

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Superconductivity –

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

Supraconductivité –

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



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2013 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

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

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

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

About IEC publications

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

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

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

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

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

A propos de la CEI

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

A propos des publications CEI

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

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

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

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

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

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Superconductivity –

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

Supraconductivité –

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

U

ICS 29.050

ISBN 978-2-83220-864-9

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

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	7
4 Principle	8
5 Apparatus.....	8
6 Measurement procedure	8
6.1 Preparation of specimen.....	8
6.1.1 General	8
6.1.2 Procedures.....	8
6.2 Measurement	9
6.2.1 Photo of cross-section	9
6.2.2 Transfer.....	9
6.2.3 Cutting.....	9
6.2.4 Measurement of paper mass.....	9
6.3 Test procedure for the second specimen	9
6.4 Paper mass	9
7 Calculation of results	9
8 Uncertainty of the test method	10
9 Test report.....	10
9.1 Copper to non-copper volume ratio.....	10
9.2 Identification of test specimen	10
Annex A (normative) Measurement – Image processing method	11
Annex B (normative) Measurement – Copper mass method	12
Annex C (normative) Measurement method using planimeter	13
Annex D (informative) Specimen polishing method	14
Annex E (informative) Difference of the copper to non-copper volume ratio before and after the Nb ₃ Sn generation heat treatment process	15
Annex F (informative) Paper mass bias at copy	16
Annex G (informative) Cross-sections of Cu/Nb ₃ Sn wires.....	17
Annex H (informative) Uncertainty considerations	18
Annex I (informative) Uncertainty evaluation in the test method of the copper to non-copper volume ratio of Nb ₃ Sn composite superconducting wires.....	23
Figure G.1 – Cross-sections of four Cu/Nb ₃ Sn wire types according to the layout of the stabilizer	17

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –

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

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61788-12 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

INTRODUCTION

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

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

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

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

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

SUPERCONDUCTIVITY –

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

1 Scope

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

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

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

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

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

2 Normative references

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

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

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

3 Terms and definitions

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

3.1

copper to non-copper volume ratio

ratio of the volume of the copper stabilizing material to the volume without copper consisting of Cu/Nb₃Sn wires

4 Principle

The principle of this method is described in the following. A photo of the polished cross-section of the sample wire shall be taken with a metallograph. This photo is traced onto tracing paper, or a copy is made of the photo using a copy machine. The tracing paper or copy is then cut out into different portions to measure the mass of each piece of paper. The copper to non-copper volume ratio can be obtained from the ratio of the paper mass of both portions.

5 Apparatus

The apparatus required for the test includes the following:

- metallograph;
- photomicrographic camera;
- polishing machine;
- balance;

A balance shall have a manufacturer's specified uncertainty of $\pm 0,1$ mg or better.

- scissors or cutter.

6 Measurement procedure

6.1 Preparation of specimen

6.1.1 General

The specimen shall be prepared from a Cu/Nb₃Sn wire before or after the Nb₃Sn generation heat treatment process. Two specimens shall be cut out of a Cu/Nb₃Sn wire being measured.

NOTE In the case of measuring an internal tin processed wire before the treatment, the stabilizer copper is carefully distinguished from copper in other parts.

6.1.2 Procedures

6.1.2.1 Mold

The two specimens shall be molded at the same time for polishing. As the molding material, an appropriate resin shall be used to embed the specimen for observation through the metallograph. When molding, it shall be carefully checked that the cross-section of the specimen is at right angles to the polishing surface as much as possible.

6.1.2.2 Polishing

The specimen shall be polished using emery paper and buffed using an abrasive material. A microscope shall be used to check that the polished surface is smooth enough to ensure good photographing, especially the boundary between the copper and non-copper portions and the periphery of the sample. The surface shall be re-polished, if these areas are not clear because of abrasive scratches. An example of the polishing method is specified in Annex D.

6.1.2.3 Cleaning and drying

The polished specimen shall be cleaned using running water, distilled water, acetone or ethyl alcohol. It shall be checked that the cleaning agent does not dissolve the resin in which the specimen is embedded. An ultrasonic cleaning machine may be used if necessary. After cleaning, the specimen shall be dried with chilled or hot air to prevent the polished surface from oxidizing or discoloring.

6.2 Measurement

6.2.1 Photo of cross-section

A black-and-white or color picture of the cross-section shall be taken using the metallograph.

The magnification shall be selected for the entire cross-section of the specimen to fit within the size of the photo. A photomicrographic camera with as much depth of focus as possible shall be used, so that the boundary between copper and non-copper portions and the periphery of the specimen appear clear and vivid on the photo.

6.2.2 Transfer

The image of the cross-section shall be traced on tracing paper so that the copper portion and non-copper portion can be separated.

As an alternative method, a copy of the photo of the cross-section shall be made using a copying machine. A zoom ratio of the copier that will fit the image in a sheet of paper and allow the cutting work to be done easily shall be selected. If a copy is to be made using a copy machine, a copy of a scale shall be made at the same time, to check that the copier distortion is within ± 1 % (see Annex F).

6.2.3 Cutting

Scissors or a cutter shall be used to cut the tracing paper or the copy into the copper and non-copper portions.

6.2.4 Measurement of paper mass

The first specimen shall be measured twice.

The paper mass of the copper portion and non-copper portion shall be measured with a combined standard uncertainty not to exceed 0,1 mg. Each portion shall be measured twice and the average of the two measurements shall be reported.

During the measurement, caution shall be taken to ensure that the measurement is not affected by humidity. If the mass continues to change, the specimen shall remain in the measurement chamber for about 10 min before resuming the measurement sequence.

6.3 Test procedure for the second specimen

The steps given under 6.2 shall be repeated to measure the paper mass for the second specimen.

6.4 Paper mass

The paper mass of the copper portion (M_{Cu}) to that of the non-copper portion (M_{non}) shall be obtained by averaging the paper mass measured at steps 6.2 and 6.3.

7 Calculation of results

For each measurement taken in 6.2 and 6.3, the copper to non-copper volume ratio shall be obtained from the ratio of the paper mass of the copper portion to that of the non-copper portion. Copper to non-copper volume ratio is expressed as M_{Cu}/M_{non}

The ratio shall be rounded to two decimal places.

8 Uncertainty of the test method

The uncertainty of this test method is affected by the sag of the specimen occurring from polishing, transfer to tracing paper, distortion of the copying machine and uncertainty in cutting out portions from the paper. The relative combined standard uncertainty of this method shall not exceed 2,5 % (using a coverage factor of $k = 1$) as shown in Clause I.1.

9 Test report

9.1 Copper to non-copper volume ratio

The report shall contain the following information:

- a) copper to non-copper volume ratio of each specimen;
- b) wire diameter or size of the cross-section if it is a rectangular shape;
- c) whether the specimens had or had not received the Nb₃Sn generation heat treatment.

The report shall contain the following information if known:

- d) manufacturing method;
- e) configuration of the copper matrix;
- f) photo of cross-section;
- g) measurement conditions and information;
- h) raw measured data;
- i) information of measurement equipment.

9.2 Identification of test specimen

The test specimen shall be identified by the following information if known:

- a) name of the manufacturer of the specimen;
- b) identification number;
- c) billet number.

Annex A (normative)

Measurement – Image processing method

A.1 Method

The following details describe the method that can be used to digitize the image on the cross-sectional photo (image processing method).

- a) Following the steps from 6.1 through 6.2.1, photos of the cross-section of the specimens shall be taken.
- b) Using a scanner, the image of the cross-section photos shall be captured in a personal computer.
- c) Using image analysis software, the number of pixels on the copper portion and non-copper portion shall be determined.
- d) The copper to non-copper volume ratio of the specimen shall be determined using the following equation:

$$R_{Cu,i} = \frac{N_{Cu}}{N_{non}} \quad (A.1)$$

where

$R_{Cu,i}$ is the copper to non-copper volume ratio with image processing method;

N_{Cu} is the number of pixels on the copper portion;

N_{non} is the number of pixels on the non-copper portion.

A.2 Test report

The following information shall be reported in addition to the data listed in Clause 9: image analysis software used.

NOTE 1 Measurement uncertainty of the image processing method is determined by the quality of image of the photo of cross-section. What is necessary to ensure a given level of uncertainty is taking a clear image of the specimen cross-section with a well-polished condition.

NOTE 2 Reproducibility of the measurements taken through the image processing method applied to the image captured from the same position at the same magnification is estimated by a relative combined standard uncertainty not to exceed 5 %.

Annex B (normative)

Measurement – Copper mass method

B.1 Method

The following describes the application of the copper mass method (see IEC 61788-5), which is employed for measuring the copper to superconductor volume ratio of Nb-Ti superconducting wires, to Nb₃Sn. This method can be applied only to the external stabilizer type Cu/Nb₃Sn wire with a round cross-section that exhibits a nature whereby copper dissolves in nitric acid. Nevertheless, it shall be avoided to apply this method to such wires if they have barriers that can be broken in the process of dissolving by nitric acid.

- a) A specimen with a length of 300 mm to 500 mm shall be cut and the mass (M_1), length (L) and diameter (D) of the specimen shall be determined. The diameter shall be measured at five equally divided points and, taking the average of the measurements, the volume (V_1) shall be calculated:

$$V_1 = \pi(D/2)^2 L \quad (\text{B.1})$$

- b) The copper of the specimen shall be dissolved in nitric acid solution completely to leave only the non-copper portion. At this time, the specimen shall be rinsed quickly with water once the copper has dissolved, thereby minimizing the amount of bronze dissolved.
- c) The specimen shall be dried completely after rinsing.
- d) The mass (M_2) of non-copper portion shall be measured.
- e) The volume (V_2) of the copper portion shall be calculated using 8,93 g/cm³ as the specific mass of copper.

$$V_2 = (M_1 - M_2) / 8,93 \quad (\text{B.2})$$

- f) The copper to non-copper volume ratio with copper mass method ($R_{\text{Cu,c}}$) shall be calculated from the volume (V_1) of the specimen and volume (V_2) of the copper portion.

$$R_{\text{Cu,c}} = V_2 / (V_1 - V_2) \quad (\text{B.3})$$

- g) The relative combined standard uncertainty of this method shall not exceed 2,5% (using a coverage factor of $k = 1$) as shown in Clause I.3.

B.2 Test report

The following information shall be reported in addition to the data listed in Clause 9: the necessary information according to the test report in IEC 61788-5.

Annex C (normative)

Measurement method using planimeter

C.1 Method

The following details describe the method using an analogue or a digital planimeter.

- a) According to steps 6.1 to 6.2.1, a photo of the cross-section shall be taken.
- b) A copy of the photo of the cross-section shall be made using a copying machine. A zoom ratio of the copier shall be selected so that the size of the enlarged image is more than 120 mm in width and within a sheet of paper.
- c) The values of cross-sections for copper and non-copper parts shall be obtained using a planimeter. Measurement with 5 turns of the planimeter to integrate the area is recommended in order to reduce the uncertainty. The measurement shall be carried out twice for the same photo, and the average value shall be the cross-sectional area if the measured values are within 5 %. If this value is more than 5 %, the measurement shall be carried out again.

NOTE In the case of relative combined standard uncertainty of a planimeter within 0,5 %, either an analog or a digital planimeter apparatus can be used.

- d) In the case of an external stabilizer type, the cross-sectional area of the copper part shall be obtained by subtracting that of the non-copper part from the whole area of the specimen. In the case of an internal stabilizer type, the cross-sectional area of the non-copper part shall be obtained by subtracting that of the copper part from the whole area.

C.2 Test report

The following information shall be reported in addition to the data listed in Clause 9: type of planimeter and zoom ratio of the copy used.

Annex D (informative)

Specimen polishing method

D.1 General

In the method used to find the copper to non-copper volume ratio from the photo of the cross-section, it is extremely important to perform good polishing so that a clear photo of the cross-section can be taken. For reference, here are typical procedures for polishing the specimen.

D.2 Polishing with emery paper

The purpose of this polishing process is to make the polishing surface of the specimen embedded in resin flat for observation through the metallograph. The grain size of the emery paper may be omitted; however, polishing is to be done proceeding from coarse to fine grain, Nos.120, 180, 400, 600, 800, 1 000, 1 200, 1 500, and 2 400. To obtain the required flatness of the polishing surface, apply a uniform force to the surface in one direction only. Whenever the grain sizes are changed, polish in the direction at right angles to the preceding one and proceed with the next grain size only after traces of the preceding polishing have been eliminated.

D.3 Buffing

This polishing process is of a wet type, employing a buffing pad, Al_2O_3 (alumina), SiO_2 and diamond abrasives. The best possible conditions for this process are for the abrasive materials to be spread evenly over the buffing pad and the buffing pad to be uniformly damp. The specimen must be turned during buffing to prevent the surface from being polished in one direction only. This ensures a uniformly polished surface. An excessively long buffing operation can cause the wire periphery to sag.

If sag and noticeable scratches are evident on the polished surface through microscopic observation, re-polish it, starting with emery paper of an appropriate grain size.

D.4 Cleaning and drying

The polished specimen is to be cleaned using running water, distilled water, acetone, or ethyl alcohol. Check that the cleaning agent does not dissolve the resin in which the specimen is embedded. An ultrasonic cleaning machine may be used if necessary. After cleaning, let the specimen dry with chilled or hot air to prevent the polished surface from oxidizing or discoloring.

Annex E

(informative)

Difference of the copper to non-copper volume ratio before and after the Nb₃Sn generation heat treatment process

The difference of the copper to non-copper volume ratio before and after the Nb₃Sn generation heat treatment process is within ± 2 %.

Annex F (informative)

Paper mass bias at copy

F.1 Paper mass bias caused by hue

Based on a comparison of the mass per unit area of black and white areas, it is expected that the bias caused by the hue of the photocopy does not exceed 2 %. The bias in the practical measurement can be estimated as less than that because the hues of the copper and non-copper portions are closer than black and white.

F.2 Example enlarging photocopy to reduce the uncertainty

When a photo of a specimen whose diameter is 0,7 mm and copper to non-copper volume ratio is 0,26 is taken with a magnification of 100 by a metallograph and is enlarged twice with a photocopy machine, the paper mass of the copper and non-copper portions are 0,10 g and 0,38 g, respectively. The size of the enlarged photocopy is appropriate not only for cutting out, but also for keeping its mass measurement bias low.

Annex G (informative)

Cross-sections of Cu/Nb₃Sn wires

Figure G.1 shows cross-sections of four Cu/Nb₃Sn wire types according to the layout of the stabilizer: (a) the external stabilizer type, (b) the internal stabilizer type, (c) the distributed stabilizer type and (d) the contiguous stabilizer with distributed barrier type.

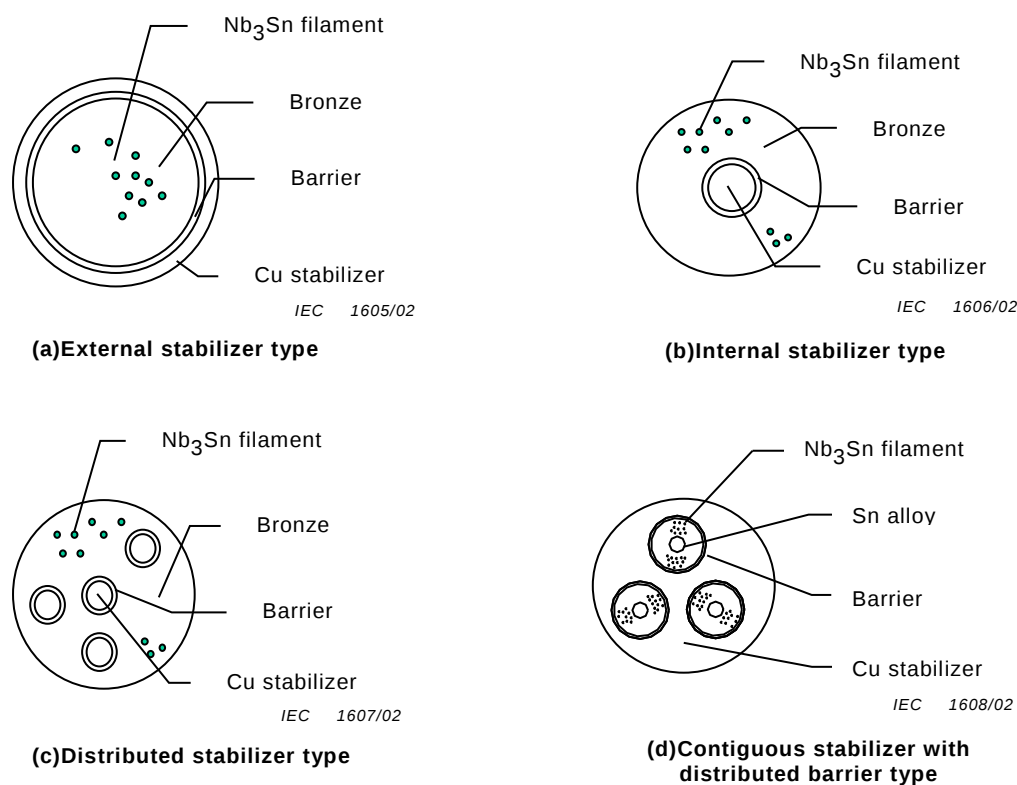


Figure G.1 – Cross-sections of four Cu/Nb₃Sn wire types according to the layout of the stabilizer

Annex H (informative)

Uncertainty considerations

H.1 Overview

In 1995, a number of international standards organizations, including IEC, decided to unify the use of statistical terms in their standards. It was decided to use the word “uncertainty” for all quantitative (associated with a number) statistical expressions and eliminate the quantitative use of “precision” and “accuracy.” The words “accuracy” and “precision” could still be used qualitatively. The terminology and methods of uncertainty evaluation are standardized in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) [1]¹.

It was left to each TC to decide if they were going to change existing and future standards to be consistent with the new unified approach. Such change is not easy and creates additional confusion, especially for those who are not familiar with statistics and the term uncertainty. At the June 2006 TC 90 meeting in Kyoto, it was decided to implement these changes in future standards.

Converting “accuracy” and “precision” numbers to the equivalent “uncertainty” numbers requires knowledge about the origins of the numbers. The coverage factor of the original number may have been 1, 2, 3, or some other number. A manufacturer’s specification that can sometimes be described by a rectangular distribution will lead to a conversion number of $1/\sqrt{3}$. The appropriate coverage factor was used when converting the original number to the equivalent standard uncertainty. The conversion process is not something that the user of the standard needs to address for compliance to TC 90 standards, it is only explained here to inform the user about how the numbers were changed in this process. The process of converting to uncertainty terminology does not alter the user’s need to evaluate their measurement uncertainty to determine if the criteria of the standard are met.

The procedures outlined in TC 90 measurement standards were designed to limit the uncertainty of any quantity that could influence the measurement, based on the Convener’s engineering judgment and propagation of error analysis. Where possible, the standards have simple limits for the influence of some quantities so that the user is not required to evaluate the uncertainty of such quantities. The overall uncertainty of a standard was then confirmed by an interlaboratory comparison.

H.2 Definitions

Statistical definitions can be found in three sources: the GUM, the International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM)[2], and the NIST Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results (NIST)[3]. Not all statistical terms used in this standard are explicitly defined in the GUM. For example, the terms “relative standard uncertainty” and “relative combined standard uncertainty” are used in the GUM (5.1.6, Annex J), but they are not formally defined in the GUM (see [3]).

H.3 Consideration of the uncertainty concept

Statistical evaluations in the past frequently used the coefficient of variation (COV) which is the ratio of the standard deviation and the mean (N.B. the COV is often called the relative standard deviation). Such evaluations have been used to assess the precision of the measurements and give the closeness of repeated tests. The standard uncertainty (SU) depends more on the

¹ Figures in square brackets refer to the reference documents in Clause H.5 of this Annex.

number of repeated tests and less on the mean than the COV and therefore in some cases gives a more realistic picture of the data scatter and test judgment.

The example below shows a set of electronic drift and creep voltage measurements from two nominally identical extensometers using the same signal conditioner and data acquisition system. The $n = 10$ data pairs are taken randomly from the spreadsheet of 32 000 cells. Here, extensometer number one (E_1) is at zero offset position whilst extensometer number two (E_2) is deflected to 1 mm. The output signals are in volts.

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

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

Table H.2 – Mean values of two output signals

Mean ($\bar{X}$) V	
E_1	E_2
0,001 190 19	2,334 411 62

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad \text{V} \quad (\text{H.1})$$

Table H.3 – Experimental standard deviations of two output signals

Experimental standard deviation (s) V	
E_1	E_2
0,000 303 48	0,000 213 381

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \quad \text{V} \quad (\text{H.2})$$

Table H.4 – Standard uncertainties of two output signals

Standard uncertainty (<i>u</i>) V	
<i>E</i> ₁	<i>E</i> ₂
0,000 095 97	0,000 067 48

$$u = \frac{S}{\sqrt{n}} \quad V \quad (H.3)$$

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

Coefficient of Variation (COV) %	
<i>E</i> ₁	<i>E</i> ₂
25,4982	0,0091

$$COV = \frac{S}{X} \quad (H.4)$$

The standard uncertainty is very similar for the two extensometer deflections. In contrast the coefficient of variation COV is nearly a factor of 2 800 different between the two data sets. This shows the advantage of using the standard uncertainty which is independent of the mean value.

H.4 Uncertainty evaluation example for TC 90 standards

The observed value of a measurement does not usually coincide with the true value of the measurand. The observed value may be considered as an estimate of the true value. The uncertainty is part of the "measurement error" which is an intrinsic part of any measurement. The magnitude of the uncertainty is both a measure of the metrological quality of the measurements and improves the knowledge about the measurement procedure. The result of any physical measurement consists of two parts: an estimate of the true value of the measurand and the uncertainty of this "best" estimate. The GUM, within this context, is a guide for a transparent, standardized documentation of the measurement procedure. One can attempt to measure the true value by measuring "the best estimate" and using uncertainty evaluations which can be considered as two types: Type A uncertainties (repeated measurements in the laboratory in general expressed in the form of Gaussian distributions) and Type B uncertainties (previous experiments, literature data, manufacturer's information, etc. often provided in the form of rectangular distributions).

The calculation of uncertainty using the GUM procedure is illustrated in the following example:

- a) The user must derive in the first step a mathematical measurement model in the form of identified measurand as a function of all input quantities. A simple example of such model is given for the uncertainty of a force, F_{LC} measurement using a load cell:

$$F_{LC} = W + d_w + d_R + d_{Re}$$

Where W , d_w , d_R , and d_{Re} represent the weight of standard as expected, the manufacturer's data, repeated checks of standard weight/day and the reproducibility of checks at different days, respectively.

Here the input quantities are: the measured weight of standard weights using different balances (Type A), manufacturer's data (Type B), repeated test results using the digital electronic system (Type B), and reproducibility of the final values measured on different days (Type B).

- b) The user should identify the type of distribution for each input quantity (e.g. Gaussian distributions for Type A measurements and rectangular distributions for Type B measurements).

- c) Evaluate the standard uncertainty of the Type A measurements,

$u_A = \frac{s}{\sqrt{n}}$ where, s is the experimental standard deviation and n is the total number of measured data points.

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

$u_B = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot d_w^2 + \dots}$ where, d_w is the range of rectangular distributed values

- e) Calculate the combined standard uncertainty for the measurand by combining all the standard uncertainties using the expression:

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}$$

In this case, it has been assumed that there is no correlation between input quantities. If the model equation has terms with products or quotients, the combined standard uncertainty is evaluated using partial derivatives and the relationship becomes more complex due to the sensitivity coefficients [4], [5].

- f) Optional – the combined standard uncertainty of the estimate of the referred measurand can be multiplied by a coverage factor (e. g. 1 for 68 % or 2 for 95 % or 3 for 99 %) to increase the probability that the measurand can be expected to lie within the interval.
- g) Report the result as the estimate of the measurand $\pm$ the expanded uncertainty, together with the unit of measurement, and, at a minimum, state the coverage factor used to compute the expanded uncertainty and the estimated coverage probability.

To facilitate the computation and standardize the procedure, use of appropriate certified commercial software is a straightforward method that reduces the amount of routine work [6], [7]. In particular, the indicated partial derivatives can be easily obtained when such a software tool is used. Further references for the guidelines of measurement uncertainties are given in [3], [8], and [9].

H.5 Reference documents of Annex H

- [1] ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement* (GUM 1995)
- [2] ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms* (VIM)
- [3] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*. NIST Technical Note 1297, 1994 (Available at <<http://physics.nist.gov/Pubs/pdf.html>>)
- [4] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique. *Analyst*, (1994), 119, 2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [6] [Cited 2013-03-07] Available at <http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html>
- [7] [Cited 2013-03-07] Available at <<http://www.isgmax.com/>>

- [8] CHURCHILL, E., HARRY, H.K., and COLLE,R., *Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results*. NBS Special Publication 644 (1983)
- [9] JAB NOTE Edition 1:2003, *Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing)*. (Available at <<http://www.jab.or.jp>>)

Annex I (informative)

Uncertainty evaluation in the test method of the copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires

I.1 Paper mass method

I.1.1 Mathematical model

The copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires measured with the paper mass method is formally given by Equation (I.1),

$$R_{\text{Cu,p}} = \frac{M_{\text{Cu}}}{M_{\text{non}}} \quad (\text{I.1})$$

where

$R_{\text{Cu,p}}$ is the copper to non-copper volume ratio with paper mass method;

M_{Cu} is the average paper mass of the copper portion g;

M_{non} is the average paper mass of the non-copper portion g.

I.1.2 Evaluation of sensitivity coefficients

The combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires with paper mass method ($u_{\text{RCu,p}}$) is formally given by Equation (I.2),

$$u_{\text{RCu,p}} = \sqrt{c_1^2 u_{\text{MCu}}^2 + c_2^2 u_{\text{Mnon}}^2} \quad (\text{I.2})$$

where

$u_{\text{RCu,p}}$ is a combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio with paper mass method;

M_{Cu} is given by 2,50 g;

M_{non} is given by 1,60 g;

$$c_1 = \frac{\partial R_{\text{Cu,p}}}{\partial M_{\text{Cu}}} = \frac{1}{M_{\text{non}}} = 0,625 \quad 1/\text{g}$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{\text{Cu,p}}}{\partial M_{\text{non}}} = -\frac{M_{\text{Cu}}}{M_{\text{non}}^2} = 0,977 \quad 1/\text{g}$$

Quantities used in this evaluation of sensitivity coefficients only apply to a specific experimental case. These coefficients are not universally applicable and will be different for each experiment.

I.1.3 Combined standard uncertainty of each variable

I.1.3.1 Combined standard uncertainty of the average paper mass of the copper portion

- a) Combined standard uncertainty of photos, $u_{\text{photo,Cu}} = 0,017$ g, which is composed of the experimental standard uncertainty due to polishing specimens, 0,012 g, and the experimental standard uncertainty due to taking photos, 0,012 g.

- b) Experimental standard uncertainty due to copy of the photo, $u_{\text{copy,Cu}} = 0,014$ g.
- c) Experimental standard uncertainty due to cutting the photos, $u_{\text{cut,Cu}} = 0,025$ g.
- d) Combined standard uncertainty of weighing the mass, $u_{\text{weigh,Cu}} = 0,002$ g
- e) Experimental standard uncertainty of the balance, $u_{\text{balance,Cu}} = 0,0005$ g
- f) Combined standard uncertainty of the average paper mass of the copper portion,

$$u_{\text{MCu,p}} = \sqrt{u_{\text{photo,Cu}}^2 + u_{\text{copy,Cu}}^2 + u_{\text{cut,Cu}}^2 + u_{\text{weigh,Cu}}^2 + u_{\text{balance,Cu}}^2} = 0,033 \text{ g}$$

I.1.3.2 Combined standard uncertainty of the average paper mass of the non-copper portion

- a) Combined standard uncertainty of photos, $u_{\text{photo,non}} = 0,011$ g, which is composed of the experimental standard uncertainty due to polishing specimens, 0,008 g, and the experimental standard uncertainty due to taking photos, 0,008 g.
- b) Experimental standard uncertainty due to copy of the photo, $u_{\text{copy,non}} = 0,009$ g.
- c) Experimental standard uncertainty due to cutting the photos, $u_{\text{cut,non}} = 0,016$ g.
- d) Combined standard uncertainty of weighing the mass, $u_{\text{weigh,non}} = 0,002$ g
- e) Experimental standard uncertainty of the balance, $u_{\text{balance,non}} = 0,0005$ g
- f) Combined standard uncertainty of the average paper mass of the non-copper portion,

$$u_{\text{Mnonc,p}} = \sqrt{u_{\text{photo,non}}^2 + u_{\text{copy,non}}^2 + u_{\text{cut,non}}^2 + u_{\text{weigh,non}}^2 + u_{\text{balance,non}}^2} = 0,022 \text{ g}$$

I.1.4 Evaluation results of combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio,

The following results were obtained using the sensitivity coefficients from I.1.2.

$$\begin{aligned} u_{\text{RCu,p}} &= \sqrt{c_1^2 u_{\text{MCu,p}}^2 + c_2^2 u_{\text{Mnonc,p}}^2} \\ &= \{(0,625)^2(0,033)^2 + (-0,976)^2(0,022)^2\}^{1/2} \\ &= 0,030 \end{aligned}$$

And the relative combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio, $u_{\text{RCu,p}} = 0,030/1,56 = 1,9$ % at the nominal copper to non-copper volume ratio = 1,56.

I.1.5 Round robin test results of standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio

The round robin test was carried out on Nb₃Sn composite superconducting wires. The specifications of the test superconducting wires are:

- Diameter: 0,82 mm
- Nominal Cu/non-copper: 1,42
- Mean filament diameter: about 3,7 μm
- Number of filaments: about 5,900

The number of participating institutes was 4 in Japan and the number of determinations was 8. The average was 1,48, the experimental standard deviation was 0,057, the experimental standard uncertainty was 0,028, and the relative combined standard uncertainty was 1,9 %.

Hence, the target relative combined standard uncertainty of this method shall not exceed 2,5 % (using a coverage factor of $k = 1$) based on the target relative combined standard uncertainty in the round robin test.

I.2 Image processing method

I.2.1 Mathematical model

The copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires measured with the image processing method is formally given by Equation (I.3),

$$R_{Cu,i} = \frac{N_{Cu}}{N_{non}} \quad (I.3)$$

where

$R_{Cu,i}$ is the copper to non-copper volume ratio with image processing method;

N_{Cu} is the number of pixels on the copper portion;

N_{non} is the number of pixels on the non-copper portion.

I.2.2 Evaluation of sensitivity coefficients

The combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires with image processing method ($u_{RCuc,i}$) is formally given by Equation (I.4),

$$u_{RCuc,i} = \sqrt{c_1^2 u_{NCu,i}^2 + c_2^2 u_{Nnon,i}^2} \quad (I.4)$$

where

$u_{RCuc,i}$ is the combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio with image processing method;

N_{Cu} is given by 2 500 pixels for copper portion;

N_{non} is given by 1 600 pixels for the non-copper portion;

$$c_1 = \frac{\partial R_{Cu,i}}{\partial N_{Cu}} = \frac{1}{N_{non}} = 0,000625;$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{Cu,i}}{\partial N_{non}} = -\frac{N_{Cu}}{N_{non}^2} = 0,000977.$$

Quantities used in this evaluation of sensitivity coefficients only apply to a specific experimental case. These coefficients are not universally applicable and will be different for each experiment.

I.2.3 Combined standard uncertainty of each variable

I.2.3.1 Combined standard uncertainty of the pixel number for the copper portion

- Experimental standard uncertainty due to the polishing condition, $u_{photo,Cu} = 12,5$.
- Combined standard uncertainty due to imaging, $u_{reproduce,Cu} = 76,4$, which is composed of the experimental standard uncertainty of unclear image due to the polishing condition, 14,45, and the experimental standard uncertainty due to distinguishing images, 75.
- Experimental standard uncertainty due to operating computer, $u_{computer,Cu} = 2,5$.
- Combined standard uncertainty of the pixel number for the copper portion, $u_{NCuc,i}$,

$$u_{\text{NCuc},i} = \sqrt{u_{\text{photo,Cu}}^2 + u_{\text{reproduce,Cu}}^2 + u_{\text{computer,Cu}}^2} = 77,5$$

1.2.3.2 Combined standard uncertainty of the pixel number for the non-copper portion

- Experimental standard uncertainty due to the polishing condition, $u_{\text{photo,non}} = 8$.
- Combined standard uncertainty due to imaging, $u_{\text{reproduce,non}} = 48,9$, which is composed of the experimental standard uncertainty of unclear image due to the polishing condition, 9,25, and the experimental standard uncertainty due to distinguishing images, 48.
- Experimental standard uncertainty due to operating computer, $u_{\text{computer,non}} = 1,6$.
- Combined standard uncertainty of the pixel number for the non-copper portion, $u_{\text{Nnonc},i}$

$$u_{\text{Nnonc},i} = \sqrt{u_{\text{photo,non}}^2 + u_{\text{reproduce,non}}^2 + u_{\text{computer,non}}^2} = 49,4$$

1.2.4 Evaluation results of combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio, $u_{\text{RCuc},i}$

The following results were obtained using the sensitivity coefficients from 1.2.2.

$$\begin{aligned} u_{\text{RCuc},i} &= \sqrt{c_1^2 u_{\text{NCuc},i}^2 + c_2^2 u_{\text{Nnonc},i}^2} \\ &= \{(0,000625)^2 (77,5)^2 + (-0,000976)^2 (49,6)^2\}^{1/2} \\ &= 0,068 \end{aligned}$$

And the relative combined standard uncertainty, $u_{\text{RCuc},i}$ is to be calculated by $u_{\text{RCuc},i} = 0,068/1,56 = 4,4 \%$.

1.2.5 Round robin test results of standard uncertainty of copper to non-copper volume ratio

The round robin test was carried out on a Nb_3Sn composite superconducting wire. The specifications of the test superconducting wire are:

- Diameter: 0,82 mm
- Nominal Cu/non-copper: 1,42
- Mean filament diameter: about 3,7 μm
- Number of filaments: about 5,900

The number of participating institutes was 4 in Japan and the number of determination was 6. The average was 1,54, the experimental standard deviation was 0,158, the experimental standard uncertainty was 0,064, and the relative combined standard uncertainty was 4,1 %.

Hence, the target relative combined standard uncertainty of this method shall not exceed 5 % (using a coverage factor of $k = 1$) based on the target relative combined standard uncertainty in the round robin test.

1.3 Copper mass method

1.3.1 Mathematical model

The copper to non-copper volume ratio of Nb_3Sn composite superconducting wires measured with the copper mass method ($R_{\text{Cu},c}$) is formally given by Equation (1.5),

$$R_{\text{Cu,c}} = \frac{(M_1 - M_2) / \rho_{\text{Cu}}}{A \times L - (M_1 - M_2) / \rho_{\text{Cu}}} \quad (\text{I.5})$$

where

M_1 is the mass of the specimen g;

M_2 is the mass of the non-copper g;

ρ_{Cu} is 8,93, which is the specific mass of copper g/cm³;

$A = \pi(D/2)^2$ is the cross-sectional area of the specimen cm², where D is the diameter cm;

L is the length of the specimen cm;

I.3.2 Evaluation of sensitivity coefficients

The combined standard uncertainty of the copper to non-copper volume ratio of Nb₃Sn composite superconducting wires with copper mass method ($u_{\text{RCu,c}}$) is formally given by Equation (I.6),

$$u_{\text{RCu,c}} = \sqrt{c_1^2 u_{M1c}^2 + c_2^2 u_{M2c}^2 + c_3^2 u_{Ac}^2 + c_4^2 u_{Lc}^2 + c_5^2 u_{\rho_{\text{Cu}}}^2} \quad (\text{I.6})$$

Where

$u_{\text{RCu,c}}$ is a combined standard uncertainty of copper to non-copper volume ratio;

M_1 is given by 2,81 g;

u_{M1c} is a combined standard uncertainty of the specimen mass;

u_{M2c} is a combined standard uncertainty of the non-copper mass;

M_2 is given by 1,40 g;

A is given by 0,0063 cm²;

L is given by 50,0 cm;

$$c_1 = \frac{\partial R_{\text{Cu,c}}}{\partial M_1} = \frac{AL\rho_{\text{Cu}}}{\{AL\rho_{\text{Cu}} - (M_1 - M_2)\}^2} = 1,429 \quad 1/\text{g};$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{\text{Cu,c}}}{\partial M_2} = \frac{-AL\rho_{\text{Cu}}}{\{AL\rho_{\text{Cu}} - (M_1 - M_2)\}^2} = -1,429 \quad 1/\text{g};$$

$$c_3 = \frac{\partial R_{\text{Cu,c}}}{\partial A} = \frac{-L\rho_{\text{Cu}}(M_1 - M_2)}{\{AL\rho_{\text{Cu}} - (M_1 - M_2)\}^2} = -320 \quad 1/\text{cm}^2;$$

$$c_4 = \frac{\partial R_{\text{Cu,c}}}{\partial L} = \frac{-A\rho_{\text{Cu}}(M_1 - M_2)}{\{AL\rho_{\text{Cu}} - (M_1 - M_2)\}^2} = -0,040 \quad 1/\text{cm};$$

$$c_5 = \frac{\partial R_{\text{Cu,c}}}{\partial \rho_{\text{Cu}}} = \frac{-AL(M_1 - M_2)}{\{AL\rho_{\text{Cu}} - (M_1 - M_2)\}^2} = -0,226 \quad \text{cm}^3/\text{g}.$$

Quantities used in this evaluation of sensitivity coefficients only apply to a specific experimental case. These coefficients are not universally applicable and will be different for each experiment.

I.3.3 Combined standard uncertainty of each variable

Combined standard uncertainty of the specimens, $u_{M1c} = 0,002$ g, which is composed of experimental standard uncertainty of M_1 0,001 g and the type B uncertainty of the balance, 0,0016 g ($2,81 \text{ g} \times 0,001/\sqrt{3}$).

Combined standard uncertainty of non-copper mass, $u_{M2c} = 0,0009$ g, which is composed of experimental standard uncertainty of 0,0003 g and the type B uncertainty of the balance, 0,0008 g.

Combined standard uncertainty of the cross-sectional area of the sample, $u_{Ac} = 0,00001 \text{ cm}^2$, which is composed of experimental standard uncertainty, $u_D = 0,00007 \text{ cm}$, and the type B uncertainty of the micrometer, 0,00006 cm.

Combined standard uncertainty of the sample length, $u_{Lc} = 0,01 \text{ cm}$, which is composed of experimental standard uncertainty of 0,01 cm and the type B uncertainty of the vernier calipers, 0,0005 cm.

The type B uncertainty of the specific mass of copper, $u_{\rho Cu} = 0,00515 \text{ g/cm}^3$.

Evaluation results of the combined standard uncertainty, $u_{RCuc,c}$

The following results were obtained using the sensitivity coefficients from I.3.2.

$$\begin{aligned}
 u_{RCuc,c} &= \sqrt{c_1^2 u_{M1c}^2 + c_2^2 u_{M2c}^2 + c_3^2 u_{Ac}^2 + c_4^2 u_{Lc}^2 + c_5^2 u_{\rho Cu}^2} \\
 &= \{(1,429)^2 (0,002)^2 + (-1,429)^2 (0,009)^2 + (-320)^2 (0,00001)^2 + (-0,040)^2 (0,01)^2 + \\
 &\quad (-0,226)^2 (0,00515)^2\}^{1/2} \\
 &= 0,0046
 \end{aligned}$$

And the relative combined standard uncertainty, $u_{RCuc,c}$ is to be calculated by $u_{RCuc,c} = 0,0046/1,0 = 0,46 \%$ at the nominal copper to superconductor volume ratio = 1,0.

I.3.4 Production test results of standard uncertainty of copper to superconductor volume ratio

The production tests were carried out on Nb_3Sn composite superconducting wires. The specifications of the test superconducting wire are:

Diameter: 0,82 mm

Nominal Cu/non-copper ratio: 1,0

Mean filament diameter: about 3 μm

The number of production lots was 10 in a Japanese company and the number of determination was 20. The average was 0,997, the experimental standard deviation was 0,018, the combined standard uncertainty was 0,004, and the relative combined standard uncertainty was 0,4 %.

Hence, the target relative combined standard uncertainty of this method shall not exceed 2,5 % (using a coverage factor of $k = 1$) based on the target relative combined standard uncertainty in the production test.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	32
INTRODUCTION.....	34
1 Domaine d'application	35
2 Références normatives	35
3 Termes et définitions	35
4 Principe	36
5 Appareillage	36
6 Mode opératoire	36
6.1 Préparation de l'éprouvette	36
6.1.1 Généralités	36
6.1.2 Procédures	36
6.2 Mesure	37
6.2.1 Photographie de la section	37
6.2.2 Transfert.....	37
6.2.3 Découpage	37
6.2.4 Mesure du poids papier	37
6.3 Méthode d'essai pour la seconde éprouvette	37
6.4 Poids papier	37
7 Calcul des résultats	37
8 Incertitude de la méthode d'essai	38
9 Rapport d'essai	38
9.1 Rapport volumique cuivre/non-cuivre.....	38
9.2 Identification de l'éprouvette d'essai	38
Annexe A (normative) Mesure – Méthode de traitement d'image	39
Annexe B (normative) Mesure – Méthode de la masse de cuivre	40
Annexe C (normative) Méthode de mesure planimétrique	41
Annexe D (informative) Méthode de polissage de l'éprouvette	42
Annexe E (informative) Différence de rapport volumique cuivre/non-cuivre avant et après traitement thermique de génération Nb ₃ Sn	43
Annexe F (informative) Biais du poids papier lors de la duplication	44
Annexe G (informative) Sections des fils Cu/Nb ₃ Sn.....	45
Annexe H (informative) Considérations relatives à l'incertitude	46
Annexe I (informative) Evaluation de l'incertitude de la méthode d'essai du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb ₃ Sn.....	51
Figure G.1 – Sections de quatre types de fils Cu/Nb ₃ Sn selon l'implantation du matériau stabilisateur	45

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

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

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

AVANT-PROPOS

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

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

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

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

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

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

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

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

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

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

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

INTRODUCTION

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

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

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

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

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

SUPRACONDUCTIVITÉ –

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

1 Domaine d'application

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

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

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

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

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

2 Références normatives

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

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

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente norme, les termes et définitions donnés dans la CEI 60050-815 et les suivants s'appliquent.

3.1

rapport volumique cuivre/non-cuivre

rapport du volume occupé par le matériau stabilisateur de cuivre au volume sans cuivre, composé de fils Cu/Nb₃Sn

4 Principe

Le principe de la présente méthode est décrit ci-après. Une photographie de la section polie du fil échantillon doit être prise au moyen d'un métallographe. Cette photographie est reproduite sur du papier à tracer ou photocopiée. Le papier à tracer ou la photocopie est ensuite coupé(e) en différentes portions afin de mesurer le poids de chaque morceau de papier. Le rapport cuivre/non-cuivre peut être obtenu à partir du rapport du poids de papier des deux parties.

5 Appareillage

L'appareillage nécessaire pour l'essai est le suivant:

- métallographe;
- appareil photomicrographique;
- polisseuse;
- balance;

L'incertitude de la balance spécifiée par le fabricant doit être inférieure ou égale à $\pm 0,1$ mg.

- ciseaux ou cutter.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'éprouvette

6.1.1 Généralités

L'éprouvette doit être préparée à partir d'un fil Cu/Nb₃Sn avant ou après le traitement thermique de génération Nb₃Sn. Deux éprouvettes doivent être coupées d'un fil Cu/Nb₃Sn à mesurer.

NOTE Dans le cas d'un fil ayant subi un étamage interne avant le traitement thermique, il faut bien faire la distinction entre le cuivre stabilisateur et le cuivre d'autres parties du fil.

6.1.2 Procédures

6.1.2.1 Moule

Les deux éprouvettes doivent être moulées simultanément pour le polissage. Une résine appropriée doit être utilisée comme matériau de moulage pour enrober l'éprouvette à observer au métallographe. Au cours du moulage, on doit soigneusement s'assurer que la section de l'éprouvette est autant que possible perpendiculaire à la surface de polissage.

6.1.2.2 Polissage

L'éprouvette doit être émerisée et polie au moyen d'un matériau abrasif. Un microscope doit être utilisé pour vérifier que la surface polie est suffisamment lisse pour assurer la prise d'une bonne photographie, notamment la frontière entre les parties cuivre et non-cuivre ainsi que la périphérie de l'échantillon. Si, du fait de la présence d'éraflures abrasives, ces zones ne sont pas bien délimitées, la surface doit être polie de nouveau. Un exemple de méthode de polissage est spécifié à l'Annexe D.

6.1.2.3 Nettoyage et séchage

L'éprouvette polie doit être nettoyée à l'eau courante, à l'eau distillée, à l'acétone ou à l'alcool éthylique. On doit s'assurer que l'agent de nettoyage ne risque pas de dissoudre la résine d'enrobage de l'éprouvette. Il est admis si nécessaire d'utiliser une machine de nettoyage par ultrasons. Après nettoyage, l'éprouvette doit être séchée à l'air chaud ou froid pour éviter l'oxydation ou la décoloration de la surface polie.

6.2 Mesure

6.2.1 Photographie de la section

Une image en noir et blanc ou en couleur de la section doit être prise au moyen d'un métallographe.

Pour l'ensemble de la section de l'éprouvette, l'agrandissement doit être choisi de manière à s'adapter à la taille de la photographie. Un appareil photomicrographique ayant une profondeur de champ aussi élevée que possible doit être utilisé de façon que la frontière entre les parties cuivre et non-cuivre ainsi que la périphérie de l'éprouvette soient lisibles et clairement délimitées sur la photographie.

6.2.2 Transfert

L'image de la photographie de la section doit être reproduite sur du papier à tracer de façon que la partie cuivre et la partie non-cuivre puissent être séparées.

Dans une autre méthode, une photocopie de la photographie de la section doit être réalisée. Un taux d'agrandissement du photocopieur qui correspond à l'image sur une feuille de papier et qui facilite le découpage doit être choisi. Si la photographie doit être dupliquée au moyen d'un photocopieur, on doit effectuer simultanément la photocopie d'une échelle afin de s'assurer que la déformation du photocopieur est de ± 1 % (voir l'Annexe F).

6.2.3 Découpage

Des ciseaux ou un cutter doivent être utilisés pour découper les parties cuivre et non-cuivre sur le papier à tracer ou la photocopie.

6.2.4 Mesure du poids papier

La première éprouvette doit être mesurée deux fois.

La partie cuivre et la partie non-cuivre doivent être pesées avec une incertitude type composée inférieure ou égale à 0,1 mg. Chaque partie doit être mesurée deux fois et la moyenne des deux mesures doit être notée.

Pendant la pesée, on doit bien s'assurer que la mesure n'est pas affectée par l'humidité. Si le poids change continuellement, l'éprouvette doit être maintenue dans la chambre des mesures pendant environ 10 min avant de reprendre la procédure.

6.3 Méthode d'essai pour la seconde éprouvette

Les étapes décrites en 6.2 doivent être recommencées pour mesurer le poids papier de la seconde éprouvette.

6.4 Poids papier

Le poids papier de la partie cuivre (M_{Cu}) par rapport à la partie non-cuivre (M_{non}) doit être obtenu en calculant la moyenne des poids papier mesurés au cours des étapes décrites en 6.2 et 6.3.

7 Calcul des résultats

Pour chaque mesure effectuée en 6.2 et 6.3, le rapport volumique cuivre/non-cuivre doit être obtenu à partir du poids papier de la partie cuivre par rapport à la partie non-cuivre. Le rapport volumique cuivre/non-cuivre s'exprime par M_{Cu}/M_{non} .

Le rapport volumique doit être arrondi à deux décimales.

8 Incertitude de la méthode d'essai

L'incertitude de cette méthode d'essai est affectée par le fléchissement de l'éprouvette résultant de l'opération de polissage, par le transfert sur le papier à tracer, par la déformation due au photocopieur et par l'incertitude de la découpe des différentes parties sur le papier. L'incertitude type composée relative de cette méthode doit être inférieure ou égale à 2,5 % (en utilisant un facteur de recouvrement $k = 1$), comme indiqué à l'Article I.1.

9 Rapport d'essai

9.1 Rapport volumique cuivre/non-cuivre

Le rapport doit inclure les informations suivantes:

- a) rapport volumique cuivre/non-cuivre de chaque éprouvette;
- b) diamètre de fil ou dimension de la section s'il s'agit d'une forme rectangulaire;
- c) application ou non du traitement thermique de génération Nb₃Sn sur les éprouvettes.

Dans toute la mesure du possible, le rapport doit également comporter les informations suivantes:

- d) méthode de fabrication;
- e) configuration de la matrice cuivre;
- f) photographie de la section;
- g) conditions et informations relatives à la mesure;
- h) données brutes mesurées;
- i) informations relatives au matériel de mesure.

9.2 Identification de l'éprouvette d'essai

Dans toute la mesure du possible, l'éprouvette d'essai doit être identifiée par les informations suivantes:

- a) nom du fabricant de l'éprouvette;
- b) numéro d'identification;
- c) numéro de billette.

Annexe A (normative)

Mesure – Méthode de traitement d'image

A.1 Méthode

Les informations détaillées fournies ci-après décrivent la méthode qui peut être utilisée pour numériser l'image sur la photographie de la section transversale (méthode de traitement d'image).

- a) Des photographies de la section des éprouvettes doivent être prises en se conformant aux étapes décrites de 6.1 à 6.2.1.
- b) Au moyen d'un scanner, l'image des photographies de la section doit être enregistrée sur un micro-ordinateur.
- c) Au moyen d'un logiciel d'analyse d'image, le nombre de pixels sur la partie cuivre et sur la partie non-cuivre doit être déterminé.
- d) Le rapport volumique cuivre/non-cuivre de l'éprouvette doit être déterminé en utilisant l'équation suivante:

$$R_{Cu,i} = \frac{N_{Cu}}{N_{non}} \quad (A.1)$$

où

$R_{Cu,i}$ est le rapport volumique cuivre/non-cuivre avec la méthode de traitement d'image;

N_{Cu} est le nombre de pixels sur la partie cuivre;

N_{non} est le nombre de pixels sur la partie non-cuivre.

A.2 Rapport d'essai

Outre les informations énumérées à l'Article 9, les informations suivantes doivent être fournies: logiciel d'analyse d'image utilisé.

NOTE 1 L'incertitude de mesure de la méthode de traitement d'image est déterminée par la qualité de l'image de la photographie de la section. Pour assurer un niveau d'incertitude donné, il est important de prendre une image claire de la section de l'éprouvette parfaitement polie.

NOTE 2 La reproductibilité des mesures effectuées au moyen de la méthode de traitement de l'image appliquée à l'image enregistrée à partir de la même position selon le même agrandissement est estimée par une incertitude type composée relative inférieure ou égale à 5 %.

Annexe B (normative)

Mesure – Méthode de la masse de cuivre

B.1 Méthode

La présente annexe décrit l'application aux fils supraconducteurs Nb₃Sn de la méthode de la masse de cuivre (voir CEI 61788-5), utilisée pour mesurer le rapport volumique cuivre/supraconducteur des fils supraconducteurs Nb-Ti. Cette méthode ne peut être appliquée qu'au fil Cu/Nb₃Sn de type à stabilisateur externe ayant une section circulaire et qui, de par sa nature, entraîne une dissolution du cuivre dans l'acide nitrique. Néanmoins, on doit éviter d'appliquer cette méthode à des fils s'ils ont des barrières pouvant se rompre dans le processus de dissolution dans l'acide nitrique.

- a) Une éprouvette d'une longueur de 300 mm à 500 mm doit être découpée et on doit déterminer le poids (M_1), la longueur (L) et le diamètre (D) de l'éprouvette. Le diamètre doit être mesuré en cinq points placés à égale distance et, en utilisant la moyenne des mesures, le volume (V_1) doit être calculé:

$$V_1 = \pi (D/2)^2 L \quad (\text{B.1})$$

- b) Le cuivre de l'éprouvette doit être dissous complètement dans une solution d'acide nitrique pour ne conserver que la partie non-cuivre. Une fois le cuivre dissous, l'éprouvette doit être rincée rapidement à l'eau pour réduire au minimum la quantité de bronze dissoute.
- c) L'éprouvette doit être séchée complètement après rinçage.
- d) Le poids (M_2) de la partie non-cuivre doit être mesuré.
- e) Le volume (V_2) de la partie cuivre doit être calculé en utilisant la masse volumique du cuivre considérée égale à 8,93 g/cm³.

$$V_2 = (M_1 - M_2) / 8,93 \quad (\text{B.2})$$

- f) Le rapport volumique cuivre/non-cuivre doit être calculé à l'aide de la méthode de la masse du cuivre ($R_{\text{Cu,c}}$) à partir du volume (V_1) de l'éprouvette et du volume (V_2) de la partie cuivre.

$$R_{\text{Cu,c}} = V_2 / (V_1 - V_2) \quad (\text{B.3})$$

- g) L'incertitude type composée relative de cette méthode doit être inférieure ou égale à 2,5 % (en utilisant un facteur de recouvrement $k = 1$), comme indiqué à l'Article I.3.

B.2 Rapport d'essai

Outre les informations énumérées à l'Article 9, les informations suivantes doivent être fournies: informations nécessaires selon le rapport d'essai de la CEI 61788-5.

Annexe C (normative)

Méthode de mesure planimétrique

C.1 Méthode

La présente annexe décrit la méthode de mesure qui utilise un planimètre analogique ou numérique.

- a) Une photographie de la section doit être prise en se conformant aux étapes décrites de 6.1 à 6.2.1.
- b) Au moyen d'un photocopieur, la photographie de la section doit être dupliquée. Le taux d'agrandissement du photocopieur doit être choisi de façon que la taille de l'image agrandie ait une largeur de plus de 120 mm et s'inscrive dans une feuille de papier.
- c) Les valeurs des sections des parties cuivre et non-cuivre doivent être obtenues au moyen d'un planimètre. Afin de diminuer l'incertitude, il est recommandé d'effectuer 5 tours du planimètre afin d'intégrer toute la surface. La mesure doit être effectuée deux fois pour la même photographie, et la valeur moyenne doit être la surface de la section si les valeurs mesurées ne diffèrent pas de plus de 5 %. Si la différence est supérieure à 5 %, la mesure doit être effectuée de nouveau.

NOTE Dans le cas d'une incertitude type composée relative au planimètre de $\pm 0,5$ %, un planimètre analogique ou numérique peut être utilisé.

- d) Pour un fil de type à stabilisateur externe, la section de la partie cuivre doit être obtenue en soustrayant celle de la partie non-cuivre de la surface totale de l'éprouvette. Pour un fil de type à stabilisateur interne, la section de la partie non-cuivre doit être obtenue en soustrayant celle de la partie cuivre de la surface totale.

C.2 Rapport d'essai

Outre les informations énumérées à l'Article 9, les informations suivantes doivent être fournies: type de planimètre et taux d'agrandissement du photocopieur utilisé.

Annexe D (informative)

Méthode de polissage de l'éprouvette

D.1 Généralités

Dans la méthode utilisée pour mesurer le rapport volumique cuivre/non-cuivre à partir d'une photographie de la section, il est extrêmement important de réaliser un bon polissage de façon à prendre une photographie bien claire de la section. Des procédures types de polissage de l'éprouvette sont fournies ci-après pour référence.

D.2 Emerisage

Le but de ce processus de polissage est d'obtenir une surface de polissage plate de l'éprouvette enrobée dans la résine, afin de permettre son observation au métallographe. Même si la granulométrie du papier émeri n'a pas d'importance, le polissage doit cependant être effectué du grain le plus grossier vers le grain le plus fin: n^{os} 120, 180, 400, 600, 800, 1 000, 1 200, 1 500 et 2 400. Pour obtenir la planéité requise de la surface à polir, appliquer une force uniforme, dans un sens uniquement. Lorsque la granulométrie du papier émeri est changée, polir dans le sens perpendiculaire au précédent et ne passer à la granulométrie suivante qu'une fois que les traces du polissage précédent ont été éliminées.

D.3 Polissage au disque

Ce processus est du type humide et utilise un disque de polissage en Al_2O_3 (alumine), SiO_2 , et des abrasifs diamantés. Pour une application optimale de ce processus, les matériaux abrasifs doivent être répartis uniformément sur le disque de polissage, et ce dernier doit être parfaitement humidifié. Il faut tourner l'éprouvette pendant l'opération afin d'éviter de polir la surface dans un sens uniquement. Cela assure une surface uniformément polie. Un polissage trop long risque d'entraîner un affaissement de la périphérie du fil.

Si une observation au microscope révèle un affaissement et des rayures évidentes sur la surface polie, recommencer l'opération en commençant par du papier émeri de granulométrie appropriée.

D.4 Nettoyage et séchage

L'éprouvette polie doit être nettoyée à l'eau courante, à l'eau distillée, à l'acétone ou à l'alcool éthylique. S'assurer que l'agent de nettoyage ne risque pas de dissoudre la résine d'enrobage de l'éprouvette. Il est admis si nécessaire d'utiliser une machine de nettoyage par ultrasons. Après nettoyage, sécher l'éprouvette à l'air chaud ou froid pour éviter l'oxydation ou la décoloration de la surface polie.

Annexe E (informative)

Différence de rapport volumique cuivre/non-cuivre avant et après traitement thermique de génération Nb₃Sn

La différence de rapport volumique cuivre/non-cuivre avant et après le traitement thermique de génération Nb₃Sn est de ± 2 %.

Annexe F (informative)

Biais du poids papier lors de la duplication

F.1 Biais du poids papier causé par des nuances

Sur la base d'une comparaison du poids par unité de surface des zones noire et blanche, il est prévu que le biais dû aux nuances de la photocopie soit inférieur ou égal à 2 %. Dans la pratique, le biais de mesure peut être estimé comme moindre du fait de la proximité des nuances des parties cuivre/non-cuivre.

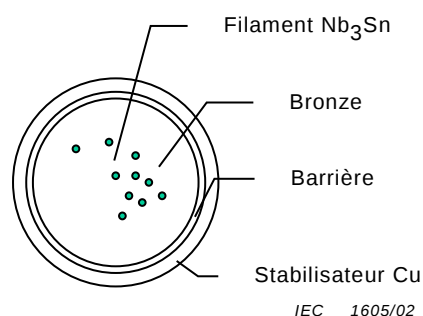
F.2 Exemple d'un agrandissement au photocopieur afin de diminuer l'incertitude

Lorsqu'une photographie d'éprouvette de 0,7 mm de diamètre et d'un rapport volumique cuivre/non-cuivre de 0,26 est agrandie 100 fois au moyen d'un métallographe et que sa taille est doublée au photocopieur, le poids papier des parties cuivre et non-cuivre est de 0,10 g et 0,38 g, respectivement. La taille du papier agrandi convient non seulement pour la découpe mais également pour préserver un faible biais de la mesure du poids.

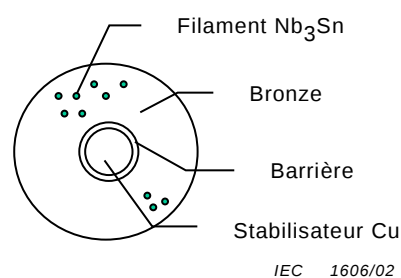
Annexe G (informative)

Sections des fils Cu/Nb₃Sn

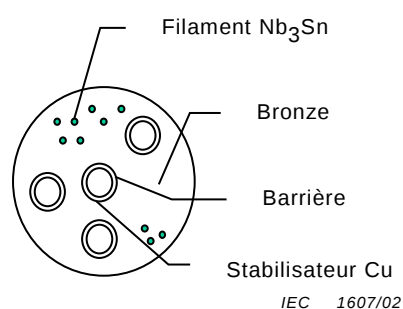
La Figure G.1 montre les sections de quatre types de fils Cu/Nb₃Sn en fonction de l'implantation du matériau stabilisateur: (a) type à stabilisateur externe, (b) type à stabilisateur interne, (c) type à stabilisateur réparti et (d) type à stabilisateur contigu avec barrière répartie.



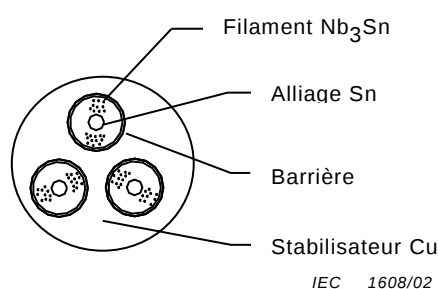
(a) Type à stabilisateur externe



(b) Type à stabilisateur interne



(c) Type à stabilisateur réparti



(d) Type à stabilisateur contigu avec barrière répartie

**Figure G.1 – Sections de quatre types de fils Cu/Nb₃Sn
selon l'implantation du matériau stabilisateur**

Annexe H (informative)

Considérations relatives à l'incertitude

H.1 Vue d'ensemble

Un certain nombre d'organisations internationales de normalisation, y compris la CEI, ont décidé en 1995 d'uniformiser l'utilisation des termes statistiques dans leurs normes. Il a été décidé d'utiliser le terme «incertitude» pour toutes les expressions statistiques quantitatives (associées à un nombre) et d'éliminer l'utilisation quantitative des termes «précision» et «exactitude». Les termes «exactitude» et «précision» peuvent toujours être utilisés d'une manière qualitative. La terminologie et les méthodes d'évaluation de l'incertitude sont normalisées dans le "Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure" (GUM) [1]¹.

On a laissé à chaque comité d'études le soin de décider de modifier les normes existantes et futures de manière à être cohérentes avec la nouvelle approche uniformisée. Un tel changement n'est pas aisé et crée une confusion supplémentaire, en particulier pour les personnes qui ne sont pas familiarisées avec les statistiques et le terme incertitude. Lors de la réunion du comité d'études 90 à Kyoto en juin 2006, il a été décidé de mettre en œuvre ces changements dans les futures normes.

La conversion des nombres «d'exactitude» et de «précision» en nombres équivalents «d'incertitude» nécessite la connaissance des origines des nombres. Le facteur d'élargissement du nombre d'origine peut avoir été 1, 2, 3 ou un autre nombre. Une spécification d'un fabricant pouvant parfois être décrite par une répartition rectangulaire conduit à un nombre de conversion de $1/\sqrt{3}$. Le facteur de recouvrement approprié a été utilisé lors de la conversion du nombre d'origine en incertitude type équivalente. Le processus de conversion n'est pas une opération que l'utilisateur de la norme doit traiter pour la conformité avec les normes du CE 90, il n'est expliqué ici que pour informer l'utilisateur de la façon dont les nombres ont été modifiés dans ce processus. Le processus de conversion en terminologie d'incertitude ne modifie pas la nécessité pour les utilisateurs d'évaluer leur incertitude de mesure pour déterminer si les critères de la norme sont satisfaits.

Les modes opératoires décrits dans les normes de mesure du CE 90 ont été conçus pour limiter l'incertitude de toute grandeur pouvant avoir une influence sur la mesure, en se fondant sur l'estimation d'ingénierie du responsable et sur la propagation de l'erreur d'analyse. Dans la mesure du possible, les normes ont des limites simples pour l'influence de certaines grandeurs, de sorte qu'il n'est pas demandé à l'utilisateur d'évaluer l'incertitude de ces grandeurs. L'incertitude globale d'une norme a ensuite été confirmée par une comparaison interlaboratoires.

H.2 Définitions

On peut trouver des définitions statistiques dans trois sources: le GUM (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure), le VIM (Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés) [2] et le NIST Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results [3]. Tous les termes de statistique utilisés dans la présente norme ne sont pas explicitement définis dans le GUM (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure). Par exemple, les termes «incertitude type relative» et «incertitude type composée relative» sont utilisés dans le GUM (5.1.6, Annexe J), mais ils ne sont pas formellement définis dans le GUM (voir [3]).

1 Les chiffres entre crochets se réfèrent aux documents de référence de l'Article H.5 de la présente Annexe.

H.3 Considérations relatives au concept d'incertitude

Précédemment, les évaluations statistiques utilisaient fréquemment le coefficient de variation (COV, *coefficient of variation*), qui est le rapport entre l'écart type et la moyenne (N.B. le COV est souvent appelé écart type relatif). On utilisait ces évaluations pour estimer la précision des mesures et fournir l'étroitesse des essais répétés. L'incertitude type (SU, *standard uncertainty*) dépend davantage du nombre d'essais répétés et moins de la moyenne que le COV et, en conséquence, elle fournit dans certains cas une image plus réaliste de la dispersion des données et de l'estimation de l'essai.

L'exemple ci-dessous représente un ensemble de mesures électroniques de dérive et de tension de fluage de deux extensomètres nominalement identiques utilisant le même dispositif de conditionnement de signal et le même système d'acquisition de données. Les $n = 10$ paires de données sont prélevées de manière aléatoire sur la feuille de calcul de 32 000 cellules. Ici, l'extensomètre numéro un (E_1) est dans la position de décalage nul, tandis que l'extensomètre numéro deux (E_2) est dévié de 1 mm. Les signaux de sortie sont en volts.

Tableau H.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques

Signal de sortie V	
E_1	E_2
0,001 220 70	2,334 594 73
0,000 610 35	2,334 289 55
0,001 525 88	2,334 289 55
0,001 220 70	2,334 594 73
0,001 525 88	2,334 594 73
0,001 220 70	2,333 984 38
0,001 525 88	2,334 289 55
0,000 915 53	2,334 289 55
0,000 915 53	2,334 594 73
0,001 220 70	2,334 594 73

Tableau H.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie

Moyenne ($\bar{X}$) V	
E_1	E_2
0,001 190 19	2,334 411 62

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad \text{V} \quad (\text{H.1})$$

Tableau H.3 – Ecart types expérimentaux de deux signaux de sortie

Ecart type expérimental (s) V	
E_1	E_2
0,000 303 48	0,000 213 381

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2} \quad V \quad (H.2)$$

Tableau H.4 – Incertitudes types de deux signaux de sortie

Incertitude type (<i>u</i>) V	
<i>E</i> ₁	<i>E</i> ₂
0,000 095 97	0,000 067 48

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad V \quad (H.3)$$

Tableau H.5 – Coefficient de variation de deux signaux de sortie

Coefficient de Variation (COV) %	
<i>E</i> ₁	<i>E</i> ₂
25,4982	0,0091

$$COV = \frac{s}{\bar{X}} \quad (H.4)$$

L'incertitude type est très semblable pour les déviations des deux extensomètres. Par opposition, le coefficient de variation COV diffère d'un facteur de presque 2 800 entre les deux ensembles de données. Ceci montre l'avantage d'utiliser l'incertitude type qui est indépendante de la valeur moyenne.

H.4 Exemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du CE 90

La valeur d'une mesure observée ne coïncide habituellement pas avec la valeur vraie du mesurande. La valeur observée peut être considérée comme une estimation de la valeur vraie. L'incertitude fait partie de l'«erreur de mesure», qui est une partie intrinsèque de toute mesure. L'amplitude de l'incertitude est une mesure de la qualité métrologique des mesures et améliore également la connaissance du mode opératoire de la mesure. Le résultat de toute mesure physique est habituellement constitué de deux parties: une estimation de la valeur vraie du mesurande et l'incertitude de cette «meilleure» estimation. Dans ce contexte, le GUM est un guide pour une documentation normalisée transparente du mode opératoire de mesure. On peut tenter de mesurer la valeur vraie en mesurant «la meilleure estimation» et en utilisant des évaluations d'incertitude pouvant être considérées de deux types: les incertitudes de Type A (mesures répétées en laboratoire exprimées généralement sous forme de distributions gaussiennes) et les incertitudes de Type B (expériences antérieures, données documentées, informations du fabricant, etc., souvent fournies sous la forme de distributions rectangulaires).

Le calcul d'incertitude utilisant le mode opératoire du GUM est illustré dans l'exemple suivant:

- a) Dans une première étape, l'utilisateur doit déterminer un modèle de mesure mathématique sous forme de mesurande identifié en fonction de toutes les grandeurs d'entrée. Un exemple simple d'un tel modèle est donné pour l'incertitude d'une mesure de force, F_{LC} utilisant une cellule de charge:

$$F_{LC} = W + d_w + d_R + d_{Re}$$

où W , d_w , d_R , et d_{Re} représentent respectivement le poids de l'étalon comme prévu, les données du fabricant, les contrôles répétés de poids étalon/jour et la reproductibilité des contrôles, des jours différents.

Les grandeurs d'entrée sont ici: le poids mesuré des poids étalons en utilisant différentes balances (Type A), les données du fabricant (Type B), les résultats d'essais répétés en utilisant le système électronique numérique (Type B), et la reproductibilité des valeurs finales mesurées des jours différents (Type B).

- b) Il convient que l'utilisateur identifie le type de distribution pour chaque grandeur d'entrée (par exemple, des distributions gaussiennes pour les mesures de Type A et des distributions rectangulaires pour les mesures de Type B).
- c) Evaluer l'incertitude type des mesures de Type A,

$u_A = \frac{s}{\sqrt{n}}$ où s est l'écart type expérimental et n est le nombre total de points de données mesurés.

- d) Evaluer les incertitudes types des mesures de Type B:

$u_B = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot d_w^2 + \dots}$ où d_w est la gamme de valeurs distribuées rectangulaires

- e) Calculer l'incertitude type composée pour le mesurande en combinant toutes les incertitudes types en utilisant l'expression suivante:

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}$$

On suppose dans ce cas qu'il n'y a aucune corrélation entre les grandeurs d'entrée. Si l'équation modèle comporte des termes avec des produits ou des quotients, l'incertitude type composée est évaluée en utilisant des dérivées partielles, et la relation devient plus complexe en raison des coefficients de sensibilité [4], [5].

- f) Facultatif - l'incertitude type composée de l'estimation du mesurande de référence peut être multipliée par un facteur de recouvrement (par exemple 1 pour 68 % ou 2 pour 95 % ou 3 pour 99 %), afin d'augmenter la probabilité pour que l'on s'attende à ce que le mesurande se trouve dans l'intervalle.
- g) Rapporter le résultat sous forme de l'estimation du mesurande $\pm$ l'incertitude élargie, avec l'unité de mesure et, au minimum, l'état du facteur d'élargissement utilisé pour calculer l'incertitude élargie et la probabilité de couverture estimée.

Pour faciliter le calcul et normaliser le mode opératoire, l'utilisation d'un logiciel commercial certifié approprié constitue une méthode directe allégeant la quantité de travail de routine [6], [7]. En particulier, on peut obtenir facilement les dérivées partielles indiquées avec un tel outil logiciel. D'autres références pour les lignes directrices des incertitudes de mesure sont données en [3], [8], et [9].

H.5 Documents de référence de l'Annexe H

- [1] Guide ISO/CEI 98-3:2008, *Incertainitude de mesure – Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM 1995)*
- [2] Guide ISO/CEI 99:2007, *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*
- [3] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*. NIST Technical Note 1297, 1994 (Available at <<http://physics.nist.gov/Pubs/pdf.html>>)
- [4] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique. *Analyst*, (1994), 119, 2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*

- [6] [Cité 2013-03-07] Disponible à <http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html>
- [7] [Cité 2013-03-07] Disponible à <<http://www.isgmax.com/>>
- [8] CHURCHILL, E., HARRY, H.K., and COLLE,R., *Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results*. NBS Special Publication 644 (1983)
- [9] JAB NOTE Edition 1:2003, *Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing)*. (Available at <<http://www.jab.or.jp>>)

Annexe I (informative)

Evaluation de l'incertitude de la méthode d'essai du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn

I.1 Méthode du poids papier

I.1.1 Modèle mathématique

Le rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn mesuré avec la méthode du poids papier est donné formellement par l'Equation (I.1),

$$R_{Cu,p} = \frac{M_{Cu}}{M_{non}} \quad (I.1)$$

où

$R_{Cu,p}$ est le rapport volumique cuivre/non-cuivre avec la méthode du poids papier;

M_{Cu} est le poids papier moyen de la partie cuivre, en g;

M_{non} est le poids papier moyen de la partie non-cuivre, en g.

I.1.2 Evaluation des coefficients de sensibilité

L'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn avec la méthode du poids papier ($u_{RCuc,p}$) est donnée formellement par l'Equation (I.2),

$$u_{RCuc,p} = \sqrt{c_1^2 u_{MCu}^2 + c_2^2 u_{Mnon}^2} \quad (I.2)$$

où

$u_{RCuc,p}$ est l'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre avec la méthode du poids papier;

M_{Cu} est donné par 2,50 g;

M_{non} est donné par 1,60 g;

$$c_1 = \frac{\partial R_{Cu,p}}{\partial M_{Cu}} = \frac{1}{M_{non}} = 0,625 \quad 1/g$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{Cu,p}}{\partial M_{non}} = -\frac{M_{Cu}}{M_{non}^2} = 0,977 \quad 1/g$$

Les grandeurs utilisées dans cette évaluation des coefficients de sensibilité ne s'appliquent qu'à un cas expérimental spécifique. Ces coefficients ne sont pas universellement applicables et seront différents pour chaque expérience.

I.1.3 Incertitude type composée de chaque variable

I.1.3.1 Incertitude type composée du poids papier moyen de la partie cuivre

- Incertitude type composée des photographies, $u_{\text{photo,Cu}} = 0,017$ g, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale due au polissage des éprouvettes, 0,012 g, et de l'incertitude type expérimentale due à la prise de photographies, 0,012 g.
- Incertitude type expérimentale due à la photocopie de la photographie, $u_{\text{copy,Cu}} = 0,014$ g.
- Incertitude type expérimentale due au découpage des photographies, $u_{\text{cut,Cu}} = 0,025$ g.
- Incertitude type composée du pesage, $u_{\text{weigh,Cu}} = 0,002$ g
- Incertitude type expérimentale de la balance, $u_{\text{balance,Cu}} = 0,0005$ g
- Incertitude type composée du poids papier moyen de la partie cuivre,

$$u_{\text{MCuc,p}} = \sqrt{u_{\text{photo,Cu}}^2 + u_{\text{copy,Cu}}^2 + u_{\text{cut,Cu}}^2 + u_{\text{weigh,Cu}}^2 + u_{\text{balance,Cu}}^2} = 0,033 \text{ g}$$

I.1.3.2 Incertitude type composée du poids papier moyen de la partie non-cuivre

- Incertitude type composée des photographies, $u_{\text{photo,non}} = 0,011$ g, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale due au polissage des éprouvettes, 0,008 g, et de l'incertitude type expérimentale due à la prise de photographies, 0,008 g.
- Incertitude type expérimentale due à la photocopie de la photographie, $u_{\text{copy,non}} = 0,009$ g.
- Incertitude type expérimentale due au découpage des photographies, $u_{\text{cut,non}} = 0,016$ g.
- Incertitude type composée du pesage, $u_{\text{weigh,non}} = 0,002$ g
- Incertitude type expérimentale de la balance, $u_{\text{balance,non}} = 0,0005$ g
- Incertitude type composée du poids papier moyen de la partie non-cuivre,

$$u_{\text{Mnonc,p}} = \sqrt{u_{\text{photo,non}}^2 + u_{\text{copy,non}}^2 + u_{\text{cut,non}}^2 + u_{\text{weigh,non}}^2 + u_{\text{balance,non}}^2} = 0,022 \text{ g}$$

I.1.4 Résultats de l'évaluation de l'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre

Les résultats suivants ont été obtenus en utilisant les coefficients de sensibilité de I.1.2.

$$\begin{aligned} u_{\text{RCuc,p}} &= \sqrt{C_1^2 u_{\text{MCuc,p}}^2 + C_2^2 u_{\text{Mnonc,p}}^2} \\ &= \{(0,625)^2 (0,033)^2 + (-0,976)^2 (0,022)^2\}^{1/2} \\ &= 0,030 \end{aligned}$$

D'autre part, l'incertitude type composée relative du rapport volumique cuivre/non-cuivre, $u_{\text{RCuc,p}} = 0,030/1,56 = 1,9 \%$ pour le rapport volumique nominal cuivre/non-cuivre = 1,56.

I.1.5 Résultats d'essai interlaboratoires de l'incertitude type du rapport volumique cuivre/non-cuivre

L'essai interlaboratoires a été réalisé sur des fils en composite supraconducteur Nb_3Sn . Les spécifications des fils supraconducteurs d'essai sont:

Diamètre: 0,82 mm

Cu/non-cuivre nominal: 1,42

Diamètre moyen de filament: environ 3,7 μm

Nombre de filaments: environ 5 900

Le nombre d'établissements participants était de 4 au Japon et le nombre de déterminations était de 8. La moyenne était de 1,48, l'écart type expérimental était de 0,057, l'incertitude type expérimentale était de 0,028 et l'incertitude type composée relative était de 1,9 %.

L'incertitude type composée relative cible de cette méthode ne doit donc pas dépasser 2,5 % (en utilisant un facteur de recouvrement $k = 1$), en se basant sur l'incertitude type composée relative cible de l'essai interlaboratoires.

I.2 Méthode de traitement d'image

I.2.1 Modèle mathématique

Le rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb_3Sn mesuré avec la méthode de traitement d'image est donné formellement par l'Equation (I.3),

$$R_{\text{Cu},i} = \frac{N_{\text{Cu}}}{N_{\text{non}}} \quad (\text{I.3})$$

où

$R_{\text{Cu},i}$ est le rapport volumique cuivre/non-cuivre avec la méthode de traitement d'image;

N_{Cu} est le nombre de pixels sur la partie cuivre;

N_{non} est le nombre de pixels sur la partie non-cuivre.

I.2.2 Evaluation des coefficients de sensibilité

L'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb_3Sn avec la méthode de traitement d'image ($u_{\text{RCu},i}$) est donnée formellement par l'Equation (I.4),

$$u_{\text{RCu},i} = \sqrt{c_1^2 u_{\text{NCu},i}^2 + c_2^2 u_{\text{Nnon},i}^2} \quad (\text{I.4})$$

où

$u_{\text{RCu},i}$ est l'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre avec la méthode de traitement d'image;

N_{Cu} est donné par 2500 pixels pour la partie cuivre;

N_{non} est donné par 1600 pixels pour la partie non-cuivre;

$$c_1 = \frac{\partial R_{\text{Cu},i}}{\partial N_{\text{Cu}}} = \frac{1}{N_{\text{non}}} = 0,000625;$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{\text{Cu},i}}{\partial N_{\text{non}}} = -\frac{N_{\text{Cu}}}{N_{\text{non}}^2} = 0,000977.$$

Les grandeurs utilisées dans cette évaluation des coefficients de sensibilité ne s'appliquent qu'à un cas expérimental spécifique. Ces coefficients ne sont pas universellement applicables et seront différents pour chaque expérience.

I.2.3 Incertitude type composée de chaque variable

I.2.3.1 Incertitude type composée du nombre de pixels pour la partie cuivre

a) Incertitude type expérimentale due à l'état de polissage, $u_{\text{photo,Cu}} = 12,5$.

- b) Incertitude type composée due à l'imagerie, $u_{\text{reproduce,Cu}} = 76,4$, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale d'une image non claire en raison de l'état de polissage, 14,45, et de l'incertitude type expérimentale due à des images claires, 75.
- c) Incertitude type expérimentale due à l'ordinateur utilisé, $u_{\text{computer,Cu}} = 2,5$.
- d) Incertitude type composée du nombre de pixels pour la partie cuivre, $u_{\text{NCuc,i}}$

$$u_{\text{NCuc,i}} = \sqrt{u_{\text{photo,Cu}}^2 + u_{\text{reproduce,Cu}}^2 + u_{\text{computer,Cu}}^2} = 77,5$$

I.2.3.2 Incertitude type composée du nombre de pixels pour la partie non-cuivre

- a) Incertitude type expérimentale due à l'état de polissage, $u_{\text{photo,non}} = 8$.
- b) Incertitude type composée due à l'imagerie, $u_{\text{reproduce,non}} = 48,9$, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale d'une image non claire en raison de l'état de polissage, 9,25, et de l'incertitude type expérimentale due à des images claires, 48.
- c) Incertitude type expérimentale due à l'ordinateur utilisé, $u_{\text{computer,non}} = 1,6$.
- d) Incertitude type composée du nombre de pixels pour la partie non-cuivre, $u_{\text{Nnonc,i}}$

$$u_{\text{Nnonc,i}} = \sqrt{u_{\text{photo,non}}^2 + u_{\text{reproduce,non}}^2 + u_{\text{computer,non}}^2} = 49,4$$

I.2.4 Résultats de l'évaluation de l'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre, $u_{\text{RCuc,i}}$

Les résultats suivants ont été obtenus en utilisant les coefficients de sensibilité de I.2.2.

$$\begin{aligned} u_{\text{RCuc,i}} &= \sqrt{c_1^2 u_{\text{NCuc,i}}^2 + c_2^2 u_{\text{Nnonc,i}}^2} \\ &= \{(0,000625)^2 (77,5)^2 + (-0,000976)^2 (49,6)^2\}^{1/2} \\ &= 0,068 \end{aligned}$$

D'autre part, l'incertitude type composée relative, $u_{\text{RCurc,i}}$ doit être calculée par $u_{\text{RCurc,i}} = 0,068/1,56 = 4,4 \%$.

I.2.5 Résultats d'essai interlaboratoires de l'incertitude type du rapport volumique cuivre/non-cuivre

L'essai interlaboratoires a été réalisé sur un fil en composite supraconducteur Nb_3Sn . Les spécifications du fil supraconducteur d'essai sont:

Diamètre: 0,82 mm

Cu/non-cuivre nominal: 1,42

Diamètre moyen de filament: environ 3,7 μm

Nombre de filaments: environ 5 900

Le nombre d'établissements participants était de 4 au Japon et le nombre de déterminations était de 6. La moyenne était de 1,54, l'écart type expérimental était de 0,158, l'incertitude type expérimentale était de 0,064 et l'incertitude type composée relative était de 4,1 %.

L'incertitude type composée relative cible de cette méthode ne doit donc pas dépasser 5 % (en utilisant un facteur de recouvrement $k = 1$), en se basant sur l'incertitude type composée relative cible de l'essai interlaboratoires.

I.3 Méthode de la masse de cuivre

I.3.1 Modèle mathématique

Le rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn mesuré avec la méthode de la masse de cuivre ($R_{Cu,c}$) est donné formellement par l'Equation (I.5),

$$R_{Cu,c} = \frac{(M_1 - M_2) / \rho_{Cu}}{A \times L - (M_1 - M_2) / \rho_{Cu}} \quad (I.5)$$

où

M_1 est la masse de l'éprouvette, en g;

M_2 est la masse de la partie non-cuivre, en g;

ρ_{Cu} est égal à 8,93, masse spécifique du cuivre, en g/cm³;

$A = \pi(D/2)^2$ est la section de l'éprouvette en cm², où D est le diamètre en cm;

L est la longueur de l'éprouvette en cm.

I.3.2 Evaluation des coefficients de sensibilité

L'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre des fils en composite supraconducteur Nb₃Sn avec la méthode de la masse de cuivre ($u_{RCu,c}$) est donnée formellement par l'Equation (I.6),

$$u_{RCu,c} = \sqrt{c_1^2 u_{M1c}^2 + c_2^2 u_{M2c}^2 + c_3^2 u_{Ac}^2 + c_4^2 u_{Lc}^2 + c_5^2 u_{\rho_{Cu}}^2} \quad (I.6)$$

où

$u_{RCu,c}$ est l'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/non-cuivre;

M_1 est donné par 2,81 g;

u_{M1c} est l'incertitude type composée de la masse de l'éprouvette;

u_{M2c} est l'incertitude type composée de la masse non-cuivre;

M_2 est donné par 1,40 g;

A est donné par 0,0063 cm²;

L est donné par 50,0 cm;

$$c_1 = \frac{\partial R_{Cu,c}}{\partial M_1} = \frac{AL\rho_{Cu}}{\{AL\rho_{Cu} - (M_1 - M_2)\}^2} = 1,429 \quad 1/g;$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{Cu,c}}{\partial M_2} = \frac{-AL\rho_{Cu}}{\{AL\rho_{Cu} - (M_1 - M_2)\}^2} = -1,429 \quad 1/g;$$

$$c_3 = \frac{\partial R_{Cu,c}}{\partial A} = \frac{-L\rho_{Cu}(M_1 - M_2)}{\{AL\rho_{Cu} - (M_1 - M_2)\}^2} = -320 \quad 1/cm^2;$$

$$c_4 = \frac{\partial R_{Cu,c}}{\partial L} = \frac{-A\rho_{Cu}(M_1 - M_2)}{\{AL\rho_{Cu} - (M_1 - M_2)\}^2} = -0,040 \quad 1/cm;$$

$$c_5 = \frac{\partial R_{Cu,c}}{\partial \rho_{Cu}} = \frac{-AL(M_1 - M_2)}{\{AL\rho_{Cu} - (M_1 - M_2)\}^2} = -0,226 \text{ cm}^3/\text{g}.$$

Les grandeurs utilisées dans cette évaluation des coefficients de sensibilité ne s'appliquent qu'à un cas expérimental spécifique. Ces coefficients ne sont pas universellement applicables et seront différents pour chaque expérience.

I.3.3 Incertitude type composée de chaque variable

Incertitude type composée des éprouvettes, $u_{M1c} = 0,002 \text{ g}$, qui est constituée d'une incertitude type expérimentale de M_1 0,001 et de l'incertitude de type B de la balance, $0,0016 \text{ g}$ ($2,81 \text{ g} \times 0,001/\sqrt{3}$).

Incertitude type composée de la masse non-cuivre, $u_{M2c} = 0,0009 \text{ g}$, qui est constituée d'une incertitude type expérimentale de 0,0003 g et de l'incertitude de type B de la balance, 0,0008 g.

Incertitude type composée de la section de l'échantillon, $u_{Ac} = 0,00001 \text{ cm}^2$, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale, $u_D = 0,00007 \text{ cm}$, et de l'incertitude de type B du micromètre, 0,00006 cm.

Incertitude type composée de la longueur de l'échantillon, $u_{Lc} = 0,01 \text{ cm}$, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale de 0,01 cm et de l'incertitude de type B des pieds à coulisse, 0,0005 cm.

Incertitude de type B de la masse spécifique du cuivre, $u_{\rho Cu} = 0,00515 \text{ g/cm}^3$.

Résultats d'évaluation de l'incertitude type composée, $u_{RCuc,c}$

Les résultats suivants ont été obtenus en utilisant les coefficients de sensibilité de I.3.2.

$$\begin{aligned} u_{RCuc,c} &= \sqrt{c_1^2 u_{M1c}^2 + c_2^2 u_{M2c}^2 + c_3^2 u_{Ac}^2 + c_4^2 u_{Lc}^2 + c_5^2 u_{\rho Cu}^2} \\ &= \{(1,429)^2(0,002)^2 + (-1,429)^2(0,0009)^2 + (-320)^2(0,00001)^2 + (-0,040)^2(0,01)^2 + \\ &\quad (-0,226)^2(0,00515)^2\}^{1/2} \\ &= 0,0046 \end{aligned}$$

D'autre part, l'incertitude type composée relative, $u_{RCuc,c}$ doit être calculée par $u_{RCuc,c} = 0,0046/1,0 = 0,46 \%$ pour le rapport volumique nominal cuivre/supraconducteur = 1,0.

I.3.4 Résultats d'essai de production de l'incertitude type du rapport volumique cuivre/supraconducteur

Les essais de production ont été réalisés sur des fils en composite supraconducteur Nb_3Sn . Les spécifications du fil supraconducteur d'essai sont:

Diamètre: 0,82 mm

Rapport nominal Cu/non-cuivre: 1,0

Diamètre moyen de filament: environ 3 μm

Le nombre de lots de fabrications était de 10 dans une entreprise japonaise et le nombre de déterminations était de 20. La moyenne était de 0,997, l'écart type expérimental était de 0,018, l'incertitude type composée était de 0,004 et l'incertitude type composée relative était de 0,4 %.

L'incertitude type composée relative cible de cette méthode ne doit donc pas dépasser 2,5 % (en utilisant un facteur de recouvrement $k = 1$), en se basant sur l'incertitude type composée relative cible de l'essai de production.

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch