

# IEC 61788-19

Edition 1.0 2013-11

# INTERNATIONAL STANDARD

# NORME INTERNATIONALE



Superconductivity –

Part 19: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test of reacted Nb<sub>3</sub>Sn composite superconductors

Supraconductivité -

Partie 19: Mesure des propriétés mécaniques – Essai de traction à température ambiante des supraconducteurs composites de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction





#### THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED Copyright © 2013 IEC, Geneva, Switzerland

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

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

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office	Tel.: +41 22 919 02 11
3, rue de Varembé	Fax: +41 22 919 03 00
CH-1211 Geneva 20	info@iec.ch
Switzerland	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It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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.

# 

Edition 1.0 2013-11

# INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Superconductivity –

Part 19: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test of reacted Nb<sub>3</sub>Sn composite superconductors

Supraconductivité –

Partie 19: Mesure des propriétés mécaniques – Essai de traction à température ambiante des supraconducteurs composites de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

PRICE CODE CODE PRIX

ICS 29.050; 77.040.10

ISBN 978-2-8322-1183-0

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.

 Registered trademark of the International Electrotechnical Commission Marque déposée de la Commission Electrotechnique Internationale

### CONTENTS

FOF	REWORD	)	5
INT	RODUCT	-ION	7
1	Scope		8
2	Normati	ve references	8
3	Terms a	and definitions	8
4	Principle	es	10
5	Apparat	US	10
-	5 1	General	10
	5.2	Testing machine	
	5.3	Extensometer	10
6	Specim	en preparation	10
	6.1	General	10
	6.2	Length of specimen	10
	6.3	Removing insulation	11
	6.4	Determination of cross-sectional area (S <sub>0</sub> )	11
7	Testing	conditions	11
	7.1	Specimen gripping	11
	7.2	Setting of extensometer	11
	7.3	Testing speed	11
	7.4	Test	11
8	Calculat	tion of results	12
	8.1	Modulus of elasticity ( <i>E</i> )	12
	8.2	0,2 % proof strength ( $R_{p0,2-0}$ and $R_{p0,2-U}$ )	13
9	Uncerta	inty of measurand	13
10	Test rep	port	13
	10.1	Specimen	13
	10.2	Results	14
	10.3	Test conditions	14
Ann	ex A (inf	ormative) Additional information relating to Clauses 1 to 10	16
	A.1	Scope	16
	A.2	Extensometer	16
		A.2.1 Double extensometer	16
		A.2.2 Single extensometer	17
	A.3	Optical extensioneters	18
	A.4	Requirements of high resolution extensioneters	19
	A.S	Functional fitting of stross strain surve obtained by single extensionator	20
	A.0	and 0,2 % proof strength ( $R_{p0,2-F}$ )	21
	A.7	Removing insulation	22
	A.8	Cross-sectional area determination	22
	A.9	Fixing of the reacted Nb <sub>3</sub> Sn wire to the machine by two gripping techniques	22
	A.10	Tensile strength ( <i>R</i> <sub>m</sub> )	23
	A.11	Percentage elongation after fracture (A)	24
	A.12	Relative standard uncertainty	24
	A.13	Determination of modulus of elasticity <i>E</i> <sub>0</sub>	26

A.14	Assessment on the reliability of the test equipment	27
A.15	Reference documents	27
Annex B (ir	nformative) Uncertainty considerations	28
B.1	Overview	28
B.2	Definitions	28
B.3	Consideration of the uncertainty concept	28
B.4	Uncertainty evaluation example for TC 90 standards	30
B.5	Reference documents of Annex B	31
Annex C (ii	nformative) Specific examples related to mechanical tests	33
C.1	Overview	33
C.2	Uncertainty of the modulus of elasticity	33
C.3	Evaluation of sensitivity coefficients	34
C.4	Combined standard uncertainties of each variable	35
C.5	Uncertainty of 0,2 % proof strength R <sub>p0,2</sub>	38
Bibliograph	ب <i>ب</i>	43
Figure 1 –	Stress-strain curve and definition of modulus of elasticity and 0,2 % proof	15
Strengths h		13

- •	
Figure A.1 – Light weight ultra small twin type extensometer	16
Figure A.2 – Low mass averaging double extensometer	17
Figure A.3 – An example of the extensometer provided with balance weight and vertical specimen axis	18
Figure A.4 – Double beam laser extensometer	19
Figure A.5 – Load versus displacement record of a reacted Nb <sub>3</sub> Sn wire	20
Figure A.6 – Stress-strain curve of a reacted Nb <sub>3</sub> Sn wire	21
Figure A.7 – Two alternatives for the gripping technique	23
Figure A.8 – Details of the two alternatives of the wire fixing to the machine	23
Figure C.1 – Measured stress-strain curve	33
Figure C.2 – Stress-strain curve	39

Table A.1 – Standard uncertainty value results achieved on different Nb <sub>3</sub> Sn wires during the international round robin tests	25
Table A.2 – Results of ANOVA (F-test) for the variations of <i>E</i> <sub>0</sub>	26
Table B.1 – Output signals from two nominally identical extensometers	29
Table B.2 – Mean values of two output signals	29
Table B.3 – Experimental standard deviations of two output signals	29
Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals	30
Table B.5 – Coefficient of Variations of two output signals	30
Table C.1 – Load cell specifications according to manufacturer's data sheet	35
Table C.2 – Uncertainties of displacement measurement	36
Table C.3 – Uncertainties of wire diameter measurement	37
Table C.4 – Uncertainties of gauge length measurement	37
Table C.5 – Calculation of stress at 0 % and at 0,1 % strain using the zero offset regression line as determined in Figure C.1 (b)	38
Table C.6 – Linear regression equations computed for the three shifted lines and for         the stress – strain curve in the region where the lines intersect	40

Table C.7 – Calculation of strain and stress at the intersections of the three shifted lines with the stress – strain curve	40
Table C.8 – Measured stress versus strain data and the computed stress based on alinear fit to the data in the region of interest	41

- 4 -

#### INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

#### SUPERCONDUCTIVITY -

#### Part 19: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test of reacted Nb<sub>3</sub>Sn composite superconductors

#### FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations 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.
- 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 61788-19 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

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

FDIS	Report on voting
90/328/FDIS	90/330/RVD

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

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

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

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

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

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

#### INTRODUCTION

The Cu/Nb<sub>3</sub>Sn superconductive composite wires are multifilamentary composite materials. They are manufactured in different ways. The first method is the bronze route, where fine Nb / Nb alloy filaments are embedded in a bronze matrix, a barrier and a copper stabilizer. The second is the internal-tin method, where fine multifilaments are composed with copper matrix including Sn reservoirs, a barrier, and a copper stabilizer. The third is the powder-in-tube method, where Nb / Nb alloy tubes are filled with Sn rich powders and are embedded in a Cu stabilizing matrix.

Common to all types of Nb<sub>3</sub>Sn composite wires is that the superconducting A15 phase Nb<sub>3</sub>Sn has been formed at final wire dimension by applying one or more heat treatments for several days with a temperature at the last heat treatment step of around 640 °C or above. This superconducting phase is very brittle and failure of filaments occurs – accompanied by the degradation of the superconducting properties.

Commercial composite superconductors have a high current density and a small crosssectional area. The major application of the composite superconductors is to build superconducting magnets. This can be done either by winding the superconductor on a spool and applying the heat treatment together with the spool afterwards (wind and react) or by heat treatment of the conductor before winding the magnet (react and wind). While the magnet is being manufactured, complicated stresses are applied to its windings. Therefore the react and wind method is the minority compared to the wind and react manufacturing process.

In the case that the mechanical properties should be determined in the unreacted, nonsuperconducting stage of the composite, one should also apply this standard or alternatively IEC 61788-6 (*Superconductivity– Part 6: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test of Cu/Nb-Ti composite superconductors*).

While the magnet is being energized, a large electromagnetic force is applied to the superconducting wires because of their high current density. In the case of the react and wind manufacturing technique, the winding strain and stress levels are very restricted.

It is therefore a prerequisite to determine the mechanical properties of the superconductive reacted Nb<sub>3</sub>Sn composite wires of which the windings are manufactured.

#### SUPERCONDUCTIVITY -

#### Part 19: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test of reacted Nb<sub>3</sub>Sn composite superconductors

#### 1 Scope

This part of IEC61788 covers a test method detailing the tensile test procedures to be carried out on reacted  $Cu/Nb_3Sn$  composite superconducting wires at room temperature.

The object of this test is to measure the modulus of elasticity and to determine the proof strength of the composite due to yielding of the copper and the copper tin components from the stress versus strain curve.

Furthermore, the elastic limit, the tensile strength, and the elongation after fracture can be determined by means of the present method, but they are treated as optional quantities because the measured quantities of the elastic limit and the elongation after fracture have been reported to be subject to significant uncertainties according to the international round robin test.

The sample covered by this test procedure should have a bare round or rectangular crosssection with an area between  $0,15 \text{ mm}^2$  and  $2,0 \text{ mm}^2$  and a copper to non-copper volume ratio of 0,2 to 1,5 and should have no insulation.

#### 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 <a href="http://www.electropedia.org">http://www.electropedia.org</a>)

ISO 376, Metallic materials – Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines

ISO 6892-1, Metallic materials – Tensile testing – Part 1: Method of test at room temperature

ISO 7500-1, Metallic materials – Verification of static uniaxial testing machines – Part 1: Tension/compression testing machines – Verification and calibration of the force-measuring system

ISO 9513, Metallic materials - Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing

#### 3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the definitions given in IEC 60050-815 and ISO 6892-1, as well as the following, apply.

#### 3.1

#### tensile stress

#### R

tensile force divided by the original cross-sectional area at any moment during the test

#### 3.2

- strain
- Α

displacement increment divided by initial gauge length of extensometers at any moment during the test

#### 3.3

#### modulus of elasticity

Ε

gradient of the straight portion of the stress-strain curve in the elastic deformation region

#### 3.4

#### extensometer gauge length

length of the parallel portion of the test piece used for the measurement of displacement by means of an extensometer

#### 3.5

#### distance between grips

La

length between grips that hold a test specimen in position before the test is started

#### 3.6

#### 0,2 % proof strength

 $R_{p0.2}$ 

stress value where the ductile components yield by 0,2 %.

Note 1 to entry: The designated proof strengths,  $R_{p0,2-0}$  and  $R_{p0,2-U}$  correspond to point A or point C obtained from unloading slope U between 0,3 % and 0,4 % in Figure 1(a), respectively. This strength is regarded as a representative 0,2 % proof strength of the composite.

#### 3.7

#### tensile strength

R<sub>m</sub>

tensile stress corresponding to the maximum testing force

#### 3.8

#### tensile stress at elastic limit

 $R_{elasticmax}$  tensile force divided by the original cross-sectional area at the transition of elastic to plastic deformation

#### 3.9

#### strain at elastic limit

 $\mathbf{A}_{elasticmax}$  strain at the transition of elastic to plastic deformation

Note 1 to entry: The stress  $R_{elasticmax}$  and the corresponding strain  $A_{elasticmax}$  refer to point G in Figure A.6 o0f Annex A.5 and are regarded as the transition point of elastic to plastic deformation.

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

#### 4 **Principles**

The test consists of straining a test piece by tensile force beyond the elastic deformation regime, in principle for the purpose of determining the modulus of elasticity (*E*) and the proof strengths of  $R_{p0,2}$ .

#### **5** Apparatus

#### 5.1 General

The test machine and the extensioneters shall conform to ISO 7500-1 and ISO 9513, respectively. The calibration shall obey ISO 376. The special requirements of this standard are presented here.

#### 5.2 Testing machine

A tensile machine control system that provides a constant stroke speed shall be used. Grips shall have a structure and strength appropriate for the test specimen and shall be constructed to provide a firm connection with the tensile machine. The faces of the grips shall be filed or knurled, or otherwise roughened, so that the test specimen will not slip on them during testing. Gripping may be screw type, pneumatically, or hydraulically actuated.

#### 5.3 Extensometer

The mass of the extensioneter shall be 30 g or depending on wire diameter even less, so as not to affect the mechanical properties of the brittle reacted superconductive wire. The mass of the extensioneters had to be balanced symmetrically around the wire to avoid any nonalignment force (see Clause A.2). Care shall also be taken to prevent bending moments from being applied to the test specimen.

Depending on the employed strain measuring method, however, the quantities determined by the present test should be limited. When using the conventional single extensometer system, the determination of  $E_{\rm U}$  and  $R_{\rm p0,2-U}$  is recommended. On the other hand, it is possible to determine all quantities described here by using an averaging double extensometer system, because of its capability to compensate the bending effects of the reacted sample and to guarantee a proper determination of the modulus of elasticity  $E_0$ .

NOTE Further information is given in Clauses A.2 and A.3.

#### 6 Specimen preparation

#### 6.1 General

The wire should be straightened before heat treatment and should be inserted into a ceramic or quartz tube with slightly larger inner diameter referring to the wire size.

The constant temperature zone length of the heat treatment furnace shall be longer than the total length mentioned below in 6.2.

Care shall be taken to prevent bending or pre-loading when the reacted specimen is manually handled during removal from the ceramic or quartz tube and mounting.

#### 6.2 Length of specimen

The total length of the test specimen shall be the sum of inward distance between grips and both grip lengths. The inward distance between grips shall be 60 mm or more, as requested for the installation of the extensioneters.

#### 6.3 Removing insulation

If the test specimen surface is coated with an insulating material, the coating shall be removed before the heat treatment. Either a chemical or mechanical method shall be used with care taken not to damage the specimen surface (see Clause A.7).

#### 6.4 Determination of cross-sectional area $(S_0)$

A micrometer or other dimension-measuring apparatus shall be used to obtain the crosssectional area of the specimen after the insulation coating has been removed. The crosssectional area of a round wire shall be calculated using the arithmetic mean of the two orthogonal diameters. The cross-sectional area of a rectangular wire shall be obtained from the product of its thickness and width. Corrections to be made for the corners of the crosssectional area shall be determined through consultation among the parties concerned (see Clause A.8).

#### 7 Testing conditions

#### 7.1 Specimen gripping

When the test specimen is mounted on the grips of the tensile machine, the test specimen and tensile loading axis shall be on a single straight line with a minimum of machine/specimen mismatch. Gripping techniques of specimen are described in Clause A.9.

#### 7.2 Setting of extensometer

When mounting the extensometer, care shall be taken to prevent the test specimen from being deformed. The extensometer shall be mounted at the centre between the grips, aligning the measurement direction with the specimen axis direction.

During mounting care should be taken not to pre-load the specimen. After installation, loading shall be physically zeroed.

Double extensometer shall be mounted symmetrically around the cross-section to allow averaging of the strain to compensate the bending effects.

To guarantee best performance of the stress-strain curve of rectangular wires the extensometer should be mounted in such a way that strain is measured symmetrically on the small sides of the wire.

#### 7.3 Testing speed

The tensile tests shall be performed with displacement control. The machine crosshead speed is recommended to be set between 0,1 mm/min and 0,5 mm/min.

#### 7.4 Test

Following this procedure the tensile machine shall be started after the crosshead speed has been set to a specific level. The signals from the extensometers and the load cell shall be recorded, saved, and plotted on the abscissa and ordinate of the diagram as shown in Figures 1 (a) and 1 (b). When the total strain has reached a value between 0,3 % and 0,4 % the tensile force shall be reduced by 30 % to 40 % without changing the crosshead speed. Following this procedure the wire shall be reloaded again until final fracture.

Prior to the start of any material test program it is advisable to check the complete test equipment using similar size wires of known elastic properties (See Clause A.14).

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

#### 8 Calculation of results

#### 8.1 Modulus of elasticity (*E*)

Modulus of elasticity shall be calculated in general using the following formula and the straight portion of the unloading curve and of the initial loading one. Appropriate software for data evaluation should be used for post analyses of the plotted data with the possibility of enlargement of the stress versus strain graph, especially around the region where the deviation from linearity is expected.

$$E = \Delta F / (S_0 \Delta A) \tag{1}$$

where

*E* is the modulus of elasticity;

 $\Delta F$  is the increment of the corresponding force;

 $\Delta A$  is the increment of strain corresponding to  $\Delta F$ ;

 $S_0$  is the original cross-sectional area of the test specimen. Since unloading process is carried out at the strain indicated by the point  $A_U$  in Figure 1(a), the same Formula (1) is used for both the unloading modulus of elasticity ( $E_U$ ) and the initial loading one ( $E_0$ ). It is recommended to measure the unloading curve at the starting point  $A_U$ , where  $A_U$  is recommended to be between 0,3 % and 0,4 %.

The modulus of elasticity determined from the unloading curve is expressed as  $E_U$  which is given by the slope of the line (*U* between 0,3 % and 0,4 % strain) in Figure 1(a) and that from the initial loading curve is expressed as  $E_0$  by the zero offset line.

It should be, however, noted that the straight portion of the initial stress – strain curve is very narrow as indicated in Figure A.6 of Clause A.5. To measure this quantity with a low relative standard uncertainty the only currently possible technique is the use of an averaging double extensometer system. In this sense, the quantity of  $E_U$  should be a representative data for the present text, while  $E_0$  should be reported only when the measure is performed by means of double extensometer system.

After the test, the results shall be examined using the ratio  $E_0/E_U$ . The ratio shall satisfy the condition as given in Equation 2 in which  $\Delta = 0.3$  (see Clause A.12).

$$1 - \Delta < E_0 / E_U < 1 + \Delta \tag{2}$$

When it does not satisfy the condition, the test is judged not to be valid. Then the test shall be repeated after the experimental procedure is reexamined according to the present test method.

It is guided to achieve the unloading-reloading procedure as follows: when the loading curve arrives at the strain  $A_U$  (between 0,3 % and 0,4 %), the stress is reduced to  $r_{umin}$  of the maximum stress (stress position where the unloading started  $r_{umax}$ ) and then the wire is reloaded. The slope of the unloading curves shall be obtained in the linear portion between the stress  $r_{umax}$  and  $r_{umin}$ .

NOTE 3 Typical range of  $r_{umax}$  is 99 % of the maximum stress (stress where the unloading starts). The range of  $r_{umin}$  is at 90 % referring to the onset of the unloading stress (see Figure 1 (b)).

#### 8.2 0,2 % proof strength ( $R_{p0,2-0}$ and $R_{p0,2-U}$ )

The 0,2 % proof strength of the composite is determined in two ways from the unloading/reloading and initial loading part of the stress-strain curve as shown in Figures 1(a) and 1(b).

The 0,2 % proof strength of the composite under unloading  $R_{p0,2-U}$  shall be determined as follows: the linear portion of the unloading slope is moved parallel to the origin of the fitted curve, which may include a negative strain value. Thereafter, a parallel line shall be shifted to 0,2 % on the abscissa from this strain point. The intersection of this line U with the stress-strain curve determines the point C that shall be defined as the 0,2 % proof strength. Depending of the unloading line (e. g. U<sub>0,35</sub> in Fig 1(a)), 0,2 % proof strength ( $R_{p0,2-U}$ ) is determined.

The 0,2 % *pr*oof strength under loading  $R_{p0,2-0}$  shall be determined as follows: the initial linear portion at zero offset position of the loading line of the stress-strain curve is moved 0,2 % along the strain axis and the point A at which this linear line intersects the stress-strain curve shall be defined as the 0,2 % proof strength under loading.

Each of 0,2 % proof strength value shall be calculated using the formula (3) given below:

$$R_{p0,2-i} = F_i / S_0 \tag{3}$$

where

 $R_{p0,2-i}$  is the 0,2 % proof strength (MPa) at each point;  $F_i$  is the force (N) at each point;

as i = 0 or U.

#### 9 Uncertainty of measurand

Unless otherwise specified, measurements shall be carried out in a temperature that can range from 283 K to 308 K. A force measuring cell with the relative standard uncertainty less than 0,1 %, valid between zero and the maximum force capacity of load cell shall be used. The extensometers should have the relative standard uncertainty of strain less than 0,05 %. The displacement measuring transducer (e.g. LVDT [linear variable differential transformer]) used for the calibration should have the relative standard uncertainty less than 0,01 %.

The relative standard uncertainty values of measured moduli of elasticity  $E_0$  and  $E_U$  and the proof strengths  $R_{p0,2-0}$  and  $R_{p0,2-U}$  currently achieved with respect to the international round robin test of eleven representative research groups are given in Table A.1 (see Clause A.12).

According to the international round robin test (see (9) of Clause A.15), the relative standard uncertainty was reported to be 1,4 % for  $E_0$  for the test data of N = 17 in average after the qualification check. Similarly, 1,3 % for  $E_U$  (N = 15), 1,5 % for  $R_{p0,2-0}$  (N = 17) and 2,5 % for  $R_{p0,2-U}$  (N = 13) were reported.

#### 10 Test report

#### 10.1 Specimen

The following information shall be reported:

- a) Name of the manufacturer of the specimen
- b) Classification and/or symbol

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

#### c) Lot number

The following information shall be reported if possible:

- d) Raw materials and their chemical composition
- e) Cross-sectional shape and dimension of the wire
- f) Filament diameter
- g) Number of filaments
- h) Copper to non-copper ratio

#### 10.2 Results

Results of the following mechanical properties shall be reported.

- a) Modulus of elasticity ( $E_0$  and  $E_U$ )
- b) 0,2 % proof strengths ( $R_{p0,2-0}$  and  $R_{p0,2-U}$ )

The following information shall be reported if required:

- c) Tensile stress R<sub>elasticmax</sub>
- d) Strain A<sub>elasticmax</sub>
- e) Tensile strength ( $R_{\rm m}$ )
- f) Percentage elongation after fracture (A)
- g) 0,2 % proof strength determined by means of function fitting method ( $R_{p0,2-F}$ )

#### 10.3 Test conditions

The following information shall be reported:

- a) Crosshead speed
- b) Distance between grips
- c) Temperature
- d) Manufacturer and model of testing machine
- e) Manufacturer and model of extensometers
- f) Gripping method





The Figure 1(a) shows the over-all relation between stress and strain; (b) is the enlarged view indicating the unload and reload procedure.

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

#### Key

- U: Computed unloading line of U between 0,3 % and 0,4 % strain using 1st order regression line in Figure 1(a)
- Point A: 0,2 % strain shift from initial origin of the loading line (zero offset line). R<sub>p0,2-0</sub> obtained experimentally.
- Point C: 0,2 % strain shift from origin of fit curve with the determined slope of unloading line U (e.g.  $U_{0,35}$ ).  $R_{p0,2-U}$  is obtained by computation.
- Point H: Final fracture point of the wire.

The slope of the initial loading line is usually smaller than that of the unloading lines. In such cases the line has to be drawn from 0,2 % offset point on the abscissa to obtain 0,2 % proof strength ( $R_{p0,2-0}$ ) of the composite due to yielding of the ductile components such as copper and bronze (point A). Point A is obtained from the initial loading line.

Point C is obtained using the unloading line. The slope of the unloading line between 0,3 % and 0,4 % should be shifted to the origin of the fit curve, which may include a negative strain shift (see Clause A.6). The parallel 0,2 % strain shift of this slope as a line on the abscissa intersects the fitted curve at point C, which is defined as the 0,2 % proof strength of the composite ( $R_{p0,2-U}$ ).

The graph in Figure 1(b) shows the raw data of the unloading region. The slope should be determined between 99 % of maximum stress at the onset of unloading and 90 % stress of the maximum stress as indicated (see 8.1).

## Figure 1 – Stress-strain curve and definition of modulus of elasticity and 0,2 % proof strengths for Cu/Nb<sub>3</sub>Sn wire

## Annex A

#### (informative)

#### Additional information relating to Clauses 1 to 10

#### A.1 Scope

This annex gives reference information on the variable factors that may affect the tensile test methods. All items described in this annex are informative.

#### A.2 Extensometer

#### A.2.1 Double extensometer

Any type of extensometer can be used if it consists of two single extensometers capable of recording two signals to be averaged by software or one signal already averaged by the extensometer system itself.

In Figures A.1 and A.2 typical advanced light weight extensometers are shown.



IEC 2166/13

Dimensions in millimetres

The extensioneter has a gauge length of ~ 12 mm (total mass ~ 0,5 g). The two extensioneters are wired together into a single type extensioneter, thus averaging the two displacement records electrically.

#### Figure A.1 – Light weight ultra small twin type extensometer



IEC 2167/13

Dimensions in millimetres

The extensioneter has a gauge length of  $\sim$  26 mm (total mass  $\sim$  3 g). Each of the two extensioneters is a single type extensioneter, the averaging should be carried out by software.

#### Figure A.2 – Low mass averaging double extensometer

#### A.2.2 Single extensometer

Figure A.3 shows a single extensioneter with a total weight of 31 g together with a balance weight. It was used during a RRT for Cu/Nb-Ti wires conducted in Japan and sound results were obtained. The results were used to establish the international standard (IEC 61788-6)  $[3, 4]^1$ .

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Figures in square brackets in this annex refer to the Reference documents listed in Clause A.15



a) Top view



IEC 2168/13

Dimensions in millimetres

## Figure A.3 – An example of the extensometer provided with balance weight and vertical specimen axis

#### A.3 Optical extensometers

Any type of optical extensometer can be used if it is based on two single optical beams, where the signal can be recorded and averaged.

Alternatively, systems without mechanical contact to the specimen can also be used in a way similar to an averaging double extensometer system based either on two laser beams or on two other optical systems.

Figure A.4(a) shows schematically the scan of the stripes with 50 Hz of the rotating deflector. The small displacement changes during the loading of the specimen are analyzed by the

software. Figure A.5(b) shows the picture of the double mirror arrangement of a typical advanced double laser beam system.





(a) Schematic illustration

(b) Overview of the present extensometer



(c) The results of a reacted Nb $_3$ Sn wire with 0,81 mm Ø measured with a double beam laser extensometer.



#### A.4 Requirements of high resolution extensometers

The requirements for such extensometers can well be derived from Figure A.5. Considering the target that the recorded values plotted from the raw data should have a low relative standard uncertainty, in particular between zero % strain and 0,01 % strain, the total displacement in this range will be 2,5  $\mu$ m for the case of 25 mm gauge length or 1,2  $\mu$ m for 12 mm gauge length. In fact, the signals should be acquired with a low noise around 100 times better to ensure stable records within the required strain range. The calibration factor of the used 12 mm gauge length extensometer is 10 V per 1 mm displacement. The  $V_{pp}$  of the signal should be less than 1 mV to ensure this low relative standard uncertainty. Using state-of-the-art signal conditioners, shielded and twisted cables and high resolution data acquisition systems of > 16 bit resolution, it is thus possible to ensure this demand. Figure A.5 shows the original raw data of the reacted Nb<sub>3</sub>Sn measurement in form of load versus

displacement graph. To achieve the low scatter of the data shown it is necessary to have a high signal to noise ratio enabling to resolve the curve well below the 1  $\mu$ m range [5,6,8,9]<sup>2</sup>.

- 20 -

To obtain a zero offset gradient with a sufficient low relative standard uncertainty, which allows an assessment for the modulus of elasticity, it is prerequisite to use high resolution extensometers with extreme low noise to signal ratio.

The double extensioneter system based either on two mechanical extensioneters, on two laser beams, or on two other optical systems arranged symmetrically in a 180° sector to each beam may guarantee a compensation of the bending.



This figure shows the necessary low relative standard uncertainty with respect to the displacement resolution. The data are taken from the measurement of the sample as shown in Figure A.1.

#### Figure A.5 – Load versus displacement record of a reacted Nb<sub>3</sub>Sn wire

#### A.5 Tensile stress R<sub>elasticmax</sub> and strain A<sub>elasticmax</sub>

The tensile stress at which the transition of elastic to plastic deformation occurs is calculated in general using the following formula (Figure A.6).

$$R_{\text{elasticmax}} = F_{\text{elasticmax}} / S_0$$
 (A.1)

where

 $R_{\text{elasticmax}}$  is the tensile stress (MPa) at the transition of elastic to plastic deformation;  $F_{\text{elasticmax}}$  is the force (N) at the transition of elastic to plastic deformation.

The strain at which the transition of elastic to plastic deformation occurs (Figure A.6) referred to the stress  $R_{elasticmax}$  is defined as follows:

$$\Delta A_{\text{total}} = A_{\text{max}} - A_0 \tag{A.2}$$

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Figures in square brackets in this annex refer to the Reference documents listed in Clause A.15

where

- $\Delta A_{\text{total}}$  is the total strain increment referring to zero offset strain and to strain where the transition of elastic to plastic deformation occurs;
- $A_{\text{max}}$  is the observed value of strain referred to the stress  $R_{\text{elasticmax}}$ ;

 $A_0$  is the zero offset strain.

The values  $R_{\text{elasticmax}}$  and  $A_{\text{elasticmax}}$  are treated as being of informative character.



This is the enlarged figure up to the transition region of the elastic plastic deformation (point G). The plots (large circles) show the region of the initial straight portion of the record. The linear 1<sup>St</sup> order regression analysis gives the modulus of elasticity  $E(E_0 = 134,7 \text{ GPa})$  and the measure of linearity as square of regression coefficient. The value of computed 0,188 MPa is the result of the regression line analysis, where the origin has been determined to have an offset in the ordinate owing to the plot scatter. In addition, the square of regression coefficient should be greater than 0,99 to ensure the linearity. The stress  $R_{elasticmax}$  and the corresponding strain  $A_{elasticmax}$  correspond to the transition region of elastic plastic deformation. In particular, the value of  $R_{elasticmax}$  is an important quantity for the judgment of the determined  $E_0$ . A low value of  $R_{elasticmax}$  (e.g. < 5 MPa) may indicate a higher uncertainty for the  $E_0$  owing to the small portion of the linear region. The smaller linear range has an impact for the measurand  $E_0$  towards high uncertainty due to the data scatter. The uncertainty may raise the question of repeating the measurement.

#### Figure A.6 – Stress-strain curve of a reacted Nb<sub>3</sub>Sn wire

#### A.6 Functional fitting of stress-strain curve obtained by single extensometer and 0,2 % proof strength ( $R_{p0.2-F}$ )

The functional fitting method is applicable to determine the 0,2 % proof strength in the case of single extensometer. Usually, constitute materials of copper and bronze in the  $Cu/Nb_3Sn$  wire have been yielded during cooling from heat-treatment temperature to room temperature. The stress-strain curve, therefore, is curved from the beginning in the strict sense and the evaluation of initial modulus of elasticity becomes difficult. Furthermore, due to the non-straight form of the specimen as heat-treated condition and pre-straining on handling during setting to the tensile testing machine, the stress-strain curve is bent concave or convex, hence it is difficult to estimate the intrinsic zero strain point. The functional fitting method is effective to exclude such strain included in the experimental data. The stress-strain curves can be approximated by the following exponential function:

$$F/S_0 = a(A-b)^n \tag{A.3}$$

where F,  $S_0$  and A are load, cross section and strain obtained by the test, a, b and n are parameters determined by non-linear least-mean-square-fitting. In order to avoid losing digits

during calculation, A is expressed in %. The upper bound of fitting is 0,5 % and the lower bound of fitting is increased until the three parameters converge.

The 0,2 % proof strength  $R_{p0,2-F}$  of the composite due to yielding of the copper and bronze components by function fitting method is determined as follows; the linear portion under unloading is to be moved parallel to the 0,2 % offset point with regard to the zero strain point defined by the parameter *b*. The intersection of this line with the fitted stress – strain curve determines the point C that is defined as the 0,2 % proof strength (Figure 1(a)). Fitting by simplified equation of (A.3) by excluding the parameter b, means neglect of pre-strain and gives larger proof stress value close to the  $R_{p0,2-F}$ . It is reported that commercially available non-linear least-square-fitting software can produce results almost identical to the experimental data for the same parameters, if the allowable error is selected to less than 0,1 [1,2]<sup>3</sup>. However, the confirmation of coincidence between data points and the fitting curve is made.

#### A.7 Removing insulation

The coating on the surface of the test specimen should be removed using an appropriate method. Normally the  $Nb_3Sn$  conductors are braided with glass or ceramic fibers which can be easily removed by stripping or peeling. In case of other type of insulation one should use either an organic solvent or a mechanical method. In both case one may do this before the heat treatment reaction and may avoid any damage of the specimen surface.

The coating is not designed as a structural component. An analysis of measurement as a multi component composite including insulation is too complicated to perform. Therefore, this test method covers only the bare reacted wire in order to maintain the mechanical behavior of the wire.

#### A.8 Cross-sectional area determination

In case a smaller relative standard uncertainty is required, the cross-sectional area may be obtained by correcting the radius of the corner of the rectangular wire finished by dies, using the value given on the manufacturing specifications. For rolling or Turk's-head finish, the radius of the corner is not controlled and a correction is made using a macro photograph of the cross-section.

## A.9 Fixing of the reacted Nb<sub>3</sub>Sn wire to the machine by two gripping techniques

For gripping, the specimen may be soft soldered to a metallic sleeve in the region of the grips. These sleeves should provide a firm gripping to the machine's pull rods. Alternatively a gripping can be envisaged by chucking the wire itself. In this case it should be ensured that the wire inside the chucks is not damaged mechanically. The test specimen is mounted using the grips of the tensile machine. In any case, the test specimen and tensile loading axis are aligned to disclose a mismatching. During mounting of the sample, it is necessary to prevent bending or deformation.

According to the international round robin test results, several kinds of gripping techniques were allowable to get proper test results. Therefore it is recommended that the gripping technique proposed in the present standard be treated as one of various possible techniques.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Figures in square brackets in this annex refer to the Reference documents listed in Clause A.15



- 23 -

#### Figure A.7 – Two alternatives for the gripping technique.

The left image shows gripping of the soldered  $Nb_3Sn$  wire into a M6 brass thread, which is fixed with an aluminum sleeve serving the pulling action. The total mass of the sleeve together with the M6 thread is around 12 g.

The right portion of the image shows the clamping of the bare  $Nb_3Sn$  wire inside a V-groove of an aluminum block. The total mass of the block is around 7 g. This block inserted into a small frame acts as a defined fixture for the pulling action.



the Al-block using two M3 screws

IEC 2779/13

Dimensions in millimetres

The drawings show details of the two alternative possibilities of the wire fixing to the machine, by soldering and by clamping. In any case prior to the measurement start it is not allowed to load the wire with a pre-load. The bottom end of the wire with the fixing block should be free of any contact to the machine to avoid any pre-loading.

#### Figure A.8 – Details of the two alternatives of the wire fixing to the machine

#### A.10 Tensile strength $(R_m)$

the M6 brass thread

The tensile strength at which the fracture occurs is calculated using the following formula.

$$R_{\rm m} = F_{\rm max} / S_0 \tag{A.4}$$

where

 $R_{\rm m}$  is the tensile stress (MPa) at the fracture;

$$F_{\text{max}}$$
 is the maximum force (N) at the fracture.

For the wire with small copper to non-copper volume ratio, premature fracture occurs at the grips giving rise to lower tensile strength and smaller percentage elongation after fracture. The tensile strength and percentage elongation after fracture are important not only from the scientific view point describing the mechanical properties of composite material, but also useful for measures of validity of the tests. However, because the variances are large and the strain region of interest for the wire is small, the values are used as references.

- 24 -

#### A.11 Percentage elongation after fracture $(A_f)$

The measurement of elongation after fracture may serve only as a reference. The movement of the cross-head may also be used to find the approximate value for elongation after fracture as shown below. To use this method, the cross-head position at fracture must be recorded. The following formula is used to obtain the elongation after fracture, given in percentage.

$$A_{\rm f} = 100 \left( L_{\rm u} - L_{\rm g} \right) / L_{\rm g}$$
 (A.5)

where

*A*<sub>f</sub> is the percentage elongation after fracture;

 $L_{\rm u}$  is the distance between grips after fracture.

 $L_{a}$  is the initial inward distance between grips.

#### A.12 Relative standard uncertainty

Owing to the nature of any measurement, the obtained test results have a scatter in all cases. To assess the quality of the measured data the concept of uncertainty serves a sound basis for an independent judgement. In Annex B and C detailed information are supplied with respect to uncertainty of a measurand.

In case of Nb<sub>3</sub>Sn wire measurements substantial experiences were gathered during the international round robin tests carried out with 11 research groups [7,9]. In particular, the evaluation of obtained data, supplied valuable information with respect to the modulus of elasticity determined at the zero offset line and from the unloading line between 0,3 % and 0,4 % strain. In general, the obtained moduli of elasticity results from the initial loading line have a larger scatter compared to the determined values from the unloading line. A comprehensive analysis of these data is given in reference [8]<sup>4</sup> and shows that the ratio of  $E_0$  and  $E_U$  varies from unity if all results are collected together. These variation can be described by using the simple relation  $1 - \Delta < E_0/E_U < 1 + \Delta$ , where  $\Delta$  defines the quantity of the deviation from unity. To limit the scatter at the initial loading line and to delete disqualified data  $\Delta = 0,3$  has been proven to be an adequate value.

In Table A.1 the important quantities such as the modulus of elasticity obtained from initial loading line and also the proof strengths are summarized. The standard uncertainties of these results show that the disqualification of the data beyond  $\Delta = 0.3$  reduces the standard uncertainties at least by a factor of 2.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Figures in square brackets in this annex refer to the Reference documents listed in Clause A.15

The scatter of experimental data obtained from RRT relates to two contributions of the intraand inter- laboratory. In order to make clear whether the data submitted from their respective laboratories belongs into the same population of all experimental data, the analysis of variance (F-test) was performed under the guidance of the text (GUM H.5.2.1). As a typical example, the experimental data on  $E_0$  were analysed and the results are listed in Table A.1. In order to make exact comparison among laboratories, it is necessary to fix the same number of data from each laboratory, three for example. So three data were chosen randomly from each laboratory when the number of data was equal to or larger than 3, while the data set from laboratory was abandoned in case of a data number less than 3.

According to GUM guidance, the ratio of the inter-laboratory variance  $(s_a^2)$  and the intralaboratory one  $(s_b^2)$  was calculated as  $F_{exp} = s_a^2 / s_b^2$  and compared with the theoretical function,  $F_{N-J}^{J-1}(\alpha)$ . When the hypothesis of  $F_{exp} < F_{N-J}^{J-1}(\alpha)$  holds, the data belong to the same population with the significance level  $\alpha$  %. In the case, where all data were employed for F-test, the hypothesis did not hold for some samples, E3, E4, H and M. On the other hand, in another case, where the data qualified by applying  $\Delta$  of 0,3, were used, the hypothesis held for all the samples, when  $\alpha$  was settled on 1 %. Therefore it was concluded that the present F-test guarantees the validity of qualification check with respect to the ratio of moduli of elasticity mentioned in 8.1 of the main text. Further it is possible to judge the qualification condition more rigidly by using the higher significance level.

Sample	Property(X)	All	Data			Qua	alified Data		
		Ν	< <i>X</i> >	SU	RSU	N'	<x'></x'>	SU	RSU
E2	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	35	113,5 [GPa]	2,8[GPa]	2,5[%]	22	114 [GPa]	1,4 [GPa]	0,3[%]
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	35	187,1 [MPa]	3,0[MPa]	1,6[%]	22	181,7 [MPa]	1,3 [MPa]	0,7[%]
E3	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	33	119,2[GPa]	3,2 [GPa]	2,7[%]	21	121[GPa]	1,5[GPa]	1,3[%]
	<i>R</i> <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	34	192,1[MPa]	2,3 [MPa]	1,2[%]	21	191,8 [MPa]	1,6 [MPa]	0,8[%]
E4	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	36	90,3[GPa]	3,9[GPa]	4,3[%]	14	109,2[GPa]	2,0[GPa]	1,9[%]
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	37	113,6[MPa]	2,2 [MPa]	1,9[%]	14	111,9 [MPa]	3,7 [MPa]	3,3[%]
н	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	33	88,5[GPa]	4,2 [GPa]	4,8[%]	9	109,8 [GPa]	2,0 [GPa]	1,8[%]
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	33	118,8[MPa]	2,3[MPa]	1,9[%]	9	110,3[MPa]	2,9[MPa]	2,6[%]
К	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	34	116,2[GPa]	2,8 [GPa]	2,4[%]	25	115,6 [GPa]	1,1 [GPa]	1,0[%]
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	33	182[MPa]	2,6 [MPa]	1,4[%]	25	179,7 [MPa]	2,6 [MPa]	1,4[%]
М	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	29	88,6[GPa]	5,8 [GPa]	6,6[%]	9	120,4[GPa]	3,0[GPa]	2,5[%]
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	28	118 [MPa]	4,0 [MPa]	3,4[%]	9	109,2[MPa]	1,7[MPa]	1,5[%]

Table A.1 – Standard uncertainty value results achieved on different Nb<sub>3</sub>Sn wires during the international round robin tests

N: number of total tested wires,

X: modulus of elasticity or proof strength,

<x>: average for total wires,

<x'>: average for qualified wires,

SU: standard uncertainty for total data, and

RSU: relative standard uncertainty.

This table presents results of standard uncertainty values achieved on different Nb3Sn wires during the international round robin tests carried out by 11 different research laboratories.

N': number of qualified wires,

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

Consequently, the average value of relative standard uncertainty ( $U_{RSU}$ ) for all samples is given by the equation

$$\overline{U_{\text{RSU}}} = \frac{\sum_{m=1}^{M} N'_{m} U_{\text{RSU}m}}{\sum_{m=1}^{M} N'_{m}}$$
(A6)

where *M* indicates the number of different wires and the average number of samples is given,

$$\overline{N'} = \frac{\sum_{m=1}^{M} N'_m}{M}$$
(A7)

Then  $\overline{U_{\text{RSU}}}$  was calculated from Table A.1 as 1,5 % for  $E_{\text{o}}$  for  $\overline{N}$  =17 as the average value for all samples after the qualification check. By using the same procedure, the  $\overline{U_{\text{RSU}}}$  was evaluated for  $E_{\text{u}}$ ,  $R_{\text{p0.20}}$  and  $R_{\text{p0.2U}}$  and their result is presented in Clause 9 of the main text.

Sample			All data				C	ualified data	a	
	J	Ν	sa²/sb²	F <sub>exp</sub>	$F_{N-1}^{J-1}(lpha)$	ſ	N	$s_a^2/s_b^2$	F <sub>exp</sub>	$F_{N-1}^{J-1}(\alpha)$
E2	8	24	318 / 195	1,6	4,05	8	24	318 / 195	1,6	4,05
E3	9	27	803 / 163	4,9	3,73	8	24	500 / 182	2,7	4,05
E4	9	27	1189 / 165	7,2	3,73	7	21	613 / 205	2,9	4,46
Н	9	27	1388 / 180	7,6	3,73	6	18	841 / 238	3,5	5.06
К	9	27	205 / 96	2,1	3,73	9	27	205 / 96	2,1	3,73
М	8	24	3180 / 191	16,5	4,05	3	9	912 / 158	5,7	10,9

Table A.2 – Results of ANOVA (F-test) for the variations of  $E_0$ 

The significance level of 1% was used for the verification of the hypothesis. Every data set from a laboratory includes three values (n = 3) and therefore the following relation holds as N = nJ. Here, *J*: number of laboratories, *N*: number of wires in total, *J*': number of qualified laboratories, *N*: number of qualified wires.

#### A.13 Determination of modulus of elasticity $E_0$

The determination of modulus of elasticity  $E_0$  requires a data acquisition system allowing a low relative standard uncertainty at zero-offset regime of the stress-strain record. To ensure unbiased data the recorded data of stress and strain should be evaluated according to the following recommended procedure.

Using the stress versus strain original record one may determine the first order linear regression line and the square of the regression coefficient between zero MPa and 50 MPa stresses. Within this context the control parameter is the square of the regression coefficient which should be greater than 0,99. By stepwise reducing the stress starting from the upper value 50 MPa, try to determine the linear slope fulfilling this condition. This linear slope is defined to be the modulus of elasticity  $E_0$ . The intersection of the linear slope with the abscissa is the new origin of the stress versus strain graph, which is considered during the 0,2 % parallel shift for the estimation of the  $R_{p0.2-0}$  value (see Figure 1).

#### A.14 Assessment on the reliability of the test equipment

The reliability of the test equipment, which comprises the tensile testing unit, load cell and the used extensometer system, can be best analyzed with wires of similar sizes and known elastic properties. Around one mm diameter welding wires of the materials aluminium and pure commercial titanium have been approved to be the most suitable ones, which cover the modulus of elasticity range between 70 GPa and 100 GPa. It is strongly recommended that the test laboratory confirm the reliability of its tensile setup from time to time by measuring the elastic properties of these wires prior to any measurement task. These wires can be easily purchased from vendors. For these tests the wires should be handled in the same manner as described for the case with superconducting heat treated wires. The wire can be loaded and unloaded in elastic regime up to 100 MPa without affecting its elastic properties.

#### A.15 Reference documents

- 1) Research report on the standardization of superconductive materials for new power generation system. NMC, Osaka Science and Technology Center, 2001, 23
- 2) M. SHIMADA, M.HOJO, H.MORIAI and K.OSAMURA. Jpn. Cryogenic Eng., 33, 1998, 665
- 3) K.KATAGIRI, K.KASABA, M.HOJO, K.OSAMURA, M.SUGANO, A.KIMURA and T.OGATA, *Physica C*, 357 360 (2001),1302-1305
- 4) Research report on the standardization of superconductive materials for new power generation system. NMC, Osaka Science and Technology Center, 2002, 25
- 5) K.OSAMURA, A.NYILAS, M.SHIMADA, H.MORIAI, M.HOJO, T.FUSE and M.SUGANO. *Adv. Superconductivity* XI, 1999, 1515
- 6) A. NYILAS. Strain sensing systems tailored for tensile measurement of fragile wires. *Supercond. Sci. Technol.*, 18, 2005, 409 – 415
- 7) A. NYILAS, K. WEISS, and M. THOENER, M. HOJO, K. OSAMURA, and K. KATAGIRI. On the measurement of tensile properties of superconducting Nb<sub>3</sub>Sn wires at ambient temperature and at cryogenic environment. *Advances in Cryogenic Engineering* (*Materials*) 52, edited by U. B.Balachandran et al., Plenum Press, New York, 2006, 582 – 589
- A. NYILAS, Transducers for sub-micron displacement measurements at cryogenic temperatures. in *Advances in Cryogenic Engineering (Materials)* 52, edited by U. B.Balachandran et al., Plenum Press, New York, 2006, 27 34
- K. OSAMURA et al. International Round Robin Test for Mechanical Properties of Nb<sub>3</sub>Sn Superconducting Wires. Supercond. Sci. Technol., 21, 2008, 045006

#### Annex B (informative)

#### **Uncertainty considerations**

#### B.1 Overview

In 1995, a number of international standards organizations, including IEC, decided to unify the use of statistical terms in their standards. It was decided to use the word "uncertainty" for all quantitative (associated with a number) statistical expressions and eliminate the quantitative use of "precision" and "accuracy." The words "accuracy" and "precision" could still be used qualitatively. The terminology and methods of uncertainty evaluation are standardized in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) [1] <sup>5</sup>.

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.

#### B.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]).

#### **B.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

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Figures in square brackets refer to the reference documents in Clause B.5 of this annex.

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.

Output signal [V]				
E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>			
0,001 220 70	2,334 594 73			
0,000 610 35	2,334 289 55			
0,001 525 88	2,334 289 55			
0,001 220 70	2,334 594 73			
0,001 525 88	2,334 594 73			
0,001 220 70	2,333 984 38			
0,001 525 88	2,334 289 55			
0,000 915 53	2,334 289 55			
0,000 915 53	2,334 594 73			
0,001 220 70	2,334 594 73			

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

Table B.2 – Mean	values of	f two out	put signals
------------------	-----------	-----------	-------------

Mean ( $\overline{X}$ )[V]				
E <sub>1</sub> E <sub>2</sub>				
0,001 190 19	2,334 411 62			

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \qquad [V] \tag{B.1}$$

#### Table B.3 – Experimental standard deviations of two output signals

Experimental standard deviation (s) [V]				
E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>			
0,000 303 48	0,000 213 381			

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{n} \left( X_i - \overline{X} \right)^2} \quad [V]$$
(B.2)

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

#### Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad [V] \tag{B.3}$$

Table B.5 – Coefficient	of	Variations	of two	output	signals
-------------------------	----	------------	--------	--------	---------

Coefficient of variation (COV) [%]			
E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>		
25,498 2	0,009 1		

$$COV = \frac{s}{\overline{X}}$$
(B.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.

#### B.4 Uncertainty evaluation example for TC 90 standards

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

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

a) The user must derive in the first step a mathematical measurement model in the form of identified measurand as a function of all input quantities. A simple example of such model is given for the uncertainty of a force, F<sub>IC</sub> measurement using a load cell:

 $F_{\rm LC} = W + d_{\rm W} + d_{\rm R} + d_{\rm Re}$ 

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

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

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

$$u_{\rm A} = \frac{s}{\sqrt{n}}$$
 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:

$$u_{\rm B} = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot d_{\rm W}^2 + \dots}$$
 where,  $d_{\rm W}$  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:

$$u_{\rm c} = \sqrt{u_{\rm A}^2 + u_{\rm B}^2}$$

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].

#### B.5 Reference documents of Annex B

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

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

- [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.iaac.org.mx/Documents/Uncontrolled/Library/JapanAccredBoard/nws-labtopix.pdf>).

#### Annex C

#### (informative)

#### Specific examples related to mechanical tests

#### C.1 Overview

These are specific examples to illustrate techniques of uncertainty estimation. The inclusion of these examples does not imply that users must complete a similar analysis to comply with the standard. However, the portions that estimate the uncertainty of each individual influence quantity (load, displacement, wire diameter, and gauge length) need to be evaluated by the user to determine if they meet the specified uncertainty limits in the standard.

These two examples are not meant to be exhaustive. They do not include all possible sources of error, such as friction, bent/straightened wire, removal of insulation, misaligned grips, and strain rate. These additional sources may or may not be negligible.

#### C.2 Uncertainty of the modulus of elasticity

In Figure C.1, the original stress versus strain raw data of a Nb<sub>3</sub>Sn wire (diameter 0,768 mm) is given. These measurements were carried out during the course of an international round robin test in 2006. Figure C.1 (a) shows the loading of the wire up to fracture, while Figure C.1 (b) displays points taken during the initial loading up to 16 MPa and the line fit to these data. The computed slope of the trend line is 132069 MPa (the slope is expand with a factor of 100 due to unit percentage of abscissa) as given in Figure 1 (b) with a squared correlation coefficient of 0,9899.



Graph (a) shows the measured stress versus strain curve of the 0,783 mm diameter superconducting wire. Graph (b) shows the initial part of the curve and the regression analysis to determine modulus of elasticity. The slope of the line should be multiplied by 100 to convert the percentage strain to strain, so that the units of modulus of elasticity will be MPa.

#### Figure C.1 – Measured stress-strain curve

The standard uncertainty estimation of modulus of elasticity for this wire can be processed in following way. The modulus of elasticity determined during mechanical loading is a function of five variables each having its own specific uncertainty contribution.

$$E = f(P, \Delta L, D, L_{\rm G}, b), \qquad (C.1)$$

The model equation is

$$E = \frac{4 \cdot P \cdot L_{\rm G}}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} + b \tag{C.2}$$

where

*E* = modulus of elasticity, MPa

P = load, N

 $\Delta L$  = deflected length of extension extension for the selected load portion, mm

D = diameter of wire, mm

 $L_{\rm G}$  = length of extensioneter at start of the loading, mm

*b* = an estimate of deviation from the experimentally obtained modulus of elasticity, MPa.

The actual experimental values are necessary for the standard uncertainty calculation. Using the data of Figure C.1 (b) the value of deflected extensometer length can be estimated. Here, a stress of 15 MPa is selected and by using the calculated modulus of elasticity given in Figure C.1 (b) the value of  $\Delta L$  can be established using the equations,

$$A = \frac{R}{E}$$
 and  $\Delta L = A \cdot L_{\rm G}$  (C.3)

where

 $A = 1,136 \times 10^{-4}$   $\Delta L = 1,363 \times 10^{-3} \text{ mm}$  R = 15 MPa  $L_G = 12 \text{ mm}$  D = 0,783 mmFurthermore, with

$$P = \frac{\pi \cdot D^2 \cdot R}{4} \tag{C.4}$$

the force *P* can be calculated as P = 7,223 N.

#### C.3 Evaluation of sensitivity coefficients

The combined standard uncertainty associated with model Equation (2) is:

$$u_{\rm c} = \sqrt{\left(\frac{\partial E}{\partial P}\right)^2 u_1^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial \Delta L}\right)^2 u_2^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial D}\right)^2 u_3^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial L_{\rm G}}\right)^2 u_4^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial b}\right)^2 u_5^2} \tag{C.5}$$

The partial differential terms are the so-called sensitivity coefficients. By substituting the experimental values in each derivative, the sensitivity coefficients  $c_i$  can be calculated as follows:

For c<sub>1</sub>: 
$$c_1 = \frac{\partial}{\partial P} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{4 \cdot L_G}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} = 1,829 \times 10^4 \text{ mm}^{-2}$$
 (C.6)
61788-19 © IEC:2013

For c<sub>2</sub>: 
$$c_2 = \frac{\partial}{\partial \Delta L} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{-4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L^2} = -9,69 \times 10^7 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-3}$$
(C.7)

For c<sub>3</sub>: 
$$c_3 = \frac{\partial}{\partial D} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{-8 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^3 \cdot \Delta L} = -3,373 \times 10^5 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-3}$$
(C.8)

For c<sub>4</sub>: 
$$c_4 = \frac{\partial}{\partial L_G} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{4 \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} = 1,101 \times 10^4 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-3}$$
(C.9)

Sensitivity coefficient  $c_5$  is unity (1) owing to the differentiation of Equation 2 with respect to quantity *b*.

Using the above sensitivity coefficients, the combined standard uncertainty  $u_c$  is finally given by:

$$u_{\rm c} = \sqrt{(c_1)^2 \cdot (u_1)^2 + (c_2)^2 \cdot (u_2)^2 + (c_3)^2 \cdot (u_3)^2 + (c_4)^2 \cdot (u_4)^2 + (c_5)^2 \cdot (u_5)^2}$$
(C.10)

where the square of each sensitivity coefficient is multiplied by the square of the standard uncertainty of individual variables as given in the model Equation (C.2).

# C.4 Combined standard uncertainties of each variable

The standard uncertainties  $u_i$  in Equation (C.10) are the combined standard uncertainties of force (*P*), deflected length ( $\Delta L$ ), wire diameter (*D*), and gauge length ( $L_G$ ). In this section, each combined standard uncertainty will be estimated according to the available data.

The combined standard uncertainty  $u_1$  for force *P* is composed of statistical distributions of Type A and Type B. In general, the force is measured with commercially available load cells. The bulk of load cell manufacturers, however, do not give information about uncertainties in their specifications. The given accuracies, along with other information obtained from the data sheets, must be first converted into standard uncertainties prior to the determination of combined standard uncertainty  $u_1$ . Typically these manufacturer's specifications are viewed as limits to a rectangular distribution of errors. The standard uncertainty associated with the rectangular distribution is the limit divided by  $\sqrt{3}$ .

For the measurements given in Figure C.1, the following information for the load cell was available.

Load cell capacity	Accuracy class tension / compression	Temperature coefficient of zero	Temperature coefficient of sensitivity	Creep for 30 minutes
Ν	%	S %/K	S %/K	S%
5 000	0,25	0,25	0,07	0,07

Table C.1 – Load cell specifications according to manufacturer's data sheet

According to this specification, the data should be converted to standard uncertainty values before combining them. These data are treated as Type B uncertainties. The temperature range between 303 K and 283 K ( $\Delta T = 20$  K) has been selected to reflect allowable laboratory conditions.

- 35 -

The variables are as follows:

Accuracy class:	$T_{class} = 0,25 \%$
Temperature coefficient of zero balance:	$T_{\rm coefzero} = (0,25\times20)~\%$
Temperature coefficient of sensitivity:	$T_{\text{coefsens}} = (0,07 \times 20) \%$
Creep for 30 min:	$T_{\text{creep}} = 0,07 \%$

The following equation describes the measurement of load and includes the four sources of error from Table C.1:

$$P = u_{\rm P} + T_{\rm class} + T_{\rm coefzero} + T_{\rm coefsens} + T_{\rm creep}$$
(C.11)

where  $u_{\rm P}$  is the true value of load.

The percentage specifications are converted to load units based on the measured value of P = 7,223 N obtained from the stress versus strain curve. The resulting values are converted to standard uncertainties assuming a rectangular distribution so that the combined standard uncertainty for the load cell is:

$$u_{1} = \sqrt{\left(\frac{T_{\text{class}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} + \left(\frac{T_{\text{coeffzero}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} + \left(\frac{T_{\text{coeffsens}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} + \left(\frac{T_{\text{creep}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} (C.12)$$

$$u_1 = 0,21 \text{ N}$$
 (C.13)

Tables C.2-C.4 summarize uncertainty calculations for displacement, wire diameter, and gauge length. These calculations are similar to those previously demonstrated for force.

#### Table C.2 – Uncertainties of displacement measurement

Extensometer displacement, mm	Type A Gaussian distribution. Creep and noise contribution	Type B distribution obtained from data scatter of Figure 1(b)		
	$u_{A} = s / \sqrt{n}$ according Clause B.3	$u_{\rm B}=d_{\rm W}$ / $\sqrt{3}$ according Clause B.4		
	2 <i>V</i> = 1 mm	with $d_{W}$ of 0,00003		
	(0,0003 V/2)/ <del>\(\</del> 10 )	mm		
	mm			
$1,363  imes 10^{-4}$	0,00005	0,000017		
$u_2 = \sqrt{0,00005^2 + 0,0017^2} = 0,000052 \text{ mm}$				

Wire diameter, mm	Type A Gaussian distribution. Five repeated measurements with micrometer device $u_{\rm A} = {\rm s}/\sqrt{n}$ (0,0013)/ $\sqrt{5}$ mm	Half width of rectangular distribution according manufacture data sheet accuracy of $\pm$ 4 µm $u_{\rm B}=$ $d_{\rm W}/\sqrt{3}$ mm		
0,783	0,00058	0,0023		
$u_3 = \sqrt{0.00058^2 + 0.0023^2} = 0.0023 \text{ mm}$				

 Table C.3 – Uncertainties of wire diameter measurement

To measure the gauge length of the extensometer, a stereo microscope was used with a resolution of 20  $\mu m.$ 

Table C.4 – Uncertainties	σ	gauge	length	measurement	

Gauge length, mm	Type A Gaussian distribution. Five repeated measurements with micrometer device $u_{\rm A} = s/\sqrt{n}$ (0,002)/ $\sqrt{5}$	Half width of rectangular distribution according manufacture data sheet accuracy of +/-20 $\mu$ m $u_{\rm B}=d_{\rm W}/\sqrt{3}$			
	mm	mm			
12	9 ×10 <sup>-4</sup>	0,011			
$u_4 = \sqrt{0,0009^2 + 0,011^2} = 0,011 \text{ mm}$					

Finally, the uncertainty in the slope of the fitted stress versus strain curve given in Figure C.1 (b) is estimated. The maximum half width difference between the measured stress values and the calculated stress values using the trend line equation from Figure C.1 (b) result in  $\pm 0.822$  MPa. Using this value with gauge length ( $L_{\rm G}$ =12 mm) and extensometer deflection value ( $\Delta L$  = 0.001363 mm), a Type B uncertainty for the modulus of elasticity can be estimated. Rearranging Equation (C.3) results in the simple equation:

$$R = E \cdot A; \quad E = R \cdot \frac{L_{\rm G}}{\Delta L} \tag{C.14}$$

The Type B uncertainty of the measured modulus of elasticity of the Figure C.1 (b) is

$$u_{\rm b} = \frac{0.822 \text{ MPa} \cdot 12 \text{ mm}}{0.00136 \text{ mm} \cdot \sqrt{3}} = 4180 \text{ MPa}$$
(C.15)

The final combined standard uncertainty, taking into account the result of Equation (C.12) and using the sensitivity coefficients for the four variables in Equation (C.10), results in:

$$u_{\rm c} = \sqrt{\left(1,829 \cdot 10^4\right)^2 \cdot (0,21)^2 + \left(-9,69 \cdot 10^7\right)^2 \cdot (0,0000521)^2 + \left(-3,373 \cdot 10^5\right)^2 \cdot (0,0023)^2 + \left(-1,101 \cdot 10^4\right)^2 \cdot (0,011)^2 + (1)^2 \cdot (4180)^2}$$
(C.16)

$$u_{\rm c} = 7\ 630\ {\rm MPa}$$
 (C.17)

or

$$E = 132 \text{ GPa} \pm 7,6 \text{ GPa}$$
 (C.18)

# C.5 Uncertainty of 0,2 % proof strength $R_{p0,2}$

The 0,2 % proof strength  $R_{p0,2}$  should be determined by the parallel shifting of the modulus of elasticity zero offset line to the 0,2 % strain position along the abscissa and computing the intersection of this line with the original stress versus strain curve. If the fitted modulus of elasticity line has a different origin than zero, the offset from zero should be also considered. The regression equation in Figure C.1 (b) has an *x*-axis offset of:

$$A_{\text{offset}} = -\frac{0,29719}{1320,692} = -0,00023 \quad \% \tag{C.19}$$

where  $A_{offset}$  indicates offset strain at zero stress.

Thus, the shifted position of the line along the abscissa is not exactly 0,20000 % but 0,19977 %. Table C.5 shows the computation of stress using the regression line with and without the uncertainty contribution from Equation (C.18).

Description	Regression line equation with uncertainty contribution at ε % strain	Stress at A = 0 % strain, MPa	Stress at A = 0,1 % strain, MPa
Baseline modulus of elasticity	1320,692· <i>A</i> + 0,29719	0,297	132,37
Modulus of elasticity with + 7,6 GPa uncertainty contribution	1396,692· <i>A</i> + 0,29719	0,297	139,97
(upper line)			
Modulus of elasticity with – 7,6 GPa uncertainty contribution	1244,692∙ <i>A</i> + 0,29719	0,297	124,77
(lower line)			

Table C.5 – Calculation of stress at 0 % and at 0,1 % strain using the zero offset regression line as determined in Figure C.1 (b)



- 39 -

Graph (a) shows the 0,2 % offset shifted regression line and the two lines using plus and minus uncertainty contributions relative to the base line. Four points are necessary to construct the three lines; one common point at zero stress and three calculated stress values at 0,1 % strain as shown in Table C.5, however, the corresponding strain values need to be shifted by 0,2 %. In graph (a) the raw stress versus strain curve is also plotted around the region where the three lines intersect the raw data. Graph (b) shows the original raw data of stress versus strain in an enlarged view and the shifted lines according to the computations of Table C.5. The linear regression equations of all four functions are also given in this graph (b).

#### Figure C.2 – Stress-strain curve

In Table C.5 the selected stresses at 0 % strain and at 0,1 % strain are arbitrarily chosen for the purpose of obtaining two distinct points to determine the shifted lines in Figure C.2. The offset shift value obtained from Equation (C.19) is added to the values of 0 % strain and 0,1 % strain.

Table C.6 lists the linear regression equations after shifting the lines as determined in Figure C.2 (b).

Table C.6 – Linear regression equations computed for the three shifted lines	
and for the stress–strain curve in the region where the lines intersect	

Description of equations	Linear regression equation. $x$ is here the strain in % and y the stress in MPa
Linear part of stress versus strain curve (see Figure C.2 a)	<i>y</i> =244,08· <i>x</i> + 43,546
Shifted modulus of elasticity baseline	<i>y</i> =1317,7· <i>x</i> − 262,93
Modulus of elasticity with + 7,6 GPa uncertainty contribution	<i>y</i> =1393,5· <i>x</i> − 278,08
(shifted upper line)	
Modulus of elasticity with – 7,6 GPa uncertainty contribution	<i>y</i> =1241,8· <i>x</i> − 247,78
(shifted lower line)	

Finally, using the equations of Table C.6, the three intersection points are computed and the stresses at these points are determined. Table C.7 shows the computation and resulting intersection values. The reported value of proof strength is the stress of the intersection of the first line (shifted zero offset) with the stress versus strain curve. The remaining two values of stress at the intersection represent estimated error bounds for the proof strength. The error bounds are based on the uncertainty of the modulus of elasticity slope (Equation (C.18)).

 Table C.7 – Calculation of strain and stress at the intersections

 of the three shifted lines with the stress–strain curve

Description	Equation set for strain and stress calculation at intersections	Strain at intersection, %	Stress at intersection, MPa
Shifted baseline (mean)	(43,546+262,93) / (1317,7-244,08)	0,285463	
	244,08.0,285 463 + 43,546		113,2
Shifted upper line	(43,546 + 247,78) / (1241,8-244,08)	0,291995	
	244,08.0,291 995 + 43,546		114,8
Shifted lower line	(43,546+278,08) / (1393,5-244,08)	0,279819	
	244,08.0,279 819 + 43,546		111,8

The standard uncertainty of the proof strength is a Type B determination, and can be estimated using:

$$u_{\rm b} = -\frac{\frac{114,82 - 111,84}{2}}{\sqrt{3}} = 0,858 \,\rm{MPa} \tag{C.20}$$

Uncertainty Type B:

The scatter of the raw data shown in Figure C.2 (b) should also be considered in the final uncertainty estimate. Table C.8 shows the measured stress versus strain data of Figure C.2 (b). In addition, columns 3 and 7 of Table C.8 give the computed stress using the linear fit to the data in the region of interest. Finally, columns 4 and 8 show the differences between measured and computed data.

Strain	Stress	Calculated according regression	Difference calculated observed	Strain	Stress	Calculated according regression	Difference calculated observed
%	MPa	MPa	MPa	%	MPa	MPa	MPa
0,2736	109,74	110,3219	0,5819	0,2844	113,63	112,9699	-0,6601
0,2740	110,73	110,4081	-0,3219	0,2850	113,51	113,1374	-0,3726
0,2744	110,81	110,5288	-0,2812	0,2856	113,71	113,2778	-0,4322
0,2752	110,56	110,7209	0,1609	0,2860	112,89	113,3838	0,4938
0,2755	110,90	110,7801	-0,1199	0,2863	113,08	113,4577	0,3777
0,2759	110,36	110,8958	0,5358	0,2869	114,23	113,5858	-0,6442
0,2766	111,29	111,0560	-0,2340	0,2875	113,69	113,7483	0,0583
0,2772	111,02	111,2062	0,1862	0,2881	113,77	113,8887	0,1187
0,2778	110,78	111,3466	0,5666	0,2885	114,08	113,9799	-0,1001
0,2781	111,75	111,4353	-0,3147	0,2888	113,38	114,0636	0,6836
0,2786	110,75	111,5634	0,8134	0,2894	114,79	114,2213	-0,5687
0,2791	112,08	111,6718	-0,4082	0,2900	114,29	114,3666	0,0766
0,2797	111,62	111,8294	0,2094	0,2907	114,47	114,5341	0,0641
0,2803	111,83	111,9600	0,1300	0,2912	114,59	114,6499	0,0599
0,2807	112,27	112,0782	-0,1918	0,2917	114,07	114,7731	0,7031
0,2809	111,94	112,1250	0,1850	0,2921	115,23	114,8888	-0,3412
0,2817	113,00	112,3221	-0,6779	0,2928	115,01	115,0564	0,0464
0,2824	112,86	112,4970	-0,3630	0,2933	114,81	115,1795	0,3695
0,2832	113,14	112,6743	-0,4657	0,2939	115,03	115,3273	0,2973
0,2835	112,86	112,7606	-0,0994	0,2941	114,97	115,3790	0,4090

# Table C.8 – Measured stress versus strain data and the computed stress based on a linear fit to the data in the region of interest

The extreme differences between the computed and measured stress from the  $4^{th}$  and  $8^{th}$  columns of Table C.8 are:

The extreme differences represent observed limits to random error which can be converted to a standard uncertainty using:

Uncertainty Type B:

$$u_{\rm b} = -\frac{0,8134 - (-0,6779)}{2\sqrt{3}} = 0,4305 \tag{C.22}$$

Combined standard uncertainty for 0, 2 % proof strength is given:

Combined uncertainty: 
$$u_{\rm c} = \sqrt{0.858^2 + 0.4305^2} = 0.96 \,{\rm MPa}$$
 (C.23)

Thereafter, the 0,2 % proof strength result is given as:

0,2 offset proof strength:	<i>R<sub>p</sub></i> 0,2 = 113,2MPa	+/- 0,96MPa	(C.24)
----------------------------	-------------------------------------	-------------	--------

- 42 -

# Bibliography

ASTM E 83-85, Standard Practice for Verification and Classification of Extensometers

ASTM E 111-82, Standard Test Method for Young's Modulus, Tangent Modulus, and Chord Modulus

# SOMMAIRE

AVA	ANT-PRC	POS	47								
INT	RODUCT		49								
1	Domain	e d'application	50								
2	Référen	rences normatives									
3	Termes	rmes et définitions									
4	Présent	ation	52								
5	Apparei	llage									
-	5 1	Généralités	52								
	5.2	Machine d'essai	52								
	5.3	Extensomètre	52								
6	Prépara	tion de l'éprouvette	52								
	6.1	Généralités	52								
	6.2	Longueur de l'éprouvette	53								
	6.3	Retrait de l'isolation	53								
	6.4	Détermination de la section $(S_0)$	53								
7	Conditio	ons d'essai	53								
	7.1	Serrage de l'éprouvette	53								
	7.2	Réglage de l'extensomètre	53								
	7.3	Vitesse d'essai	53								
	7.4	Essai	54								
8	Calcul c	les résultats	54								
	8.1 Module d'élasticité ( <i>E</i> )										
	8.2	Charge d'épreuve à 0,2 % ( <i>R</i> <sub>p0,2-0</sub> et <i>R</i> <sub>p0,2-U</sub> )	55								
9 Incertitude du mesurande											
10	Rapport	d'essai	56								
	10.1	Éprouvette	56								
	10.2	Résultats	56								
	10.3	Conditions d'essai	56								
Anr	iexe A (ir	formative) Informations supplémentaires concernant les Articles 1 à 10	58								
	A.1	Domaine d'application	58								
	A.2	Extensomètre	58								
		A.2.1 Double extensomètre	58								
		A.2.2 Extensomètre simple	59								
	A.3	Extensionetre optique	60								
	A.4	Exigences relatives a la naute resolution des extensionetres	61								
	A.S	L'aiustement de la fonction de la source de contrainte déformation	02								
	A.0	obtenue par un extensionètre simple et une charge d'épreuve à 0,2 % $(R_{p0,2-F})$									
	A.7	Retrait de l'isolation	64								
	A.8	Détermination de la section	64								
	A.9	Fixation sur la machine du fil de Nb <sub>3</sub> Sn mis en réaction par deux techniques d'attache	65								
	A.10	Résistance à la traction ( <i>R</i> <sub>m</sub> )	66								

A.11	Pourcentage d'allongement après fracture (A)	66
A.12	Incertitude-type relative	67
A.13	Détermination du module d'élasticité <i>E</i> 0	69
A.14	Évaluation de la fiabilité de l'équipement d'essai	69
A.15	Documents de référence	70
Annexe B (i	nformative) Considérations relatives à l'incertitude	71
B.1	Vue d'ensemble	71
B.2	Définitions	71
B.3	Considérations relatives au concept d'incertitude	72
B.4	Exemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du CE 90	73
B.5	Documents de référence de l'Annexe B	74
Annexe C (i	nformative) Exemples spécifiques relatifs aux essais mécaniques	76
C.1	Vue d'ensemble	76
C.2	Incertitude du module d'élasticité	76
C.3	Évaluation des coefficients de sensibilité	77
C.4	Incertitudes-types composées de chaque variable	78
C.5	Incertitude de la charge d'épreuve à 0,2 %, R <sub>p0,2</sub>	81
Bibliograph	y	86
Figure 1 – ( charges d'é	Courbe de contrainte-déformation et définition du module d'élasticité et preuve à 0,2 % pour un fil Cu/Nb <sub>3</sub> Sn	57
Figure A.1 -	- Extensomètre jumelé ultra compact et léger	58
Figure A.2 -	- Double extensomètre calculant la moyenne de masses faibles	59
Eiguro A 2	Example d'avtancemètre muni d'une masse d'équilibrege et d'un ave	

Figure A.3 – Exemple d'extensomètre muni d'une masse d'équilibrage et d'un axe d'éprouvette vertical	60
Figure A.4 – Extensomètre à double faisceau laser	61
Figure A.5 – Enregistrement de la charge par rapport au déplacement d'un fil de Nb <sub>3</sub> Sn mis en réaction	62
Figure A.6 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation d'un fil de Nb <sub>3</sub> Sn mis en réaction	63
Figure A.7 – Deux techniques alternatives de fixation	65
Figure A.8 – Détails des deux possibilités de la fixation des fils à la machine	66
Figure C.1 – Courbe de contrainte mesurée en fonction de la déformation	76
Figure C.2 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation	83

Tableau A.2 – Résultats de l'analyse de la variance ANOVA (essai F) pour les       69         Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques	Tableau A.1 – Valeurs de l'incertitude-type obtenues sur différents fils de Nb <sub>3</sub> Sn lors des essais interlaboratoires internationaux	68
Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques	Tableau A.2 – Résultats de l'analyse de la variance ANOVA (essai F) pour les variations de <i>E</i> 0	69
Tableau B.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie       72         Tableau B.3 – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie       72         Tableau B.4 - Incertitudes-types de deux signaux de sortie       73         Tableau B.5 - Coefficient de variation de deux signaux de sortie       73         Tableau C.1 – Caractéristiques du dynamomètre selon les fiches de caractéristiques du fabricant.       79         Tableau C.2 – Incertitudes de mesure de déplacement       80	Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques	72
Tableau B.3 – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie       72         Tableau B.4 - Incertitudes-types de deux signaux de sortie       73         Tableau B.5 - Coefficient de variation de deux signaux de sortie       73         Tableau C.1 – Caractéristiques du dynamomètre selon les fiches de caractéristiques du fabricant.       79         Tableau C.2 – Incertitudes de mesure de déplacement       80	Tableau B.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie	72
Tableau B.4 - Incertitudes-types de deux signaux de sortie	Tableau B.3 – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie	72
Tableau B.5 - Coefficient de variation de deux signaux de sortie73Tableau C.1 - Caractéristiques du dynamomètre selon les fiches de caractéristiques79du fabricant	Tableau B.4 - Incertitudes-types de deux signaux de sortie	73
Tableau C.1 – Caractéristiques du dynamomètre selon les fiches de caractéristiquesdu fabricant	Tableau B.5 - Coefficient de variation de deux signaux de sortie	73
Tableau C.2 – Incertitudes de mesure de déplacement       80	Tableau C.1 – Caractéristiques du dynamomètre selon les fiches de caractéristiques du fabricant	79
	Tableau C.2 – Incertitudes de mesure de déplacement	80

Tableau C.3 – Incertitudes de mesure du diamètre du fil	80
Tableau C.4 – Incertitudes de mesure de longueur entre repères	80
Tableau C.5 – Calcul de la contrainte à 0 % et de la déformation à 0,1 % en utilisant la ligne de régression de décalage nul déterminée à la Figure C.1 (b)	82
Tableau C.6 – Équations de régression linéaire calculées d'après les trois lignes décalées et pour la courbe de contrainte en fonction de la déformation dans la région où les lignes se coupent	83
Tableau C.7 – Calcul de la déformation et de la contrainte aux intersections des trois lignes décalées avec la courbe contrainte-déformation	83
Tableau C.8 – Données mesurées de contrainte en fonction de la déformation et contrainte calculée basée sur un ajustement linéaire aux données dans la région d'intérêt	84

# COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

# SUPRACONDUCTIVITÉ -

# Partie 19: Mesure des propriétés mécaniques – Essai de traction à température ambiante des supraconducteurs composites de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction

# **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.
- 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.
- 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 61788-19 a été établie par le comité d'études 90 de la CEI: Supraconductivité.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote			
90/328/FDIS	90/330/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.

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

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

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

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

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

#### INTRODUCTION

Les fils composites supraconducteurs  $Cu/Nb_3Sn$  sont des matériaux composites multifilamentaires. Ils sont fabriqués de différentes façons. La première méthode est la voie du bronze, dans laquelle de fins filaments de Nb / alliage de Nb sont insérés dans une matrice de bronze, une barrière et un stabilisateur en cuivre. La deuxième est la méthode de l'étain interne, dans laquelle les fins multifilaments sont composés d'une matrice de cuivre comprenant des réservoirs de Sn, une barrière et un stabilisateur en cuivre. La troisième est la méthode des poudres ('powder-in-tube' method en anglais), dans laquelle des tubes en Nb / alliage Nb sont remplis de poudres riches en Sn et sont insérés dans une matrice de stabilisation en cuivre.

Tous les types de fils composites en Nb<sub>3</sub>Sn ont en commun le fait que la phase supraconductrice A15 du Nb<sub>3</sub>Sn se forme lorsque le fil possède sa dimension finale, en appliquant un ou plusieurs traitements thermiques pendant plusieurs jours, avec des températures autour de 640 °C ou plus lors du dernier traitement thermique. Cette phase supraconductrice est très fragile et des défauts apparaissent dans les filaments, s'accompagnant de la dégradation des propriétés supraconductrices.

Les composites supraconducteurs commercialisés ont une forte densité de courant et une faible section. La principale application des composites supraconducteurs est la construction d'aimants supraconducteurs. Le supraconducteur peut être bobiné puis le traitement thermique est appliqué à la bobine (bobinage avant réaction) ou bien le traitement thermique est appliqué au conducteur avant le bobinage de l'aimant (réaction avant bobinage). Pendant la fabrication de l'aimant, des contraintes complexes sont appliquées à ses enroulements. La méthode de réaction avant bobinage est donc minoritaire par rapport au processus de fabrication par bobinage avant réaction.

Dans le cas où il convient de déterminer les propriétés mécaniques avant la réaction et au stade non supraconducteur du matériau composite, il convient d'appliquer également la présente norme ou la CEI 61788-6 (*Supraconductivité – Partie 6: Mesure des propriétés mécaniques – Essai de traction à température ambiante des supraconducteurs composites de Cu/Nb-Ti*).

Lors de la mise sous tension de l'aimant, une puissante force électromagnétique est appliquée aux fils supraconducteurs en raison de leur forte densité de courant. Pour une fabrication par réaction avant bobinage, les niveaux de déformation et de contrainte du bobinage sont très limités.

Il faut donc déterminer à l'avance les propriétés mécaniques des fils composites supraconducteurs de Nb<sub>3</sub>Sn qui seront mis en réaction et qui constituent les bobinages.

# SUPRACONDUCTIVITÉ -

# Partie 19: Mesure des propriétés mécaniques – Essai de traction à température ambiante des supraconducteurs composites de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction

#### **1** Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61788 spécifie une méthode d'essai détaillant les modes opératoires d'essai de traction à exécuter à température ambiante sur des fils composites supraconducteurs de Cu / Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction.

L'objectif de cet essai est de mesurer le module d'élasticité et de déterminer la charge d'épreuve du composite due à la déformation du cuivre et des composants en cuivre et en étain sur la courbe de contrainte en fonction de la déformation.

De plus, la limite élastique, la résistance à la traction et l'allongement après fracture peuvent être déterminés par le biais de la présente méthode, mais ils sont traités comme des grandeurs facultatives, car l'essai interlaboratoire international a démontré de considérables incertitudes au sujet des valeurs mesurées pour la limite élastique et pour l'allongement après fracture.

Il convient que l'échantillon couvert par la présente procédure d'essai ait une section transversale circulaire ou rectangulaire avec une surface comprise entre 0,15 mm<sup>2</sup> et 2,0 mm<sup>2</sup> et un rapport volumique entre le cuivre et le non-cuivre de 0,2 à 1,5. Il convient également qu'il n'ait pas d'isolation.

#### 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 Électrotechnique International* (disponible à l'adresse <a href="http://www.electropedia.org">http://www.electropedia.org</a>)

ISO 376, Matériaux métalliques – Étalonnage des instruments de mesure de force utilisés pour la vérification des machines d'essais uniaxiaux

ISO 6892-1, Matériaux métalliques – Essai de traction – Partie 1: Méthode d'essai à température ambiante

ISO 7500-1, Matériaux métalliques – Vérification des machines pour essais statiques uniaxiaux – Partie 1: Machines d'essai de traction/compression – Vérification et étalonnage du système de mesure de force

ISO 9513, Matériaux métalliques – Étalonnage des chaînes extensométriques utilisées lors d'essais uniaxiaux

#### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les définitions de la CEI 60050-815 et de l'ISO 6892-1, ainsi que les suivantes, s'appliquent.

#### 3.1

#### contrainte de traction

R

force de traction divisée par la surface de section originale à tout moment durant l'essai

# 3.2

#### déformation

Α

incrément de déplacement divisé par la longueur entre repères initiale des extensomètres à tout moment durant l'essai

#### 3.3

#### module d'élasticité

Ε

gradient de la partie rectiligne de la courbe de contrainte-déformation dans la région de déformation élastique

#### 3.4

#### longueur entre repères d'un extensomètre

longueur de la partie parallèle de l'éprouvette utilisée pour la mesure de l'allongement au moyen d'un extensomètre

#### 3.5

#### distance entre pinces

Lg

longueur comprise entre les pinces qui maintiennent une éprouvette en position avant de démarrer l'essai

#### 3.6

#### charge d'épreuve à 0,2 %

 $R_{p0,2}$ 

valeur de contrainte pour laquelle le composant ductile se déforme de 0,2 %.

Note 1 à l'article: Les charges d'épreuve désignées,  $R_{p0,2-0}$  ou  $R_{p0,2-U}$  correspondent respectivement au point A ou C obtenu à partir de la pente de déchargement U entre 0,3 % et 0,4 % à la Figure 1(a). Cette résistance est considérée comme une charge d'épreuve à 0,2 % représentative du composite

3.7

#### résistance à la traction

R<sub>m</sub>

contrainte de traction correspondant à la force d'essai maximale

#### 3.8

#### contrainte de traction à la limite élastique

**R**<sub>elasticmax</sub>

force de traction divisée par la surface de section originale à la transition entre la déformation élastique et la déformation plastique

#### 3.9

#### déformation à la limite élastique

A<sub>elasticmax</sub>

déformation à la transition entre la déformation élastique et plastique

Note 1 à l'article: La contrainte  $R_{elasticmax}$  et la déformation correspondante  $A_{elasticmax}$  sont représentées par le point G à la Figure A.6 de l'Annexe A.5, et sont considérées comme le point de transition entre la déformation élastique et plastique.

#### 4 Présentation

L'essai consiste à déformer une éprouvette au moyen d'une force de traction allant au-delà de la déformation élastique, dans le but de déterminer le module d'élasticité (*E*) et les charges d'épreuves  $R_{\text{p0.2}}$ .

#### 5 Appareillage

#### 5.1 Généralités

La machine d'essai et les extensomètres doivent respectivement être conformes à l'ISO 7500-1 et à l'ISO 9513. L'étalonnage doit satisfaire aux exigences de l'ISO 376. Les exigences particulières de la présente norme sont présentées ici.

#### 5.2 Machine d'essai

Un système de contrôle de la machine d'essai de traction fournissant une vitesse de frappe constante doit être utilisé. Les pinces doivent avoir une structure et une résistance appropriées à l'éprouvette et doivent être construites de manière à réaliser un raccordement ferme avec la machine d'essai de traction. Les faces des pinces doivent être limées, moletées ou bien rugueuses, de façon que l'éprouvette ne glisse pas sur celles-ci durant l'essai. Le serrage peut être à vis ou pneumatique, ou actionné de manière hydraulique.

#### 5.3 Extensomètre

La masse de l'extensomètre doit être de 30 g ou moins selon le diamètre du fil, de façon à ne pas influer sur les propriétés mécaniques du fil supraconducteur. La masse des extensomètres doit être équilibrée symétriquement autour du fil pour éviter toute force non alignée (voir Article A.2). On doit également prendre soin d'éviter l'application de moments de flexion à l'éprouvette.

Cependant, en fonction de la méthode employée pour mesurer la déformation, il convient de limiter les quantités déterminées par le présent essai. Si le système conventionnel d'un extensomètre simple est utilisé, il convient de déterminer  $E_U$  et  $R_{p0,2-U}$ . Il est également possible de déterminer toutes les quantités décrites ici en utilisant une moyenne obtenue par un système à deux extensomètres, grâce à sa capacité à compenser les effets de courbure de l'échantillon mis en réaction et à garantir une détermination correcte du module d'élasticité  $E_0$ .

NOTE Les Articles A.2 et A.3 donnent des informations supplémentaires.

#### 6 Préparation de l'éprouvette

#### 6.1 Généralités

Il convient de redresser le fil avant d'appliquer le traitement thermique et de l'insérer dans un tube en céramique ou en quartz d'un diamètre interne légèrement supérieur à l'épaisseur du fil.

La longueur de la zone de température constante du four servant au traitement thermique doit être supérieure à la longueur totale de l'éprouvette mentionnée ci-après en 6.2. Des précautions doivent être prises pour éviter la flexion ou le préchargement lorsque l'éprouvette mise en réaction est manipulée manuellement pendant son retrait du tube céramique ou quartz et son montage

#### 6.2 Longueur de l'éprouvette

La longueur totale de l'éprouvette doit être égale à la somme de la distance intérieure entre les pinces et de la longueur des pinces. La distance intérieure entre les pinces doit être au moins de 60 mm, comme l'exige l'installation des extensomètres.

#### 6.3 Retrait de l'isolation

Si la surface de l'éprouvette est recouverte d'un matériau isolant, ce revêtement doit être enlevé avant le traitement thermique. On doit utiliser une méthode chimique ou mécanique en prenant soin de ne pas endommager la surface de l'éprouvette (voir Article A.7).

#### 6.4 Détermination de la section $(S_0)$

Un micromètre ou un autre appareil de mesure de dimension doit être utilisé pour mesurer la section de l'éprouvette après avoir enlevé le dépôt d'isolation. La section d'un fil circulaire doit être calculée en utilisant la moyenne arithmétique des deux diamètres orthogonaux. La section d'un fil rectangulaire doit être obtenue à partir du produit de son épaisseur par sa largeur. Les corrections à effectuer pour les coins de la section doivent être déterminées par consultation entre les parties concernées (voir Article A.8).

#### 7 Conditions d'essai

#### 7.1 Serrage de l'éprouvette

Lorsque l'éprouvette est montée sur les pinces de la machine de traction, elle doit être parfaitement alignée avec l'axe du chargement en traction avec le minimum de décalage entre la machine et l'éprouvette. Les techniques de serrage de l'éprouvette sont décrites à l'Article A.9.

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

#### 7.2 Réglage de l'extensomètre

Lors du montage de l'extensomètre, on doit prendre soin d'empêcher la déformation de l'éprouvette. L'extensomètre doit être monté au centre entre les pinces, en alignant la direction de la mesure avec celle de l'axe de l'éprouvette.

Il convient de prendre les précautions nécessaires pour ne pas précharger l'éprouvette lors du montage. Après installation, le chargement doit être physiquement annulé.

Les doubles extensomètres doivent être montés symétriquement autour de la section transversale pour permettre de calculer la déformation moyenne et de compenser les effets de courbure.

Afin de garantir les meilleures performances de la courbe de contrainte-déformation des fils rectangulaires, il convient de monter les extensomètres de façon à ce que la déformation soit mesurée symétriquement sur les côtés étroits du fil.

#### 7.3 Vitesse d'essai

La vitesse d'essai doit être réalisée par contrôle du déplacement. Il convient de régler la vitesse de traverse de la machine entre 0,1 mm/min et 0,5 mm/min.

# 7.4 Essai

Conformément à cette procédure, la machine de traction doit être démarrée après que la vitesse de traverse a été réglée au niveau spécifié. Les signaux de l'extensomètre et du dynamomètre doivent être enregistrés, sauvegardés et tracés respectivement en abscisse et en ordonnée du diagramme, comme représenté sur la Figure 1(a) et la Figure 1(b). Lorsque la déformation totale atteint une valeur comprise entre 0,3 % et 0,4 %, la force de traction doit être réduite de 30 % à 40 % sans modifier la vitesse de traverse. En suivant cette procédure, le fil doit être rechargé jusqu'à la fracture.

Avant d'entreprendre tout programme d'essai de matériel, il est conseillé de vérifier tous les équipements d'essai en utilisant des fils de taille similaire ayant des propriétés élastiques connues (voir l'Article A.14).

# 8 Calcul des résultats

#### 8.1 Module d'élasticité (E)

En général, le module d'élasticité doit être calculé en utilisant la formule ci-après et la partie rectiligne de la courbe de déchargement et de la courbe de chargement initiale. Il convient d'utiliser un logiciel approprié pour l'évaluation puis l'analyse des données graphiques, ayant la possibilité d'agrandir le graphique de la contrainte en fonction de la déformation, notamment autour des zones où les écarts de linéarité sont attendus.

$$E = \Delta F / (S_0 \Delta A) \tag{1}$$

où

*E* est le module d'élasticité;

 $\Delta F$  est l'incrément de la force correspondante;

 $\Delta A$  est l'incrément de la déformation correspondant à  $\Delta F$ ;

 $S_0$  est la section de l'éprouvette d'essai. Puisque le processus de déchargement est réalisé par la déformation indiquée par le point  $A_U$  de la Figure 1(a), la même Formule (1) est utilisée pour le module d'élasticité au déchargement ( $E_U$ ) et au chargement initial ( $E_0$ ). Il convient de mesurer la courbe de déchargement au point de départ  $A_U$ , lorsqu'il convient que la valeur  $A_U$  soit comprise entre 0,3 % et 0,4 %.

Le module d'élasticité déterminé par la courbe de déchargement est exprimé par  $E_U$ , qui est indiqué par la pente de la courbe (U compris entre 0,3 % et 0,4 % de déformation) de la Figure 1(a) et le module d'élasticité de la courbe de chargement initial est exprimé par  $E_0$  par le biais de la ligne de décalage nul.

Cependant, il convient de noter que la partie rectiligne de la courbe de contrainte en fonction de la déformation est très courte, comme le présente la Figure A.6 à l'Article A.5. Pour mesurer cette quantité avec une faible incertitude-type relative, la seule technique actuellement possible est d'utiliser un système à deux extensomètres qui permet de calculer une moyenne. Ainsi, il convient que la grandeur  $E_U$  soit une donnée représentative pour le texte présent, tandis qu'il convient que la grandeur  $E_0$  soit rapportée uniquement lorsque la mesure est réalisée grâce à un système à deux extensomètres.

Après l'essai, les résultats doivent être examinés grâce au rapport  $E_0/E_U$ . Ce rapport doit satisfaire aux conditions indiquées par l'Équation 2 dans laquelle  $\Delta = 0.3$  (voir l'Article A.12).

$$1 - \Delta < E_0 / E_U < 1 + \Delta \tag{2}$$

Lorsque la condition n'est pas satisfaite, l'essai est jugé comme n'étant pas valide. L'essai doit alors être répété après que la méthode expérimentale a été réexaminée conformément à la présente méthode d'essai.

Il est conseillé d'effectuer la procédure de déchargement-rechargement de la manière suivante: lorsque la courbe de charge atteint la déformation  $A_U$  (entre 0,3 % et 0,4 %), la contrainte est réduite à  $r_{umin}$  % de la contrainte maximale (position de contrainte lorsque le déchargement a commencé  $r_{umax}$ ) et ensuite lorsque le fil est rechargé. La pente des courbes de décharge doit être obtenue dans la partie linéaire entre la contrainte  $r_{umax}$  et  $r_{umin}$ .

NOTE 3 Le taux habituel de  $r_{umax}$  est de 99 % de la contrainte maximale (la contrainte lorsque le déchargement commence). Le taux de  $r_{umin}$  est à 90 % par rapport à l'apparition de la contrainte de déchargement (voir Figure 1 (b)).

#### 8.2 Charge d'épreuve à 0,2 % ( $R_{p0,2-0}$ et $R_{p0,2-U}$ )

La charge d'épreuve à 0,2 % du composite est déterminée de deux manières à partir des zones de déchargement/rechargement et de chargement initial de la courbe de contraintedéformation, comme indiqué par la Figure 1(a) et la Figure 1(b).

La charge d'épreuve à 0,2 % du composite sous déchargement  $R_{p0,2-U}$  doit être déterminée de la manière suivante: la partie linéaire de la pente de déchargement est déplacée parallèlement à l'origine de la courbe ajustée, ce qui peut inclure une valeur de déformation négative. Ensuite, une ligne parallèle doit être décalée de 0,2 % sur l'abscisse à partir du point de déformation. L'intersection de cette ligne U avec la courbe de contrainte-déformation détermine le point C qui doit être défini comme la charge d'épreuve à 0,2 %. Selon la ligne de déchargement (par exemple:  $U_{0,35}$  à la Figure 1(a)), la charge d'épreuve à 0,2 % ( $R_{p0,2-U}$ ) est déterminée.

La charge d'é*p*reuve à 0,2 % sous chargement  $R_{p0,2-0}$  doit être déterminée de la manière suivante: la partie linéaire initiale en position de décalage nul de la ligne de chargement de la courbe de contrainte-déformation est déplacée de 0,2 % le long de l'axe de déformation et le point A à l'intersection de cette ligne et de la courbe de contrainte-déformation doit être défini comme la charge d'épreuve à 0,2 % sous chargement.

Chaque valeur de la charge d'épreuve à 0,2 % doit être calculée grâce à la formule (3) indiquée ci-dessous:

$$R_{p0,2-i} = F_i / S_0 \tag{3}$$

où

 $R_{p0,2-i}$  est la charge d'épreuve à 0,2 % (MPa) en chaque point;

 $F_i$  est la force (N) en chaque point;

étant donné que i = 0 ou U.

#### 9 Incertitude du mesurande

Sauf spécification contraire, les mesures doivent être effectuées dans une plage de températures allant de 283 K à 308 K. Une cellule de mesure de force avec une incertitude-type relative inférieure à 0,1 %, valable pour des mesures entre zéro et la capacité maximale du dynamomètre, doit être utilisée. Il convient que les extensomètres aient une incertitude-type relative de déformation inférieure à 0,05 %. Il convient que le capteur de déplacement (par exemple, un LVDT [Linear Variable Differential Transformer, «transformateur différentiel à variable linéaire»]) utilisé pour l'étalonnage ait une incertitude-type relative inférieure à 0,01 %.

Les valeurs d'incertitude-type relative des modules d'élasticité mesurés  $E_0$  et  $E_U$  ainsi que les charges d'épreuves  $R_{p0,2-0}$  et  $R_{p0,2-U}$  obtenues à ce jour, conformément à l'essai interlaboratoire international de onze groupes de recherche représentatifs, sont indiquées dans le Tableau A.1 (voir l'Article A.12).

Selon l'essai interlaboratoire international (voir la référence 9) de l'Article A.15), l'incertitudetype relative rapportée est de 1,4 % pour  $E_0$  pour la donnée d'essai N = 17 en moyenne, après le contrôle de la qualification. Les valeurs suivantes ont également été rapportées: 1,3 % pour  $E_U$  (N = 15), 1,5 % pour  $R_{p0,2-0}$  (N = 17) et 2,5 % pour  $R_{p0,2-U}$  (N = 13).

# 10 Rapport d'essai

# 10.1 Éprouvette

Les informations suivantes doivent être rapportées:

- a) Nom du fabricant de l'éprouvette
- b) Classification et/ou symbole
- c) Numéro de lot

Les informations suivantes doivent être rapportées si possible:

- d) Matières premières ainsi que leur composition chimique
- e) Forme en section transversale et dimension du fil
- f) Diamètre des filaments
- g) Nombre de filaments
- h) Rapport entre cuivre et non-cuivre

#### 10.2 Résultats

Les résultats des propriétés mécaniques suivantes doivent être rapportés:

- a) Module d'élasticité ( $E_0$  et  $E_U$ )
- b) Charges d'épreuve à 0,2 % ( $R_{p0,2-0}$  et  $R_{p0,2-U}$ )

Les informations suivantes doivent être rapportées si elles sont exigées:

- c) Contrainte de traction R<sub>elasticmax</sub>
- d) Déformation A<sub>elasticmax</sub>
- e) Résistance à la traction (R<sub>m</sub>)
- f) Pourcentage d'allongement après fracture (A)
- g) Charge d'épreuve à 0,2 % déterminée par la méthode d'ajustement de la fonction ( $R_{p0,2-F}$ )

# 10.3 Conditions d'essai

Les informations suivantes doivent être rapportées:

- a) Vitesse de traverse
- b) Distance entre pinces
- c) Température
- d) Fabricant et modèle de la machine d'essai
- e) Fabricant et modèle des extensomètres
- f) Méthode de serrage





La Figure 1(a) montre la relation globale entre contrainte et déformation, et (b) est une vue agrandie indiquant la procédure de chargement et de déchargement.

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

#### Key

- ligne de déchargement calculée de U comprise entre 0,3 % et 0,4 % de déformation en utilisant la droite U: de régression de 1<sup>er</sup> ordre à la Figure 1(a)
- décalage de déformation de 0,2 % par rapport à l'origine initiale de la ligne de chargement (ligne de Point A: décalage nul).  $R_{p0,2-0}$  obtenu expérimentalement. décalage de déformation de 0,2 % entre l'origine de la courbe de décalage et la pente déterminée de la
- Point C: ligne de déchargement U (par exemple:  $U_{0,35}$ ).  $R_{p0,2-U}$  est obtenu par calcul.

point de fracture finale du fil Point H:

La pente de la ligne de chargement initiale est habituellement plus petite que celle de la ligne de déchargement. La ligne doit ensuite être tracée à partir du point de décalage 0,2 % sur l'abscisse pour obtenir une charge d'épreuve à 0,2 % ( $R_{p0,2-0}$ ) du composite due à la déformation du composant ductile, comme du cuivre ou du bronze (point A). Le point A est obtenu à partir de la ligne de chargement initiale.

Le point C est obtenu grâce à la ligne de déchargement. Il convient que la pente de la ligne de déchargement comprise entre 0,3 % et 0,4 % soit décalée vers l'origine de la courbe de décalage, qui peut comprendre un décalage de déformation négatif (voir Article A.6). Le décalage de déformation à 0,2 % parallèle à cette pente en tant que ligne sur l'abscisse coupe la courbe décalée au point C, qui est définie comme la charge d'épreuve à 0,2 % du composite ( $R_{p0,2-U}$ ).

Le graphique dans la Figure 1(b) représente les données brutes de la zone de déchargement. Il convient que la pente soit déterminée entre 99 % de la contrainte maximale à l'apparition de la décharge et 90 % de la contrainte maximale indiquée (voir 8.1).

#### Figure 1 – Courbe de contrainte-déformation et définition du module d'élasticité et charges d'épreuve à 0,2 % pour un fil Cu/Nb<sub>3</sub>Sn

# Annexe A (informative)

# Informations supplémentaires concernant les Articles 1 à 10

# A.1 Domaine d'application

Cette annexe fournit des informations de référence concernant les facteurs variables pouvant avoir une influence sur les méthodes d'essai de traction. Tous les éléments décrits dans la présente annexe sont informatifs.

# A.2 Extensomètre

#### A.2.1 Double extensomètre

Tout type d'extensomètre peut être utilisé s'il est constitué de deux extensomètres simples capables d'enregistrer deux signaux dont la moyenne est calculée par un logiciel ou s'il génère un seul signal résultant d'une moyenne déjà calculée par le système d'extensomètres lui-même.

Les Figures A.1 et A.2 montrent des extensomètres légers de haute technologie.





IEC 2166/13

Dimensions en millimètres

L'extensomètre a une longueur entre repères de  $\sim$  12 mm (masse totale  $\sim$  0,5 g). Les deux extensomètres sont reliés ensemble en un extensomètre simple, réalisant ainsi une moyenne des deux déplacements enregistrés de manière électrique.





- 59 -

IEC 2167/13

Dimensions en millimètres

L'extensomètre a une longueur entre repères de  $\sim 26$  mm (masse totale  $\sim 3$  g). Chaque extensomètre est un extensomètre simple, il convient que la moyenne soit calculée par un logiciel.

#### Figure A.2 – Double extensomètre calculant la moyenne de masses faibles

#### A.2.2 Extensomètre simple

1

La Figure A.3 représente un extensomètre simple d'un poids total de 31 g équipé d'une masse d'équilibrage. Il a été utilisé lors d'un essai interlaboratoire au Japon sur des fils de Cu/Nb-Ti et de bons résultats ont été obtenus. Les résultats ont été utilisés pour établir la norme internationale (CEI 61788-6) [3, 4]<sup>1</sup>.

Les nombres entre crochets dans la présente Annexe se réfèrent aux documents de référence énumérés à l'Article A.15



a) Vue de dessus

- 60 -



b) Vue de côté

IEC 2168/13

Dimensions en millimètres

#### Figure A.3 – Exemple d'extensomètre muni d'une masse d'équilibrage et d'un axe d'éprouvette vertical

# A.3 Extensomètre optique

Tout type d'extensomètre optique peut être utilisé s'il se base sur deux faisceaux optiques uniques, où les signaux peuvent être enregistrés et une moyenne peut être calculée.

Des systèmes sans contact mécanique avec l'éprouvette peuvent également être employés, de la même manière que le système à double extensomètre pouvant calculer la moyenne, qu'ils fonctionnent avec deux faisceaux lasers ou avec deux systèmes optiques.

La Figure A.4(a) présente le schéma de la mesure par balayage à 50 Hz d'une éprouvette graduée par un déflecteur rotatif. Les petites variations du déplacement lors du chargement de l'éprouvette sont analysées par le logiciel. La Figure A.5(b) représente une photo d'un montage à double miroir d'un système à double faisceau laser de haute technologie.



(c) Résultats pour un fil de 0,81 mm Ø de  $Nb_3Sn$  mis en réaction, mesuré par un extensomètre à double faisceau laser.



#### A.4 Exigences relatives à la haute résolution des extensomètres

La Figure A.5 permet de bien cerner les exigences pour de tels extensomètres. L'objectif considéré est qu'il convient que les valeurs enregistrées et représentées sur le graphique à partir des données brutes aient une faible incertitude-type relative, en particulier entre 0 % et 0,01 % de déformation. Le déplacement total dans cette plage sera donc de 2,5  $\mu$ m dans le cas d'une longueur entre repères de 25 mm ou de 1,2  $\mu$ m dans le cas d'une longueur entre repères de 25 mm ou de 1,2  $\mu$ m dans le cas d'une longueur entre repères de 25 mm ou de 1,2  $\mu$ m dans le cas d'une longueur entre repères de 25 mm ou de 1,2  $\mu$ m dans le cas d'une longueur entre repères de 12 mm. Il convient en réalité que les signaux soient obtenus avec un meilleur bruit, environ 100 fois plus faible, pour garantir des enregistrements stables dans l'intervalle de déformation exigée. Le facteur d'étalonnage pour la longueur entre repères de 12 mm de l'extensomètre est de 10 V pour 1 mm de déplacement. Il convient que le  $V_{pp}$  du signal soit moins que 1 mV pour assurer une incertitude-type relative faible. Cela est possible grâce à

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

des conditionneurs de signal à la pointe de la technologie, à des câbles blindés et torsadés ainsi qu'à des systèmes d'acquisition de données haute résolution >16 bits. La Figure A.5 montre les données brutes originales issues des mesures d'un fil de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction, le graphique présente la charge en fonction du déplacement. Afin d'obtenir une faible dispersion des données représentées, il est nécessaire d'avoir un rapport signal / bruit élevé, permettant de déterminer la courbe bien en dessous du seuil de 1 µm [5,6,8,9].<sup>1</sup>.

L'utilisation d'extensomètres haute résolution ayant un bruit extrêmement faible par rapport au signal est une condition préalable pour obtenir un gradient à décalage nul accompagné d'une incertitude-type relative suffisamment faible et pour permettre l'évaluation du module d'élasticité.

Les systèmes à double extensomètre basé sur deux extensomètres mécaniques, à deux faisceaux lasers ou à deux systèmes optiques montés symétriquement dans un secteur de 180° par rapport à chaque faisceau, peuvent garantir une compensation des effets de courbure.



Cette figure montre l'incertitude-type relative nécessaire par rapport à la résolution du déplacement. Les données sont issues des mesures effectuées sur l'échantillon représenté à la Figure A.1.

#### Figure A.5 – Enregistrement de la charge par rapport au déplacement d'un fil de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction

# A.5 Contrainte de traction R<sub>elasticmax</sub> et déformation A<sub>elasticmax</sub>

La contrainte de traction à la transition entre la déformation élastique-plastique est en général calculée grâce à la formule suivante (Figure A.6).

$$R_{\text{elasticmax}} = F_{\text{elasticmax}} / S_0 \tag{A.1}$$

où

*R*<sub>elasticmax</sub> est la contrainte de traction (MPa) à la transition entre la déformation élastique-plastique;

 $F_{\text{elasticmax}}$  est la force (N) à la transition entre la déformation élastique-plastique.

<sup>2</sup> Les nombres entre crochets dans la présente Annexe se réfèrent aux documents de référence énumérés à l'Article A.15

La déformation à laquelle la transition entre la déformation élastique-plastique a lieu (Figure A.6) en fonction de la contrainte  $R_{elasticmax}$  est définie de la manière suivante:

$$\Delta A_{\text{total}} = A_{\text{max}} - A_0 \tag{A.2}$$

où

 $\Delta A_{\text{total}}$  est l'incrément total de déformation où le décalage de déformation est nul et en fonction de la déformation lors de la transition élastique-plastique;

A<sub>max</sub> est la valeur observée de la déformation en fonction de la contrainte R<sub>elasticmax</sub>;

*A*<sub>0</sub> est le décalage de déformation nul.

Les valeurs R<sub>elasticmax</sub> et A<sub>elasticmax</sub> sont traitées comme ayant un caractère informatif.



Cette figure représente un agrandissement de la zone de transition entre la déformation élastique et plastique (point G). Les cercles du graphique représentent la partie rectiligne initiale de l'enregistrement. L'analyse de régression linéaire de 1<sup>er</sup> ordre donne le module d'élasticité  $E(E_0 = 134,7$  GPa) et la mesure de linéarité comme le carré du coefficient de régression. La valeur calculée de 0,188 MPa est le résultat de l'analyse de la droite de régression, où l'origine a été déterminée pour avoir un décalage en ordonnée en raison de la dispersion des cercles. De plus, il convient que le coefficient de régression soit supérieur à 0,99 pour assurer la linéarité. La contrainte  $R_{elasticmax}$  et la déformation afférente  $A_{elasticmax}$  correspondent à la zone de transition entre la déformation de  $E_0$ . Une faible valeur de  $R_{elasticmax}$  (par exemple <5 MPa) peut indiquer une plus grande incertitude de  $E_0$  en raison de la dispersion de la dispersion de la petite partie de la zone linéaire. Une plus petite gamme linéaire a une conséquence sur le mesurande  $E_0$  entrainant une incertitude forte en raison de la dispersion des données. Le niveau d'incertitude peut requérir une répétition de la mesure.

# Figure A.6 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation d'un fil de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction

# A.6 L'ajustement de la fonction de la courbe de contrainte-déformation obtenue par un extensomètre simple et une charge d'épreuve à 0,2 % $(R_{p0,2-F})$

La méthode d'ajustement de la fonction s'applique pour déterminer la charge d'épreuve à 0,2 %, dans le cas d'un extensomètre simple. En général, les matériaux constitués de cuivre et de bronze dans les fils de  $Cu/Nb_3Sn$  subissent une déformation durant le refroidissement à température ambiante après le traitement thermique. La courbe de contrainte-déformation est par conséquent incurvée dès le départ et il devient difficile d'évaluer le module d'élasticité initial. De plus, étant donné que la forme de l'échantillon n'est pas droite à la suite du traitement thermique et avant la déformation entrainée par la manipulation lors de son

installation dans la machine d'essai de traction, la courbe de contrainte-déformation est concave ou convexe, il est donc difficile d'estimer le point zéro intrinsèque de déformation. La méthode d'ajustement de la fonction est efficace pour exclure une telle déformation produite par les données expérimentales. La fonction exponentielle suivante permet d'approcher les courbes de contrainte-déformation:

$$F/S_0 = a(A-b)^n \tag{A.3}$$

où F,  $S_0$  et A sont respectivement le chargement, la section et la déformation obtenus lors de l'essai, a, b et n sont les paramètres de l'ajustement non linéaire par la moyenne des moindres carrés. Afin d'éviter la perte de chiffres pendant le calcul, A est exprimée en %. La limite supérieure de l'ajustement est de 0,5 % et la limite inférieure de l'ajustement est augmentée jusqu'à ce que les trois paramètres convergent.

La charge d'épreuve à 0,2 %,  $R_{p0,2-F}$ , du composite en raison de la déformation des composants en cuivre et en bronze par la méthode d'ajustement de la fonction est déterminée de la manière qui suit: La partie linéaire sous le déchargement doit être déplacée parallèlement vers le point de décalage à 0,2 % par rapport au point zéro de déformation défini par le paramètre *b*. L'intersection de cette droite avec la courbe de contrainte-déformation détermine le point C qui est défini comme la charge d'épreuve à 0,2 % (Figure 1(a)).

L'ajustement par l'Équation simplifiée (A.3) en excluant le paramètre *b*, signifie la mise de côté de l'avant-déformation et augmente la valeur de la charge d'épreuve proche de  $R_{p0,2-F}$ . Il a été rapporté que des logiciels disponibles dans le commerce pour réaliser l'ajustement non linéaire par moyenne des moindres carrés peuvent produire des résultats presque identiques aux données expérimentales pour les mêmes paramètres, si le taux d'erreur admissible est inférieur à 0,1 [1, 2]<sup>3</sup>. La concordance entre les points issus des données et la courbe d'ajustement est toutefois confirmée.

# A.7 Retrait de l'isolation

Il convient de retirer le revêtement de la surface de l'éprouvette en utilisant une méthode appropriée. Les conducteurs en Nb<sub>3</sub>Sn ont normalement un blindage tressé en fibres de verre ou en fibres céramiques qui peut facilement être retiré en le dénudant ou en tirant dessus. Dans le cas d'autres types d'isolation, il convient soit d'utiliser un solvant organique, soit de le retirer mécaniquement. Dans les deux cas, cela peut être fait avant le traitement thermique et tout dommage de la surface de l'éprouvette peut être évité.

Le revêtement n'est pas conçu comme un composant structurel. L'analyse des mesures d'un composite comprenant une isolation est trop compliquée à réaliser. Cette méthode d'essai concerne donc uniquement un fil nu mis en réaction, afin de maintenir le comportement mécanique du fil.

# A.8 Détermination de la section

Lorsqu'une incertitude-type relative plus faible est requise, la section peut être obtenue en corrigeant le rayon du coin du fil rectangulaire fini par des filières, en utilisant la valeur fournie sur les caractéristiques du fabricant. Pour un laminage ou un fini en tête de turc, le rayon du coin n'est pas contrôlé et une correction est effectuée en utilisant une macrophotographie de la section transversale.

<sup>3</sup> Les nombres entre crochets dans la présente Annexe se réfèrent aux documents de référence énumérés à l'Article A.15

# A.9 Fixation sur la machine du fil de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction par deux techniques d'attache

Afin d'être attachée, l'éprouvette peut être recouverte d'un manchon métallique grâce à une soudure tendre dans les zones de fixation des pinces. Il convient que ces manchons assurent une fixation ferme aux tiges de traction. Une fixation peut également être envisagée en attachant directement le fil lui-même sur le mandrin. Il convient de s'assurer dans ce cas que le mandrin ne cause pas de dommages mécaniques sur le fil. L'éprouvette est montée sur les pinces de la machine d'essai de traction. Dans tous les cas, l'éprouvette et l'axe du chargement en traction sont alignés pour éviter une déviation. La flexion ou la déformation de l'éprouvette doit être évitée pendant son installation.

Selon les résultats de l'essai interlaboratoire international, plusieurs techniques d'attache ont été permises pour parvenir à des résultats convenables. Il est recommandé par conséquent de considérer la technique proposée dans la présente norme comme une parmi plusieurs possibles.



#### Figure A.7 – Deux techniques alternatives de fixation

À gauche de l'image, le fil de Nb<sub>3</sub>Sn est soudé à une douille filetée M6 en laiton, fixée grâce à un manchon en aluminium relayant la traction. La masse totale du manchon et de la douille M6 est d'environ 12 g.

À droite de l'image, le fil de Nb<sub>3</sub>Sn nu est serré dans la rainure en V d'un bloc d'aluminium. La masse totale de ce bloc est d'environ 7 g. Inséré dans un petit support, ce bloc agit comme fixation lors de la traction.



Fil de Nb<sub>3</sub>Sn soudé à une douille filetée M6 en laiton

Filf de Nb<sub>3</sub>Sn fixé dans un bloc d'aluminium par deux vis M3

Ø20

IEC 2779/13

2

Dimensions en millimetres

Les schémas détaillent les deux possibilités de fixation du fil à la machine, par soudure ou par serrage. Dans tous les cas, il est interdit de précharger le fil avant le début de la mesure. Il convient que l'autre extrémité du fil équipé du bloc de fixation n'ait aucun contact avec la machine pour éviter toute précharge.

- 66 -

#### Figure A.8 – Détails des deux possibilités de la fixation des fils à la machine

#### A.10 Résistance à la traction $(R_m)$

La résistance à la traction à laquelle la fracture intervient est calculée grâce à la formule suivante:

$$R_{\rm m} = F_{\rm max} / S_0 \tag{A.4}$$

où

*R*<sub>m</sub> est la contrainte de traction (MPa) lors de la fracture;

 $F_{\text{max}}$  est la force maximale (N) lors de la fracture.

Pour les fils ayant un faible rapport entre les volumes cuivre et non-cuivre, une fracture précoce intervient au niveau des pinces entrainant une résistance à la traction plus faible et un plus petit pourcentage d'allongement après fracture. La résistance à la traction et le pourcentage d'allongement après fracture sont importants non seulement d'un point de vue scientifique pour la description des propriétés mécaniques du matériau composite, mais sont également utiles pour la mesure de la validité des essais. Cependant, étant donné que les variances sont importantes et que la zone de déformation intéressante pour le fil est réduite, les valeurs sont utilisées en tant que références.

#### A.11 Pourcentage d'allongement après fracture $(A_f)$

La mesure d'allongement après fracture ne peut servir que de référence. Le mouvement de la traverse peut être utilisé pour rechercher la valeur approchée de l'allongement après fracture, comme indiqué ci-dessous. Pour utiliser cette méthode, la position de la traverse à la fracture doit être enregistrée. Utiliser la formule suivante pour obtenir l'allongement après fracture, donné en pourcentage:

$$A_{\rm f} = 100 \left( L_{\rm u} - L_{\rm a} \right) / L_{\rm a}$$
 (A.5)

où

- A<sub>f</sub> est le pourcentage d'allongement après fracture;
- L<sub>u</sub> est la distance entre les pinces après fracture;
- $L_{a}$  est la distance intérieure initiale entre les pinces.

#### A.12 Incertitude-type relative

En raison de la nature de toute mesure effectuée, les résultats de l'essai obtenus présenteront dans tous les cas une dispersion. Afin d'évaluer la qualité des données mesurées, le concept d'incertitude sert de base solide pour une évaluation indépendante. L'Annexe B et l'Annexe C fournissent des informations détaillées relatives à l'incertitude du mesurande.

En ce qui concerne le fil de Nb<sub>3</sub>Sn, de nombreuses mesures d'expérience ont été recueillies lors de l'essai interlaboratoire international réalisé par 11 groupes de recherche [7, 9]<sup>4</sup>. L'évaluation des données obtenues a notamment fourni de précieuses informations concernant le module d'élasticité déterminé à la ligne de décalage nul et à partir de la ligne de déchargement avec une déformation entre 0,3 % et 0,4 %. En général, les résultats obtenus sur les modules d'élasticité à partir de la ligne de chargement initiale ont une plus grande dispersion en comparaison aux valeurs déterminées à partir de la ligne de déchargement. Une analyse complète de ces données est indiquée dans la référence [8] et démontre que le rapport de  $E_0$  et  $E_U$  s'écarte de l'unité si tous les résultats sont collectés en même temps. Cette variation peut être décrite en utilisant la simple relation 1 -  $\Delta < E_0/E_U < 1$ +  $\Delta$ , où  $\Delta$  définit l'écart par rapport à l'unité. Pour limiter la dispersion des données sur la ligne de chargement initiale et pour supprimer les données inutiles, il a été prouvé que  $\Delta = 0,3$ représentait une valeur appropriée.

Le Tableau A.1 montre les quantités importantes telles que le module d'élasticité obtenu à partir de la ligne de chargement initiale et résume également les charges d'épreuve. Les incertitudes-type de ces résultats montrent que le fait d'écarter les données au-delà de  $\Delta$  = 0,3 réduit les incertitudes-type au moins par un facteur de 2.

La dispersion des données expérimentales obtenues par l'essai interlaboratoire international relève à la fois de la dispersion au sein de chaque laboratoire et de la dispersion interlaboratoire. Afin de savoir clairement si les données soumises par chaque laboratoire appartiennent aux mêmes groupes de données expérimentales, l'analyse de la variance (essai F) a été réalisée suivant les indications du Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM H.5.2.1). Le Tableau A.1 énumère, comme exemple type, les résultats de l'analyse des données expérimentales de  $E_0$ . Afin de pouvoir réaliser des comparaisons exactes entre laboratoires, il est nécessaire de fixer un même nombre de données prises de chaque laboratoire, 3 par exemple. Ainsi, trois données provenant de chaque laboratoire ont été choisies aléatoirement lorsque le nombre de données était supérieur ou égal à 3. L'ensemble des données issues d'un laboratoire n'a pas été pris en compte si le nombre de données était inférieur à 3.

Conformément au GUM (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure), le rapport de la variance ( $s_a^2$ ) des données interlaboratoires et de la variance au sein de chaque laboratoire ( $s_b^2$ ) a été calculé par  $F_{exp} = s_a^2 / s_b^2$  et comparé à la fonction théorique,  $F_{N-J}^{J-1}(\alpha)$ . Si l'hypothèse  $F_{exp} < F_{N-J}^{J-1}(\alpha)$  se vérifie, les données appartiennent à la même famille avec un niveau de signification de  $\alpha$  %. Dans le cas où toutes les données ont servi pour l'essai F, l'hypothèse ne s'est pas vérifiée pour certains échantillons, E3, E4, H et M. D'un autre côté,

<sup>4</sup> Les nombres entre crochets dans la présente Annexe se réfèrent aux documents de référence énumérés à l'Article A.15

dans un autre cas où les données qualifiées en appliquant  $\Delta$  de 0,3 ont été utilisées, l'hypothèse a été vérifiée pour tous les échantillons lorsqu' $\alpha$  a été établi à 1 %. La conclusion est donc que le présent essai F garantit la validité du contrôle de la qualification en fonction du rapport des modules d'élasticité mentionnés en 8.1 de la présente norme. En outre, il est possible d'évaluer les conditions de qualification de manière plus sévère en utilisant le plus haut niveau de signification.

Échantillon	Propriété(X)	Toutes les données				Donnée qualifiée				
		Ν	< <i>X</i> >	SU	RSU	N	<x'></x'>	SU	RSU	
E2	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	35	113,5 [GPa]	2,8[GPa]	2,5[%]	22	114 [GPa]	1,4 [GPa]	0,3[%]	
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	35	187,1 [MPa]	3,0[MPa]	1,6[%]	22	181,7 [MPa]	1,3 [MPa]	0,7[%]	
E3	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	33	119,2[GPa]	3,2 [GPa]	2,7[%]	21	121[GPa]	1,5[GPa]	1,3[%]	
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	34	192,1[MPa]	2,3 [MPa]	1,2[%]	21	191,8 [MPa]	1,6 [MPa]	0,8[%]	
E4	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	36	90,3[GPa]	3,9[GPa]	4,3[%]	14	109,2[GPa]	2,0[GPa]	1,9[%]	
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	37	113,6[MPa]	2,2 [MPa]	1,9[%]	14	111,9 [MPa]	3,7 [MPa]	3,3[%]	
Н	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	33	88,5[GPa]	4,2 [GPa]	4,8[%]	9	109,8 [GPa]	2,0 [GPa]	1,8[%]	
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	33	118,8[MPa]	2,3[MPa]	1,9[%]	9	110,3[MPa]	2,9[MPa]	2,6[%]	
К	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	34	116,2[GPa]	2,8 [GPa]	2,4[%]	25	115,6 [GPa]	1,1 [GPa]	1,0[%]	
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	33	182[MPa]	2,6 [MPa]	1,4[%]	25	179,7 [MPa]	2,6 [MPa]	1,4[%]	
Μ	<i>E</i> <sub>0</sub> , [GPa]	29	88,6[GPa]	5,8 [GPa]	6,6[%]	9	120,4[GPa]	3,0[GPa]	2,5[%]	
	R <sub>p0,2-0</sub> , [MPa]	28	118 [MPa]	4,0 [MPa]	3,4[%]	9	109,2[MPa]	1,7[MPa]	1,5[%]	

Tableau A.1 – Valeurs de l'incertitude-type obtenues sur différents fils de Nb <sub>3</sub> Sn
lors des essais interlaboratoires internationaux

N: nombre total de fils soumis à essai,

N': nombre de fils qualifiés.

X: module d'élasticité ou charge d'épreuve,

<x>: moyenne de la totalité des fils,

<x'>: moyenne des fils qualifiés,

SU: incertitude-type ("standard uncertainty") pour la totalité des données, et

RSU: incertitude-type relative ("relative standard uncertainty").

Ce tableau présente les valeurs de l'incertitude-type obtenues sur différents fils de Nb<sub>3</sub>Sn lors des essais interlaboratoires internationaux réalisés par 11 laboratoires de recherche différents.

Par conséquent, la valeur moyenne de l'incertitude-type ( $U_{RSU}$ ) pour tous les échantillons s'obtient par l'équation

$$\overline{U_{\text{RSU}}} = \frac{\sum_{m=1}^{M} N'_{m} U_{\text{RSU}m}}{\sum_{m=1}^{M} N'_{m}}$$
(A6)

où *M* est le nombre de fils différents et où la moyenne du nombre d'échantillons est donnée,

$$\overline{N'} = \frac{\sum_{m=1}^{M} N'_m}{M}$$
(A7)

Alors, la valeur de  $\overline{U_{RSU}}$  a été calculée à partir du Tableau A.1 comme 1,5 % de  $E_o$  pour  $\overline{N}$  =17 comme valeur moyenne de tous les échantillons après contrôle de la qualification. Grâce à la même procédure, la valeur de  $\overline{U_{RSU}}$  a été évaluée pour  $E_u$ ,  $R_{p0.20}$  et  $R_{p0.2U}$  et les résultats sont présentés à l'Article 9 de la présente norme.

Échantillon		Т	outes les do	nnées		Donnée qualifiée				
	J	Ν	sa²/sb²	F <sub>exp</sub>	$F_{N-1}^{J-1}(lpha)$	Ĵ	N'	sa²/sb²	F <sub>exp</sub>	$F_{N-1}^{J-1}(lpha)$
E2	8	24	318 / 195	1,6	4,05	8	24	318 / 195	1,6	4,05
E3	9	27	803 / 163	4,9	3,73	8	24	500 / 182	2,7	4,05
E4	9	27	1 189 / 165	7,2	3,73	7	21	613 / 205	2,9	4,46
н	9	27	1 388 / 180	7,6	3,73	6	18	841 / 238	3,5	5.06
К	9	27	205 / 96	2,1	3,73	9	27	205 / 96	2,1	3,73
М	8	24	3 180 / 191	16,5	4,05	3	9	912 / 158	5,7	10,9

Tableau A.2 – Résultats de l'analyse de la variance ANOVA (essai F) pour les variations de  $E_0$ 

Le niveau de signification de 1 % a été utilisé pour la vérification de l'hypothèse. Tous les ensembles de données des laboratoires comprennent trois valeurs (n = 3) et par conséquent, la relation suivante se vérifie comme N = nJ. lci, *J*: nombre de laboratoires, *N*: nombre total de fils, *J*: nombre de laboratoires qualifiés, *N*: nombre de fils qualifiés.

#### A.13 Détermination du module d'élasticité E<sub>0</sub>

La détermination du module d'élasticité  $E_0$  nécessite un système d'acquisition des données offrant une faible incertitude-type relative avec un enregistrement de contrainte-déformation à décalage nul. Afin d'éviter toute donnée erronée, il convient que l'enregistrement de la contrainte et de la déformation soit évalué selon la procédure recommandée ci-après.

À partir de l'enregistrement original de la contrainte en fonction de la déformation, on peut déterminer la droite de régression linéaire de premier ordre et le carré du coefficient de régression entre les contraintes de 0 MPa et 50 MPa. Dans ce contexte, le paramètre de contrôle est le carré du coefficient de régression et il convient qu'il soit supérieur à 0,99. En réduisant progressivement la contrainte à partir de la valeur supérieure de 50 MPa, il faut essayer de déterminer la pente linéaire qui remplit cette condition. Cette pente linéaire est définie comme le module d'élasticité  $E_0$ . L'intersection de la pente linéaire avec l'abscisse est la nouvelle origine du graphique de la contrainte en fonction de la déformation, qui est prise en compte lors du décalage parallèle de 0,2 % pour l'estimation de la valeur de  $R_{p0.2-0}$  (voir Figure 1).

#### A.14 Évaluation de la fiabilité de l'équipement d'essai

La fiabilité de l'équipement d'essai, comprenant l'unité d'essai de traction, le dynamomètre et le système d'extensomètre utilisé, peut mieux être analysée avec des fils de tailles similaires et des propriétés élastiques connues. Des fils de soudure d'environ 1 mm de diamètre en aluminium et en titane pur disponible dans le commerce ont été approuvés comme étant les plus aptes à couvrir la gamme de module d'élasticité entre 70 GPa et 100 GPa. Une forte

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

recommandation est qu'il convient que le laboratoire d'essai confirme régulièrement la fiabilité de son montage de traction en mesurant les propriétés élastiques de ces fils avant toute réalisation des mesures. Ces fils peuvent être facilement obtenus dans le commerce. Lors de ces essais, il convient que les fils soient manipulés de la même manière que celle décrite pour les fils supraconducteurs soumis au traitement thermique. Le fil peut être chargé et déchargé en déformation élastique jusqu'à 100 MPa sans affecter ses propriétés élastiques.

#### A.15 Documents de référence

- 1) Research report on the standardization of superconductive materials for new power generation system. NMC, Osaka Science and Technology Center, 23, 2001
- 2) M. SHIMADA, M.HOJO, H.MORIAI and K.OSAMURA. Jpn. Cryogenic Eng., 33, 1998, 665
- K.KATAGIRI, K.KASABA, M.HOJO, K.OSAMURA, M.SUGANO, A.KIMURA and T.OGATA, *Physica C*, 357 – 360 (2001),1302-1305
- 4) Research report on the standardization of superconductive materials for new power generation system. NMC, Osaka Science and Technology Center, 2002, 25
- 5) K.OSAMURA, A.NYILAS, M.SHIMADA, H.MORIAI, M.HOJO, T.FUSE and M.SUGANO. *Adv. Superconductivity* XI, 1999, 1515
- 6) A. NYILAS. Strain sensing systems tailored for tensile measurement of fragile wires. *Supercond. Sci. Technol.*, 18, 2005, 409 – 415
- 7) A. NYILAS, K. WEISS, and M. THOENER, M. HOJO, K. OSAMURA, and K. KATAGIRI. On the measurement of tensile properties of superconducting Nb<sub>3</sub>Sn wires at ambient temperature and at cryogenic environment. *Advances in Cryogenic Engineering* (*Materials*) 52, edited by U. B.Balachandran et al., Plenum Press, New York, 2006, 582 – 589
- A. NYILAS, Transducers for sub-micron displacement measurements at cryogenic temperatures. in *Advances in Cryogenic Engineering (Materials) 52*, edited by U. B.Balachandran et al., Plenum Press, New York, 2006, 27 34
- K. OSAMURA et al. International Round Robin Test for Mechanical Properties of Nb<sub>3</sub>Sn Superconducting Wires. Supercond. Sci. Technol., 21, 2008, 045006
# Annexe B

(informative)

# Considérations relatives à l'incertitude

#### B.1 Vue d'ensemble

En 1995, un certain nombre d'organisations internationales de normalisation, y compris la CEI, ont décidé 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 d'incertitude sont normalisées dans le «Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure» (GUM) [1] <sup>5</sup>.

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 de toute grandeur pouvant avoir une influence sur la mesure, en se basant sur l'estimation d'ingénierie du responsable 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 interlaboratoire.

## **B.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]).

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Les nombres entre crochets se réfèrent aux documents de référence de l'Article B.5 de la présente Annexe.

## B.3 Considérations relatives 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, standard uncertainty) 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.

Signaux de sortie [V]			
E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>		
0,001 220 70	2,334 594 73		
0,000 610 35	2,334 289 55		
0,001 525 88	2,334 289 55		
0,001 220 70	2,334 594 73		
0,001 525 88	2,334 594 73		
0,001 220 70	2,333 984 38		
0,001 525 88	2,334 289 55		
0,000 915 53	2,334 289 55		
0,000 915 53	2,334 594 73		
0,001 220 70	2,334 594 73		

#### Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques

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

Moyenne ( $\overline{X}$ )[V]			
E <sub>1</sub> E <sub>2</sub>			
0,001 190 19	2,334 411 62		

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \qquad [V] \tag{B.1}$$

### Tableau B.3 – Écarts-types expérimentaux de deux signaux de sortie

Écart type expérimental (s) [V]		
<i>E</i> <sub>1</sub> <i>E</i> <sub>2</sub>		
0,000 303 48	0,000 213 381	

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{n} \left( X_i - \overline{X} \right)^2} \quad [V]$$
(B.2)

Incertitude-type (u) [V]		
E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	
0,000 095 97	0,000 067 48	

#### Tableau B.4 - Incertitudes-types de deux signaux de sortie

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad [V] \tag{B.3}$$

Tableau B.5 - Coefficient de variation de deux signaux de sortie

Coefficient de variation (COV) [%]		
E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	
25,498 2	0,009 1	

$$COV = \frac{s}{\overline{X}}$$
(B.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.

#### B.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, à savoir 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:

 a) Dans une première étape, l'utilisateur doit déterminer un modèle de mesure mathématique sous forme de mesurande identifié en fonction de toutes les grandeurs d'entrée. Un exemple simple d'un tel modèle est fourni pour l'incertitude d'une mesure de force, F<sub>LC</sub> utilisant un dynamomètre:

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

où W,  $d_W$ ,  $d_R$ , et  $d_{Re}$  représentent respectivement le poids-étalon attendu, les informations fournies par le fabricant, les vérifications répétées du poids-étalon par jour et la reproductibilité des vérifications d'un jour à un autre.

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) Évaluer l'incertitude-type des mesures de Type A,

 $u_{\rm A} = \frac{s}{\sqrt{n}}$  où s est l'écart type expérimental et *n* le nombre total de points de données

mesurés.

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

 $u_{\rm B} = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot d_{\rm W}^2 + \dots}$  où  $d_{\rm W}$  est la gamme de valeurs distribuées rectangulairement

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

$$u_{\rm c} = \sqrt{u_{\rm A}^2 + u_{\rm B}^2}$$

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'incertitudetype combinée est évaluée en utilisant les dérivées partielles, et la relation devient plus complexe en raison des coefficients de sensibilité [4, 5].

- f) Facultativement l'incertitude-type combinée de l'estimation du mesurande de référence peut être multipliée par un facteur de recouvrement (par exemple: 1 pour 68 %, 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 ± l'incertitude étendue, ainsi que l'unité de mesure et, au minimum, énoncer 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 dans les documents [3, 8 et 9].

#### B.5 Documents de référence de l'Annexe B

- [1] ISO/CEI Guide 98-3:2008, Incertitude de mesure -- Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM 1995)
- [2] ISO/CEI Guide 99:2007, Vocabulaire international de métrologie Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)
- [3] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results. NIST Technical Note 1297, 1994 (Available at <http://physics.nist.gov/Pubs/pdf.html>)
- [4] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique. *Analyst*, 1994, 119, 2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [6] Disponible à l'adresse < http://www.gum.dk/e-wb-home/gw\_home.html>
- [7] Disponible à l'adresse <<u>http://www.isgmax.com/</u>>
- [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 l'adresse: <http://www.iaac.org.mx/Documents/Uncontrolled/Library/JapanAccredBoard/nws-labtopix.pdf>).

## Annexe C (informative)

# Exemples spécifiques relatifs aux essais mécaniques

## C.1 Vue d'ensemble

Des exemples spécifiques existent pour illustrer les techniques d'estimation d'incertitude. L'inclusion de ces exemples n'implique pas que les utilisateurs doivent effectuer une analyse similaire pour satisfaire à la présente norme. Toutefois, les parties qui estiment l'incertitude de chacune des grandeurs d'influence (charge, déplacement, diamètre du fil et longueur entre repères) ont besoin d'être évaluées par l'utilisateur pour déterminer si elles satisfont aux limites d'incertitude spécifiées dans la présente norme.

Ces deux exemples ne sont pas destinés à être exhaustifs. Ils ne comportent pas toutes les sources possibles d'erreur telles que le frottement, la courbure/le redressement du fil et le retrait d'isolation, des prises désalignées et la vitesse de déformation. Ces sources supplémentaires peuvent ou non être négligeables.

## C.2 Incertitude du module d'élasticité

Les données brutes originales de contrainte en fonction de la déformation d'un fil de Nb<sub>3</sub>Sn (diamètre de 0,768 mm) sont fournies à la Figure C.1. Ces mesures ont été effectuées au cours d'un essai international interlaboratoire en 2006. La Figure C.1 (a) représente le chargement du fil jusqu'à la fracture, tandis que la Figure C.1 (b) affiche les points tracés durant le chargement initial jusqu'à 16 MPa et l'ajustement de ligne à ces données. La pente calculée de la ligne de tendance est de 132069 MPa (la pente est multipliée par un facteur 100 dû à l'utilisation du pourcentage comme unité de l'abscisse) comme indiqué à la Figure 1 (b) avec un coefficient de corrélation élevé au carré de 0,9899.



Le graphique (a) représente la courbe de contrainte mesurée en fonction de la déformation du fil supraconducteur de 0,783 mm de diamètre. Le graphique (b) représente la partie initiale de la courbe et l'analyse de régression pour déterminer le module d'élasticité. Il convient que la pente de la ligne soit multipliée par 100 pour convertir le pourcentage déformation-déformation, de façon que l'unité du module d'élasticité soit le MPa.

### Figure C.1 – Courbe de contrainte mesurée en fonction de la déformation

L'estimation de l'incertitude-type du module d'élasticité pour ce fil peut être traitée de la manière suivante. Le module d'élasticité déterminé durant le chargement mécanique est fonction de cinq variables ayant chacune sa propre contribution spécifique à l'incertitude.

$$E = f(P, \Delta L, D, L_{\rm G}, b), \qquad (C.1)$$

L'équation modèle est

$$E = \frac{4 \cdot P \cdot L_{\rm G}}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} + b \tag{C.2}$$

où

E = module d'élasticité, en MPa

P = charge, en N

- $\Delta L$  = longueur de déformation de l'extensomètre dans la région de décalage nul pour la partie de charge sélectionnée, en mm
- D = diamètre du fil, en mm
- L<sub>G</sub> = longueur de l'extensomètre au début du chargement, en mm
- b = estimation de l'écart par rapport au module d'élasticité obtenu expérimentalement, en MPa.

Les valeurs expérimentales réelles sont nécessaires pour le calcul de l'incertitude-type. On peut estimer la valeur de la longueur de déformation de l'extensomètre en utilisant les données de la Figure C.1 b). On choisit ici une contrainte de 15 MPa et, en utilisant le module d'élasticité calculé donné à la Figure C.1 b), on peut établir la valeur de  $\Delta L$  en utilisant les équations suivantes,

$$A = \frac{R}{E} \quad \text{et} \quad \Delta L = A \cdot L_{\text{G}} \tag{C.3}$$

où

 $A = 1,136 \times 10^{-4}$   $\Delta L = 1,363 \times 10^{-3} \text{ mm}$  R = 15 MPa  $L_G = 12 \text{ mm}$  D = 0,783 mmDe plus, avec

$$P = \frac{\pi \cdot D^2 \cdot R}{4} \tag{C.4}$$

on peut calculer la force P par P = 7,223 N.

### C.3 Évaluation des coefficients de sensibilité

L'incertitude-type composée associée à l'Équation modèle (2) est:

$$u_{\rm c} = \sqrt{\left(\frac{\partial E}{\partial P}\right)^2 u_1^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial \Delta L}\right)^2 u_2^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial D}\right)^2 u_3^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial L_{\rm G}}\right)^2 u_4^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial b}\right)^2 u_5^2} \tag{C.5}$$

Les termes différentiels partiels sont les coefficients dits de sensibilité. En remplaçant les valeurs expérimentales dans chaque dérivée, on peut calculer les coefficients de sensibilité c<sub>i</sub> comme suit:

Pour c<sub>1</sub>: 
$$c_1 = \frac{\partial}{\partial P} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{4 \cdot L_G}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} = 1,829 \times 10^4 \text{ mm}^{-2}$$
 (C.6)

Pour c<sub>2</sub>: 
$$c_2 = \frac{\partial}{\partial \Delta L} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{-4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L^2} = -9,69 \times 10^7 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-3}$$
 (C.7)

Pour c<sub>3</sub>: 
$$c_3 = \frac{\partial}{\partial D} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{-8 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^3 \cdot \Delta L} = -3,373 \times 10^5 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-3}$$
 (C.8)

Pour c<sub>4</sub>: 
$$c_4 = \frac{\partial}{\partial L_G} \left( \frac{4 \cdot L_G \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} \right) = \frac{4 \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \Delta L} = 1,101 \times 10^4 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-3}$$
 (C.9)

Le coefficient de sensibilité  $c_5$  est égal à l'unité (1) en raison de la différenciation de l'Équation C.2 par rapport à la grandeur *b*.

En utilisant les coefficients de sensibilité ci-dessus, l'incertitude-type composée  $u_c$  est donnée finalement par:

$$u_{\rm c} = \sqrt{(c_1)^2 \cdot (u_1)^2 + (c_2)^2 \cdot (u_2)^2 + (c_3)^2 \cdot (u_3)^2 + (c_4)^2 \cdot (u_4)^2 + (c_5)^2 \cdot (u_5)^2}$$
(C.10)

où le carré de chaque coefficient de sensibilité est multiplié par le carré de l'incertitude-type de chacune des variables données par l'Équation modèle (C.2).

#### C.4 Incertitudes-types composées de chaque variable

Les incertitudes-types  $u_i$  dans l'Équation (C.10) sont les incertitudes-types composées de la force (*P*), de la déformation en longueur ( $\Delta L$ ), du diamètre du fil (*D*) et de la longueur entre repères ( $L_G$ ). Dans cette partie, chaque incertitude-type composée va être estimée en fonction des données disponibles.

L'incertitude-type composée  $u_1$  pour la force *P* est constituée des distributions statistiques de Type A et de Type B. La force est généralement mesurée avec des dynamomètres disponibles dans le commerce. La plus grande partie des fabricants de dynamomètres ne fournit toutefois dans leurs caractéristiques aucune information concernant les incertitudes. Les précisions données, ainsi que d'autres informations obtenues d'après les fiches de caractéristiques, doivent d'abord être converties en incertitudes-types avant détermination de l'incertitude-type composée  $u_1$ . Ces caractéristiques du fabricant sont généralement considérées comme des limites à une distribution rectangulaire des erreurs. L'incertitude-type associée à la distribution rectangulaire est la limite divisée par  $\sqrt{3}$ .

Pour les mesures indiquées à la Figure C.1, les informations suivantes pour le dynamomètre étaient disponibles.

Capacité du dynamomètre	Classe d'exactitude tension/compressi	Coefficient de température nul	Coefficient de température de la sensibilité	Fluage pendant 30 minutes
N	on %	S %/K	S %/K	S%
5000	0,25	0,25	0,07	0,07

## Tableau C.1 – Caractéristiques du dynamomètre selon les fiches de caractéristiques du fabricant

Selon cette spécification, il convient de convertir les données en valeurs d'incertitude-type avant de les combiner. Ces données sont traitées comme des incertitudes de Type B. Pour représenter les conditions réelles de laboratoire, on a sélectionné la plage de températures comprises entre 303 K et 283 K ( $\Delta T = 20$  K).

Les variables sont les suivantes:

Classe de précision:	$T_{class} = 0,25 \%$
Coefficient de température d'équilibre nul:	$T_{\text{coefzero}} = (0,25 \times 20) \%$
Coefficient de sensibilité en température:	$T_{\text{coefsens}} = (0,07 \times 20) \%$
Fluage pendant 30 min:	$T_{creep} = 0.07 \%$

L'équation suivante décrit la mesure de la charge et comporte les quatre sources d'erreur du Tableau C.1:

$$P = u_{\rm P} + T_{\rm class} + T_{\rm coefzero} + T_{\rm coefsens} + T_{\rm creep}$$
(C.11)

où  $u_{\rm P}$  est la valeur vraie de la charge.

Les spécifications en pourcentage sont converties en unités de charge en se fondant sur la valeur mesurée de P = 7,223 N obtenue d'après la courbe de contrainte en fonction de la déformation. Les valeurs résultantes sont converties en incertitudes-types en supposant une distribution rectangulaire, de sorte que l'incertitude-type composée pour le dynamomètre est:

$$u_{1} = \sqrt{\left(\frac{T_{\text{class}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} + \left(\frac{T_{\text{coeffzero}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} + \left(\frac{T_{\text{coeffsens}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} + \left(\frac{T_{\text{creep}} \cdot 7,223}{100 \cdot \sqrt{3}}\right)^{2} (C.12)$$

$$u_1 = 0,21 \text{ N}$$
 (C.13)

Les Tableaux C.2 à C.4 résument les calculs d'incertitude de déplacement, de diamètre de fil et de longueur entre repères. Ces calculs sont similaires à ceux qui ont été précédemment présentés pour la force.

Déplacement de l'extensomètre, mm	Distribution gaussienne de Type A. Contribution du fluage et du bruit $u_A = s / \sqrt{n}$ conformément à l'Article B.3 2 V = 1 mm (0,0003 V/2)/ $\sqrt{10}$ ) mm	Distribution de Type B obtenue d'après la dispersion des données sur la Figure 1(b) $u_{\rm B} = d_{\rm W} / \sqrt{3}$ conformément à l'Article B.4 avec $d_{\rm W}$ à 0,00003 mm	
1,363 × 10 <sup>-4</sup>	0,00005	0,000017	
$u_2 = \sqrt{0.00005^2 + 0.0017^2} = 0.000052 \text{ mm}$			

Tableau C.2 – Incertitudes de mesure de déplacement

## Tableau C.3 – Incertitudes de mesure du diamètre du fil

Diamètre du fil, mm	Distribution gaussienne de Type A. Mesures au micromètre répétées cinq fois $u_{\rm A} = s / \sqrt{n}$ (0,0013)/ $\sqrt{5}$ mm	Demi-largeur de distribution rectangulaire en fonction de la précision des feuilles de caractéristiques du fabricant de $\pm$ 4 µm $u_{\rm B}=d_{\rm W}/\sqrt{3}$ mm	
0,783	0,00058	0,0023	
$u_3 = \sqrt{0,00058^2 + 0,0023^2} = 0,0023 \text{ mm}$			

On a utilisé un microscope stéréoscopique avec une résolution de 20  $\mu$ m pour mesurer la longueur entre repères de l'extensomètre.

Tableau C.4 – Incertitudes	s de mesure de l	longueur entre	repères
----------------------------	------------------	----------------	---------

Longueur entre repères, mm	Distribution gaussienne de Type A. Mesures au micromètre répétées cinq fois $u_{A}=s/\sqrt{n}$ $(0,002)/\sqrt{5}$	Demi-largeur de distribution rectangulaire en fonction de la précision des feuilles de caractéristiques du fabricant de +/-20 $\mu$ m $u_{\rm B}=d_{\rm W}/\sqrt{3}$	
	mm	mm	
12	9 ×10 <sup>-4</sup>	0,011	
$u_4 = \sqrt{0,0009^2 + 0,011^2} = 0,011 \text{ mm}$			

On estime enfin l'incertitude de la pente de la courbe ajustée de contrainte en fonction de la déformation de la Figure C.1 b). La différence maximale à demi-largeur entre les valeurs de contrainte mesurées et les valeurs de contrainte calculées en utilisant l'équation de la ligne de tendance d'après la Figure C.1 (b) donnent  $\pm 0,822$  MPa. En utilisant cette valeur avec une longueur entre repères ( $L_{\rm G}$ =12 mm) et une valeur de déviation de l'extensomètre ( $\Delta L = 0,001363$  mm), on peut estimer une incertitude de Type B pour le module d'élasticité. En réarrangeant l'Équation (C.3), on obtient l'équation simple:

61788-19 © CEI:2013

$$R = E \cdot A; \quad E = R \cdot \frac{L_{\rm G}}{\Delta L} \tag{C.14}$$

L'incertitude de Type B du module d'élasticité mesuré de la Figure C.1 (b) est

$$u_{\rm b} = \frac{0,822 \text{ MPa} \cdot 12 \text{ mm}}{0,00136 \text{ mm} \cdot \sqrt{3}} = 4180 \text{ MPa}$$
(C.15)

L'incertitude-type composée finale tenant compte du résultat de l'Équation (C.12) et utilisant les coefficients de sensibilité pour les quatre variables de l'Équation (C.10) donne:

$$u_{c} = \sqrt{(1,829 \cdot 10^{4})^{2} \cdot (0,21)^{2} + (-9,69 \cdot 10^{7})^{2} \cdot (0,0000521)^{2} + (-3,373 \cdot 10^{5})^{2} \cdot (0,0023)^{2} + (-1,101 \cdot 10^{4})^{2} \cdot (0,011)^{2} + (1)^{2} \cdot (4180)^{2}}$$
(C.16)

*u*<sub>c</sub> = 7630 MPa (C.17)

ou

$$E = 132 \text{ GPa} \pm 7,6 \text{ GPa}$$
 (C.18)

## C.5 Incertitude de la charge d'épreuve à 0,2 %, $R_{p0,2}$

Il convient de déterminer la charge d'épreuve à 0,2 %,  $R_{p0,2}$ , par le décalage parallèle de la ligne de décalage nul du module d'élasticité jusqu'à la position de déformation à 0,2 % sur l'abscisse et par le calcul de l'intersection de cette ligne avec la courbe de contrainte d'origine en fonction de la déformation. Si la ligne de module d'élasticité ajustée a une origine différente de zéro, il convient également de tenir compte du décalage par rapport à zéro. L'équation de régression de la Figure C.1 (b) a un décalage d'axe x de:

$$A_{\text{offset}} = -\frac{0,29719}{1320,692} = -0,00023 \quad \% \tag{C.19}$$

où A<sub>offset</sub> indique la déformation de décalage à contrainte nulle.

Ainsi, la position décalée de la ligne sur l'abscisse n'est pas exactement de 0,20000 %, mais de 0,19977 %. Le Tableau C.5 représente le calcul de la contrainte en utilisant la ligne de régression avec et sans contribution d'incertitude de l'Équation (C.18).

Description	Équation de la ligne de régression avec une contribution d'incertitude pour une déformation de ε%	Contrainte pour une déformation $A = 0$ %, MPa	Contrainte pour une déformation A = 0,1 %, MPa
Module d'élasticité de référence	1 320,692· <i>A</i> + 0,29719	0,297	132,37
Module d'élasticité avec contribution d'incertitude de + 7,6 GPa	1 396,692·A + 0,29719	0,297	139,97
(ligne supérieure)			
Module d'élasticité avec contribution d'incertitude de – 7,6 GPa	1 244,692·A + 0,29719	0,297	124,77
(ligne inférieure)			

# Tableau C.5 – Calcul de la contrainte à 0 % et de la déformation à 0,1 % en utilisant la ligne de régression de décalage nul déterminée à la Figure C.1 (b)



Le graphique (a) montre la ligne de régression décalée de 0,2 % et les deux lignes utilisant les contributions d'incertitude positive et négative par rapport à la référence. Quatre points sont nécessaires pour construire les trois lignes; un point commun pour une contrainte nulle et trois valeurs de contrainte calculées pour une déformation de 0,1 % comme représenté dans le Tableau C.5, les valeurs de contrainte correspondantes ont toutefois besoin d'être décalées de 0,2 %. Sur le graphique (a), la courbe de contrainte brute en fonction de la déformation est également tracée autour de la région où les trois lignes coupent les données brutes. Le graphique (b) représente les données brutes d'origine de la contrainte en fonction de la déformation dans une vue agrandie et les lignes décalées en fonction des calculs du Tableau C.5. Les équations de régression linéaire des quatre fonctions sont également indiquées dans le graphique (b).

#### Figure C.2 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation

Dans le Tableau C.5, les contraintes sélectionnées pour une déformation de 0 % et pour une déformation de 0,1 % sont choisies arbitrairement dans le but d'obtenir deux points distincts pour déterminer les lignes décalées à la Figure C.2. La valeur de décalage obtenue d'après l'Équation (C.19) est ajoutée aux valeurs de déformation de 0 % et de déformation de 0,1 %.

Le Tableau C.6 énumère les équations de régression linéaire après décalage des lignes, comme déterminé à la Figure C.2 (b).

#### Tableau C.6 – Équations de régression linéaire calculées d'après les trois lignes décalées et pour la courbe de contrainte en fonction de la déformation dans la région où les lignes se coupent

Description des équations	Équation de régression linéaire. $\times$ est ici la déformation en % et y la contrainte en MPa
Partie linéaire de la courbe de contrainte en fonction de la déformation (voir Figure C.2 a)	$y = 244,08 \cdot x + 43,546$
Référence de module d'élasticité décalé	<i>y</i> =1317,7· <i>x</i> − 262,93
Module d'élasticité avec contribution d'incertitude de + 7,6 GPa	<i>y</i> =1393,5· <i>x</i> − 278,08
(ligne supérieure décalée)	
Module d'élasticité avec contribution d'incertitude de – 7,6 GPa	<i>y</i> =1241,8· <i>x</i> − 247,78
(ligne inférieure décalée)	

En utilisant les équations du Tableau C.6, les trois points d'intersection sont finalement calculés et les contraintes en ces points sont déterminées. Le Tableau C.7 représente le calcul et les valeurs d'intersection résultantes. La valeur rapportée de la charge d'épreuve est la contrainte de l'intersection de la première ligne (avec un décalage nul) avec la courbe de contrainte en fonction de la déformation. Les deux valeurs de contrainte restantes à l'intersection représentent les limites d'erreurs estimées pour la charge d'épreuve. Les limites d'erreurs sont basées sur l'incertitude de la pente du module d'élasticité (Équation (C.18)).

#### Tableau C.7 – Calcul de la déformation et de la contrainte aux intersections des trois lignes décalées avec la courbe contrainte-déformation

Description	Système d'équations pour le calcul de la déformation et de la contrainte aux intersections	Déformation à l'intersection, %	Contrainte à l'intersection, MPa	
Référence décalée (moyenne)	(43,546+262,93) / (1317,7-244,08)	0,285463		
	244,08.0,285 463 + 43,546		113,2	
Ligne supérieure décalée	(43,546+247,78) / (1241,8-244,08)	0,291995		
	244,08.0,291 995 + 43,546		114,8	
Ligne inférieure décalée	(43,546+278,08) / (1393,5-244,08)	0,279819		
	244,08.0,279819 + 43,546		111,8	

L'incertitude-type de la charge d'épreuve est une détermination de Type B, et on peut l'estimer en utilisant:

Incertitude de Type B: 
$$u_{\rm b} = -\frac{\frac{114,82 - 111,84}{2}}{\sqrt{3}} = 0,858 \text{MPa}$$
 (C.20)

Il convient également de tenir compte dans l'estimation d'incertitude finale de la dispersion des données brutes représentée sur la Figure C.2 (b). Le Tableau C.8 représente les données mesurées de contrainte en fonction de la déformation de la Figure C.2 (b). De plus, les colonnes 3 et 7 du Tableau C.8 indiquent la contrainte calculée en utilisant l'ajustement linéaire aux données dans la région d'intérêt. Enfin, les colonnes 4 et 8 montrent les différences entre les données mesurées et calculées.

r						r	
Déformation	Contrainte	Calculée selon l'équation	Différence calculée observée	Déformati on	Contrainte	Calculée selon l'équation	Différence calculée observée
%	MPa	régression MPa	MPa	%	MPa	régression MPa	MPa
0,2736	109,74	110,3219	0,5819	0,2844	113,63	112,9699	-0,6601
0,2740	110,73	110,4081	-0,3219	0,2850	113,51	113,1374	-0,3726
0,2744	110,81	110,5288	-0,2812	0,2856	113,71	113,2778	-0,4322
0,2752	110,56	110,7209	0,1609	0,2860	112,89	113,3838	0,4938
0,2755	110,90	110,7801	-0,1199	0,2863	113,08	113,4577	0,3777
0,2759	110,36	110,8958	0,5358	0,2869	114,23	113,5858	-0,6442
0,2766	111,29	111,0560	-0,2340	0,2875	113,69	113,7483	0,0583
0,2772	111,02	111,2062	0,1862	0,2881	113,77	113,8887	0,1187
0,2778	110,78	111,3466	0,5666	0,2885	114,08	113,9799	-0,1001
0,2781	111,75	111,4353	-0,3147	0,2888	113,38	114,0636	0,6836
0,2786	110,75	111,5634	0,8134	0,2894	114,79	114,2213	-0,5687
0,2791	112,08	111,6718	-0,4082	0,2900	114,29	114,3666	0,0766
0,2797	111,62	111,8294	0,2094	0,2907	114,47	114,5341	0,0641
0,2803	111,83	111,9600	0,1300	0,2912	114,59	114,6499	0,0599
0,2807	112,27	112,0782	-0,1918	0,2917	114,07	114,7731	0,7031
0,2809	111,94	112,1250	0,1850	0,2921	115,23	114,8888	-0,3412
0,2817	113,00	112,3221	-0,6779	0,2928	115,01	115,0564	0,0464
0,2824	112,86	112,4970	-0,3630	0,2933	114,81	115,1795	0,3695
0,2832	113,14	112,6743	-0,4657	0,2939	115,03	115,3273	0,2973
0,2835	112,86	112,7606	-0,0994	0,2941	114,97	115,3790	0,4090

Tableau C.8 – Données mesurées de contrainte en fonction de la déformation et contrainte calculée basée sur un ajustement linéaire aux données dans la région d'intérêt

Les différences extrêmes entre la contrainte calculée et la contrainte mesurée d'après la 4<sup>ème</sup> et la 8<sup>ème</sup> colonne du Tableau C.8 sont:

Les différences extrêmes représentent les limites observées de l'erreur aléatoire qui peuvent être converties en une incertitude-type en utilisant:

Incertitude de Type B: 
$$u_{\rm b} = -\frac{0,8134 - (-0,6779)}{2\sqrt{3}} = 0,4305$$
 (C.22)

L'incertitude-type composée pour une charge d'épreuve à 0,2 % est donnée par:

61788-19 © CEI:2013

Incertitude composée:  $u_{\rm c} = \sqrt{0.858^2 + 0.4305^2} = 0.96 \,{\rm MPa}$  (C.23)

Le résultat de la charge d'épreuve à 0,2 % est donné ensuite par:

Charge d'épreuve avec un décalage de 0,2: 
$$R_{p0,2} = 113,2$$
MPa +/- 0,96MPa (C.24)

- 86 -

ASTM E 83-85, Standard Practice for Verification and Classification of Extensometers (disponible en anglais seulement)

ASTM E111-82, Standard Test Method for Young's Modulus, Tangent Modulus, and Chord Modulus (disponible en anglais seulement)

Copyrighted material licensed to BR Demo by Thomson Reuters (Scientific), Inc., subscriptions.techstreet.com, downloaded on Nov-27-2014 by James Madison. No further reproduction or distribution is permitted. Uncontrolled when print

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