

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Superconductivity –

Part 13: AC loss measurements – Magnetometer methods for hysteresis loss in superconducting multifilamentary composites

Supraconductivité –

Partie 13: Mesure des pertes en courant alternatif – Méthodes de mesure par magnétomètre des pertes par hystérésis dans les composites multifilamentaires supraconducteurs



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2012 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It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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.



IEC 61788-13

Edition 2.0 2012-07

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Superconductivity –

Part 13: AC loss measurements – Magnetometer methods for hysteresis loss in superconducting multifilamentary composites

Supraconductivité –

Partie 13: Mesure des pertes en courant alternatif – Méthodes de mesure par magnétomètre des pertes par hystérésis dans les composites multifilamentaires supraconducteurs

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

T

ICS 17.220, 29.050

ISBN 978-2-83220-292-0

**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.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
4 General specifications	8
4.1 Target uncertainty	8
4.2 Uncertainty and uniformity of the applied field	8
4.3 VSM calibration	8
4.4 Temperature.....	9
4.5 Specimen length.....	9
4.6 Specimen orientation and demagnetization effects	9
4.7 Normalization volume	9
4.8 Mode of field cycling or sweeping	9
5 The VSM method of measurement.....	10
5.1 General	10
5.2 VSM measurement principle	10
5.3 VSM specimen preparation.....	10
5.4 VSM measurement conditions and calibration	12
5.4.1 Field amplitude	12
5.4.2 Direction of applied field	12
5.4.3 Rate of change of the applied field (sweep rate)	12
5.4.4 Waveform of the field change	12
5.4.5 Specimen size and shape correction.....	12
5.4.6 Allowance for addendum (background subtraction)	13
5.4.7 Data point density.....	13
6 Test report.....	13
6.1 General	13
6.2 Initiation of the test.....	13
6.3 Technical details	13
Annex A (informative) The SQUID method of measurement	15
Annex B (normative) Extension of the standard to the measurement of superconductors in general.....	16
Annex C (informative) Uncertainty considerations	18
Bibliography.....	23
Figure 1 – A typical experimental setup of VSM measurement	11
Figure 2 – Three alternative specimen configurations for the VSM measurement	11
Table C.1 – Output signals from two nominally identical extensometers	19
Table C.2 – Mean values of two output signals	19
Table C.3 – Experimental standard deviations of two output signals	19
Table C.4 – Standard uncertainties of two output signals	20
Table C.5 – Coefficient of variations of two output signals	20

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –

**Part 13: AC loss measurements –
Magnetometer methods for hysteresis loss
in superconducting multifilamentary composites**

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 61788-13 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2003. It constitutes a technical revision.

Modifications made to the second edition are

- to extend to the measurement of superconductors in general, in various sample sizes and shapes, and at temperatures other than 4,2 K,
- to use the word "uncertainty" for all quantitative (associated with a number) statistical expressions and eliminate the quantitative use of "precision" and "accuracy" in accordance with the decision at the June 2006 IEC/TC90 meeting in Kyoto.

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

FDIS	Report on voting
90/302/FDIS	90/306/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, 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.

INTRODUCTION

IEC Technical Committee 90 proposes magnetometer and pickup coil methods for measuring the AC losses of Cu/Nb-Ti composite superconducting wires in transverse time-varying magnetic fields. These represent initial steps in standardization of methods for measuring the various contributions to AC loss in transverse fields, the most frequently encountered configuration.

It was decided to split the initial proposal mentioned above into two documents covering two standard methods. One of them describes the magnetometer method for hysteresis loss and low frequency (or sweep rate) total AC loss measurement in a slowly varying magnetic field, and the other describes the pickup coil method for total AC loss measurement in higher frequency (or sweep rate) magnetic fields. The frequency range is 0 Hz – 0,06 Hz for the magnetometer method and 0,005 Hz – 60 Hz for the pickup-coil method. The overlap between 0,005 Hz and 0,06 Hz is a complementary frequency range for the two methods.

This standard deals with the magnetometer method.

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 13: AC loss measurements – Magnetometer methods for hysteresis loss in superconducting multifilamentary composites

1 Scope

This part of IEC 61788 describes considerations for the measurement of hysteretic loss in Cu/Nb-Ti multifilamentary composites using DC- or low-ramp-rate magnetometry. This international standard specifies a method of the measurement of hysteretic loss in multifilamentary Cu/Nb-Ti composite conductors. Measurements are assumed to be on round wires with temperatures at or near 4,2 K. DC or low-ramp-rate magnetometry will be performed using either a superconducting quantum interference device (SQUID magnetometer, See Annex A.) or a vibrating-sample magnetometer (VSM). In case differences between the calibrated magnetometer results are noted, the VSM results, extrapolated to zero ramp rate, will be taken as definitive. Extension to the measurement of superconductors in general is given in Annex B.

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 part of IEC 61788, the terms and definitions given in IEC 60050-815, together with the following terms and definitions, apply.

3.1

AC loss

P

power dissipated in a composite superconductor due to application of a time-varying magnetic field or electric current

Note 1 to entry: The AC loss per magnetic field cycle is designated *Q*. Although all such loss is inevitably "hysteretic" in the general sense, the AC loss in a superconducting composite is assumed to be separable into "hysteresis-", "eddy-current-", and "coupling-" loss components, as defined below (see Note 1 and Note 2 of IEC 60050-815:2000, 815-04-54).

[SOURCE: IEC 60050-815:2000, 815-04-54, modified – The original two notes have been replaced by a new note to entry.]

3.2 hysteresis loss

P_h

loss of the type whose value per cycle is independent of frequency arising in a superconductor under a varying magnetic field

Note 1 to entry: This loss is caused by the irreversible magnetic properties of the superconducting material due to pinning of flux lines.

Note 2 to entry: Hysteresis loss is that which takes place only within the superconducting regions of the Cu/Nb-Ti composite, and hence which would be present even in the absence of the matrix. The hysteresis loss per cycle, designated Q_h , is associated with the area of the magnetization vs. field (M - H) hysteresis loop; the associated M is occasionally referred to as the "persistent-current magnetization".

[SOURCE: IEC 60050-815:2000, 815-04-55, modified – A new note to entry has been added.]

3.3 eddy current loss

P_e

loss arising in the normal matrix of a superconductor or the structural material when exposed to a varying magnetic field, either from an applied field or from a self-field

Note 1 to entry: The eddy current loss per cycle is designated Q_e .

[SOURCE: IEC 60050-815:2000, 815-04-56, modified – A new note to entry has been added.]

3.4 coupling loss

P_c

loss arising in multi-filamentary superconducting wires with a normal matrix due to coupling current

Note 1 to entry: The coupling loss per cycle is designated Q_c .

[SOURCE: IEC 60050-815:2000, 815-04-59, modified – A new note to entry has been added.]

3.5 proximity effect coupling loss

P_{pe}

loss stemming from currents that circulate along the filaments of a superconducting composite and across the intervening matrix rendered superconducting by proximity effect (PE)

Note 1 to entry: By so doing, the PE currents compete for the same paths as the coupling currents. Since the PE entire current path is superconductive, P_{pe} is a persistent-current effect and when it is present serves to augment P_h . Proximity effect can be expected in Cu/NbTi composites when the interfilamentary spacing drops below about 1 μm . The PE loss per cycle is designated Q_{pe} .

3.6 demagnetization

phenomenon in which the specimen's magnetization reduces the applied magnetic field sensed by the superconductor

Note 1 to entry: It depends on the strength of that magnetization as well as sample geometry and applied field orientation. It is usually negligible for multifilamentary Cu/Nb-Ti composites at 4,2 K in large magnetic fields.

3.7 flux creep

thermally activated flux motion in which fluxons move from one pinning centre to another

Note 1 to entry: Flux creep refers to the logarithmic time dependence of decay (at fixed applied field strength and sample temperature) of a superconductor's persistent-current magnetization. A significant level of flux creep will

contribute a frequency dependence to the hysteretic loss. The effect is negligible for Cu/Nb-Ti composites, except when proximity effect coupling is present.

[SOURCE: IEC 60050-815:2000, 815-03-20, modified – The original note has been replaced by a new note to entry.]

3.8

flux jump

cooperative and transitional movements of pinned fluxons as a result of a magnetic instability initiated by mechanical, thermal, or electrical disturbances

Note 1 to entry: A flux jump manifests itself as a sudden drop in magnetization of the superconductor.

3.9

filamentary volume

total volume of the filaments within a given sample

3.10

composite volume

total specimen volume including both superconductor and matrix

3.11

sweep amplitude

$H_{\max}$

maximum value of the applied field

3.12

magnetization loop

trace of specimen magnetization as function of applied magnetic field strength as the field is varied around a complete cycle starting and ending at $+H_{\max}$

Note 1 to entry: The area of the loop, Q , is the "energy loss per cycle". As indicated above, by analogy with the components of power dissipation, Q can be regarded as having the components Q_h , Q_e , Q_c , and Q_{pe} .

4 General specifications

4.1 Target uncertainty

The target uncertainty of this method is defined as coefficient of variation (COV; standard deviation divided by the average). The COV shall not exceed 5 %.

Important variables and elements affecting the uncertainty of the results are specified as follows. Introduction to the uncertainty is given in Annex C.

4.2 Uncertainty and uniformity of the applied field

An applied magnetic field system shall provide the magnetic field with a relative standard uncertainty not to exceed 0,5 %. The applied field shall have a uniformity of 0,1 % over the volume of the specimen.

4.3 VSM calibration

The goal of VSM calibration is to ensure that the specimen's moment is measured with a relative combined standard uncertainty not to exceed 1 %. Calibration shall be performed with all cryostats and any other metal parts in place (as they would be in an actual measurement).

The magnetometer shall be calibrated using a small Ni sphere whose calibration is traceable to the National Institute of Standards and Technology (N.I.S.T., U.S.A.)'s standard reference material 772a. This is a Ni sphere 2,383 mm in diameter prepared from high purity Ni wire.

The certified value of its magnetic moment, m , is $(3,47 \pm 0,01) \text{ mA m}^2$ at 298 K, in a field, H , of 398 kA/m ($\mu_0 H = 0,5 \text{ T}$). In calibration against this sphere, field and temperature corrections are made according to

$$m = 3,47 [1 + 0,0026 \ln(H/398)][1 - 0,00047(T-298)] \quad (\text{mA m}^2)$$

with H in kA/m (1 kA/m = 12,56 Oe) and T in K. For convenience, a calibration field of about 400 kA/m is recommended.

4.4 Temperature

Measurements shall be made at or near 4,2 K, the normal boiling point of liquid helium and the actual temperature of measurement reported to a combined standard uncertainty not exceeding 0,05 K.

At temperatures other than 4,2 K, the temperature shall be known with a relative standard uncertainty not exceeding 1,2 %, which corresponds to the above combined standard uncertainty at 4,2 K.

4.5 Specimen length

Several magnetization components are functions of specimen length, L . Length dependence needs to be eliminated or appropriately allowed for.

- a) In relatively short samples, critical current density anisotropy in the longitudinal and transverse directions will lead to a measurable "end effect" and hence to a length dependence in Q_h . To avert this possibility, specimens shall be prepared whose superconducting components (filaments) have a length/diameter ratio of more than 20.
- b) Proximity effect can be expected to be present in Cu/Nb-Ti multifilamentary composites only if the filament spacing, d_s , is less than about 1 μm . Under this condition, the resulting PE contribution to magnetization will depend on sample length, L , and twist pitch, L_p . Under this condition, these lengths will need to be taken into account in the following way when reporting the results:
 - for $d_s < \text{about } 1 \mu\text{m}$ and the filaments are untwisted, Q_h shall be measured as function of L and the results extrapolated to zero L ;
 - for $d_s < \text{about } 1 \mu\text{m}$ and the filaments are twisted, Q_h shall be measured at $L > 5 L_p$.

4.6 Specimen orientation and demagnetization effects

Loss measurements shall be made on strand specimens in a transverse magnetic field. For the fully penetrated fine filaments of a multifilamentary Cu/Nb-Ti strand, demagnetization is negligible. By the same token, it is negligible for round-, flat-, or square-cross-sectioned bundles of such strands. However, for the sake of completeness in reporting the results, the specimen configuration shall be reported.

4.7 Normalization volume

It may be desirable to report hysteretic loss in terms of the superconductor volume. To pursue this route, it is necessary to invoke a standard procedure for determining the matrix (Cu)/superconductor volume ratio (see IEC 61788-5). For the purposes of this standard, these steps are eliminated, and AC loss is to be reported in terms of total composite volume. Volume should be measured with a relative combined standard uncertainty not to exceed 0,5 %.

4.8 Mode of field cycling or sweeping

The applied field may be changed *point-by-point* over the field cycle starting and ending at H_{max} . SQUID magnetometry is restricted to this mode of field change, and it is optional for the VSM to be operated in point-by-point mode. The VSM may also be operated semicontinuously, the M - H loop being constructed from 200 or so (M, H) data-pairs.

5 The VSM method of measurement

5.1 General

For a full description of the application of VSM technique, the paper by Collings et al. [1¹] is recommended.

5.2 VSM measurement principle

The basic principle of the Foner [2] VSM is as follows. The specimen to be measured is located in a uniform magnetic field, which causes it to become magnetized. The specimen is mechanically oscillated near a set of pickup coils. The oscillating magnetic moment causes an oscillation in the magnetic field linking the pickup coils, thereby inducing an AC voltage which is then detected and converted into a magnetic moment value by electronic circuitry. The magnetometer is a "substitution" rather than "absolute" device and its output signal requires calibration against a reference. Custom-made (hand-made) VSMs do exist, but increasingly, commercial versions of this machine are used. In general, they share the following characteristics. The specimen to be measured is typically mounted on a vertical rod which vibrates longitudinally (vertically) with a position amplitude of about 1 mm and at a suitably low frequency.

The magnetic field may be supplied by either a horizontally mounted iron-core electromagnet (EM) or a vertically mounted superconducting solenoid (SCS) – the conventional attitudes in each case – causing the vibration direction of the sample to be perpendicular or parallel, respectively, to the field direction. The pickup coils are appropriately located and connected in pairs such that any external field oscillations (magnetic noise) are cancelled and only the specimen-generated field oscillations are detected. A typical experimental setup of VSM measurement is given in Figure 1.

The loss is determined from the numerically integrated area of the full *M-H* loop.

The specimen is positioned at the "sweet spot", a small region of the pickup coil space within which the detected signal changes only slightly with variation of vertical or horizontal positioning of the specimen. Using a small calibrating specimen of, for example Ni, the specimen space is to be explored and the sweet spot determined as the volume within which the response does not change more than 2 %. Suppose Z to be the vertical direction, Y the direction along the magnet-pole axis, and X the direction normal to the magnet-pole axis, then the center of the sweet spot is located by a procedure known as "saddling", viz seeking the maximum signal along Z combined with the maximum along X and the minimum along Y.

5.3 VSM specimen preparation

The size of the sweet spot in the typical VSM restricts specimen volume to less than about 30 mm³. For the VSM measurement of Cu/Nb-Ti multifilamentary composite wires, it is permissible to use one of three alternative specimen configurations as shown in Figure 2.

- a) Short straight specimen: This consists of one or more straight pieces of strand (the size of the bundle depending on the signal strength required) up to about 1 cm in length. The ends of the strand pieces are to be finely ground flat (see for example [1]).
- b) Multiturn coil: If long lengths of fine wire are to be measured, they may be wound for measurement into a multiturn coil (see for example [3]). For EM-VSM measurement, the coil may be oval in shape and mounted with its long axis vertically (parallel to the vibration axis). The plane of the coil will be normal to the field direction. For SCS-VSM measurement, the multiturn coil should be round and mounted with its plane perpendicular to the vibration axis.

¹) Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

To minimize the possibility of interstrand coupling, the strands of the short straight bundle and the multiturn coil are to be insulated by varnish, or by potting, or otherwise be electrically separated.

- c) Helical coil: Lying between the short straight sample and the multiturn coil is the helical coil. As recommended by Goldfarb et al. [4], this consists of a single length of strand wound along the grooves of a screw thread. The axis of the helix is parallel to the field direction which can then be regarded as transverse to the specimen axis if the pitch angle is less than 8° . Using the helical technique, a relatively long piece of moderately thick strand can be accommodated for measurement.

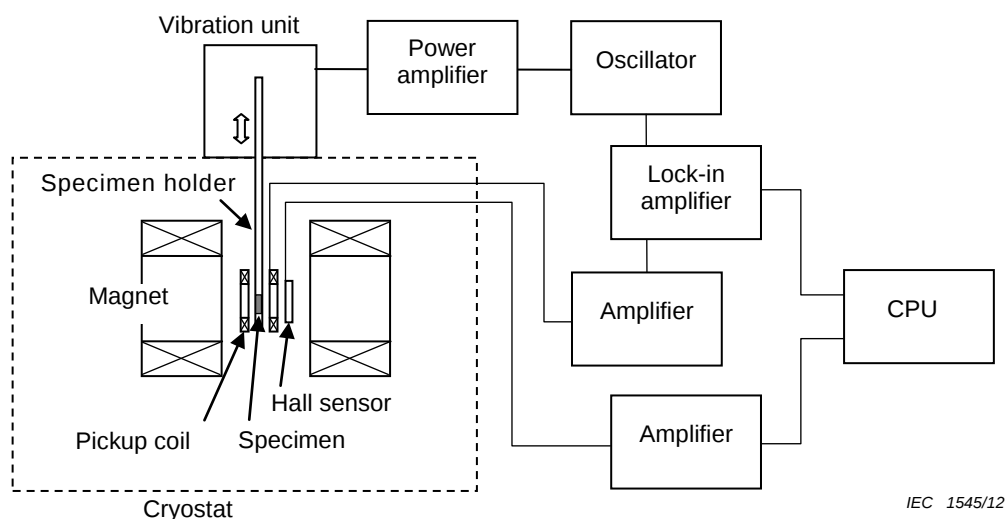


Figure 1 – A typical experimental setup of VSM measurement

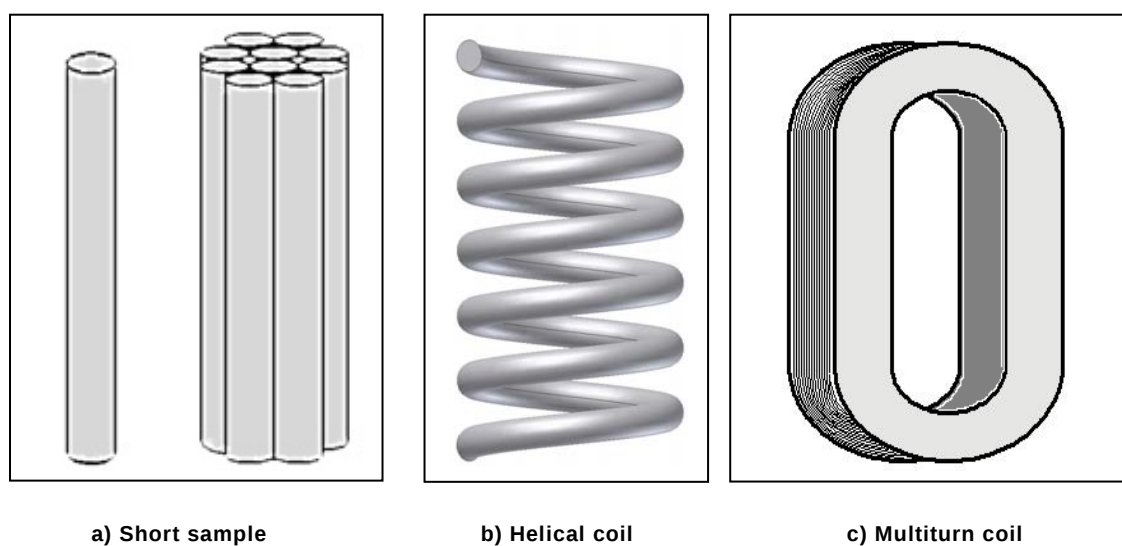


Figure 2 – Three alternative specimen configurations for the VSM measurement

5.4 VSM measurement conditions and calibration

5.4.1 Field amplitude

The measuring field amplitude, to be determined by the application, shall be specified (see Clause 6).

5.4.2 Direction of applied field

The field shall be applied transversely to the strand axis. Thus, the applied field will be normal to the axis of the short straight specimen, normal to the plane of the multiturn coil, or parallel to the axis of the helical coil.

5.4.3 Rate of change of the applied field (sweep rate)

5.4.3.1 Effect of coupling

The sweep rate of the applied field should be sufficiently low as to render negligible any coupling contribution, P_c , to the AC loss. But in very low sweep rate, including point-by-point measurement, the effect of strong coupling will re-appear in the form of eddy current decay (exponential creep), the effect of which will then need to be taken into account. If detectable coupling is encountered in measurements made at typical VSM sweep rates, Q_h shall be determined by extrapolation to zero dH/dt , it having been previously determined that the Q measured is linear in dH/dt . For specimens with a low n value in the voltage-current relation at higher temperatures, Q_h shall be also determined by a similar extrapolation.

5.4.3.2 Proximity effect

In fine filament composites the measurer shall be alert to the possibility of a proximity effect (PE) contribution to the hysteretic loss. The PE contribution enhances the hysteretic loss beyond that expected for (a bundle of) individual filaments. It is a valid contribution to the total hysteric loss and should therefore be included.

5.4.3.3 Flux jump

In thick filament composite the measurer shall be also alert to the possibility of a flux jump, which disturbs to measure the intrinsic magnetization. The report shall include a note on flux jump (6.3 d)).

5.4.4 Waveform of the field change

The field sweep rate shall be linear between the end-points $\pm H_{\max}$, see 3.11 and 4.7 above.

5.4.5 Specimen size and shape correction

Calibration shall be performed as directed above under 4.2. Furthermore, consideration shall be given to the size and shape of the specimen with respect to those of the calibration sample.

The specimen shall be centered on the sweet spot.

For specimens smaller than the calibration sample, no size correction need be applied.

For specimens larger than the calibration sample, one of two size corrections are allowed:

- a) a replica of the specimen will be fabricated from Ni and used as a secondary standard;
- b) the sweet spot will be mapped out and a size and shape correction will be generated based on the measured response.

5.4.6 Allowance for addendum (background subtraction)

The measurer shall be alert to the possibility that the specimen holder and associated parts (for example temperature sensor) may make a significant contribution to the loss. Whenever this turns out to be the case, a correction shall be applied.

5.4.7 Data point density

In modern computer-controlled VSM measurements, it is possible to select, from a broad range, the number of data-pairs that make up the M - H loop. If fine structure is present (for example those describing the various features of PE magnetization), a high point density is necessary. If point-by-point measurements are made, the M - H loop shall consist of no less than 100 data pairs.

6 Test report

6.1 General

The report of the results of the AC loss testing shall include at least the following specifications. The reason for any missing information shall be explained.

6.2 Initiation of the test

- Name of the laboratory performing the test
- Names of groups or persons requesting the test
- Other details concerning sponsorship of the test

6.3 Technical details

- a) The superconducting composite strand – details when available
 - Manufacturer and strand identification code
 - Strand materials
 - Strand design, for example number of re-stacks
 - Cu/superconductor volume ratio within filamentary bundle and overall
 - Matrix residual resistance ratio, RRR
 - Twist pitch
 - Filament count
 - Filament diameter
- b) The specimen – the strand as prepared for measurement
 - Form of the specimen (bundle or coil)
 - Dimensions of bundle, number of wires in bundle
 - Length of the bundle
 - Dimensions of coil
 - Total length of strand in sample
 - Sample mounting – orientation with respect to the applied field
- c) Test facilities – apparatus and conditions
 - Magnetometer calibration procedure and related details
 - Uncertainty of field determination and calibration procedure
 - Uncertainty of temperature determination and procedure used

- Specify whether point-by-point or continuous applied field change and, in the latter case, the field ramp rates used
 - Number of data points taken in constructing the four segments of the M - H loop
- d) Results – final report and analysis
- The measured hysteretic loss, Q_h , per unit volume of strand corrected to 4,2 K if necessary
 - Field sweep amplitude
 - Temperature of measurement
 - A set of typical M - H loops
 - State whether proximity effect is noted
 - State whether flux jumping is noted
 - Discuss the dH/dt dependence of loss and if extrapolation to zero dH/dt was needed to determine the static Q_h
 - Discuss if creep-effect corrections to the low ramp-rate loss were needed

Annex A **(informative)**

The SQUID method of measurement

A.1 SQUID measurement principle

A SQUID basically consists of a superconducting ring, which is broken by one (r.f. SQUID) or two (d.c. SQUID) “weak links”, where the superconductivity is strongly suppressed. These devices exhibit a macroscopically observable quantum interference effect, which is strongly correlated to the magnetic flux inside the ring. With suitable electronic circuitry, the quantum interference effect can be exploited to obtain extremely accurate measurements of this magnetic flux. Superconducting flux transformers are used to couple the total magnetic flux of complex external superconducting pick-up coil configurations into the ring of the SQUID sensor. A detailed treatment of the underlying physics, electronic circuits and general error sources using SQUID sensors can be found in [5].

In SQUID magnetometers, the magnetic moment of a specimen is derived from the magnetic flux it creates in a pick-up coil, and which can be measured accurately using the SQUID sensor. As in the VSM measurement, the results depend on a proper calibration of the instrument. Generally, this calibration is based on the interpretation of the measured magnetic flux as being caused by a magnetic dipole moment. In order to suppress magnetic flux noise and the large background flux of the applied field, the pick-up coil is replaced by a pick-up system forming a first or second order gradiometer. The specimen is moved in the pick-up coil system, and its magnetic moment is calculated from the output voltage of the SQUID sensor as a function of the specimen's position in the gradiometer coils. A periodic movement of the sample allows changes in the magnetic moment to be monitored over a longer time scale and avoids drift effects in the detection electronics.

In typical commercial SQUID systems, the pick-up coil diameter is a few centimeters, comparable to the separation between the pick-up coils. In order to obtain the maximum signal amplitude, the specimen movement also extends over a range of a few centimeters, although it may be significantly reduced in some newer commercial models. The magnetic field used to magnetize the specimen is created by superconducting magnets with the axis parallel to the direction of the specimen movement.

A.2 Specimen preparation

Typical size and specimen configurations are described in 5.3. A recalibration of the instrument (see 4.2) for the specimen geometry (see 5.4.5) is necessary if the specimen's dimension perpendicular to the axis of the pick-up coils is larger than typically 5 mm (depending on the design of the pick-up coils in the specific instrument).

A.3 Specific SQUID measurement conditions and calibration

All specifications from 5.4 apply, with the exception that the point-by-point measuring mode is necessary in SQUID magnetometers, which automatically leads to longer measuring times and a significant reduction of the point density. Due to the low speed of the SQUID's data acquisition, a full magnetization loop shall consist of not less than 50 data points. Many more than 50 may be needed in order to resolve any fine structure in the hysteresis loop.

A.4 Test report

See Clause 6.

Annex B (normative)

Extension of the standard to the measurement of superconductors in general

B.1 Overview

The standard magnetization procedure for measuring low frequency AC loss of Cu/Nb-Ti superconducting composites is extended to the measurement of superconductors in general and at temperatures other than 4,2 K.

B.2 Superconductors in general

The methods described in IEC 61788-13 are extended to the measurement of unstabilized Nb-Ti, i.e. Nb-Ti without Cu, or the Cu/Nb-Ti composite in which the Cu has been removed by etching. In the latter case the resulting filamentary bundle may be supported by resin impregnation.

The methods described in IEC 61788-13 are extended to the measurement of other classes of *stabilized or unstabilized* superconductors in the form of round wire such as:

- a) the low-temperature superconductors (LTSC) Nb-Ti-Ta, Nb₃Sn (as processed by the bronze route, the powder-in-tube route, the internal-tin route, etc), Nb₃Al
- b) the intermediate-temperature superconductor MgB₂
- c) the high temperature superconductors (HTSC) Bi-2212, Bi-2223, YBCO

B.3 Sample shape

All classes of wire may be measured in the form of a “short straight specimen”. Ductile wires may also be measured as a “helical coil” or “multiturn coil”.

B.4 Sample size

The sample should be of such a size that it lies fully within the sweet spot. If a larger sample needs to be measured a correction will have to be applied. There are two ways of applying the correction:

- a) numerically, after exploring the sample space both inside and outside the sweet spot using a small standard calibrating sample (small Ni sphere);
- b) by recalibrating the magnetometer using a standard sample (Ni) of the same shape as the sample to be measured.

B.5 Measurement at temperatures other than 4,2 K

B.5.1 Measurement temperature

Measurements with the vibrating sample magnetometer may be performed over a wide range of temperatures:

- a) at 4,2 K, the normal boiling point of liquid He;
- b) below 4,2 K by pumping on liquid He;

- c) above 4,2 K by a temperature-controlled stream of He gas (e.g. a needle-valve/heater arrangement);
- d) the refrigeration may be based either on liquid He itself or through the use of a cryocooler.

B.5.2 Calibration

All the measuring components of the VSM are located outside the cooled space, thereby enabling a machine calibrated at room temperature using a standard Ni sample to perform measurements at any temperature.

Annex C (informative)

Uncertainty considerations

C.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 ISO/IEC Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) [1]²

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.

C.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]).

² Figures in square brackets in this annex refer to the reference documents in Clause C.5.

C.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 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 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 C.1 – Output signals from two nominally identical extensometers

Output signal [V]	
E_1	E_2
0,00122070	2,33459473
0,00061035	2,33428955
0,00152588	2,33428955
0,00122070	2,33459473
0,00152588	2,33459473
0,00122070	2,33398438
0,00152588	2,33428955
0,00091553	2,33428955
0,00091553	2,33459473
0,00122070	2,33459473

Table C.2 – Mean values of two output signals

Mean ($\bar{X}$) [V]	
E_1	E_2
0,00119019	2,33441162

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

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

Experimental standard deviation (s) [V]	
E_1	E_2
0,00030348	0,000213381

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

Table C.4 – Standard uncertainties of two output signals

Standard uncertainty (<i>u</i>) [V]	
<i>E</i> ₁	<i>E</i> ₂
0,00009597	0,00006748

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad [\text{V}] \quad (\text{C.3})$$

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

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

$$\text{COV} = \frac{s}{\bar{x}} \quad (\text{C.4})$$

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.

C.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:

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

Force as measurand = *W* (weight of standard as expected) + *d*_W (manufacturer's data) + *d*_R (repeated checks of standard weight/day) + *d*_{Re} (reproducibility of checks at different days).

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].

C.5 Reference documents

- [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*, 119, (1994), p. 2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [6] Available at <http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html>
- [7] 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>>).

Bibliography

- [1] COLLINGS, E.W., SUMPTION, M.D., ITOH, K., WADA, H. and TACHIKAWA, K. *Cryogenics* 37, 1997, p. 49-60.
 - [2] FONER, S., *Rev. Sci. Instrum.* 30, 1959, p. 548.
 - [3] SUMPTION, M.D. and COLLINGS, E.W. *Adv. Cryo. Eng. (Materials)* 38 (1992) p. 783-790 (see also SUMPTION, M.D., PYON, D.S. and COLLINGS, E.W. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 3, 1993, p. 859-862.
 - [4] GOLDFARB, R.B. and ITOH, K., *J. Appl. Phys.* 75, 1994, p. 2115.
 - [5] GALLOP, J.C. *SQUIDS, the Josephson Effects and Superconducting Electronics*. IOP Publishing Ltd., 1991.
-

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	25
INTRODUCTION.....	27
1 Domaine d'application	28
2 Références normatives.....	28
3 Termes et définitions	28
4 Spécifications générales.....	31
4.1 Incertitude attendue	31
4.2 Incertitude et uniformité du champ appliqué	31
4.3 Etalonnage du magnétomètre VSM	31
4.4 Température.....	31
4.5 Longueur de l'éprouvette	31
4.6 Effets de sens et de désaimantation de l'éprouvette	32
4.7 Volume de normalisation	32
4.8 Mode de cyclage ou de balayage du champ	32
5 Méthode de mesure par VSM	32
5.1 Généralités.....	32
5.2 Principe de mesure par VSM	32
5.3 Préparation de l'éprouvette pour le VSM	33
5.4 Conditions de mesure et étalonnage du VSM	34
5.4.1 Amplitude du champ	34
5.4.2 Sens du champ appliqué	34
5.4.3 Vitesse de variation du champ appliqué (vitesse de balayage).....	35
5.4.4 Forme d'onde de la variation du champ	35
5.4.5 Correction de taille de l'éprouvette	35
5.4.6 Supplément autorisé (soustraction du bruit de fond)	35
5.4.7 Densité des points de mesure.....	36
6 Rapport d'essai	36
6.1 Généralités.....	36
6.2 Début de l'essai.....	36
6.3 Détails techniques.....	36
Annexe A (informative) Méthode de mesure par SQUID.....	38
Annexe B (normative) Extension de la présente norme à la mesure des supraconducteurs en général.....	40
Annexe C (informative) Considérations relatives à l'incertitude	42
Bibliographie.....	47
Figure 1 – Montage expérimental type de mesure par VSM.....	34
Figure 2 – Trois autres configurations d'éprouvettes pour la mesure par VSM	34
Tableau C.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques	43
Tableau C.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie.....	43
Tableau C.3 – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie	43
Tableau C.4 – Incertitudes-types de deux signaux de sortie.....	44
Tableau C.5 – Coefficient de variation de deux signaux de sortie.....	44

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

**Partie 13: Mesure des pertes en courant alternatif –
Méthodes de mesure par magnétomètre des pertes par hystérésis
dans les composites multifilamentaires supraconducteurs**

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 61788-13 a été établie par le comité d'études 90 de la CEI: Supraconductivité.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 2003. Cette édition constitue une révision technique.

Les modifications apportées à la deuxième édition sont:

- une extension à la mesure des supraconducteurs en général, de tailles et formes d'échantillons diverses et à des températures différentes de 4,2 K,
- l'utilisation du mot «incertitude» pour toutes les expressions statistiques quantitatives (associées à un nombre) et l'élimination de l'utilisation quantitative des termes «précision» et «exactitude», conformément à la décision prise lors de la réunion du CE 90 de la CEI à Kyoto en juin 2006.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
90/302/FDIS	90/306/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, regroupées 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.

INTRODUCTION

Le comité d'études 90 de la CEI propose des méthodes de mesure par magnétomètre et bobines de détection des pertes en courant alternatif des composites filamentaires supraconducteurs de Cu/Nb-Ti dans les champs magnétiques transverses variables dans le temps. Celles-ci représentent les premières étapes de normalisation des méthodes de mesure des différentes causes des pertes en courant alternatif dans les champs transverses, configuration la plus fréquemment observée.

Il a été décidé de diviser la proposition initiale susmentionnée en deux documents qui spécifient deux méthodes normalisées. L'une d'elles décrit la méthode de mesure par magnétomètre des pertes par hystérésis et des pertes totales en courant alternatif à basse fréquence (ou vitesse de balayage) dans un champ magnétique à variation lente. La seconde décrit la méthode de mesure par bobines de détection des pertes totales en courant alternatif dans les champs magnétiques à plus haute fréquence (ou vitesse de balayage). La gamme des fréquences est de 0 Hz à 0,06 Hz pour la méthode par magnétomètre et de 0,005 Hz à 60 Hz pour la méthode par bobines de détection. Le chevauchement entre 0,005 Hz et 0,06 Hz correspond à une gamme de fréquences complémentaire pour les deux méthodes.

La présente norme décrit la méthode par magnétomètre.

SUPRACONDUCTIVITÉ –

Partie 13: Mesure des pertes en courant alternatif – Méthodes de mesure par magnétomètre des pertes par hystérésis dans les composites multifilamentaires supraconducteurs

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61788 décrit des éléments nécessaires pour mesurer les pertes par hystérésis dans les composites multifilamentaires de Cu/Nb-Ti au moyen d'un magnétomètre à courant continu ou à faible vitesse de rampe. La présente norme internationale spécifie une méthode de mesure des pertes par hystérésis dans les conducteurs composites multifilamentaires de Cu/Nb-Ti. On suppose que les mesures sont effectuées sur des fils ronds à des températures égales ou proches de 4,2 K. La magnétométrie en courant continu ou à faible vitesse de rampe sera effectuée au moyen d'un interféromètre quantique supraconducteur (magnétomètre SQUID¹), voir Annexe A) ou d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM²). Si des différences apparaissent entre les résultats de magnétomètres étalonnés, les résultats du VSM, extrapolés à une vitesse de rampe nulle, seront considérés comme définitifs. L'extension à la mesure des supraconducteurs en général est donnée en Annexe B.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 Electrotechnique International* (disponible à <<http://www.electropedia.org>>)

CEI 61788-5, *Superconductivity – Part 5: Matrix to superconductor volume ratio measurement – Copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors* (disponible en anglais seulement)

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de la CEI 61788, les termes et définitions données dans la CEI 60050-815 ainsi que les termes et définitions suivantes s'appliquent.

3.1

pertes en courant alternatif

P

dans un supraconducteur composite, puissance dissipée par suite de l'application d'un champ magnétique ou d'un courant électrique variables avec le temps

Note 1 à l'article: Les pertes en courant alternatif par cycle sont désignées *Q*. Bien que l'ensemble de ces pertes se fasse nécessairement par hystérésis au sens large, il est considéré que les pertes en courant alternatif dans un

1) SQUID = *superconducting quantum interference device* en anglais.

2) VSM = *vibrating-sample magnetometer* en anglais.

supraconducteur composite peuvent être divisées en pertes par hystérésis, en pertes par courants de Foucault et en pertes par couplage, comme défini ci-dessous (voir Note 1 et Note 2 de la CEI 60050-815:2000, 815-04-54).

[SOURCE: CEI 60050-815:2000, 815-04-54, modifiée – Les deux notes originales ont été remplacées par une nouvelle note à l'article.]

3.2

pertes par hystérésis

P_h

pertes indépendantes de la fréquence, se produisant dans un supraconducteur sous l'effet des variations d'un champ magnétique

Note 1 à l'article: Les pertes par hystérésis sont dues aux propriétés magnétiques irréversibles de la substance supraconductrice liées à l'ancrage des lignes de flux.

Note 2 à l'article: Les pertes par hystérésis ne se produisent que dans les zones supraconductrices du composite de Cu/Nb-Ti et seraient donc présentes, même en l'absence de la matrice. Les pertes par hystérésis par cycle, désignées par Q_h , sont associées à la zone de rapport aimantation/champ ($M-H$) du cycle d'hystérésis; M est parfois appelé «aimantation de courant persistant».

[SOURCE: CEI 60050-815:2000, 815-04-55, modifiée – Une nouvelle note à l'article a été ajoutée.]

3.3

pertes par courants de Foucault

P_e

pertes survenant dans la matrice normale d'un supraconducteur ou dans le matériau de structure lorsque le supraconducteur est exposé à un champ magnétique variable, qu'il s'agisse d'un champ extérieur ou d'un champ propre

Note 1 à l'article: Les pertes par courants de Foucault par cycle sont désignées par Q_e .

[SOURCE: CEI 60050-815:2000, 815-04-56, modifiée – Une nouvelle note à l'article a été ajoutée.]

3.4

pertes par couplage

P_c

pertes dues au courant de couplage, survenant dans des fils supraconducteurs multifilamentaires ayant une matrice normale

Note 1 à l'article: Les pertes par couplage par cycle sont désignées par Q_c .

[SOURCE: CEI 60050-815:2000, 815-04-59, modifiée – Une nouvelle note à l'article a été ajoutée.]

3.5

pertes par couplage par effet de proximité

P_{pe}

pertes dues à des courants circulant le long des filaments d'un supraconducteur composite et traversant la matrice intermédiaire rendue supraconductrice par l'effet de proximité (PE³)

Note 1 à l'article: Ce faisant, les courants par effet de proximité empruntent les mêmes trajets que les courants de couplage. Dans la mesure où l'ensemble du trajet du courant par effet de proximité est supraconducteur, P_{pe} est un effet de courant persistant qui, lorsqu'il est présent, sert à augmenter P_h . L'effet de proximité peut être attendu dans les composites de Cu/NbTi lorsque l'espacement interfilamentaire est inférieur à 1 μm . Les pertes par effet de proximité par cycle sont désignées par Q_{pe} .

³ PE = *proximity effect* en anglais.

3.6**désaimantation**

phénomène dans lequel l'aimantation de l'éprouvette réduit le champ magnétique appliqué capté par le supraconducteur

Note 1 à l'article: Il dépend de l'intensité de cette aimantation, de la géométrie de l'échantillon et du sens d'application du champ. Il est généralement négligeable pour les composites multifilamentaires de Cu/Nb-Ti à 4,2 K dans les grands champs magnétiques.

3.7**fluage de flux**

mouvement de fluxons activé thermiquement dans lequel ceux-ci se déplacent d'un centre d'ancrage de flux à un autre

Note 1 à l'article: Le fluage de flux se réfère à la dépendance temporelle logarithmique de décroissance (pour une intensité de champ appliqué et une température d'échantillon fixes) de l'aimantation de courant persistant d'un supraconducteur. Un niveau important de fluage de flux contribuera à rendre les pertes par hystérésis dépendantes de la fréquence. Cet effet est négligeable pour les composites de Cu/Nb-Ti, sauf lorsque le couplage par effet de proximité est présent.

[SOURCE: CEI 60050-815:2000, 815-03-20, modifiée – La note originale a été remplacée par une nouvelle note à l'article.]

3.8**saut de flux**

mouvement d'ensemble transitoire de fluxons ancrés résultant d'une instabilité magnétique provoquée par une perturbation mécanique, thermique ou électrique

Note 1 à l'article: Un saut de flux se manifeste par une chute soudaine de l'aimantation du supraconducteur.

3.9**volume de filaments**

volume total des filaments dans un échantillon donné

3.10**volume de composite**

volume total de l'éprouvette, comprenant le supraconducteur et la matrice

3.11**amplitude de balayage**

$H_{\max}$

valeur maximale du champ appliqué

3.12**boucle d'aimantation**

trace d'aimantation de l'éprouvette en fonction de l'intensité du champ magnétique appliqué qui varie au cours d'un cycle complet débutant et s'achevant à $+H_{\max}$

Note 1 à l'article: L'aire de la boucle, Q , est la «perte d'énergie par cycle». Comme indiqué ci-dessus, par analogie avec les composants de la dissipation de puissance, il peut être considéré que Q possède les composants Q_h , Q_e , Q_c , et Q_{pe} .

4 Spécifications générales

4.1 Incertitude attendue

L'incertitude attendue de cette méthode est définie par le coefficient de variation (COV⁴⁾, rapport de l'écart-type à la moyenne). Le COV ne doit pas dépasser 5 %.

Des variables et des éléments importants ayant une influence sur l'incertitude des résultats sont spécifiés comme suit. L'introduction à l'incertitude est donnée en Annexe C.

4.2 Incertitude et uniformité du champ appliqué

Un système de champ magnétique appliqué doit fournir le champ magnétique avec une incertitude-type relative inférieure ou égale à 0,5 %. Le champ appliqué doit être uniforme à 0,1 % près sur le volume de l'éprouvette.

4.3 Etalonnage du magnétomètre VSM

L'étalonnage du VSM a pour but de s'assurer que le moment de l'échantillon est mesuré avec une incertitude-type combinée relative ne dépassant pas 1 %. L'étalonnage doit être effectué avec tous les cryostats et toute autre pièce métallique montée (telle qu'elle le serait pendant les mesures réelles).

Le magnétomètre doit être étalonné au moyen d'une petite sphère de Ni dont l'étalonnage est relié au matériau de référence normalisé 772a du N.I.S.T. (National Institute of Standards and Technology, U.S.A.). Il s'agit d'une sphère de Ni de 2,383 mm de diamètre préparée à partir d'un fil de Ni de grande pureté. La valeur certifiée de son moment magnétique, m , est de $(3,47 \pm 0,01) \text{ mA m}^2$ à 298 K, dans un champ, H , de 398 kA/m ($\mu_0 H = 0,5 \text{ T}$). Lors de l'étalonnage par rapport à cette sphère, les corrections de champ et de température sont effectuées selon

$$m = 3,47 [1 + 0,0026 \ln(H/398)][1 - 0,00047(T-298)] \quad (\text{mA m}^2)$$

avec H en kA/m (1 kA/m = 12,56 Oe) et T en K. Pour simplifier, un champ d'étalonnage d'environ 400 kA/m est recommandé.

4.4 Température

Les mesures doivent être prises à une température proche de 4,2 K, point d'ébullition normal de l'hélium liquide et la température de mesure réelle consignée avec une incertitude-type combinée ne dépassant pas 0,05 K.

À des températures différentes de 4,2 K, la température doit être connue avec une incertitude-type relative ne dépassant pas 1,2 %, correspondant à l'incertitude-type combinée ci-dessus à 4,2 K.

4.5 Longueur de l'éprouvette

Plusieurs composants d'aimantation sont fonction de la longueur de l'éprouvette, L . La dépendance à la longueur doit être éliminée ou prévue de manière appropriée.

- a) Dans les échantillons relativement courts, l'anisotropie de la densité du courant critique dans les sens longitudinal et transversal entraînera un «effet d'extrémité» mesurable et donc une dépendance à la longueur en Q_h . Pour empêcher cette possibilité, les éprouvettes préparées doivent présenter des composants (filaments) supraconducteurs ayant un rapport longueur/diamètre supérieur à 20.

4) COV = coefficient of variation en anglais.

- b) La présence d'un effet de proximité dans les composites de Cu/Nb-Ti multifilamentaires n'est probable que si l'espacement entre les filaments, d_s , est inférieur à environ 1 μm . Dans ce cas, l'influence de l'effet de proximité sur l'aimantation dépendra de la longueur de l'échantillon, L , et du pas de torsade, L_p . Ces longueurs devront alors être prises en compte de la manière suivante dans le compte-rendu des résultats:
- pour $d_s < 1 \mu\text{m}$ environ et des filaments non torsadés, Q_h doit être mesuré en fonction de L et les résultats doivent être extrapolés à L nulle;
 - pour $d_s < 1 \mu\text{m}$ environ et des filaments torsadés, Q_h doit être mesuré à $L > 5 L_p$.

4.6 Effets de sens et de désaimantation de l'éprouvette

Les mesures des pertes doivent être effectuées sur des éprouvettes de brins dans un champ magnétique transverse. Pour les filaments fins et entièrement pénétrés d'un brin multifilamentaire de Cu/Nb-Ti, la désaimantation est négligeable. De même, elle est négligeable pour les faisceaux de brins à section ronde, plate ou carrée. Toutefois, dans un souci d'exhaustivité, la configuration des éprouvettes doit être consignée dans le rapport des résultats.

4.7 Volume de normalisation

Il peut être souhaitable de consigner les pertes par hystérésis en termes de volume de supraconducteur. Pour cela, il est nécessaire d'appliquer un mode opératoire normalisé pour déterminer le rapport matrice (Cu)/volume du supraconducteur (voir CEI 61788-5). Pour les besoins de la présente norme, ces étapes ont été supprimées et les pertes en courant alternatif doivent être consignées selon le volume total de composite. Il convient de mesurer le volume avec une incertitude-type combinée relative ne dépassant pas 0,5 %.

4.8 Mode de cyclage ou de balayage du champ

Le champ appliqué peut être modifié *point par point* au cours d'un cycle débutant et s'achevant à H_{max} . Les interféromètres SQUID sont limités à ce mode de variation de champ; le fonctionnement point par point des magnétomètres VSM est facultatif. Le VSM peut également être actionné de manière semi-continue, la boucle M - H étant construite à partir de quelques 200 paires de mesures (M, H).

5 Méthode de mesure par VSM

5.1 Généralités

Pour une description complète de l'application de la méthode par VSM, il est recommandé de consulter l'article de Collings et al. [1⁵⁾]

5.2 Principe de mesure par VSM

Le principe de base du VSM de Foner [2] est le suivant. L'éprouvette à mesurer est placée dans un champ magnétique uniforme qui l'aimante. L'éprouvette est mécaniquement soumise à des oscillations à proximité d'un système de bobines de détection. Le moment magnétique oscillant entraîne une oscillation du champ magnétique qui relie les bobines de détection, provoquant ainsi une tension alternative qui est ensuite détectée et convertie en valeur du moment magnétique par un système de circuits électroniques. Le magnétomètre est considéré davantage comme un dispositif de «substitution» que comme un dispositif «absolu» et son signal de sortie doit être étalonné à partir d'un étalon. Il existe des magnétomètres VSM personnalisés (fabriqués artisanalement), mais un nombre croissant de versions commerciales de cet instrument est utilisé. En général, ils présentent tous les caractéristiques suivantes. L'éprouvette à mesurer est généralement montée sur un axe vertical qui vibre

⁵⁾ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la Bibliographie.

longitudinalement (verticalement) avec une amplitude de position d'environ 1 mm et à une fréquence suffisamment lente.

Le champ magnétique peut être fourni par un électroaimant (EM⁶⁾) à noyau de fer monté à l'horizontale ou par un solénoïde supraconducteur (SCS⁷⁾) monté à la verticale – positions conventionnelles dans chaque cas – qui imprime un sens de vibration de l'échantillon, respectivement perpendiculaire ou parallèle au sens du champ. Les bobines de détection sont convenablement situées et connectées par paires de manière à éliminer toute oscillation créée par un champ extérieur (bruit magnétique) et à ne détecter que les oscillations de champ générées par l'éprouvette. Un montage expérimental type de mesure par VSM est indiqué à la Figure 1.

Les pertes sont déterminées à partir de la zone intégrée numériquement de la boucle complète de *M-H*.

L'éprouvette est placée sur le «point idéal», petite zone située dans l'espace des bobines de détection dans laquelle le signal détecté ne change que faiblement selon le positionnement vertical ou horizontal de l'éprouvette. En utilisant une petite éprouvette d'étalonnage par exemple en Ni, l'espace de l'éprouvette doit être exploré et le point idéal déterminé comme le volume à l'intérieur duquel la réponse ne varie pas de plus de 2 %. Supposons que Z est la direction verticale, Y la direction le long de l'axe du pôle de l'aimant et X la direction normale par rapport à l'axe du pôle de l'aimant, le centre du point idéal est alors localisé par une procédure appelée «saddling», c'est-à-dire recherche du signal maximum le long de Z, combinée avec le maximum le long de X et le minimum le long de Y.

5.3 Préparation de l'éprouvette pour le VSM

La taille du point idéal dans un VSM type limite le volume de l'éprouvette à moins de 30 mm³ environ. Pour la mesure par VSM des composites multifilamentaires de Cu/Nb-Ti, il est permis d'utiliser l'une des trois configurations alternatives d'éprouvette représentées à la Figure 2.

- a) Éprouvette courte et droite: Elle se compose d'une ou plusieurs sections droites de brin (la taille du faisceau dépend de l'intensité du signal nécessaire) d'une longueur inférieure ou égale à environ 1 cm. Les extrémités des sections de brin doivent être finement aplanies (voir par exemple [1]).
- b) Bobine multispire: S'il faut mesurer des fils longs et fins, ils peuvent être enroulés dans une bobine multispire (voir par exemple [3]). Pour les mesures par VSM à électroaimant, la bobine peut être ovale et montée avec son axe le plus long à la verticale (parallèle à l'axe de vibration). Le plan de la bobine sera perpendiculaire au sens du champ. Pour les mesures par VSM à solénoïde supraconducteur, il convient que la bobine multispire soit ronde et montée avec son axe perpendiculaire à l'axe de vibration.

Pour réduire au minimum la possibilité de croisement des brins, les brins du faisceau court et droit et la bobine multispire doivent être isolés par vernissage ou enrobage, ou encore séparés électriquement.

- c) Bobine hélicoïdale: À mi-chemin entre l'échantillon court et droit et la bobine multispire, on trouve la bobine hélicoïdale. Comme recommandé par Goldfarb et al. [4], elle présente des brins d'une seule longueur enroulés autour des rainures du filet de la vis. L'axe de l'hélice est parallèle au sens du champ qui peut alors être considéré comme transverse par rapport à l'axe de l'éprouvette si son angle de pas est inférieur à 8°. À l'aide de la technique hélicoïdale, une section relativement longue et peu épaisse de brin peut être utilisée pour les mesures.

⁶⁾ EM = *electromagnet* en anglais.

⁷⁾ SCS = *superconducting solenoid* en anglais.

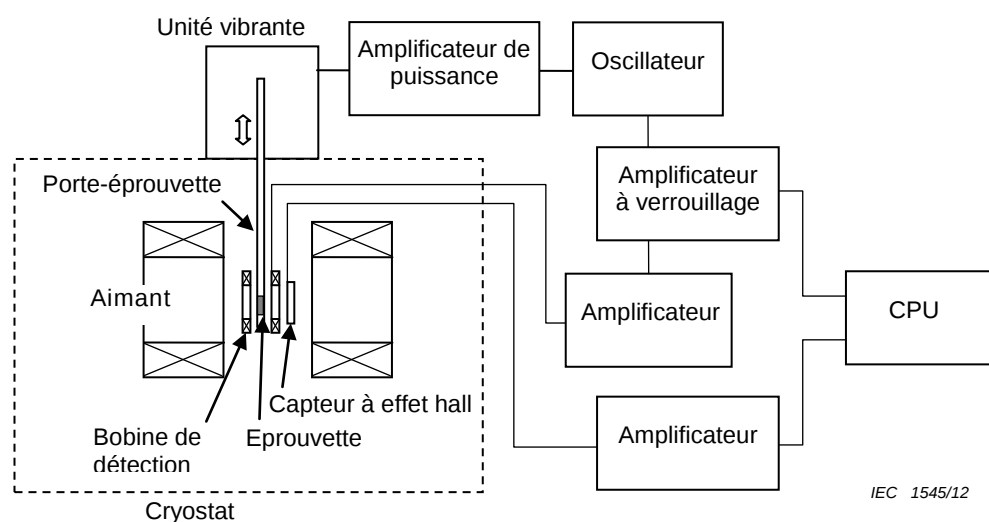


Figure 1 – Montage expérimental type de mesure par VSM

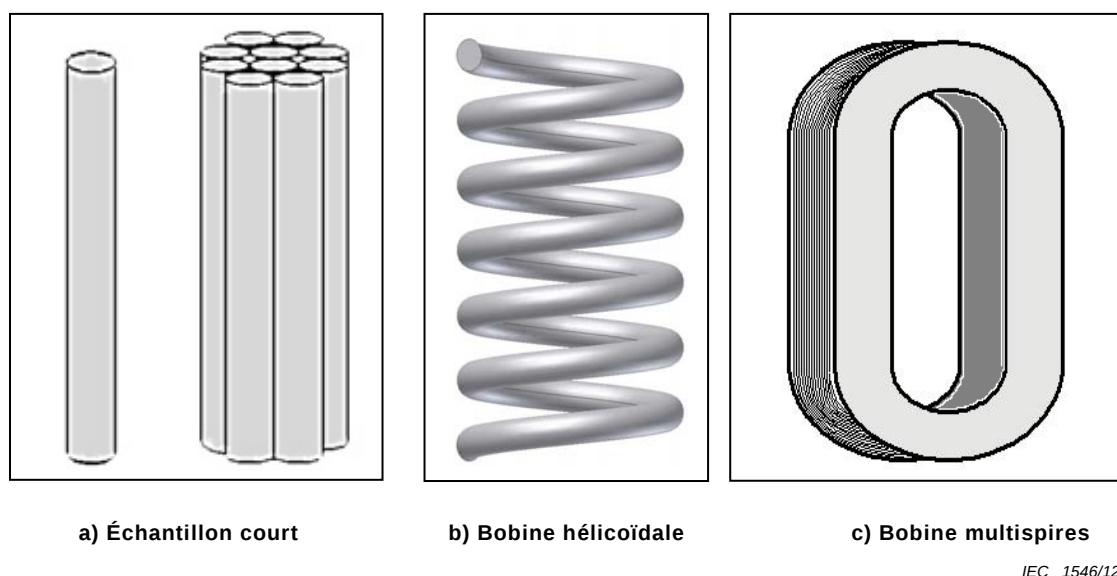


Figure 2 – Trois autres configurations d'échantillons pour la mesure par VSM

5.4 Conditions de mesure et étalonnage du VSM

5.4.1 Amplitude du champ

L'amplitude du champ de mesure, à déterminer selon l'application, doit être spécifiée (voir Article 6).

5.4.2 Sens du champ appliqué

Le champ doit être appliqué transversalement à l'axe des brins. Le champ appliqué sera ainsi perpendiculaire à l'axe de l'échantillon court et droit, perpendiculaire au plan de la bobine multispire ou parallèle à l'axe de la bobine hélicoïdale.

5.4.3 Vitesse de variation du champ appliqué (vitesse de balayage)

5.4.3.1 Effet de couplage

Il convient que la vitesse de balayage du champ appliqué soit suffisamment lente pour rendre négligeable l'influence du couplage, P_c , sur les pertes en courant alternatif. Toutefois, à très faible vitesse de balayage, y compris pour les mesures point par point, l'effet d'un couplage important réapparaît sous forme de pertes par courants de Foucault (fluage exponentiel), dont l'effet devra alors être pris en compte. Si un couplage détectable est présent dans les mesures effectuées à des vitesses de balayage de VSM types, Q_h doit être déterminé par extrapolation à dH/dt nul, en ayant au préalable déterminé que la valeur de Q mesurée est linéaire en dH/dt . Pour les éprouvettes ayant une faible valeur de n dans la relation tension-courant aux températures supérieures, Q_h doit également être déterminé par une extrapolation similaire.

5.4.3.2 Effet de proximité

Pour les composites à filaments fins, l'opérateur doit tenir compte de l'influence possible d'un effet de proximité dans les mesures des pertes hystérétiques. La contribution de l'effet de proximité renforce les pertes hystérétiques au-delà de ce qui est attendu pour des filaments individuels (en faisceau). Il s'agit d'une contribution valable aux pertes hystérétiques totales, et il convient donc de les inclure.

5.4.3.3 Saut de flux

Pour les composites à filaments épais, l'opérateur doit tenir compte de l'influence possible d'un saut de flux, qui perturbe la mesure de l'aimantation intrinsèque. Le rapport doit inclure une note sur le saut de flux (6.3 d)).

5.4.4 Forme d'onde de la variation du champ

La vitesse de balayage du champ doit être linéaire entre les extrémités $\pm H_{\max}$, voir 3.11 et 4.7 ci-dessus.

5.4.5 Correction de taille de l'éprouvette

L'étalonnage doit être effectué comme indiqué ci-dessus en 4.2. De plus, les dimensions et la forme de l'éprouvette doivent être étudiées avec soin en fonction de celles de l'échantillon d'étalonnage.

L'éprouvette doit être centrée sur le point idéal.

Pour les éprouvettes plus petites que l'échantillon d'étalonnage, il ne sera pas nécessaire d'appliquer une correction de dimension.

Pour les éprouvettes plus grandes que l'échantillon d'étalonnage, une ou deux corrections de dimension sont autorisées:

- a) une réplique exacte de l'éprouvette sera fabriquée en Ni et utilisée comme étalon secondaire;
- b) le point idéal sera cartographié et une correction de dimension sera effectuée sur la base de la réponse mesurée.

5.4.6 Supplément autorisé (soustraction du bruit de fond)

L'opérateur doit envisager la possibilité que le support de l'éprouvette et les pièces associées (par exemple le capteur de température) influent de manière sensible sur les mesures des pertes. Dans ce cas, une correction doit être appliquée.

5.4.7 Densité des points de mesure

Pour les mesures par VSM contrôlées par ordinateur, il est possible de sélectionner, à partir d'une large gamme, le nombre de paires de mesures constituant la boucle $M-H$. Si la structure est fine (par exemple structures illustrant les diverses caractéristiques de l'aimantation par effet de proximité), une densité de points de mesure élevée est nécessaire. Si des mesures point à point sont effectuées, la boucle $M-H$ doit se composer au minimum de 100 paires de mesures.

6 Rapport d'essai

6.1 Généralités

Le compte-rendu des résultats des essais sur les pertes en courant alternatif doit comprendre au minimum les spécifications suivantes. Toute information manquante doit être justifiée.

6.2 Début de l'essai

- Nom du laboratoire effectuant l'essai
- Noms des groupes ou des personnes demandant l'essai
- Autres détails concernant le parrainage de l'essai

6.3 Détails techniques

- a) Brins de supraconducteur composite – détails disponibles
 - Fabricant et code d'identification des brins
 - Matériaux des brins
 - Conception des brins, par exemple nombre de superpositions
 - Rapport volumique Cu/supraconducteur dans le faisceau filamentaire et au total
 - Rapport de résistance résiduelle, RRR^8
 - Pas de torsade
 - Nombre de filaments
 - Diamètre des filaments
- b) Éprouvette – brin tel que préparé pour les mesures
 - Forme de l'éprouvette (faisceau ou bobine)
 - Dimensions du faisceau, nombre de fils dans le faisceau
 - Longueur du faisceau
 - Dimensions de la bobine
 - Longueur totale des brins dans l'échantillon
 - Montage de l'échantillon – sens selon le champ appliqué
- c) Installations d'essai – appareillage et conditions
 - Mode opératoire d'étalonnage du magnétomètre et détails associés
 - Incertitude de la détermination du champ et du mode opératoire d'étalonnage
 - Incertitude de la détermination de la température et du mode opératoire utilisé
 - Spécifier si la variation du champ appliqué est de type point par point ou continue et, dans le dernier cas, les vitesses de rampe utilisées pour le champ

⁸ RRR = *residual resistance ratio* en anglais.

- Nombre de points de mesure relevés pour construire les quatre segments de la boucle $M-H$

d) Résultats – rapport final et analyse

- Pertes par hystérésis mesurées, Q_h , par volume unitaire de brin, corrigé à 4,2 K si nécessaire
- Amplitude de balayage du champ
- Température de mesure
- Ensemble des boucles $M-H$ types
- Indiquer si un effet de proximité est constaté
- Indiquer si un saut de flux est constaté
- Analyser la dépendance des pertes par rapport à dH/dt et indiquer si une extrapolation à dH/dt nul a été nécessaire pour déterminer le Q_h statique
- Indiquer si des corrections pour effet de fluage sur les pertes à faible vitesse de rampe ont été nécessaires

Annexe A **(informative)**

Méthode de mesure par SQUID

A.1 Principe de la méthode de mesure par SQUID

Un interféromètre SQUID se compose principalement d'un anneau supraconducteur divisé en une (SQUID r.f.) ou deux (SQUID c.c.) «liaisons réduites» au niveau desquelles la supraconductivité est largement supprimée. Ces dispositifs présentent un effet d'interférence quantique observable au microscope, qui est fortement corrélé au flux magnétique situé à l'intérieur de l'anneau. Avec des circuits électroniques adéquats, l'effet d'interférence quantique peut être utilisé pour obtenir des mesures extrêmement précises de ce flux magnétique. Des transformateurs de flux supraconducteur sont utilisés pour coupler le flux magnétique total de configurations complexes externes de bobines de détection supraconductrices dans l'anneau du détecteur SQUID. Une description détaillée des principes physiques de base, des circuits électroniques et des principales sources d'erreur avec des détecteurs SQUID est indiquée en [5].

Dans les interféromètres SQUID, le moment magnétique d'une éprouvette est calculé à partir du flux magnétique qu'elle génère dans une bobine de détection, et qui peut être mesuré avec exactitude au moyen du détecteur SQUID. A l'instar des mesures par VSM, les résultats dépendent de l'étalonnage correct de l'instrument. Généralement, cet étalonnage se fonde sur l'interprétation du flux magnétique mesuré comme étant généré par un moment de dipôle magnétique. Pour supprimer le bruit de fond du flux magnétique et le flux de fond du champ appliqué, la bobine de détection est remplacée par un système de détection formant un gradiomètre de premier ou second ordre. L'éprouvette est déplacée dans le système de bobines de détection et son moment magnétique est calculé à partir de la tension de sortie du détecteur SQUID en fonction de la position de l'éprouvette dans les bobines du gradiomètre. Un mouvement régulier de l'échantillon permet de surveiller les variations du moment magnétique sur une période plus longue et empêche les effets de dérive dans les systèmes de détection électronique.

Dans les systèmes SQUID types du commerce, le diamètre des bobines de détection, de quelques centimètres, est comparable à la séparation existant entre les bobines de détection. Pour obtenir une amplitude de signal maximale, le mouvement de l'éprouvette se fait également sur une distance de quelques centimètres, même si elle peut être sensiblement réduite dans certains systèmes commerciaux plus récents. Le champ magnétique utilisé pour aimanter l'éprouvette est créé au moyen d'aimants supraconducteurs dont l'axe est parallèle au sens de déplacement de l'éprouvette.

A.2 Préparation de l'éprouvette

Les dimensions et configurations types d'éprouvette sont décrites en 5.3. Un réétalonnage de l'instrument (voir 4.2) pour la géométrie de l'éprouvette (voir 5.4.5) est nécessaire si la dimension de l'éprouvette perpendiculaire à l'axe des bobines de détection est généralement supérieure à 5 mm (en fonction de la conception des bobines de détection dans l'instrument particulier).

A.3 Conditions de mesure et étalonnage spécifiques des interféromètres SQUID

Toutes les spécifications de 5.4 s'appliquent, à l'exception du fait que le mode de mesure point par point est nécessaire pour les interféromètres SQUID, ce qui implique automatiquement des durées de mesure plus longues et une réduction significative de la densité des points de mesure.

En raison de la faible vitesse d'acquisition de données avec le système SQUID, une boucle complète d'aimantation doit comporter au minimum 50 points de mesure. Un nombre de points de mesure bien plus important peut être nécessaire pour déterminer une structure fine quelconque dans le cycle d'hystérésis.

A.4 Rapport d'essai

Voir Article 6.

Annexe B (normative)

Extension de la présente norme à la mesure des supraconducteurs en général

B.1 Vue d'ensemble

La procédure de magnétisation normale pour mesurer les pertes en courant alternatif basse fréquence des composites supraconducteurs de Cu/Nb-Ti est étendue à la mesure des supraconducteurs en général et à des températures différentes de 4,2 K.

B.2 Supraconducteurs en général

Les méthodes décrites dans la CEI 61788-13 sont étendues à la mesure de Nb-Ti non stabilisé, c'est-à-dire Nb-Ti sans Cu, ou composite Cu/Nb-Ti dans lequel Cu a été enlevé par attaque chimique. Dans ce dernier cas, le faisceau filamentaire résultant peut être supporté par imprégnation de résine.

Les méthodes décrites dans la CEI 61788-13 sont étendues à la mesure des autres classes de supraconducteurs *stabilisés ou non stabilisés* sous forme de fil rond, tels que:

- a) les supraconducteurs à basse température (LTSC, low-temperature superconductors) Nb-Ti-Ta, Nb₃Sn (traités par chemin de bronze, chemin de poudre en tube, chemin d'étain interne, etc.), Nb₃Al;
- b) le supraconducteur MgB₂ à température intermédiaire;
- c) les supraconducteurs à haute température (HTSC) Bi-2212, Bi-2223, YBCO.

B.3 Forme d'échantillon

Toutes les catégories de fils peuvent être mesurées sous la forme d'une «éprouvette courte et droite». Les fils ductiles peuvent également être mesurés comme une «bobine hélicoïdale» ou une «bobine multispire».

B.4 Taille d'échantillon

Il convient que l'échantillon soit d'une taille telle qu'il remplisse entièrement le point idéal. S'il est nécessaire de mesurer un échantillon plus grand, une correction devra être appliquée. Il existe deux manières d'appliquer la correction:

- a) numériquement, après avoir exploré l'espace d'échantillon à la fois à l'intérieur et à l'extérieur du point idéal en utilisant un petit échantillon étalon (petite sphère de Ni);
- b) en ré-étalonnant le magnétomètre en utilisant un échantillon étalon (Ni) de la même forme que l'échantillon à mesurer.

B.5 Mesure à des températures différentes de 4,2 K

B.5.1 Température de mesure

Les mesures avec le magnétomètre à échantillon vibrant peuvent être effectuées sur une large gamme de températures:

- a) à 4,2 K, point d'ébullition normal de l'He liquide;

- b) au-dessous de 4,2 K par pompage de l'He liquide:
- c) au-dessus de 4,2 K par un courant d'He gazeux contrôlé en température (par exemple, un agencement robinet à pointeau/dispositif de chauffage);
- d) la réfrigération peut être basée soit sur l'He liquide lui-même, soit en utilisant un cryoréfrigérateur.

B.5.2 Etalonnage

Tous les composants de mesure du VSM sont situés à l'extérieur de l'espace refroidi, permettant ainsi à une machine étalonnée à la température ambiante utilisant un échantillon de Ni étalon d'effectuer des mesures à une température quelconque.

Annexe C (informative)

Considérations relatives à l'incertitude

C.1 Vue d'ensemble

Un certain nombre d'organisations internationales de normalisation, incluant la CEI, ont décidé en 1995 d'unifier l'utilisation des termes relatifs aux statistiques dans leurs normes. Il a été décidé d'utiliser le terme «incertitude» pour toutes les expressions statistiques quantitatives (associées à un nombre) et de supprimer l'utilisation quantitative des termes «précision» et «exactitude». Les termes «exactitude» et «précision» peuvent toujours être utilisés qualitativement. La terminologie et les méthodes d'évaluation de l'incertitude sont normalisées dans le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM) de l'ISO et la CEI [1]^{de 19}.

Il a été laissé au choix de chaque CE de décider de modifier les normes existantes et futures pour les rendre cohérentes avec la nouvelle approche unifiée. Une telle modification n'est pas aisée et crée une confusion supplémentaire, en particulier pour les personnes qui ne sont pas familiarisées avec les statistiques et avec le terme incertitude. Lors de la réunion du CE 90 en juin 2006 à Kyoto, il a été décidé de mettre en œuvre ces modifications dans les futures normes.

La conversion des valeurs d'«exactitude» et de «précision» en valeurs d'«incertitude» équivalentes nécessite la connaissance des origines des nombres. Le facteur de recouvrement de la valeur d'origine peut être de 1, 2, 3 ou un autre nombre. Une spécification d'un fabricant peut parfois être décrite par une distribution rectangulaire conduisant 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. Il n'est pas nécessaire que l'utilisateur de la norme traite le processus de conversion pour la conformité aux normes du CE 90, celui-ci est uniquement expliqué ici 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 le besoin des utilisateurs d'évaluer leur incertitude de mesure pour déterminer si les critères de la norme sont satisfaits.

Les modes opératoires indiqués dans les normes de mesure du CE 90 ont été conçus pour limiter l'incertitude d'une quelconque grandeur pouvant avoir une influence sur la mesure, en se basant sur l'estimation d'ingénierie de Convener et sur la propagation de l'analyse d'erreur. À chaque fois que possible, les normes ont des limites simples concernant l'influence de certaines grandeurs, de sorte qu'il n'est pas nécessaire que l'utilisateur évalue l'incertitude de ces grandeurs. L'incertitude globale d'un étalon a ensuite été confirmée par une comparaison inter-laboratoires.

C.2 Définitions

On peut trouver les définitions des statistiques auprès de trois sources: le GUM, le guide international de métrologie des termes fondamentaux et généraux en métrologie (VIM) [2], et les directives NIST d'évaluation et d'expression de l'incertitude des résultats de mesure du NIST (NIST) [3]. Tous les termes statistiques utilisés dans la présente norme ne sont pas explicitement définis dans le GUM. Par exemple, les termes «incertitude-type relative» et «incertitude-type relative combinée» sont utilisés dans le GUM (5.1.6, Annexe J), mais ils ne sont pas formellement définis dans le GUM (voir [3]).

⁹ Les chiffres entre crochets dans cette annexe se réfèrent aux documents de référence de l'Article C.5.

C.3 Considération relative au concept d'incertitude

Les évaluations statistiques utilisaient fréquemment autrefois le coefficient de variation (COV), qui est le rapport entre l'écart-type et la moyenne (N.B. le COV est souvent appelé écart-type relatif). Ces évaluations ont été utilisées pour évaluer la précision des mesures et fournir l'étroitesse des essais répétés. L'incertitude-type (SU^{10}) dépend davantage du nombre d'essais répétés et moins de la moyenne que le COV et, dans certains cas, elle fournit donc une image plus réaliste de la dispersion des données et de l'évaluation de l'essai. L'exemple ci-dessous montre un ensemble de mesures de tension de dérive électronique et de fluage à partir de deux extensomètres nominalement identiques utilisant le même conditionneur de signal et le même système d'acquisition de données. Les $n = 10$ paires de données sont prélevées aléatoirement de 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 exprimés en volts.

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

Signal de sortie [V]	
E_1	E_2
0,00122070	2,33459473
0,00061035	2,33428955
0,00152588	2,33428955
0,00122070	2,33459473
0,00152588	2,33459473
0,00122070	2,33398438
0,00152588	2,33428955
0,00091553	2,33428955
0,00091553	2,33459473
0,00122070	2,33459473

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

Moyenne ($\bar{X}$) [V]	
E_1	E_2
0,00119019	2,33441162

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

Tableau C 3 – Écart-types expérimentaux de deux signaux de sortie

Ecart-type expérimental (s) [V]	
E_1	E_2
0,00030348	0,000213381

¹⁰⁾ SU = standard uncertainty en anglais.

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

Tableau C.4 – Incertitudes-types de deux signaux de sortie

Incertitude-type (u) [V]	
E_1	E_2
0,00009597	0,00006748

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad [\text{V}] \quad (\text{C.3})$$

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

Coefficient de variation (COV) [%]	
E_1	E_2
25,4982	0,0091

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

L'incertitude-type est très similaire pour les deux déviations de l'extensomètre. En revanche, le coefficient de variation COV est presque différent d'un facteur de 2 800 entre les deux ensembles de données. Ceci montre l'avantage d'utiliser l'incertitude-type, qui est indépendante de la valeur moyenne.

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

La valeur observée d'une mesure ne coïncide généralement pas avec la valeur réelle du mesurande. La valeur observée peut être considérée comme une estimation de la valeur réelle. L'incertitude fait partie de l'«erreur de mesure», qui est une partie intrinsèque de toute mesure. L'amplitude de l'incertitude est à la fois une mesure de la qualité métrologique des mesures et elle améliore la connaissance du mode opératoire de mesure. Le résultat d'une quelconque mesure physique est constitué de deux parties: une estimation de la valeur réelle du mesurande et l'incertitude de cette «meilleure» estimation. Dans ce contexte, le GUM est un guide constituant une documentation transparente normalisée du mode opératoire de mesure. On peut tenter de mesurer la valeur réelle en mesurant «la meilleure estimation» et en utilisant les évaluations d'incertitude pouvant être considérées comme de deux types: les incertitudes de type A (mesures de laboratoire répétées, exprimées en général sous forme de distributions gaussiennes) et les incertitudes de type B (expériences précédentes, données issues de la documentation, 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:

- 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 simple exemple d'un tel modèle est fourni pour l'incertitude d'une mesure de force utilisant un dynamomètre:

Force comme mesurande = W (poids de la norme comme attendu) + d_W (données du fabricant) + d_R (contrôles répétés de poids normal/jour) + d_{Re} (reproductibilité des contrôles à des jours différents).

Les grandeurs d'entrée sont ici: le poids mesuré des poids normaux en utilisant différentes balances (type A), les données du fabricant (type B), des résultats d'essais répétés utilisant le système électronique numérique (type B) et la reproductibilité des valeurs finales mesurées à 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 à l'aide de 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 combinée est évaluée en utilisant les dérivées partielles, et la relation devient plus complexe en raison des coefficients de sensibilité [4, 5].

- f) Facultatif - l'incertitude-type combinée 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) Consigner le résultat comme l'estimation du mesurande $\pm$ l'incertitude étendue, ainsi que l'unité de mesure et, au minimum, indiquer le facteur de recouvrement utilisé pour calculer l'incertitude étendue et la probabilité de recouvrement estimée.

Pour faciliter le calcul et normaliser le mode opératoire, l'utilisation d'un logiciel du commerce certifié approprié est une méthode directe qui diminue la quantité de travail de routine [6, 7]. En particulier, on peut obtenir facilement les dérivées partielles indiquées lorsqu'on utilise un tel outil logiciel. D'autres références aux directives relatives aux incertitudes de mesure sont indiquées en [3, 8 et 9].

C.5 Documents de référence

- [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 (Disponible à <<http://physics.nist.gov/Pubs/pdf.html>>)
- [4] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique. *Analyst*, 119, (1994), p.2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [6] Disponible à <http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html>

- [7] 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)*. (Disponible à <<http://www.jab.or.jp>>).

Bibliographie

- [1] COLLINGS, E.W., SUMPTION, M.D., ITOH, K., WADA, H. and TACHIKAWA, K. *Cryogenics* 37, 1997, p. 49-60.
 - [2] FONER, S., *Rev. Sci. Instrum.* 30, 1959, p. 548.
 - [3] SUMPTION, M.D. and COLLINGS, E.W. *Adv. Cryo. Eng. (Materials)* 38 (1992) p. 783-790 (voir aussi SUMPTION, M.D., PYON, D.S. and COLLINGS, E.W. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 3, 1993, p. 859-862.
 - [4] GOLDFARB, R.B. and ITOH, K. *J. Appl. Phys.* 75, 1994, p. 2115.
 - [5] GALLOP, J.C. *SQUIDS, the Josephson Effects and Superconducting Electronics*. IOP Publishing Ltd., 1991.
-

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