

	DIN EN 61788-4 (VDE 0390-4)	DIN
	Diese Norm ist zugleich eine VDE-Bestimmung im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.	VDE
ICS 29.050	Einsprüche bis 2010-08-31 Vorgesehen als Ersatz für DIN EN 61788-4 (VDE 0390-4):2008-04 Entwurf	
Supraleitfähigkeit – Teil 4: Messungen des Restwiderstandsverhältnisses – Restwiderstandsverhältnis von Nb-Ti-Verbundsupraleitern (IEC 90/238/CDV:2010); Deutsche Fassung FprEN 61788-4:2010 Superconductivity – Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti composite superconductors (IEC 90/238/CDV:2010); German version FprEN 61788-4:2010 Anwendungswarnvermerk Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2010-05-31 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren. Stellungnahmen werden erbeten – vorzugsweise als Datei per E-Mail an dke@vde.com in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden – oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main. Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen. Gesamtumfang 58 Seiten DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE		

Beginn der Gültigkeit

Diese Norm gilt ab ...

Nationales Vorwort

Die Deutsche Fassung des europäischen Dokuments FprEN 61788-4:2010 „Supraleitfähigkeit – Teil 4: Messungen des Restwiderstandsverhältnisses – Restwiderstandsverhältnis von Nb-Ti-Verbundsupraleitern“ (Entwurf in der Umfrage) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden.

Die Internationale Elektrotechnische Kommission (IEC) und das Europäische Komitee für Elektrotechnische Normung (CENELEC) haben vereinbart, dass ein auf IEC-Ebene erarbeiteter Entwurf für eine Internationale Norm zeitgleich (parallel) bei IEC und CENELEC zur Umfrage (CDV-Stadium) und Abstimmung als FDIS (en: Final Draft International Standard) bzw. Schluss-Entwurf für eine Europäische Norm gestellt wird, um eine Beschleunigung und Straffung der Normungsarbeit zu erreichen. Dem entsprechend ist das internationale Dokument IEC 90/238/CDV:2010 „Superconductivity – Part 4: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb-Ti composite superconductors“ unverändert in den Entwurf FprEN 61788-4:2010 übernommen worden.

Da die Deutsche Fassung noch nicht endgültig mit der Englischen und Französischen Fassung abgeglichen ist, ist die englische Originalfassung des IEC-CDV entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom TC 90 „Superconductivity“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet.

Bei der Abstimmung zu dem Europäischen Schluss-Entwurf bei CENELEC und dem Internationalen Schluss-Entwurf bei IEC [Final Draft International Standard (FDIS)] sind jeweils nur „JA/NEIN“-Entscheidungen möglich, wobei „NEIN“-Entscheidungen fundiert begründet werden müssen. Dokumente, die bei CENELEC als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Für diesen Norm-Entwurf ist das nationale Arbeitsgremium K 184 „Supraleiter“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 61788-4 (VDE 0390-4):2008-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) es wurde festgelegt, wie in Abhängigkeit der Probenzahl der *RRR*-Wert anzugeben ist (9.1);
- b) im Anhang A wurden die Abschnitte neu angeordnet;
- c) Anhang B „Messunsicherheitsbetrachtungen“ ist neu überarbeitet und entspricht der im IEC/TC 90 Meeting in Berlin 2008 verabschiedeten Version, die allen TC 90 Normen als Anhang zukünftig beigefügt werden soll;
- d) Anhang C „Abschätzung der Messunsicherheit beim Messverfahren zur Bestimmung von *RRR* für Nb-Ti“ ist ergänzt worden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Zusammenhang mit Europäischen und Internationalen Normen

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf eine Norm ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils neueste gültige Ausgabe der in Bezug genommenen Norm.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe der Norm.

Eine Information über den Zusammenhang der zitierten Normen mit den entsprechenden Deutschen Normen ist in Tabelle NA.1 wiedergegeben.

Tabelle NA.1

Europäische Norm	Internationale Norm	Deutsche Norm	Klassifikation im VDE-Vorschriftenwerk
—	IEC 60050-815:2000	—	—

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Supraleitfähigkeit –
Teil 4: Messungen des Restwiderstandsverhältnisses –
Restwiderstandsverhältnis von Nb-Ti-Verbundsupraleitern

Inhalt

	Seite
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	3
4 Anforderungen	4
5 Geräte	4
5.1 Material des Messspulenkörpers oder der Messplatine	4
5.2 Durchmesser des Messspulenkörpers und Länge der Messplatine	4
5.3 Kryostat für die Messung des Widerstands R_2	4
6 Probenvorbereitung	5
7 Messungen	5
7.1 Widerstand (R_1) bei Raumtemperatur	5
7.2 Widerstand (R_2^*) unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung	5
7.3 Korrektur des gemessenen Widerstands R_2^* hinsichtlich der Biegedehnung	7
7.4 Restwiderstandsverhältnis (RRR)	8
8 Messunsicherheit und Stabilität des Messverfahrens	8
8.1 Temperatur	8
8.2 Spannungsmessung	8
8.3 Strom	8
8.4 Abmessungen	8
9 Prüfbericht	8
9.1 RRR -Wert	8
9.2 Probe	9
9.3 Messbedingungen	9
Anhang A (informativ) Zusätzliche Information zur Messung des Restwiderstandsverhältnisses (RRR)	10
A.1 Empfehlung zur Ausrichtung der Probe bei der Montage	10
A.2 Alternative Verfahren zur Anhebung der Probentemperatur über die Temperatur des Übergangs zur Supraleitung	10
A.3 Alternative Verfahren zur Messung von R_2^*	10

	Seite
A.4 Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses von der Biegedehnung	12
A.5 Verfahren zur Korrektur des Einflusses der Biegedehnung	16
A.6 Literaturhinweise	17
Anhang B (informativ) Messunsicherheitsbetrachtungen	18
B.1 Überblick	18
B.2 Definitionen	18
B.3 Betrachtung des Konzeptes der Messunsicherheit	18
B.4 Beispiel für eine Bestimmung von Messunsicherheiten für TC 90-Normen	20
B.5 Literaturhinweise	22
Anhang C (informativ) Abschätzung der Messunsicherheit beim Messverfahren zur Bestimmung von RRR für Nb-Ti	23
C.1 Bestimmung der Messunsicherheit	23
C.2 Zusammenfassung der Vergleichsversuche (Round Robin Test) zum Restwiderstandsverhältnis	25
C.3 Literaturhinweise	26
Bild 1 – Zusammenhang zwischen Temperatur und Widerstand	4
Bild 2 – Kurven für die Spannung als Funktion der Temperatur und Definitionen der Spannungen	6
Bild A.1 – Definition der Spannungen	11
Bild A.2 – Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für die Reinkupfermatrix von Nb-Ti-Verbundsupraleitern (Vergleich zwischen gemessenen Werten und berechneten Werten)	13
Bild A.3 – Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für runde Kupferdrähte	14
Bild A.4 – Abhängigkeit des normierten Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für runde Kupferdrähte	14
Bild A.5 – Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für rechteckige Kupferdrähte	15
Bild A.6 – Abhängigkeit des normierten Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für rechteckige Kupferdrähte	15
Bild C.1 – Verteilung der gemessenen Restwiderstandsverhältnisse (RRR) von Cu/Nb-Ti- Verbundsupraleitern	25
Tabelle C.1 – Messunsicherheit der einzelnen Messgrößen	24

Einleitung

Kupfer wird als Matrixmaterial zur Stabilisierung in Multifilament-Supraleitern angewandt und wirkt als elektrischer Shuntwiderstand, wenn die Supraleitung zusammenbricht. Es trägt außerdem zur Wiederherstellung der Supraleitung bei, indem es die im Supraleiter erzeugte Wärme nach außen an das Kühlmittel ableitet. Der spezifische Widerstand des in einem Verbundsupraleiter eingesetzten Kupfers im Tieftemperaturbereich ist eine wichtige Größe, welche die Stabilität des Supraleiters beeinflusst. Das Restwiderstandsverhältnis ist definiert als das Verhältnis des Widerstands des Supraleiters bei Raumtemperatur zu dem Widerstand unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung.

In dieser Internationalen Norm wird das Messverfahren zur Bestimmung des Restwiderstandsverhältnisses von Nb-Ti-Verbundsupraleitern beschrieben. Für die Messung des Widerstands unmittelbar oberhalb des Übergangs von der Normalleitung zur Supraleitung wird das Verfahren mit gemessenen Spannungskurven angewandt. Andere Verfahren werden in A.3 beschrieben.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der IEC 61788 behandelt ein Messverfahren zur Bestimmung des Restwiderstandsverhältnisses (*RRR*) eines Verbundsupraleiters, der aus Nb-Ti-Filamenten und einer Cu-, Cu-Ni- oder Cu/Cu-Ni-Matrix besteht. Dieses Verfahren ist vorgesehen zur Anwendung bei Supraleitern, die eine monolithische Struktur mit rechteckigem oder rundem Querschnitt, ein Restwiderstandsverhältnis kleiner als 350 und eine Querschnittsfläche kleiner als 3 mm² haben. Alle Messungen werden ohne äußeres Magnetfeld durchgeführt.

Das im Hauptteil dieser Norm beschriebene Verfahren ist das „Referenzverfahren“, die in A.3 beschriebenen Messverfahren sind freigestellt.

2 Normative Verweisungen

Das nachfolgend zitierte Dokument ist für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

IEC 60050-815, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) – Part 815: Superconductivity*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die in IEC 60050-815 angegebenen sowie die folgenden Begriffe.

Restwiderstandsverhältnis

RRR

(en: residual resistance ratio)

Verhältnis des Widerstands bei Raumtemperatur zu dem Widerstand unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung

In dieser Norm für Nb-Ti-Verbundsupraleiter wird Raumtemperatur als 20 °C definiert, und das Restwiderstandsverhältnis des Verbundleiters wird nach der unten stehenden Gleichung (1) bestimmt, wobei der Widerstand (R_1) bei 20 °C dividiert wird durch den Widerstand (R_2) unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung.

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

Bild 1 zeigt schematisch eine Kurve für den Widerstand als Funktion der Temperatur, aufgenommen an einer Probe während der Messung des Widerstands bei tiefen Temperaturen. In Bild 1 zieht man eine gerade Linie in dem Bereich, in dem der Widerstand steil ansteigt (a), und ebenso eine gerade Linie in dem Bereich, in

dem die Temperatur steil ansteigt, aber der Widerstand nahezu konstant bleibt (b). Der Wert des Widerstands am Schnittpunkt A dieser beiden Linien ist definiert als Widerstand (R_2) unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung.

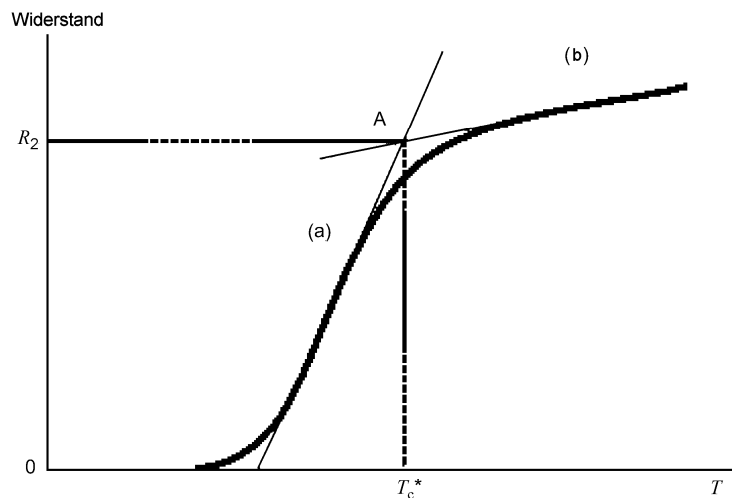


Bild 1 – Zusammenhang zwischen Temperatur und Widerstand

4 Anforderungen

Die Widerstandsmessung muss sowohl bei Raumtemperatur als auch bei tiefen Temperaturen mit der Vierpunkttechnik durchgeführt werden.

Der Richtwert der relativen kombinierten Standardmessunsicherheit dieses Verfahrens, definiert als erweiterte Messunsicherheit ($k=2$), darf 5 % nicht überschreiten, basierend auf dem Variationskoeffizient (COV) von 2,5 % bei der Vergleichsmessung (siehe C.2).

Die maximale Biegedehnung, die bei der Montage der Probe hervorgerufen wird, darf 2 % nicht übersteigen.

5 Geräte

5.1 Material des Messspulenkörpers oder der Messplatine

Das Material des Messspulenkörpers für eine spulenförmige Probe oder der Messplatine für eine gerade Probe muss Kupfer, Silber oder ein vergleichbares Material sein, dessen Wärmeleitfähigkeit gleich oder größer ist als $100 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ bei Flüssigheliumtemperatur (4,2 K). Die Oberfläche des Materials muss mit einer Isolierschicht bedeckt sein (Band oder eine Schicht aus Mylar, Polyester, Teflon usw.), deren Dicke 0,1 mm oder weniger beträgt.

5.2 Durchmesser des Messspulenkörpers und Länge der Messplatine

Der Durchmesser des Messspulenkörpers muss so groß sein, dass die Biegedehnung der Probe innerhalb von 2 % gehalten wird.

Die Länge der Messplatine muss in einer Richtung mindestens 30 mm betragen.

5.3 Kryostat für die Messung des Widerstands R_2

In dem Kryostat müssen für die Messung des Widerstands R_2 ein Probenhalter und ein Vorrat von flüssigem Helium vorhanden sein. Die Konstruktion des Probenhalters muss es ermöglichen, die Probe, die auf einem

Messspulenkörper oder einer Messplatine montiert ist, in das Flüssigheliumbad abzusenken oder aus ihm herauszuheben. Außerdem muss die Probenhalterkonstruktion so ausgeführt werden, dass ein Strom durch die Probe fließen und der Spannungsabfall längs der Probe gemessen werden kann.

6 Probenvorbereitung

Die zu messende Probe darf keine Verbindungsstellen oder Spleißungen aufweisen und muss 30 mm lang oder länger sein. Der Abstand zwischen den Spannungsabgriffen (L) muss 25 mm oder mehr betragen. Das Thermometer zur Messung der tiefen Temperatur muss nahe an der Probe befestigt werden.

Die Probe muss mechanisch auf der isolierten Oberfläche des Messspulenkörpers oder der Messplatine fixiert werden. Besondere Vorsicht ist erforderlich während der messtechnischen Vorbereitung und beim Einsetzen der Probe in den Messspulenkörper oder in die Messplatine, damit keine übermäßigen Kräfte, die unerwünschte Biegedehnungen oder Zugdehnungen verursachen können, auf die Probe ausgeübt werden.

Die Probe muss mit Stromkontakten in der Nähe der beiden Proben-Enden und mit einem Paar Spannungsabgriffen längs des mittleren Teils der Probe versehen werden. Die Probe muss für diese Messungen auf einem Messspulenkörper oder einer Messplatine montiert werden. Die Messungen des Widerstands R_1 und die Messung des Widerstands R_2 müssen an ein und derselben Probe und mit derselben Montage durchgeführt werden.

7 Messungen

7.1 Widerstand (R_1) bei Raumtemperatur

Die montierte Probe muss bei Raumtemperatur (T_m (°C)) gemessen werden, wobei T_m die folgende Bedingung erfüllt: $0 \leq T_m \leq 35$. Der Strom in der Probe (I_1 (A)) muss so eingestellt werden, dass die Stromdichte, bezogen auf die gesamte Querschnittsfläche des Drahts, im Bereich von 0,1 A/mm² bis 1 A/mm² liegt, und die resultierende Spannung (U_1 (V)), I_1 und die Temperatur T_m müssen registriert werden. Die Gleichung (2), siehe unten, muss angewendet werden, um den Widerstand (R_m) bei Raumtemperatur zu berechnen. Der Widerstand R_1 bei 20 °C (293 K) muss berechnet werden mit Hilfe der Gleichung (3) für einen Draht mit Cu-Matrix. Für Drähte, die kein Reinkupfer enthalten, muss der Wert von R_1 zum Wert von (R_m) ohne irgendeine Temperaturkorrektur gleichgesetzt werden.

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

$$R_1 = \frac{R_m}{[1 + 0,00393 \times (T_m - 20)]} \quad (3)$$

7.2 Widerstand (R_2^*) unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung

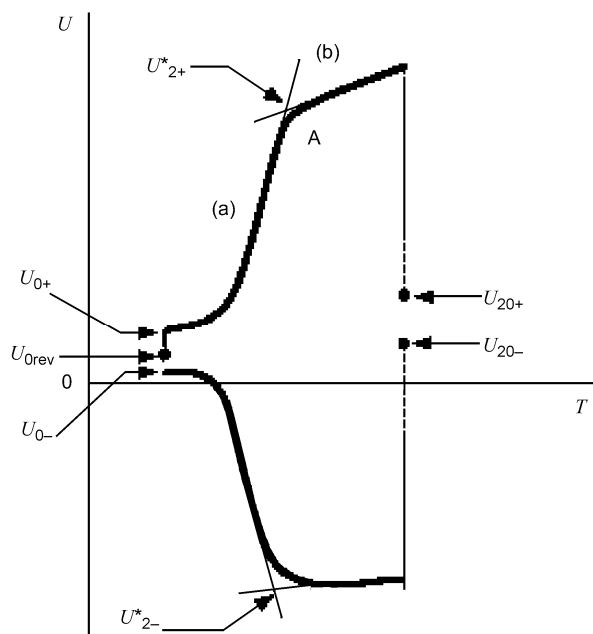
Im gedehnten Zustand der Probe ist der bei tiefer Temperatur gemessene Widerstand (R_2^*) nicht der exakte Wert von R_2 . Die entsprechende Korrektur des Dehnungseffektes wird in 7.3 beschrieben.

7.2.1 Die Probe, die noch montiert ist wie bei der vorausgegangenen Messung bei Raumtemperatur, muss in den für elektrische Messungen ausgerüsteten Kryostaten gesetzt werden, der in 5.3 spezifiziert ist. Alternativ anwendbare Kryostaten, die mit einem Heizelement arbeiten, um die Probentemperatur stetig zu ändern, werden in Anhang A.2 beschrieben.

7.2.2 Die Probe muss langsam in das Flüssigheliumbad getaucht werden und bis zur Flüssighelium-Temperatur während einer Zeitspanne von mindestens 5 min abgekühlt werden.

7.2.3 Während der Messungen von R_2^* bei tiefer Temperatur muss der Strom in der Probe (I_2) so eingestellt werden, dass die Stromdichte, bezogen auf die gesamte Querschnittsfläche des Drahts, im

Bereich von $0,1 \text{ A/mm}^2$ bis 10 A/mm^2 liegt, und die resultierende Spannung U (V) und die Probentemperatur T (K) müssen registriert werden. Um das Signal/Rausch-Verhältnis ausreichend hoch zu halten, muss die Messung unter der Bedingung ausgeführt werden, dass der Absolutwert der resultierenden Spannung oberhalb des Übergangs zur Supraleitung höher ist als $10 \mu\text{V}$. Eine grafische Darstellung der Daten, die aufgenommen werden müssen, und ihre Analyse werden in Bild 2 gezeigt.



Die Spannungen mit den Indizes + und – sind die Spannungen, die jeweils bei den ersten und zweiten Messungen für positive bzw. negative Stromrichtung gemessen wurden, und U_{20+} und U_{20-} sind die Spannungen, die bei Strom null gemessen wurden. Der Übersichtlichkeit halber sind U_{0rev} und U_{0-} nicht zusammenfallend gezeichnet.

Bild 2 – Kurven für die Spannung als Funktion der Temperatur und Definitionen der Spannungen

7.2.4 Wenn die Probe im supraleitenden Zustand ist und der Messstrom (I_2) zugeführt wird, müssen zwei Spannungen nahezu simultan gemessen werden, U_{0+} (die Anfangsspannung, aufgenommen mit positiver Stromrichtung) und U_{0rev} (die bei kurzer Änderung der Stromrichtung aufgenommene Spannung). Eine zuverlässige Messung von R_2^* verlangt, dass keine übermäßigen Störspannungen auftreten und dass die Probe zu Beginn im supraleitenden Zustand ist. Somit muss die folgende Bedingung für eine gültige Messung eingehalten werden:

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

Dabei ist $\bar{U}_2$ die mittlere Spannung an der Probe bei tiefer Temperatur im normal leitenden Zustand, der in 7.2.10 definiert ist.

7.2.5 Die Probe muss allmählich erwärmt werden, so dass sie vollständig in den normal leitenden Zustand übergeht. Wenn der in 5.3 spezifizierte Kryostat für die Widerstandsmessung benutzt wird, kann dies in einfacher Weise durch Anheben der Probe auf eine ausreichende Höhe oberhalb des Flüssighelium-Spiegels erreicht werden.

7.2.6 Die Kurve für die Spannung an der Probe als Funktion der Temperatur muss in der Weise aufgenommen werden, dass eine Temperaturanstiegsgeschwindigkeit von $0,1 \text{ K/min}$ bis 10 K/min eingehalten wird.

7.2.7 Die Aufnahme der Kurve für die Spannung als Funktion der Temperatur muss fortgesetzt werden während des Übergangs und bis zum normal leitenden Zustand, ansteigend bis zu einer Temperatur etwas unterhalb von 15 K. Dann muss der Strom in der Probe auf null herabgesetzt werden, und die zugehörige Spannung U_{20+} muss bei der Temperatur unterhalb 15 K registriert werden.

7.2.8 Die Probe muss dann langsam in das Flüssigheliumbad abgesenkt und auf die gleiche Temperatur innerhalb von ± 1 K abgekühlt werden, bei der der Wert der Anfangsspannung U_{0+} registriert wurde. Ein Messstrom I_2 mit gleichem Betrag, aber negativer Stromrichtung (Stromrichtung entgegengesetzt zu der bei der ersten Kurve verwendeten Richtung) muss in die Probe eingespeist werden, und die Spannung U_{0-} muss bei dieser Temperatur registriert werden. Die in den 7.2.5 bis 7.2.7 beschriebenen Verfahrensschritte müssen wiederholt werden, um die Kurve für die Spannung als Funktion der Temperatur bei diesem negativen Strom aufzunehmen. Außerdem muss U_{20-} bei der gleichen Temperatur innerhalb von ± 1 K registriert werden, bei der U_{20+} registriert wurde.

7.2.9 Jede der beiden Kurven für die Spannung als Funktion der Temperatur muss ausgewertet werden, indem eine Gerade (a) durch die Messwerte gezogen wird, wo der Absolutwert der Spannung steil mit der Temperatur ansteigt (siehe Bild 2), und eine zweite Gerade (b) muss durch die Messwerte oberhalb des Übergangs gezogen werden, wo die Spannung nahezu unabhängig von der Temperatur ist. Am Schnittpunkt dieser zwei Geraden müssen U_{2+}^* und U_{2-}^* jeweils für die Kurven bei positiver bzw. negativer Stromrichtung bestimmt werden.

7.2.10 Die korrigierten Spannungen U_{2+} und U_{2-} müssen mit Hilfe der folgenden Gleichungen berechnet werden: $U_{2+} = U_{2+}^* - U_{0+}$ und $U_{2-} = U_{2-}^* - U_{0-}$. Die mittlere Spannung $\bar{U}_2$ muss definiert werden als

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

7.2.11 Eine gültige Messung von R_2^* verlangt, dass die thermoelektrische Spannungsverschiebung während den Messungen von U_{2+} und U_{2-} in akzeptablen Grenzen bleibt. Hierzu muss für eine gültige Messung die folgende Bedingung eingehalten werden:

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

Dabei sind Δ_+ und Δ_- definiert als $\Delta_+ = U_{20+} - U_{0+}$ und $\Delta_- = U_{20-} - U_{0-}$. Wenn die Messung von R_2^* die Anforderungen an die Gültigkeit nach 7.2.4 und diesem Unterabschnitt hier nicht erfüllt, müssen Verbesserungen entweder an den Geräten oder bei der Versuchsdurchführung vorgenommen werden, um diese Forderungen zu erfüllen, bevor über die Ergebnisse berichtet wird.

7.2.12 Gleichung (7) muss angewendet werden, um den gemessenen Widerstand (R_2^*) unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung zu berechnen.

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

7.3 Korrektur des gemessenen Widerstands R_2^* hinsichtlich der Biegedehnung

Wenn der Supraleiter keinen Reinkupferanteil besitzt, muss R_2 gleich R_2^* gesetzt werden.

Die Biegedehnung muss für eine Probe mit Reinkupferanteil definiert werden durch $\varepsilon_b = 100 \times (h/r)$ (%), wobei h die halbe Dicke der Probe und r der Biegeradius sind. Wenn die Biegedehnung weniger als 0,3 % beträgt, ist keine Korrektur erforderlich und R_2 muss gleich R_2^* gesetzt werden.

Wenn keiner der beiden obigen Fälle zutrifft, muss der Widerstand R_2 unmittelbar oberhalb des Übergangs zur Supraleitung im Zustand ohne Dehnung durch folgende Gleichung berechnet werden:

$$R_2 = R_2^* - \Delta\rho \times \frac{L}{S_{\text{Cu}}} \quad (8)$$

wobei $\Delta\rho$ unten und S_{Cu} und L in 8.4 definiert werden. Die Zunahme des spezifischen Widerstands von reinem Kupfer bei 4,2 K durch die Zugdehnung ε (%) wird ausgedrückt durch die Gleichung

$$\Delta\rho(\Omega \text{ m}) = 6,24 \times 10^{-12} \varepsilon - 5,11 \times 10^{-14} \varepsilon^2; \varepsilon \leq 2\% \quad (9)$$

Die Berechnung nach Gleichung (9) muss durchgeführt werden unter der Annahme, dass die äquivalente Zugdehnung ε gleich $(1/2) \varepsilon_b$ für rechteckige Drähte und $(4/3 \pi) \varepsilon_b$ für Runddrähte ist. Die Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses von der Biegedehnung für reines Kupfer wird in A.1 beschrieben.

7.4 Restwiderstandsverhältnis (*RRR*)

Das Restwiderstandsverhältnis muss mit Hilfe der Gleichung (1) berechnet werden.

8 Messunsicherheit und Stabilität des Messverfahrens

8.1 Temperatur

Die Raumtemperatur muss mit einer Standardmessunsicherheit, die 0,6 °C nicht überschreiten darf, bestimmt werden, während die Probe, die auf dem Messspulenkörper oder der Messplatine montiert ist, auf Raumtemperatur gehalten wird.

8.2 Spannungsmessung

Für die Widerstandsmessung muss das Spannungssignal mit einer relativen Standardmessunsicherheit von 0,5 % oder besser bestimmt werden.

8.3 Strom

Der Messstrom in der Probe muss aus der Spannungs-Strom-Charakteristik eines Normalwiderstands mit der Vierpunktmesstechnik bestimmt werden.

Ein Vierpunkt-Normalwiderstand mit einer relativen kombinierten Standardmessunsicherheit von nicht mehr als 0,3 % muss zur Bestimmung des Stroms in der Probe verwendet werden.

Die Schwankungen des Messstroms in der Probe (Gleichstrom), der von einem Gleichstromnetzgerät geliefert wird, müssen bei jeder Widerstandsmessung kleiner als 0,5 % sein.

8.4 Abmessungen

Der Abstand zwischen den Spannungsabgriffen längs der Probe (L) muss mit einer relativen kombinierten Standardmessunsicherheit von nicht mehr als 5 % bestimmt werden.

Bei einem Draht mit einer reinen Cu-Matrix muss die Querschnittsfläche der Cu-Matrix (S_{Cu}) auf 5 % bestimmt werden, indem der Nennwert für das Verhältnis des Kupferanteils zum Nicht-Kupferanteil und die Nennabmessung der Probe benutzt werden.

9 Prüfbericht

9.1 *RRR*-Wert

Der ermittelte *RRR*-Wert muss angegeben werden als

$$RRR (1 \pm U_{re}) \quad (n = \dots) \quad (10)$$

wobei $U_{re}=2u_r$ ($k=2$) die erweiterte relative Messunsicherheit mit der Messunsicherheit u_r , k ein Erweiterungsfaktor und n die Zahl der Proben ist. Es wird erwünscht, dass n größer als 4 ist, sodass eine Normalverteilung für die Bestimmung der Standardabweichung angenommen werden kann. Wenn n nicht groß genug ist, muss eine quadratische Verteilung angenommen werden. Wenn $n=1$ ist, muss das im Anhang C beschriebene analytische Verfahren mit $b/R_2=1,46 \times 10^{-2}$ benutzt werden, dass aus dem Vergleichstest abgeschätzt wurde.

9.2 Probe

Der Prüfbericht zur Angabe der Ergebnisse der Messungen muss weiterhin die folgenden Punkte aufführen, soweit bekannt:

- Hersteller;
- Klassifizierung und/oder Symbol;
- Form und Fläche des Querschnitts;
- Größe der Querschnittsfläche;
- Anzahl der Filamente;
- Durchmesser der Filamente;
- Verhältnis von Cu zu Nb-Ti, Verhältnis von Cu-Ni zu Nb-Ti oder Verhältnis von Cu, Cu-Ni zu Nb-Ti oder Volumenverhältnis zwischen Cu-Ni, Cu und Nb-Ti;
- Querschnittsfläche der Cu-Matrix (S_{Cu}).

9.3 Messbedingungen

9.3.1 Für die Messungen von R_1 und R_2 müssen folgende Testbedingungen angegeben werden:

- Gesamtlänge der Probe;
- Abstand zwischen den Spannungsabgriffen (L);
- Länge der Stromkontakte;
- Transportstrom (I_1 und I_2);
- Stromdichten (I_1 und I_2 dividiert durch die gesamte Fläche des Drahtquerschnitts);
- Spannungen (U_1 , U_{0+} , U_{0rev} , U_{2+}^* , U_{20+} , U_{0-} , U_{2-}^* , U_{20-} und $\bar{U}_2$);
- Widerstände (R_m , R_1 , R_2^* und R_2);
- spezifische Widerstände ($\rho_1 = (R_1 \times S_{Cu})/L$ und $\rho_2 = (R_2 \times S_{Cu})/L$);
- Material, Form und Abmessungen des Spulenkörpers oder der Platine;
- Befestigungsart der Probe auf dem Spulenkörper oder auf der Platine;
- Isoliermaterial des Spulenkörpers oder der Platine.

9.3.2 Für die Messung von R_1 müssen folgende Testbedingungen angegeben werden:

- Verfahren zum Einstellen der Temperatur und Halten der Probe;
- T_m : Temperatur zur Messung von R_m .

9.3.3 Für die Messung von R_2 müssen folgende Testbedingungen angegeben werden:

- Anstiegsgeschwindigkeit der Temperatur;
- Verfahren zum Abkühlen und Aufheizen.

Anhang A (informativ)

Zusätzliche Information zur Messung des Restwiderstandsverhältnisses (*RRR*)

A.1 Empfehlung zur Ausrichtung der Probe bei der Montage

Liegt die Probe in der Form eines geraden Leiters vor, wird die horizontale Anbringung des Leiters auf der Grundplatte empfohlen, da die horizontale Ausrichtung bei der Befestigung im Vergleich zur vertikalen mögliche thermische Gradienten längs des Leiters verringern kann. Mit horizontaler Ausrichtung ist hier gemeint, dass die Leiterlängsachse parallel zur Oberfläche des flüssigen Heliums orientiert ist.

A.2 Alternative Verfahren zur Anhebung der Probentemperatur über die Temperatur des Übergangs zur Supraleitung

Die folgenden Verfahren werden ebenfalls empfohlen zur Erhöhung der Temperatur der Probe oberhalb des Übergangs zur Supraleitung. Bei diesen Verfahren sollte eine Anstiegsgeschwindigkeit der Temperatur der gesamten Probe im Bereich von 0,1 K/min bis 10 K/min angewandt werden. Besonders sorgfältig sollte auf die Heizleistung, die Wärmekapazität (Probe mit Messspulenkörper oder Messplatine) und den Abstand zwischen dem Heizelement und der Probe geachtet werden, um die Geschwindigkeit des Temperaturanstiegs zu dämpfen und einen großen Temperaturgradienten zu vermeiden.

1) Heizelementverfahren

Die Probe kann über den Übergang zur Supraleitung aufgeheizt werden, indem ein Heizelement an dem Messspulenkörper oder an der Messplatine angebracht wird, nachdem die Probe aus dem Flüssigheliumbad des Kryostaten genommen worden ist.

2) Adiabatische Verfahren

(a) Adiabatisches Verfahren

Bei diesem Verfahren ist im Kryostaten eine Kammer untergebracht, die die Probe, einen Probenhalter, ein Heizgerät usw. enthält. Bevor die Kammer in das Flüssigheliumbad eingetaucht wird, wird Luft aus der Kammer herausgepumpt und Heliumgas eingefüllt. Anschließend wird die Kammer in das Flüssigheliumbad eingetaucht und die Probe auf eine Temperatur von 5 K oder weniger abgekühlt. Nachdem das Heliumgas herausgepumpt worden ist, kann die Probe mithilfe des Heizgeräts adiabatisch auf eine Temperatur oberhalb des supraleitenden Übergangs aufgeheizt werden.

(b) Quasi-adiabatisches Verfahren

Bei diesem Verfahren wird die Probe im Kryostaten während des gesamten Kälteexperimentes in einem gewissen Abstand oberhalb des Flüssigheliumbades gehalten. Eine thermische Anbindung vom Mess-Spulenkörper oder von der Mess-Basisplatte zum Flüssigheliumbad erlaubt es, die Probe auf eine Temperatur von 5 K oder weniger abzukühlen. Die Probe kann mithilfe eines Heizgerätes im Spulenkörper oder der Basisplatte auf eine Temperatur oberhalb des supraleitenden Übergangs quasi-adiabatisch aufgeheizt werden.

3) Refrigeratorverfahren

Bei diesem Verfahren wird eine elektrisch betriebene Kältemaschine (Refrigerator) eingesetzt, um die Probe, die auf einem Messspulenkörper oder einer Messplatine montiert ist, auf eine Temperatur von 5 K oder niedriger abzukühlen. Die Probe kann über den Übergang zur Supraleitung durch ein Heizelement oder durch Regelung der Refrigeratorleistung aufgeheizt werden.

A.3 Alternative Verfahren zur Messung von R_2^*

Die folgenden Verfahren können ebenfalls wahlweise zur Bestimmung von R_2^* angewandt werden.

a) Modifiziertes Referenzverfahren

Dies ist ein vereinfachtes Verfahren, bei dem nur eine Spannungs-Temperatur-Kurve aufgenommen wird. Die Spannung an der Probe wird im supraleitenden Zustand bei einer gewählten Richtung des Stroms (I_2) und dann bei der entgegengesetzten Stromrichtung gemessen. Diese Werte sind U_{0+} und U_{0rev} , wie in Bild A.1 gezeigt. Dann wird die anfängliche Stromrichtung eingestellt. Nach dem Übergang in den normal leitenden Zustand wird die Spannung U'_{2+} gemessen in einem Gebiet der Kurve innerhalb von etwa 4 K oberhalb des Übergangs. Dann wird die Spannung bei Strom null abgelesen (U_{20}). Danach wird die Stromrichtung umgekehrt und die Spannung erneut gemessen (U'_{2-}). Der Tieftemperaturwiderstand wird berechnet aus

$$R_2^* = \frac{\bar{U}_2}{I_2} \quad (A.1)$$

mit

$$\bar{U}_2 = \frac{|U'_{2+} - U'_{2-}|}{2} \quad (A.2)$$

Dies kompensiert näherungsweise den Effekt einer Thermospannung. Die folgenden Bedingungen sollten erfüllt werden, um sicherzustellen, dass der Einfluss einer Störspannung bzw. Thermospannung auf die Bestimmung von R_2^* nicht unzulässig groß wird:

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

$$\frac{|U''_{2+} - U''_{2-}|}{\bar{U}_2} < 3 \%$$

Dabei sind U''_{2+} und U''_{2-} definiert durch $U''_{2+} = |U'_{2+} - U_{20}|$ und $U''_{2-} = |U'_{2-} - U_{20}|$.

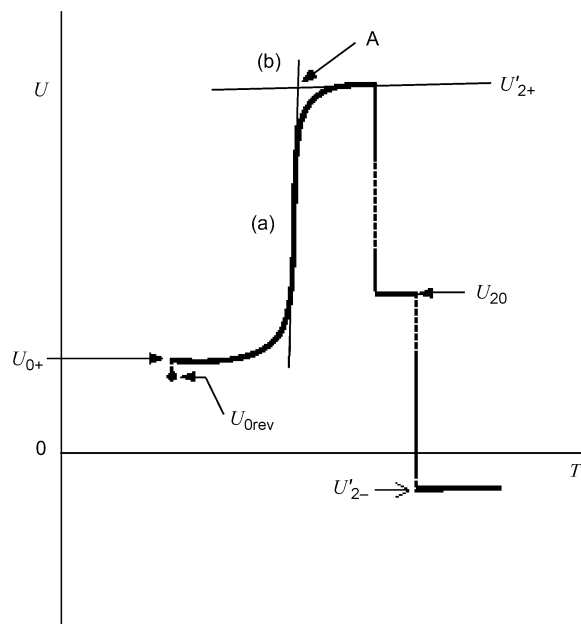


Bild A.1 – Definition der Spannungen

b) Verfahren mit fester Temperatur

Bei diesem Verfahren wird R_2^* unmittelbar bei einer festen Temperatur in einem Plateau bei etwa 4 K oberhalb des Übergangs bestimmt, anstatt das in 7.2 beschriebenen Verfahren zu verwenden. In diesem Fall ist es empfehlenswert, zu überprüfen, dass die Probe als Ganzes bei der festen Temperatur thermisch stabil gehalten wird. Außerdem sollten die Spannungen U_{0+} und U_{0-} , die im Hauptteil des Textes definiert sind, als Nullspannungspegel bei dem Verfahren mit fester Temperatur registriert werden. Um den Einfluss von Thermospannungen zu eliminieren, sollten zwei Spannungswerte an der Probe, z. B. U_{2+} und U_{2-} , nahezu gleichzeitig mit Reversieren des Messstroms aufgenommen werden. Bei dem Verfahren mit fester Temperatur kann der Einfluss von Thermospannungen auf die Bestimmung des Tieftemperaturwiderstands R_2^* gut eliminiert werden.

c) Rechnergestütztes Verfahren

Ein Rechner kann dazu verwendet werden, die Stromrichtung einzustellen, die Erwärmung der Probe zu regeln und die Spannungs-Temperatur-Kurve zu messen. Änderungen der Stromrichtung durch periodische Stromänderungen oder eingeschaltete und ausgeschaltete Zyklen eines periodisch veränderlichen Stroms werden angewandt, um Verschiebungen durch Off-set-Spannungen zu korrigieren, damit die Messungen während eines Zeitraums durchgeführt werden können, in dem die Probentemperatur geändert wird. Dieses Verfahren ist vorteilhaft, wenn der Übergang in den normal leitenden Zustand nicht zu rasch erfolgt. Der Effekt von Thermospannungen sollte auch dabei überprüft werden.

d) Andere vereinfachte Verfahren mit periodischen Kontrollen

Vereinfachte Verfahren ohne Temperaturmessung können ebenfalls akzeptiert werden, wenn ein Prüfer mit ausreichender Erfahrung die Messung mit Hilfe einer vorhandenen Messapparatur durchführt und die folgende Bedingung erfüllt wird: Wenn mit einem vereinfachten Messverfahren durch wiederholte Kontrollen nachgewiesen werden kann, dass es das gleiche Ergebnis wie das Verfahren nach dieser Norm innerhalb der festgelegten Fehlergrenzen liefert, kann das vereinfachte Verfahren anstelle des Referenzverfahrens angewandt werden. Diese periodischen Prüfungen können durchgeführt werden, indem eine der folgenden Messungen ausgeführt wird:

- 1) eine Vergleichsmessung zwischen verschiedenen Laboratorien, wobei ein Laboratorium das Referenzverfahren und ein anderes Laboratorium sein vereinfachtes Verfahren anwendet;
- 2) eine Vergleichsmessung in ein und demselben Laboratorium, wobei das betreffende Laboratorium sein vereinfachtes Verfahren durch Vergleich mit dem Referenzverfahren überprüft;
- 3) wiederholte Messungen mit dem vereinfachten Verfahren an einem kleinen Satz von Referenzproben mit bekannten Werten des Restwiderstandsverhältnisses (RRR -Werten).

A.4 Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses von der Biegedehnung

Im Allgemeinen steigt der spezifische Widerstand (ρ) eines reinen Metalls, z. B. von Kupfer, bei sehr tiefer Temperatur in dem Maße, wie die aufgebrachte Biegedehnung zunimmt. Im Allgemeinen zeigt ein Draht mit vergleichsweise niedrigem ρ eine prozentual größere ρ -Änderung als ein Draht mit vergleichsweise hohem ρ . Bei Raumtemperatur gibt es nahezu keinen Dehnungseffekt für den spezifischen Widerstand eines Metalls. Das bedeutet, dass die Änderung des Restwiderstandsverhältnisses mit der Dehnung stärker ausgeprägt ist für ein Material, dessen Restwiderstandsverhältnis hoch ist. Entsprechend den Vergleichsversuchen [1]¹⁾ war die Abhängigkeit von der Biegedehnung schwach für eine Probe mit niedrigem Restwiderstandsverhältnis. Biegedehnung wird aufgebracht, wenn die Probe auf der Messplatine oder auf dem Messspulenkörper montiert wird. Da die Biegedehnung umgekehrt proportional zu dem Biegeradius ist, wird die Biegedehnung der Probe umso größer, je kleiner der Durchmesser des Messspulenkörpers ist.

Die Zunahme des spezifischen Widerstands, $\Delta\rho$, bei 4 K als Funktion des Kaltverformungsgrads, CW (%), für reines Kupfer ist dargestellt im Kapitel 8 der Literaturangabe [2]. Da der Wert des Kaltverformungsgrads ungefähr gleich dem Wert der Zugdehnung ε ist, wenn ε klein ist, wird das Ergebnis entsprechend Gleichung (9) ausgedrückt. Die Abhängigkeit des Anwachsens des spezifischen Widerstands von Kupfer von der Biegedehnung kann berechnet werden, indem die Biegedehnung durch eine äquivalente Zugdehnung ersetzt wird.

¹⁾ Zahlenangaben in eckigen Klammern beziehen sich auf die Literaturangaben am Schluss dieses Anhangs.

Bild A.2 zeigt die Beziehung zwischen Restwiderstandsverhältnis und Biegedehnung für Nb-Ti-Verbundsupraleiter mit Reinkupfer als Ergebnis der Vergleichsversuche in den Jahren 1993 und 1994. Die eingezeichneten Linien sind die nach Gleichung (9) für die angegebenen Proben berechneten Verläufe. Die Messwerte stimmen grundsätzlich mit den berechneten Werten überein, und Materialien mit hohem Restwiderstandsverhältnis erweisen sich als empfindlich gegenüber Biegedehnung. Unter Verwendung von Gleichung (9) zeigt Bild A.3 die Abhängigkeit für runde Kupferdrähte, wobei das Restwiderstandsverhältnis ohne Dehnung im Bereich von 50 bis 350 variiert. Bild A.4 zeigt die Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses von der Dehnung, normiert auf den Wert bei Dehnung Null. Die gleiche Abhängigkeit für rechteckförmige Drähte wird in den Abbildungen A.5 und A.6 gezeigt. Für Kupfer mit einem Restwiderstandsverhältnis von 350, was die Obergrenze für das Restwiderstandsverhältnis in dieser Norm darstellt, nimmt das Restwiderstandsverhältnis infolge einer Biegedehnung von 2 % bezogen auf die Biegedehnung null um 10 % ab.

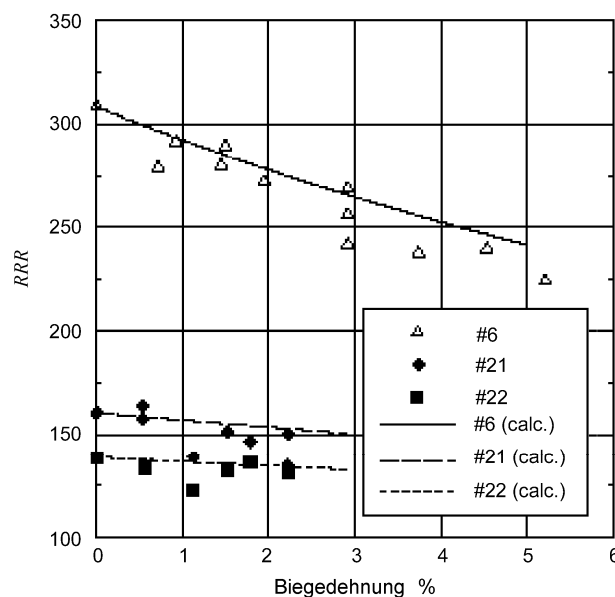


Bild A.2 – Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für die Reinkupfermatrix von Nb-Ti-Verbundsupraleitern (Vergleich zwischen gemessenen Werten und berechneten Werten)

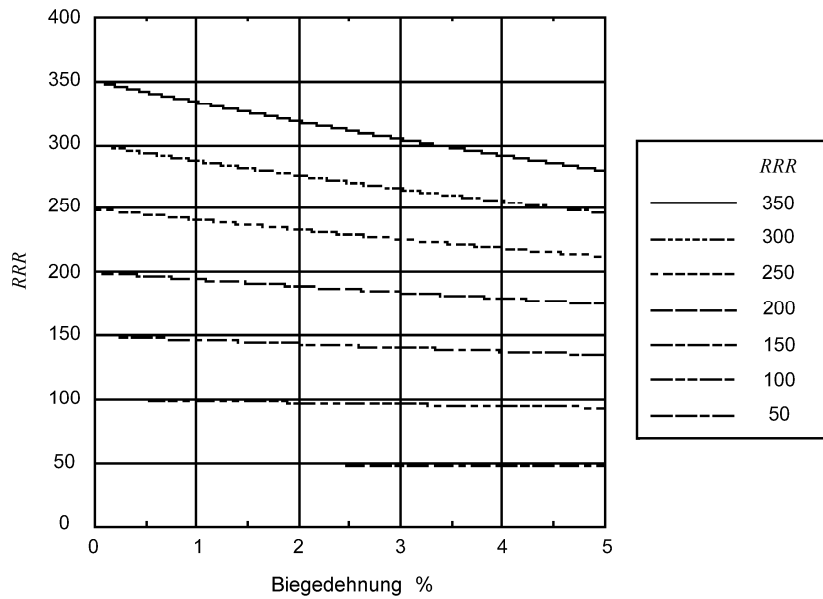


Bild A.3 – Abhängigkeit des Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für runde Kupferdrähte

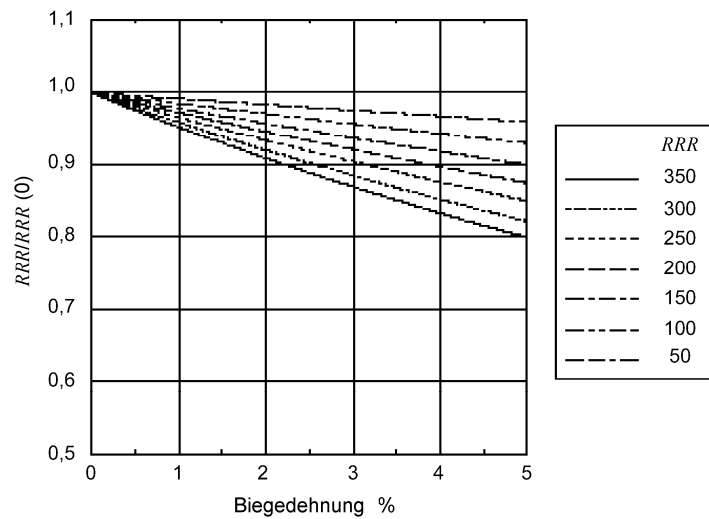


Bild A.4 – Abhängigkeit des normierten Restwiderstandsverhältnisses (RRR) von der Biegedehnung für runde Kupferdrähte