

	DIN EN IEC 61788-23 (VDE 0390-23)	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 2020-09-24

Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN IEC 61788-23
(VDE 0390-23):2019-08

Entwurf

Supraleitfähigkeit –**Teil 23: Messung des Restwiderstandsverhältnisses –****Restwiderstandsverhältnis von hochreinen Niob Supraleitern für Kavitäten (IEC 90/457/CDV:2020);****Deutsche und Englische Fassung prEN IEC 61788-23:2020**

Superconductivity –

Part 23: Residual resistance ratio measurement –

Residual resistance ratio of cavity-grade niobium superconductors

(IEC 90/457/CDV:2020);

German and English version prEN IEC 61788-23:2020

Supraconductivité –

Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle –

Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb à cavités

(IEC 90/457/CDV:2020);

Version allemande et anglaise prEN IEC 61788-23:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-07-24 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an dke@vde.com möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 56 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist

Nationales Vorwort

Die Deutsche Fassung des europäischen Dokuments prEN IEC 61788-23:2020 „Supraleitfähigkeit – Teil 23: Messung des Restwiderstandsverhältnisses – Restwiderstandsverhältnis von hochreinen Niob Supraleitern für Kavitäten“ (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 90/457/CDV:2020 „Superconductivity – Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of cavity-grade niobium superconductors“ unverändert in den Entwurf prEN IEC 61788-23:2020 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 und unterliegt dem Copyright der IEC .

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 dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium K 184 „Supraleiter“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

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

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

Der Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden deutschen Dokumenten ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. IEC ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Das Original-Dokument enthält Bilder in Farbe, die in der Papierversion in einer Graustufen-Darstellung wiedergegeben werden. Elektronische Versionen dieses Dokuments enthalten die Bilder in der originalen Farbdarstellung.

Änderungen

Gegenüber **DIN EN IEC 61788-23 (VDE 0390-23):2019-08** wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Der Titel wurde geändert und mit Bezug auf Niobium von höchster Reinheit (Kavitäts-Güte) präzisiert.
- b) Der Anwendungsbereich wurde aktualisiert.
- c) Überarbeitung und Präzisierung von Beschreibungen zur Durchführung von Messungen und Prüfungen zum besseren Verständnis.
- d) Bezüge und Verweisungen wurden aktualisiert.
- e) Angaben zu Werten, Grenzwerten und Messbedingungen wurden aktualisiert.

**Supraleitfähigkeit –
Teil 23: Messung des Restwiderstandsverhältnisses –
Restwiderstandsverhältnis von hochreinen Niob Supraleitern für Kavitäten**

Inhalt

Seite

Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Prinzip des Verfahrens	5
5 Messgeräte	6
5.1 Spulenkörper oder Messplatte	6
5.2 Kryostat und Befestigung des Messspulenkörpers oder der Messplatte	6
6 Probenvorbereitung	7
7 Messtechnik und Auswertung	8
7.1 Messtechnik	8
7.2 Widerstand (R_1) bei Raumtemperatur	8
7.3 Restwiderstand (R_2) direkt über dem supraleitenden Übergang	8
7.4 Validierung der Restwiderstandsmessung	10
7.5 Restwiderstandsverhältnis	10
8 Messunsicherheit des Prüfverfahrens	10
9 Prüfbericht	10
9.1 Allgemeines	10
9.2 Informationen zur Messung	10
9.3 Informationen zur Probe	10
9.4 Messbedingungen	11
9.5 Restwiderstandsverhältnis (RRR)	11
Anhang A (informativ) Zusätzliche Information zur Messung des Restwiderstandsverhältnisses (RRR)	12
A.1 Betrachtungen bezüglich Proben und Messaufbau	12
A.2 Betrachtungen zur Ausrichtung bei der Probenmontage	13
A.3 Alternative Verfahren zur Anhebung der Probentemperatur über die Temperatur des Übergangs zur Supraleitung	13
A.3.1 Allgemeines	13
A.3.2 Heizelementverfahren	13
A.3.3 Definierte Verfahren	13
A.4 Andere Prüfverfahren	13
A.4.1 Allgemeines	13
A.4.2 Messung des Widerstandes in Abhängigkeit der Zeit	14
A.4.3 Vergleich von Gefrierpunkt und Raumtemperatur	14

A.4.4	Extrapolation des Widerstandes zu 4,2 K	15
A.4.5	Benutzung eines magnetischen Feldes zur Unterdrückung der Supraleitung bei 4,2 K.....	15
A.4.6	Wechselstromverfahren.....	15
Anhang B (informativ)	Messunsicherheitsbetrachtungen	16
B.1	Überblick.....	16
B.2	Definitionen.....	16
B.3	Betrachtung des Konzeptes der Messunsicherheit.....	17
B.4	Beispiel für eine Bestimmung von Messunsicherheiten für TC 90-Normen.....	18
Anhang C (informativ)	Abschätzung der Messunsicherheit des Widerstandsverhältnisses von Nb-Supraleitern	20
C.1	Bestimmung der Messunsicherheit	20
C.1.1	Messunsicherheit der Raumtemperaturmessung	20
C.1.2	Messunsicherheit der Tieftemperaturmessung	21
C.1.3	Bestimmung der Messunsicherheit unter typischen Prüfbedingungen	23
C.2	Zusammenfassung des Rundversuchs	24
Literaturhinweise		25

Bilder

Bild 1	– Zusammenhang zwischen Temperatur und Widerstand nahe am supraleitenden Übergang	5
Bild A.1	– Bestimmung des Wertes R_2 aus einer Widerstand-Zeit-Kurve	14
Bild C.1	– Graphische Darstellung der Messunsicherheit der Regression bezogen auf die Messung von R_2	22

Tabellen

Tabelle B.1	– Ausgangssignale von zwei nominell identischen Dehnungsmessgeräten.....	17
Tabelle B.2	– Mittelwerte von zwei Ausgangssignalen.....	17
Tabelle B.3	– Experimentelle Standardabweichungen von zwei Ausgangssignalen	18
Tabelle B.4	– Standardmessunsicherheiten von zwei Ausgangssignalen	18
Tabelle B.5	– Variationskoeffizienten für zwei Ausgangssignale	18
Tabelle C.1	– Messunsicherheit der gemessenen Parameter	23
Tabelle C.2	– Werte für das RRR aus dem Rundversuch unter Verwendung von Helium	24

Einleitung

Hochreines Niob ist das hauptsächlich verwendete Material bei der Herstellung von supraleitenden Hochfrequenz-Kavitäten. Niob ähnlicher Güte kann für die Herstellung von supraleitenden Drähten verwendet werden. Für Zwecke der Beschaffung von Rohmaterialien und zur Qualitätssicherung für die gelieferten Produkte wird oft das Restwiderstandsverhältnis (RRR) (en: residual resistance ratio) herangezogen, um die Reinheit eines Metalls zu spezifizieren oder zu bewerten. Für andere Metalle als Niob ist das Restwiderstandsverhältnis definiert als das Verhältnis des elektrischen Widerstands, gemessen bei Raumtemperatur (293 K), zum elektrischen Widerstand derselben Probe, gemessen bei tiefer Temperatur ($\sim 4,2$ K). Der Tieftemperaturwiderstand wird oft Restwiderstand genannt. Höhere Reinheiten sind assoziiert mit höheren Werten für das Restwiderstandsverhältnis.

Niob zeigt aufgrund seines Überganges zum supraleitenden Zustand bei $\sim 9,2$ K spezielle Probleme, denn der elektrische Gleichstromwiderstand unterhalb dieser Temperatur beträgt effektiv null Ohm. Mit der obigen Definition ergäbe sich somit ein unendlicher Wert für das Restwiderstandsverhältnis. In dieser Internationalen Norm wird ein Prüfverfahren beschrieben, bei dem das Restwiderstandsverhältnis aus der graphischen Darstellung des Widerstandes in Abhängigkeit des Transportstroms bestimmt wird. Dabei wird die Probe in Abwesenheit eines angelegten magnetischen Felds sukzessive bis durch den supraleitenden Übergang hindurch erwärmt. Dies resultiert in einer Bestimmung des Restwiderstandes bei einer Temperatur von ~ 10 K, also gerade eben oberhalb des Übergangs zur Supraleitung. Aus diesem Wert wird anschließend das Restwiderstandsverhältnis bestimmt.

Auch für die Bestimmung des Restwiderstandsverhältnisses von supraleitenden Drähten existieren internationale Normen. Im Gegensatz zu supraleitenden Drähten, welche gewöhnlich eine Verbindung aus supraleitenden und nicht-supraleitenden Materialien sind, und bei denen das Restwiderstandsverhältnis nur repräsentativ für die supraleitende Komponente ist, besteht hier die gesamte Probe aus supraleitendem Niob. Niob steht üblicherweise in Form eines Bleches, Barrens oder Rohres, nicht aber als Draht zur Verfügung. Für solche Formen werden Probenkörper wahrscheinlich Dimensionen von einigen Millimetern transversal zur elektrischen Stromrichtung aufweisen. Dieser Unterschied ist für die Durchführung von Messungen des elektrischen Widerstands nicht unerheblich, da Niob-Proben wahrscheinlich für das gleiche Länge-zu-Durchmesser-Verhältnis deutlich länger sind als ein Draht, und höhere elektrische Ströme benötigt werden, um ausreichende Spannungssignale zu erzeugen. Eine Anleitung für die Dimensionierung von Proben und elektrischen Anschlüssen ist in [Anhang A](#) beschrieben. Ein Prüfaufbau sollte auch Aspekte wie die Orientierung des Probenkörpers im Verhältnis zur Oberfläche des flüssigen Heliums, die Zugänglichkeit der Anschlüsse durch Öffnungen in gängigen Dewargefäßen für flüssiges Helium, das Design der Stromzuführungen und -kontakte und die Minimierung des thermischen Gradienten über große Probenlängen in Betrachtung ziehen. Diese Aspekte unterscheiden die vorliegende Internationale Norm von verwandten Normen für Drähte.

Es sind verschiedene andere Prüfverfahren angewendet worden, um das Restwiderstandsverhältnis zu bestimmen. In einigen Verfahren wird für den hohen Widerstandswert eine Messung bei einer von 293 K abweichenden Temperatur verwendet. Einige Verfahren nutzen für den niedrigen Widerstandswert eine Extrapolation bei 4,2 K. Ein Vergleich zwischen dem Verfahren dieser Norm und anderen Prüfverfahren wird in [Anhang A](#) dargestellt. Es sollte angemerkt werden, dass bei diesen anderen Verfahren Abweichungen von bis zu 10 % auftreten, was größer als die angestrebte Unsicherheit nach dieser Norm ist. Aus diesem Grund sollte sorgfältig darauf geachtet werden, dass diese Norm angewendet wird, oder die dazu angegebenen Korrekturen, die entsprechend dem verwendeten Prüfverfahren in [Anhang A](#) aufgelistet sind.

Wann immer möglich sollte dieses Prüfverfahren an Händler und Kooperationspartner gegeben werden, die ebenfalls Messungen des Restwiderstandsverhältnisses durchführen. Um die Konsistenz zu fördern, sind die Ergebnisse von Vergleichs-Rundversuchen zwischen verschiedenen Laboren ebenfalls in [Anhang A](#) wiedergegeben.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der internationalen Normenreihe IEC 61788 „Supraleitfähigkeit“ beschreibt ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Restwiderstandsverhältnisses (RRR), r_{RRR} , von Niob mit Kavitäts-Güte. Dieses Verfahren ist für hochreines Niob mit $150 < r_{RRR} < 600$ vorgesehen. Das Prüfverfahren sollte gültig sein für Proben mit einem rechteckigen oder runden Querschnitt mit einer Querschnittsfläche größer als 1 mm^2 aber kleiner als 20 mm^2 , und einer Länge, die nicht kleiner ist als das 10-Fache und nicht größer ist als das 25-Fache der Breite oder des Durchmessers der Probe.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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* (verfügbar unter: www.electropedia.org)

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach IEC 60050-815 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Restwiderstandsverhältnis

RRR (en: residual resistance ratio)

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

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

dabei ist R_1 der Widerstand bei 293 K und R_2 der Widerstand direkt oberhalb des Übergangs zur Supraleitung bei $\sim 10 \text{ K}$.

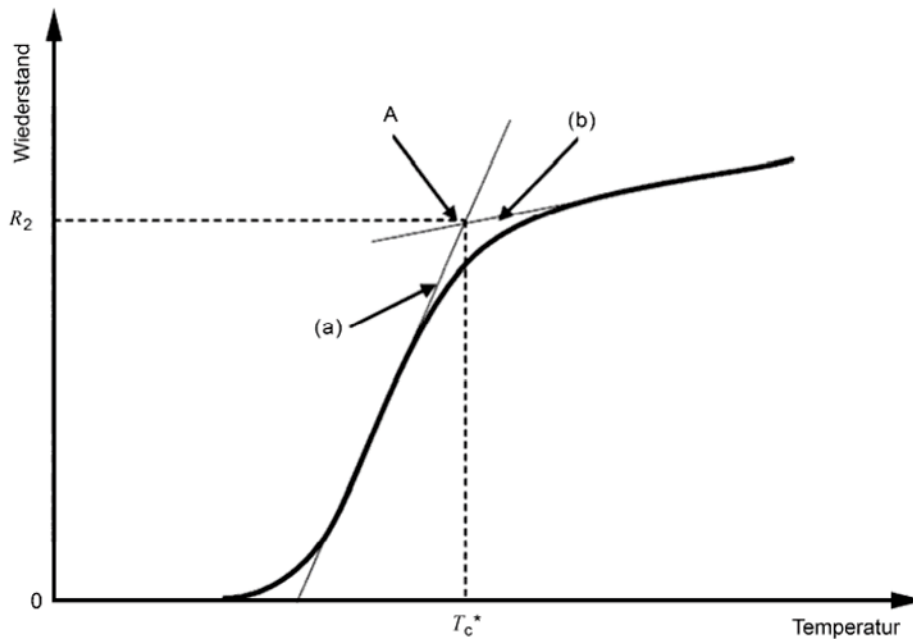


**Bild 1 – Zusammenhang zwischen Temperatur und Widerstand
nahe am supraleitenden Übergang**

Anmerkung 1 zum Begriff: In dieser Norm wird die Raumtemperatur mit 293 K (20 °C) definiert und das Restwiderstandsverhältnis wird wie folgt erhalten: Bild 1 zeigt schematisch die Daten für den Widerstand als Funktion der Temperatur und das graphische Verfahren zur Bestimmung des Wertes von R_2 . In diesem Bild ist, dargestellt durch Linie (a), der Bereich der größten Steigung zu größeren Temperaturen hin extrapoliert und, dargestellt durch Linie (b), der Bereich der kleinsten Steigung bei Temperaturen über der Übergangstemperatur zu niedrigeren Temperaturen hin extrapoliert. Der Schnittpunkt dieser Extrapolationen in Punkt A bestimmt sowohl den Wert von R_2 als auch den Temperaturwert T_c^* .

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Wert T_c^* ist ähnlich dem in [1]¹ definierten Wert beim Übergang und sollte nicht mit dem am Mittelpunkt des Übergangs definierten Wert T_c^* aus [2] verwechselt werden.

Anmerkung 3 zum Begriff: In einigen Normen oder dokumentierten Verfahren, wie z. B. [3 - 6], wird r_{RRR} mit einem Wert R_1 , der bei einer von 293 K verschiedenen Temperatur bestimmt wurde, oder einem Wert R_2 , der unter dem supra-leitenden Übergang bestimmt wurde, definiert. Anwender dieses Dokumentes sollten vor solchen abweichenden Definitionen gewarnt sein.

Anmerkung 4 zum Begriff: Diese Anmerkung betrifft nur die französische Fassung.

4 Prinzip des Verfahrens

Das 4-Punkt-Verfahren zur Bestimmung des Gleichstromwiderstandes muss sowohl bei Raumtemperatur als auch bei tiefen Temperaturen durchgeführt werden. Die Messungen dürfen entweder als Funktion der Temperatur oder als Funktion der Zeit mit steigender Temperatur durchgeführt werden.

Die relative kombinierte Standardmessunsicherheit beträgt 3 % bei einem Erweiterungsfaktor von 2.

Messungen müssen die folgenden Merkmale aufweisen:

- a) Der Messstrom ist ausreichend groß, um Signale in der Größenordnung von 1 μV zu liefern. Zur elektrischen Sicherheit sollte die maximale Stromdichte von 1 A/mm^2 niemals überschritten werden.

¹ Zahlenangaben in eckigen Klammern verweisen auf die Literaturangaben.

- b) Der Kontaktwiderstand der Stromkontakte ist ausreichend klein, um ein übermäßiges Aufheizen der Probe zu verhindern. Typische Tieftemperatur-Messbedingungen erfordern eine Leistungsdissipation an den Kontakten von unter 1 mW.
- c) Die Größe der Proben muss ausreichend groß sein, um durch Schneiden und Handhabung bedingte Schäden zu minimieren. Typische Proben weisen einen Querschnitt von 1 mm bis 3 mm auf und eine Querschnittsfläche von $> 5 \text{ mm}^2$.
- d) Die Länge der Probe muss mindestens das 10-Fache jedoch nicht mehr als das 25-Fache der Breite oder des Durchmessers (größte Querschnittsdimension) aufweisen.

Anhang A befasst sich mit Betrachtungen zur Dimensionierung von Proben und zu Messströmen.

5 Messgeräte

5.1 Spulenkörper oder Messplatine

Es ist ein gerader Spulenkörper oder eine gerade Messplatine zu verwenden, um die Probe zu befestigen. Mögliche Materialien für die Konstruktion sind unter anderem reines Kupfer, reines Aluminium, reines Silber; Cu-Zr, Cu-Cr-Zr, Cu-Be und andere Kupferlegierungen von elektrotechnischer Güte; Al-Mg, Al-Ag und andere Aluminiumlegierungen von elektrotechnischer Güte und Silberlegierungen von elektrotechnischer Güte. Diese bieten eine hohe thermische Leitfähigkeit und verhindern thermische Gradienten während einer Messung. Es sollte sorgfältig darauf geachtet werden, dass die Probe gegen den Spulenkörper isoliert ist. Mögliche isolierende Materialien sind unter anderem Polyethylenterephthalat, Polyester und Polytetrafluoroethylene, welche als Folien, Bänder oder Beschichtungen benutzt werden können. Glasfaserverstärktes Epoxidharz oder andere Verbundmaterialien mit einer guten thermischen Leitfähigkeit bei tiefen Temperaturen können ebenfalls genutzt werden.

Die Messplatine sollte eine saubere und glatte Oberfläche besitzen. Es sollten keine Grate, Kanten, Spalten oder anderen Unebenheiten vorhanden sein, die die Probe beeinflussen könnten. Proben aus hochreinem Niob sind weich und anfällig für Verformungen durch Oberflächendefekte, die die Probe verändern und die Widerstandsmessung ungültig machen können.

Der Spulenkörper oder die Messplatine müssen die gesamte Länge und Breite der Probe abdecken. Die Verarbeitung des Spulenkörpers oder der Messplatine sollte auf die Probe keine Biegedehnung von mehr als 0,2 % ausüben.

Ein Thermometer mit einer Fehlergrenze von 0,1 K ist hilfreich, wird aber nicht vorausgesetzt. Der Spulenkörper oder die Messplatine kann eine Befestigung für ein Tieftemperaturthermometer besitzen, das in der Nähe des Zentrums der Probe liegt.

Geeignete Messplatinen sind mindestens 30 mm lang, um der Zusammensetzung von Teilen und der Handhabung von Proben mit Menschenhänden entgegenzukommen. Mehrere Proben können auf einer einzelnen Messplatine befestigt werden.

5.2 Kryostat und Befestigung des Messspulenkörpers oder der Messplatine

Im Messaufbau müssen Vorkehrungen für eine mechanische Unterstützung des Spulenkörpers oder der Messplatine getroffen werden. Zusätzlich muss die Befestigung die elektrischen Kontakte für den Probenmessstrom, die Probenmessspannung und den benötigten Strom und die Spannung für die Thermometer führen. Für R_1 und R_2 muss die Befestigung erlauben, dass Strom nur durch die Probe fließt, damit die gesamte gemessene Spannung nur der von der Probe erzeugten Spannung entspricht.

Der Befestigungsaufbau muss eine Messung von sowohl R_1 als auch R_2 ohne Aus- und Einbau der Probe erlauben. Die Messung von R_2 muss die Benutzung eines Kryostaten erfordern, der im Befestigungsaufbau integriert sein muss.

Der Kryostat muss ein Flüssigheliumreservoir an der Unterseite einer beträchtlichen, vertikal ausgerichteten Aussparung besitzen. Ein Befestigungsaufbau muss eine Erhebung und Absenkung der Probe in das oder aus dem Heliumbad ermöglichen. Darüber hinaus muss eine Möglichkeit zum Feststellen der Probenposition im flüssigen Helium oder über der Oberfläche auf verschiedenen Höhen gegeben sein. Eine solche Aufhängung erlaubt ein Temperaturgleichgewicht während der Messung und eine langsame Erhöhung der Temperatur mit der Höhe über dem Heliumbad. Alternativ kann eine Absenkung in das Heliumbad mit anschließender Anpassung des Heliumlevels durch Aufkochen oder Drucktransfer zur Variation der Temperatur genutzt werden.

Ein Heizer kann genutzt werden, um den Spulenkörper oder die Messplatine zu heizen. Es sollte darauf geachtet werden, dass der Heizer entlang des Spulenkörpers verteilt ist und übermäßige Leistungen vermieden werden. Zum Beispiel könnte eine Punktquelle mit 1 W Heizleistung im Zentrum eines 1 cm^2 -Spulenkörpers, auf dem eine 5 cm-Probe angebracht ist, einen thermischen Gradienten von $2,5\text{ K}$ entlang der Probe erzeugen, wenn die thermische Leitfähigkeit $100\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$ beträgt.

Geeignete Tieftemperaturverfahren sind bei der Konstruktion von Kryostat und Messaufbau zu befolgen. Dies schließt auch den Einsatz von Materialien mit niedriger Leitfähigkeit ein, wie z. B. dünnwandige nichtrostende Stahlrohre, Verbundmaterialien, Keramiken oder Isolierung, um übermäßiges Verdampfen durch Wärmeeintrag von der Umgebung zu verhindern. Ein Einschließen der Messplatine oder des Spulenkörpers mit einer Kanne oder einem Schild kann die thermische Stabilität erhöhen. Maßnahmen zur Druckentlastung und Vakuumisolierung des flüssigen Heliums sollten im Messaufbau enthalten sein.

6 Probenvorbereitung

Hochreines Niob ist leicht verformbar, und selbst kleinste Kräfte können zu einer Verformung des Materials führen. Da Versetzungen eine Ursache für Elektronenstreuung sind, kann eine Probenverformung unbeabsichtigt zum Restwiderstand beitragen und das Prüfergebnis beeinflussen. Daher sind besondere Vorschriften bei der Probenpräparation zu beachten. Schneidetechniken müssen Hitze und Dehnung nach Möglichkeit verhindern. Erodieren, Flüssigkeitsstrahlschneiden oder konventionelles Bearbeiten mit niedrigen Geschwindigkeiten sind akzeptable und weitverbreitete Verfahren zur Anwendung mit hochreinem Niob. Aus größeren Teilen geschnittene Proben sollten während dem Transport geschützt und an einem Stützteil befestigt werden. Maßnahmen zur Entgratung von Proben sollten mit großer Achtsamkeit durchgeführt werden, um Biegungen, übermäßige Hitze oder anderweitige Schäden an der Probe zu verhindern. Leichtes Schleifen mit feinem Papier ist ein annehmbarer Ansatz.

Proben sollten rechteckige oder runde Barren mit einem einheitlichen Querschnitt sein. Lange Seiten der Probe müssen parallel ausgerichtet sein. Drehungen oder Krümmungen jeglicher Art sind zu verhindern, um sicherzustellen, dass es zu keinen Biegungen oder Verdrehungen beim Anbringen der Probe am Spulenkörper oder der Messplatine kommt. Proben in Form eines Bogens oder eines „U“ sind akzeptabel, sofern die gesamte Krümmung ohne Verdrehungen auf einer Fläche angebracht werden kann.

Die Proben müssen sauber sein und keine Rückstandsspuren von Schneideflüssigkeiten oder anderen Oberflächenverunreinigungen aufweisen. Zur Reinigung von Rückständen wird bevorzugt: eine Entfettung mit Lösemitteln, gefolgt von einer Ultraschallreinigung mit einem milden Reinigungsmittel auf Wasserbasis, anschließend Abspülen mit destilliertem oder ultrareinem Wasser und Trocknen in Luft. Chemisches Ätzen zur Reinigung der Oberfläche birgt das Risiko von Verunreinigungen, vor allem durch Wasserstoff und Sauerstoff, und sollte vermieden werden. Sanftes mechanisches Polieren der Bereiche, an denen Spannungsabgriffe und Stromkontakte anliegen, ist für gewöhnlich ausreichend, um Oberflächenoxide zu entfernen. Eine Beschichtung dieser Bereiche mit Indiumfolie oder anderen Metallen, z. B. durch Aufdampfen oder Sputtern, ist eine annehmbare Technik, um polierte Kontakte zu schützen, sofern darauf geachtet wird, dass eine komplette Beschichtung der Probe verhindert wird.

Die Versuchsprobe muss aus einem einzelnen Stück bestehen und darf keine Lötstellen oder Klebeverbindungen enthalten.

Die Versuchsprobe ist mechanisch am Spulenkörper oder der Messplatine zu befestigen. Besondere Vorsicht ist während der Installation und dem Einsetzen der Probe erforderlich, um keine übermäßigen Kräfte, Biege- oder Zugspannungen oder Drehkräfte auf die Probe wirken zu lassen.

Die Versuchsprobe muss so eingebaut werden, dass die Stromkontakte nahe den Enden der Probe anliegen und ein Paar Spannungskontakte über dem zentralen Teil zwischen den Stromkontakten, d. h. entsprechend dem 4-Punkt-Messverfahren anliegen. Die Spannungskontakte müssen zu den Stromkontakten einen Abstand besitzen, der nicht kleiner ist als die größte Abmessung (Breite, Dicke oder Durchmesser) transversal zur Probenlänge.

7 Messtechnik und Auswertung

7.1 Messtechnik

Moderne Spannungsquellen können per Computer gesteuert werden und besitzen zahlreiche Funktionen, die eine Fernkontrolle des Stromoutputs erlauben. Die Benutzung derartiger Spannungsquellen wird nicht vorausgesetzt, könnte aber die Automatisierung von Messungen deutlich vereinfachen. Ein gepulster Betrieb ermöglicht eine Begrenzung des fließenden Stroms auf die Messzeit, wodurch eine Generierung von Wärme außerhalb der Messzeit unterbunden wird. Wenn ein gepulster Betrieb benutzt wird, muss die Pulsdauer genügend Spielraum bieten, damit das Spannungssignal sich stabilisieren und gefiltert werden kann.

Einige Spannungsquellen verfügen über einen eingebauten Nebenwiderstand, um den fließenden Strom zu regulieren. Wenn eine solche Spannungsquelle verwendet wird, muss der interne Nebenwiderstand regelmäßig mit einem externen Nebenwiderstands- und Spannungsmessgerät kalibriert werden.

Der Messaufbau kann zu einer beliebigen Grundspannung U_0 führen, die möglicherweise messbar ist, wenn sich die Probe im supraleitenden Zustand befindet und die Spannungsquelle ausgeschaltet ist. Der Wert U_0 kann über die Zeit aufgrund von thermischen Änderungen der Umgebung und anderen Effekten driften. Komplexere Messgeräte besitzen einen Ausgleich für das Driften und automatisches Nullen, so dass das zeitliche Mittel von U_0 gleich null ist. Digitale Spannungsmeter sind keine Voraussetzung, können die Messung aber deutlich verbessern. Neben dem Ausgleich für das Driften und Nullen der Spannung kann die Genauigkeit der Spannungsmessung durch Filtern und internen Ausgleich von thermisch bedingten Spannungen verbessert werden. Beim Filtern sollte das Spannungssignal über mindestens einen Zeitraum gemittelt werden, der der thermischen Zeitkonstante des Aufbaus bei tiefen Temperaturen entspricht, üblicherweise in der Größenordnung von 0,1 s bis 10 s. Es sollte darauf geachtet werden, dass die Funktionsweise der Korrekturen der Spannung bezüglich Drift und thermalen Effekten verstanden wird. Sensitive Spannungsmessgeräte, insbesondere Nanovoltmeter, benötigen einen Vorverstärker, der im thermischen Gleichgewicht ist, was unter Umständen einen mehrstündigen Betrieb vor der Messung voraussetzt.

Computergestützte Messungen vereinfachen die Aufzeichnung und Darstellung der Daten deutlich.

7.2 Widerstand (R_1) bei Raumtemperatur

Die Umgebungstemperatur T_1 des Messlabors muss gemessen werden. Ein Probenstrom I_1 ist entsprechend den in [Abschnitt 4](#) gegebenen Voraussetzungen anzulegen. Die resultierende Spannung U_1 muss zusammen mit I_1 und T_1 aufgezeichnet werden. Der Widerstand ist zu bestimmen nach

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

Dabei ist T_1 in der Einheit Kelvin angegeben. Der Koeffizient 0,0037 spiegelt die experimentell beobachtete Änderungsrate des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur im Intervall 273–300 K wider, siehe [\[7\]](#).

7.3 Restwiderstand (R_2) direkt über dem supraleitenden Übergang

Die Messung von R_2 muss mit der Probe durchgeführt werden, solange diese noch auf dem Spulenkörper oder der Messplatine für die Messung von R_1 befestigt ist.

Die Probe muss in einen Kryostaten positioniert werden, wie in 5.2 beschrieben. Die Probe ist langsam in das Flüssigheliumbad zu tauchen und bis zur Flüssighelium-Temperatur abzukühlen. Während das anfängliche Absenken der Probe zu einem intensiven Aufkochen des flüssigen Heliums führt, kann es bis zu 5 min dauern, bis die Wärme vom Spulenkörper entzogen ist, insbesondere wenn dieser abgeschirmt ist. Während dieser Phase darf ein Strom fließen gelassen und die Spannung beobachtet werden, aber es darf keine Messung durchgeführt werden, bis das intensive Verdampfen vorüber ist.

Nachdem sich die Verdampfungsrate auf ein für Messungen geeignetes Maß reduziert hat, muss die Spannung U_0 aufgezeichnet werden, während die Probe in flüssiges Helium eingetaucht ist. Die Probe sollte sich unter diesen Bedingungen im supraleitenden Zustand befinden. Dann ist ein Strom I_2 nach den Anforderungen von Abschnitt 4 und unter Erwägung der den Betrachtungen von Abschnitt 5 anzulegen. Spannungsmessungen müssen jeweils für beide Strompolaritäten U_0^+ und U_0^- erfasst werden. Alle Abweichungen zwischen U_0 , U_0^+ und U_0^- sind festzuhalten.

Die Probe muss anschließend langsam erwärmt werden, so dass der Übergang aus dem supraleitenden Zustand in den normalleitenden Zustand allmählich durchlaufen wird. Zum Beispiel erlaubt ein Aufbau nach Abschnitt 6 ein langsames Erwärmen, indem der Spulenkörper auf eine Höhe oberhalb des Füllstandes des flüssigen Heliums angehoben wird. Die zwei Spannungen U_2^+ und U_2^- müssen annähernd gleichzeitig mit dem Anlegen des gleichen Messstroms I_2 , entsprechend der Vorwärts- und Rückwärtsrichtung, gemessen werden. Der Strom darf nicht angelegt werden, wenn keine Messungen aufgezeichnet werden. Die Spannung U_2 ist zu bestimmen nach

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

wobei darauf hingewiesen werden sollte, dass die Vorzeichen von U_2^+ und U_2^- entgegengesetzt sind, d. h. Gleichung (3) beschreibt den Mittelwert von zwei Zahlen ähnlicher Größe. Ein Widerstand R ist aus der Spannung zu bestimmen mit

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

Beim Aufwärmen der Probe muss der Widerstand R als Funktion der Temperatur T , bestimmt durch das am Spulenkörper oder der Messplatte befestigten Thermometer, aufgezeichnet werden. Graphische Hilfsmittel und Analysesoftware sind akzeptierte Werkzeuge, um die Widerstand-Temperatur-Kurve zu plotten und um Extrapolationen durchzuführen.

Eine Widerstand-Temperatur-Kurve ist, wie in Bild 1 dargestellt, zu erfassen. Die Widerstand-Temperatur-Kurve muss kontinuierlich bis zu einer Temperatur von mindestens 15 K aufgezeichnet werden. Die Widerstand-Temperatur-Kurve ist auszuwerten, indem eine Gerade durch den Bereich größter Steigung nahe dem Mittelpunkt des Widerstandsanstiegs, Gerade (a) in Bild 1, gezeichnet und anschließend diese Gerade ausreichend über den Wert von R bei 15 K extrapoliert wird. Eine zweite Linie muss gezeichnet werden durch den Bereich der Widerstand-Temperatur-Kurve über dem Übergang, wo der Widerstand nahezu unabhängig von der Temperatur ist, Gerade (b) in Bild 1, und diese Linie muss ausreichend zu niedrigen Temperaturen extrapoliert werden, so dass sie Gerade (a) schneidet. Der Schnittpunkt ist in Bild 1 als Punkt A bezeichnet. Der Wert des Widerstands R_2 , entsprechend dem Schnittpunkt A, muss zusammen mit dem Wert der Temperatur T_c^* , entsprechend dem Schnittpunkt A, aufgezeichnet werden.

7.4 Validierung der Restwiderstandsmessung

Die Bestimmung von R_2 ist als gültig zu betrachten, wenn alle folgenden Kriterien erfüllt sind. Für Störspannungen muss gelten:

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

Die thermische Drift oder die thermische Streuung muss so sein, dass, aufgezeichnet bei einer Temperatur nahe T_c^* für aufeinanderfolgende Werte von U_2^+ und U_2^- gilt

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

Für den thermischen Offset bei Raumtemperatur muss gelten

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

7.5 Restwiderstandsverhältnis

Das Restwiderstandsverhältnis (RRR, residual resistance ratio) ist nach [Gleichung \(1\)](#) zu berechnen und aufzuzeichnen.

8 Messunsicherheit des Prüfverfahrens

Basierend auf einem Vergleich über mehrere Prüflabore (wie weiter in [C.2](#) ausgeführt) wurde eine typische Messunsicherheit von 0,3 % bis 1,3 % erhalten.

9 Prüfbericht

9.1 Allgemeines

Ein Prüfbericht muss erstellt werden, um die Ergebnisse der Prüfungen zur Untersuchung des Restwiderstandsverhältnisses zusammenzufassen.

9.2 Informationen zur Messung

Die folgenden Informationen müssen aufgezeichnet werden, um die Prüfergebnisse festzuhalten:

- a) Datum und Zeitpunkt der Messung;
- b) Name des Anwenders;
- c) verwendete Version dieser Norm.

9.3 Informationen zur Probe

Die folgenden für die Probe relevanten Informationen müssen im Prüfbericht enthalten sein:

- a) Händlerinformationen zur Temperatur, Herstellung oder andere Informationen zur Nachverfolgung, wie z. B. die Bestellnummer;
- b) Identifikationsnummer des Blechs oder Teils, wenn vorhanden;
- c) Probenform und Einbauposition im Heliumbad.

9.4 Messbedingungen

Die folgenden Messbedingungen müssen im Prüfbericht enthalten sein:

- a) Raumtemperatur T_1 ;
- b) Transportströme I_1 und I_2 ;
- c) Spannungen U_1 und U_2 unter Beachtung, dass U_2 mit der Temperatur variiert und deshalb als eine Tabelle oder eine Kurve aufgezeichnet werden muss.
- d) Widerstände R_1 und R_2 ;
- e) Spannungen U_0 , U_0^+ , U_0^- oder Validierungsformel (5).

Die folgenden zusätzlichen Informationen können im Prüfbericht enthalten sein:

- f) Spannungskontaktabstand L ;
- g) Probengrößen und Querschnittsfläche A ;
- h) Resistivität $\rho_1 = R_1 A L^{-1}$ und $\rho_2 = R_2 A L^{-1}$.

9.5 Restwiderstandsverhältnis (RRR)

Das Restwiderstandsverhältnis muss in der Form $r_{RRR} \pm u_{RRR}$, z. B. $300 \pm 19,2$ ($k = 2$), angegeben werden, wobei u_{RRR} die kombinierte Standardmessunsicherheit nach [Anhang C](#) ist. Alternativ kann r_{RRR} als der kleinste Wert, z. B. mindestens 285, angegeben werden, um damit die untere Grenze eines durch die Messunsicherheit bestimmten Konfidenzintervalls zu beschreiben. Es ist nicht erforderlich, die Messunsicherheit für die einzelne Messung anzugeben.

Zusätzliche Informationen zur Messung des RRR sind in [Anhang A](#) angegeben. [Anhang B](#) beschreibt Definitionen und ein Beispiel für die Messunsicherheit bei Messungen. Die Bewertung der Messunsicherheit bei der Referenz-Messmethode von RRR in Verbundleitern wird zum Vergleich in [Anhang C](#) angegeben.

Anhang A (informativ)

Zusätzliche Information zur Messung des Restwiderstandsverhältnisses (RRR)

A.1 Betrachtungen bezüglich Proben und Messaufbau

Die Anforderungen in [Abschnitt 4](#) implizieren mehrere generelle Richtlinien zur Vorbereitung von Proben und der Konfiguration des Messaufbaus:

- Niob-Bleche sind typischerweise zwischen 2 mm und 5 mm dick. Daraus folgt eine typische Probenquerschnittsfläche A von $\sim 10 \text{ mm}^2 = 0,1 \text{ cm}^2$, wenn ein Barren geformt wird, dessen Breite etwa der Blechdicke entspricht.
- Der Spannungskontaktabstand hängt von der Größe des Aufbaus ab, kann aber nicht mehr als etwa 80 % der Länge eines aus einem Blech geschnittenen Niob-Barrens sein. Um flüssiges Helium einzusparen, ist dies maximal 10 cm, so dass ein Spannungskontaktabstand L zwischen 2 cm und 5 cm realistisch ist.
- Mit einer Resistivität ρ von etwa $15 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ für reines Niob bei 293 K ist der typische Widerstand eines Niob-Barrens gegeben durch $R = \rho L/A = 15 \mu\Omega \cdot \text{cm} \times 5 \text{ cm} / 0,1 \text{ cm}^2 = 750 \mu\Omega$.
- Wenn $r_{\text{RRR}} = 300$, dann kann bei $\sim 10 \text{ K}$ ein Widerstand von $750/300 = 2,5 \mu\Omega$ erwartet werden. Daher sollte bei dem in [Abschnitt 1](#) beschriebenen Anwendungsbereich ein Widerstand zwischen $1,5 \mu\Omega$ und $5,0 \mu\Omega$ erwartet werden.
- Um bei 10 K ein Messsignal von $\sim 1 \mu\text{V}$ zu erzeugen, wie in [Abschnitt 4](#) verlangt, ist ein Strom von $1 \mu\text{V} / 2,5 \mu\Omega = 0,4 \text{ A}$ erforderlich. Daher sollte ein Messstrom von 1 A angepeilt werden, um ausreichend Spielraum für Variationen des Restwiderstandsverhältnisses zwischen verschiedenen Proben zu lassen. Dies entspricht einer Stromdichte von etwa $0,1 \text{ A/mm}^2$.
- Als alternative Richtlinie ergibt sich, mit der Annahme, dass für $r_{\text{RRR}} = 300$ bei 10 K mit einem Strom von 1 A eine Spannung von $1 \mu\text{V}$ erzeugt wird, $(L/A) = 1 \mu\Omega \times 300 / 15 \mu\Omega \cdot \text{cm} = 20 \text{ cm}^{-1}$. Das heißt, wenn die Breite w einer Probe gleich ihrer 0,2 cm bis 0,5 cm Dicke ist, dann ist das Seitenverhältnis der Probe $L/w = (L/A) \times (A/w) = 20 \text{ cm}^{-1} \times (w^2/w) = 20 \text{ cm}^{-1} \times w$ etwa 4 bis 10. Dies rechtfertigt die Anforderung d) aus [Abschnitt 4](#).

Mit einem Messstrom von 1 A sollte ein Kontaktwiderstand von $1 \text{ mW} / (1 \text{ A})^2 = 1 \text{ m}\Omega$ erreicht werden. Dieser Widerstand ist typisch für Kontakte, die eine Kontaktfläche von $\sim 1 \text{ mm}^2$ besitzen. Beispiele sind:

- eine saubere Feststellschraube, die das Niob direkt kontaktiert;
- eine saubere leitende Federklammer, die das Niob direkt kontaktiert;
- eine mit einer Schraube oder Feder fixierte Anschlussklemme oder;
- ein eng um die Kontaktstelle gewickelter angelöteter dünner Cu-Draht (Durchmesser etwa 0,2 mm).

Ein Polieren der Kontaktfläche oder das Aufbringen eines weichen Metalls wie Indium kann den Kontaktwiderstand reduzieren. Kontakte mit einer kleinen Kontaktfläche, wie z. B. Stiftkontakte oder Messerkontakte, liefern wahrscheinlich keine adäquaten Kontaktwiderstände.

- Um eine geeignete Abkühlung und thermischen Kontakt zu den Thermometern zu gewährleisten, sollten für den Messspulenkörper oder die Messplatine, an der die Probe befestigt ist, gute thermische Leiter verwendet werden. Solche Materialien sind u. a. Kupfer, Silber oder Aluminium. Weiche Legierungen dieser Metalle erhöhen die mechanische Festigkeit, ohne die thermische Leitfähigkeit wesentlich zu reduzieren.

A.2 Betrachtungen zur Ausrichtung bei der Probenmontage

Die Ausrichtung der Probe relativ zum Kryostaten ist nicht festgelegt. Die Betrachtungen in [Abschnitt 1](#) führen zu einer Probe, die deutlich länger als die typische Öffnungsbreite am oberen Ende eines Messdewars sein kann. Lange Proben werden daher bequemerweise in vertikaler Ausrichtung durch kleine Öffnungen im Dewargefäß eingeführt. Allerdings können hierdurch thermische Gradienten entlang der Probe auftreten. Eine horizontale Einführung kann thermische Gradienten signifikant reduzieren, kann aber auch unnötige Einschränkungen der Probengeometrie mit sich bringen. „U“-geformte Proben haben sowohl die Fähigkeit, in horizontaler Ausrichtung verwendet zu werden, als auch eine genügend große Länge zwischen den Spannungskontakten zu ermöglichen, solange kein Biegebelastung bei der Probenpräparation aufgebracht wird.

A.3 Alternative Verfahren zur Anhebung der Probentemperatur über die Temperatur des Übergangs zur Supraleitung

A.3.1 Allgemeines

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.

A.3.2 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.

A.3.3 Definierte Verfahren

- a) **Adiabatisches Verfahren:** Bei diesem Verfahren ist im Kryostat 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 unterhalb der Sprungtemperatur abgekühlt. Nachdem das Heliumgas herausgepumpt worden ist, kann die Probe mit Hilfe des Heizgeräts adiabatisch auf eine Temperatur oberhalb des supraleitenden Übergangs aufgeheizt werden.
- b) **Quasi-adiabatisches Verfahren:** Bei diesem Verfahren wird die Probe im Kryostat während des gesamten Kälteexperimentes in einem gewissen Abstand oberhalb des Flüssigheliumbades gehalten. Eine thermische Anbindung vom Messspulenkörper oder von der Messplatine zum Flüssigheliumbad erlaubt es, die Probe auf eine Temperatur unterhalb der Sprungtemperatur abzukühlen. Die Probe kann mit Hilfe eines Heizgerätes im Spulenkörper oder der Basisplatte auf eine Temperatur oberhalb des supraleitenden Übergangs quasi-adiabatisch aufgeheizt werden.
- c) **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 unterhalb der Sprungtemperatur abzukühlen. Die Probe kann über den Übergang zur Supraleitung durch ein Heizelement oder durch Regelung der Refrigeratorleistung aufgeheizt werden.

A.4 Andere Prüfverfahren

A.4.1 Allgemeines

Die kürzlich erschienenen Veröffentlichungen [4 – 6, 8] zeigen den Vergleich verschiedener Verfahren, um das RRR von Nb zu bestimmen.

A.4.2 Messung des Widerstandes in Abhängigkeit der Zeit

Wenn R als Funktion der Zeit bei steigender Temperatur aufgezeichnet wird, dann wird eine Widerstand-Zeit-Kurve wie in Bild A.1 erhalten. Die Widerstand-Zeit-Kurve muss kontinuierlich sowohl unterhalb als auch oberhalb des Übergangs aufgezeichnet werden. Dabei sollte darauf geachtet werden, dass die Probe nicht wieder abgekühlt wird, ohne eine neue Messung von R gegen t zu starten. Die Widerstandsdaten in Abhängigkeit der Zeit werden ausgewertet durch Zeichnen einer Geraden durch den Bereich größter Steigung nahe dem Mittelpunkt des Widerstandsanstiegs (Gerade (a) in Bild A.1), und einer Extrapolation dieser Geraden bis über den nach dem Übergang bestimmten Wert von R hinaus, wobei t_c^* die Zeit angibt, zu der der Übergang vollständig abgeschlossen ist. Eine zweite Gerade muss durch den Bereich der Widerstandsdaten gegen die Zeit nach dem Übergang gezeichnet werden (Gerade (b) in Bild A.1), und diese Gerade wird dann bis zu einem früheren Zeitpunkt extrapoliert werden, bis sie sich mit Gerade (a) schneidet. Der Schnittpunkt wird in Bild A.1 als Punkt A bezeichnet. Der Wert des Widerstandes R_2 , der dem Schnittpunkt A entspricht, muss aufgezeichnet werden.

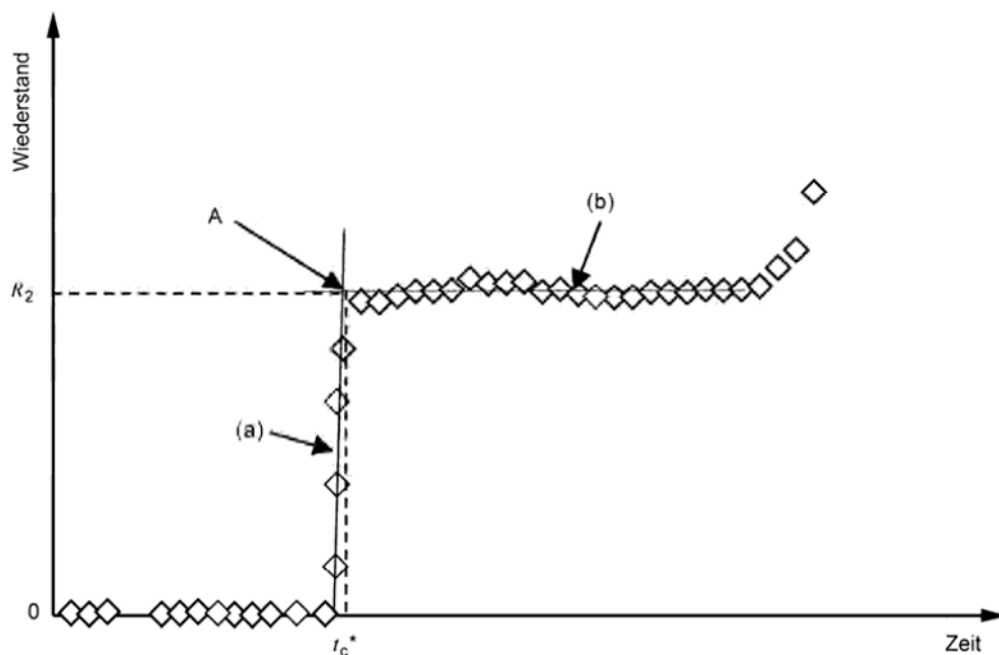


Bild A.1 – Bestimmung des Wertes R_2 aus einer Widerstand-Zeit-Kurve

A.4.3 Vergleich von Gefrierpunkt und Raumtemperatur

Üblicherweise wird in Spezifikationen von metallischem Niob angegeben, dass der Wert von R_1 bei 273 K erhalten wurde. Ein Beispiel hierfür ist [3]. Nach Gleichung (2) beträgt die Abweichung zwischen Werten von R_1 für 273 K und 293 K 7,4 %. Tatsächliche Messungen, entnommen aus dem Rundversuch (Vergleichsversuch unter mehreren Laboratorien; en: Round Robin Test, RRT), der in Abschnitt C.2 beschrieben ist, zeigen eine etwas höhere Abweichung von $(8,2 \pm 0,2) \%$.