is intended for high-purity niobium grades with 150 < $r_{\rm RRR}$ < 600. The test method is 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)

SOMMAIRE

Α	VAN I-P	ROPOS	32
١N	ITRODU	CTION	34
1	Dom	aine d'application	35
2	Réfé	rences normatives	35
3	Term	es et définitions	35
4	Princ	ipe	36
5		reillage de mesure	
	5.1	Mandrin ou embase	
	5.2	Cryostat et support du mandrin ou de l'embase	
6	Prép	aration de l'éprouvette	38
7	Acqu	isition et analyse des données	39
	7.1	Matériel d'acquisition des données	39
	7.2	Résistance (R ₁) à la température ambiante	
	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	Incer	titude de la méthode d'essai	41
9	Rapp	ort d'essai	41
	9.1	Généralités	41
	9.2	Informations d'essai	41
	9.3	Informations sur l'éprouvette	41
	9.4	Conditions d'essai	42
	9.5	Valeur de RRR	42
	nnexe A RR	(informative) Informations supplémentaires relatives aux mesurages du	43
	A.1	Considérations relatives aux éprouvettes et à l'appareillage	
	A.2	Considérations relatives à l'orientation du montage de l'éprouvette	
	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 contrôlées	44
	A.4	Autres méthodes d'essai	44
	A.4.1		
	A.4.2	J I	
	A.4.3		
	A.4.4	,	45
	A.4.5	Utilisation du champ magnétique pour supprimer la supraconductivité à 4,2 K	46
	A.4.6	Méthodes par courant alternatif	46
Α	nnexe B	(informative) Considérations relatives à l'incertitude	47
	B.1	Vue d'ensemble	47
	B.2	Définitions	
	B.3	Considérations relatives au concept d'incertitude	48

	xemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du comité d'études 90 de IEC	50
	nformative) Évaluation de l'incertitude de mesure du rapport de résistance onducteurs de Nb	52
C.1 É	valuation de l'incertitude	52
C.1.1	Incertitude de mesure de la température ambiante	52
C.1.2	Incertitude de mesure cryogénique	53
C.1.3	Estimation de l'incertitude pour des conditions expérimentales typiques	55
C.2 R	ésumé de la comparaison interlaboratoire	56
Bibliographi	ie	57
	Rapport entre la température et la résistance à proximité de la transition ctrice	36
Figure A.1 -	- Détermination de la valeur de $ extit{R}_2$ à partir d'une courbe de la résistance en	
fonction du	temps	45
	- Représentation graphique de l'incertitude de régression associée au le R ₂	55
Tableau B.1	l – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques	48
Tableau B.2	2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie	48
Tableau B.3	B – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie	49
Tableau B.4	l – Incertitudes-types de deux signaux de sortie	49
Tableau B.5	5 – Coefficients de variation de deux signaux de sortie	49
Tableau C.1	I – Incertitude des paramètres mesurés	55
	2 – Valeurs de RRR obtenues par la comparaison interlaboratoire utilisant liquide	56

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ -

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

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Électrotechnique 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.

L'IEC 61788-23 a été établie par le comité d'études 90 de l'IEC: Supraconductivité. Il s'agit d'une Norme internationale.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 2018. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- a) le domaine d'application de la présente norme a été modifié afin de restreindre la plage de rapport de résistance résiduelle à celle rencontrée par les fournisseurs des matériaux pour les cavités radioélectriques supraconductrices;
- b) les références aux matériaux techniques ont été mises à jour et corrigées.

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

FDIS	Rapport de vote
90/478/FDIS	90/482/RVD

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

La langue employée pour l'élaboration de cette Norme internationale est l'anglais.

Le présent document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2, il a été développé selon les Directives ISO/IEC, Partie 1 et les Directives ISO/IEC, Supplément IEC, disponibles sous www.iec.ch/members_experts/refdocs. Les principaux types de documents développés par l'IEC sont décrits plus en détail sous www.iec.ch/standardsdev/publications.

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 du présent document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous 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 'color 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 le présent document en utilisant une imprimante couleur.

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 la température ambiante (293 K) sur la résistance mesurée pour la même éprouvette à basse température (~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 donne 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'intégralité de l'éprouvette présentée dans le présent document est 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 considération les aspects suivants: l'orientation de l'éprouvette par rapport à la surface de l'hélium liquide, l'accessibilité par des orifices sur les vases de Dewar types d'hélium liquide, la conception des contacts de courant et la 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 est à 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 est donc important d'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'Article C.2.

SUPRACONDUCTIVITÉ -

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

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), $r_{\rm RRR}$, du niobium à cavités. Cette méthode est destinée aux nuances de niobium de grande pureté de 150 < $r_{\rm RRR}$ < 600. La méthode d'essai est valide pour des éprouvettes à sections rectangulaires ou circulaires, de surface de section supérieure à 1 mm² mais inférieure à 20 mm², 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 sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 électrotechnique international – Partie 815: Supraconductivité (disponible à l'adresse: www.electropedia.org)