

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Superconductivity –

Part 5: Matrix to superconductor volume ratio measurement – Copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconducting wires

Supraconductivité –

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





THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2013 IEC, Geneva, Switzerland

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

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

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

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

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

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

About the IEC

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

About IEC publications

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

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

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

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

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

Electropedia - www.electropedia.org

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

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

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

A propos de la CEI

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

A propos des publications CEI

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

Liens utiles:

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

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

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

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

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

Electropedia - www.electropedia.org

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

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

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



IEC 61788-5

Edition 2.0 2013-05

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Superconductivity –

Part 5: Matrix to superconductor volume ratio measurement – Copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconducting wires

Supraconductivité –

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

T

ICS 17.220.20; 29.050

ISBN 978-2-83220-831-1

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

CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
4 Principle	7
5 Chemicals	7
6 Apparatus.....	7
7 Measurement procedure	8
7.1 Quantity of specimen.....	8
7.2 Removal of insulating cover material	8
7.3 Cleaning.....	8
7.4 Drying	8
7.5 Measurement of specimen mass and its repetition.....	8
7.6 Dissolving copper.....	8
7.7 Cleaning and drying the Nb-Ti filaments	9
7.8 Measurement of dissolved specimen mass and its repetition	9
7.9 Procedural repetition for second specimen	10
8 Calculation of results	10
9 Uncertainty of the test method	10
10 Test report.....	11
10.1 Identification of test specimen	11
10.2 Report of copper to superconductor volume ratio.....	11
10.3 Report of test conditions.....	11
Annex A (normative) Copper to superconductor volume ratio – copper mass method.....	12
Annex B (informative) Specific mass depending on Nb-Ti fraction.....	14
Annex C (information) Mechanical removal of insulating cover materials	15
Annex D (informative) Second etch of specimen	16
Annex E (informative) Uncertainty considerations	17
Annex F (informative) Uncertainty evaluation in the test method of copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors.....	22
Table B.1 – Specific mass of Nb-Ti	14
Table E.1 – Output signals from two nominally identical extensometers	18
Table E.2 – Mean values of two output signals	18
Table E.3 – Experimental standard deviations of two output signals.....	18
Table E.4 – Standard uncertainties of two output signals	19
Table E.5 – Coefficient of variations of two output signals.....	19

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SUPERCONDUCTIVITY –**Part 5: Matrix to superconductor volume ratio measurement –
Copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite
superconducting wires**

FOREWORD

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

International Standard IEC 61788-5 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2000. It constitutes a technical revision. The main revisions are the addition of two new annexes, "Uncertainty considerations" (Annex E) and "Uncertainty evaluation in test method of copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors" (Annex F).

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

FDIS	Report on voting
90/321/FDIS	90/324/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.

INTRODUCTION

The copper to superconductor volume ratio of composite superconductors is used mainly to calculate the critical current density of superconducting wires. The test with the method given in this International Standard may be used to provide part of the information needed to determine the suitability of a specific superconductor. Moreover, this method is useful for quality control, acceptance or research testing if the precautions given in this standard are observed.

The test method given in this International Standard is based on the condition that the specific mass of Nb-Ti is known or the Nb-Ti alloy fraction is known and Annex B can be used to estimate the specific mass. If the specific mass of Nb-Ti is unknown and the Nb-Ti alloy fraction is unknown and/or the fraction of Nb barrier is unknown, another method to determine the copper to superconductor volume ratio of composite superconductors is described in Annex A.

SUPERCONDUCTIVITY –

Part 5: Matrix to superconductor volume ratio measurement – Copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconducting wires

1 Scope

This part of IEC 61788 covers a test method for the determination of copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconducting wires.

This test method and the alternate method in Annex A are intended for use with Cu/Nb-Ti composite superconducting wires with a cross-sectional area of 0,1 mm² to 3 mm², a diameter of the Nb-Ti filament(s) of 2 µm to 200 µm, and a copper to superconductor volume ratio of 0,5 or more.

The Cu/Nb-Ti composite test conductor discussed in this method has a monolithic structure with a round or rectangular cross-section. This test method is carried out by dissolving the copper with nitric acid. Deviations from this test method that are allowed for routine tests and other specific restrictions are given in this standard.

Cu/Nb-Ti composite superconducting wires beyond the limits in the cross-sectional area, the filament diameter and the copper to superconductor volume ratio could be measured with this present method with an anticipated reduction of uncertainty. Other, more specialized, specimen test geometries may be more appropriate for conductors beyond the limits and have been omitted from this present standard for simplicity and to retain low uncertainty.

The test method given in this standard is expected to apply to other superconducting composite wires after some appropriate modifications.

2 Normative references

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

IEC 60050-815 (all parts), *International Electrotechnical Vocabulary* (available at <<http://www.electropedia.org>>)

3 Terms and definitions

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

3.1

copper to superconductor volume ratio

ratio of the volume of the copper stabilizing material to the volume without copper consisting of Nb-Ti filaments and their Nb barriers

4 Principle

The test method utilizes the nature of the Cu/Nb-Ti composite superconducting wire whereby the copper dissolves in nitric acid solution but the Nb-Ti filaments and Nb barriers do not.

After measuring its mass, dip the specimen into the nitric acid solution to dissolve only the copper.

Then measure the mass of the remaining Nb-Ti filaments and their Nb barriers.

The volume and mass of the starting wire and the mass of the filaments are used to determine the copper to superconductor volume ratio.

5 Chemicals

The following chemicals shall be prepared for sample preparation:

- a) nitric acid solution consisting of nitric acid (a volume fraction of 50 % to 65 % recommended) and distilled water;
- b) organic solvent;
- c) degreasing solvent;
- d) ethyl alcohol;
- e) distilled (pure) water.

NOTE When nitric acid of more than a mass fraction of 65 % is used, the acid is diluted with distilled water within the range of the above content.

6 Apparatus

The following apparatus shall be prepared.

- Draft chamber
- Balance

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

- Dryer or drying oven

A dryer or a drying oven shall be used for evaporating moisture after washing the specimen.

- Beaker
- Watch-glass
- Plastic tweezers
- Filter papers
- Thermometer
- Rubber gloves and protection spectacles

Rubber gloves and protection spectacles shall be used for protecting the human body from the harmful acid liquid or fumes. The dissolution of the specimen shall be performed in a draft chamber in order to protect the human body.

7 Measurement procedure

7.1 Quantity of specimen

Take a specimen of around 1 g to 10 g in mass from the base test material.

7.2 Removal of insulating cover material

An appropriate organic solvent, which does not erode the copper, shall be used to remove any insulating cover material of the specimen. Finally, it shall be visually checked that the insulating cover material no longer remains.

If no organic solvents can remove the insulating cover material, the mechanical removal in Annex C is an alternative.

7.3 Cleaning

A degreaser shall be used to remove oil and/or grease traces from the specimen, whose cover material has been removed. It shall then be cleaned with pure water. Finally, the degreased specimen shall be dipped into ethyl alcohol to replace the water. Cleaning without using ethyl alcohol is an alternative, by using the drying process described in 7.4.

7.4 Drying

The clean specimen shall be placed on a watch-glass and dried fully in a dryer or a drying oven at a temperature of 60 °C or lower with the holding time more than 0,5 hours. When cleaning the specimen is carried out without ethyl alcohol, the specimen shall be dried fully in a dryer or a drying oven at a temperature of 100 °C with the holding time more than 0,5 hours.

7.5 Measurement of specimen mass and its repetition

When the specimen is cooled down to 35 °C or lower, its mass shall be measured on a sheet of weighing paper, using a balance with a manufacturer's specified uncertainty of $\pm 0,1$ mg or better.

After completion of this mass measurement (the first measurement), remove the specimen from the balance.

To assure that the specimen has been fully dried, the mass of the specimen shall be measured again about 10 min after the first measurement (the second measurement).

The difference in mass between the first and second measurements shall be within $\pm 0,5$ %. If this difference is within $\pm 0,5$ %, the average of the two measurements shall be regarded as the mass of the specimen.

If the difference in mass is more than $\pm 0,5$ %, cleaning of the specimen with ethyl alcohol and drying of the specimen shall be repeated as described in 7.3, 7.4 and 7.5 until the difference in mass of the two measurements is within $\pm 0,5$ %.

As soon as this part of the method is qualified by a successful repetition, the second mass measurement can be omitted in subsequent measurements. However, periodic re-qualification shall be performed every six months or after changes of equipment or personnel.

7.6 Dissolving copper

The copper shall be dissolved from the specimen in the following manner.

Put approximately 150 ml of the nitric acid solution in a 300 ml beaker. Tie a knot in the specimen to help retain all of the filaments upon completion of the etch. In the draft chamber, while maintaining the temperature of the nitric acid solution between 20 °C and 50 °C, the whole specimen shall be dipped into the nitric acid solution for 30 min to 1 h to completely dissolve the copper of the specimen. It shall be checked visually that the copper has been completely dissolved. For wires with filaments less than 10 µm, the second etch according to Annex D is recommended to assure a complete copper dissolution.

Note that a fresh nitric acid solution shall be used for each specimen that is etched.

When copper is dissolved in the nitric acid solution, nitrite gas is generated. Because the nitric acid and the nitrite gas are harmful to the human body, use all safety precautions in handling acids such as wearing protective clothing and carrying out work to dissolve the copper in the draft chamber. In addition, the fumes generated during storage and use are harmful. Normal safety precautions for acid storage, use and disposal shall be followed.

Use rubber gloves, protection spectacles and a pair of plastic tweezers during the treatment of the nitric acid solution.

NOTE The temperature of the nitric acid solution specified here is that before dipping the specimen in it. The temperature can rise to more than 50 °C when dissolution of the copper is in progress.

When mixing the solution, always add the nitric acid to the water.

7.7 Cleaning and drying the Nb-Ti filaments

Cleaning and drying the Nb-Ti filaments shall be performed in the following manner.

Acid shall be carefully poured out of the beaker into a plastic sewage reservoir, keeping the specimen in the beaker so as not to lose any broken filaments. The beaker shall be refilled with distilled water to rinse. The water shall be carefully poured out of the beaker. The beaker shall now be refilled, with ethyl alcohol this time to replace any remaining water. Now to dry all of the filaments fully, the specimen shall be placed, using plastic tweezers, on a sheet of filter paper with any broken or loose filaments. They shall then be placed in a dryer or a drying oven (see 7.4).

If a green stain is noticed on the filter paper, then there is acid remaining on the filaments. This acid shall be removed by rinsing again in alcohol.

Cleaning without using ethyl alcohol is an alternative, by using the drying process described in 7.4.

If there are too many broken filaments, the procedures shall be repeated from the beginning on a new specimen.

Nb-Ti filaments with a diameter of about 10 µm or less can be combustible when they are removed from the acid and exposed to air after the matrix has been removed. Ignition sources (including flame, heat, spark and electrostatic discharge) are avoided. In addition, tweezers shall be used to handle the etched filaments and they shall not be put in contact with any part of the body. Normal safety precautions for metal combustion hazards shall be followed.

7.8 Measurement of dissolved specimen mass and its repetition

When the specimen is cooled down to 35 °C or lower, using a balance with a manufacturer's specified uncertainty of ±0,1 mg or better, the specimen shall be weighed as in 7.5. A sheet of weighing paper shall be used for the measurement to avoid losing broken filaments (the first measurement).

After completion of the mass measurement described in 7.5, the Nb-Ti filaments shall be removed from the balance. To know whether the Nb-Ti filaments have been fully dried, the mass of the Nb-Ti filaments shall be weighed again about 10 min after the first measurement (the second measurement).

The difference in mass shall be within $\pm 0,5$ % between the second measurement and the first measurement. If the difference in mass is within $\pm 0,5$ % between the two measurements, the average of the masses of the two measurements shall be regarded as the mass of the filaments.

If the difference in mass of the two measurements is more than $\pm 0,5$ %, only cleaning with ethyl alcohol and drying shall be repeated as described in the procedural step of 7.7, and then procedural steps shall be repeated again in the procedural step of 7.5. Then, check again to make sure that the difference in mass of the two measurements is within $\pm 0,5$ %.

As soon as this part of the method is qualified by a successful repetition, the second mass measurement can be omitted in subsequent measurements. However, periodic re-qualification shall be performed every six months or after changes in equipment or personnel.

7.9 Procedural repetition for second specimen

The procedural steps in 7.1 through 7.8 shall be repeated on the second specimen.

As soon as the method is qualified by a successful repetition, the repeated measurements on the second specimen can be omitted in subsequent measurements. However, periodic re-qualification shall be performed every six months or after changes in equipment or personnel.

8 Calculation of results

For each measurement, the copper to superconductor volume ratio shall be obtained down to two decimal places in the following equation, by rounding off to two decimal places.

If two specimens are measured, the average of the two ratios shall be regarded as the copper to superconductor volume ratio.

Copper to superconductor volume ratio is expressed as $\frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}}$,

where

M_W is the mass of the specimen g;

M_{Nb-Ti} is the mass of the Nb-Ti filaments g;

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

ρ_{Nb-Ti} is the specific mass of the Nb-Ti filament g/cm³.

The specific mass of the Nb-Ti alloy can be obtained by interpolation of the values given in Annex B if it is not given by the wire manufacturer.

NOTE If a barrier such as Nb is used, it is included in the mass of the Nb-Ti filament by calculating an effective filament specific mass taking into consideration the fraction of Nb barrier.

9 Uncertainty of the test method

The advantage of the method is that the copper to superconductor volume ratio can be obtained only from the masses of the specimen and Nb-Ti filaments. Since masses can be

measured fairly accurately, the masses can be determined with a relative combined standard uncertainty of less than 0,05 % even for a specimen with a mass of 1 g and a copper to superconductor volume ratio of 10.

Uncertainty is also affected by the specific mass of Nb-Ti. The first option shall be to use the value of the specific mass of Nb-Ti given by the wire manufacturer because it depends on more than the alloy composition (see NOTE 1 in Annex B). Otherwise, the value of the specific mass of Nb-Ti alloy shall be determined within a relative standard uncertainty of 0,5 % by interpolation of the values listed in Annex B.

If a barrier such as Nb is used, it shall be included in the mass of the Nb-Ti filament by calculating an effective filament specific mass taking into consideration the fraction of Nb barrier to retain low uncertainty.

If the specific mass of Nb-Ti is unknown and the Nb-Ti alloy fraction is unknown and/or the fraction of Nb barrier is unknown, then use the method in Annex A.

The target relative combined standard uncertainty of this test method shall not exceed 2 % (using a coverage factor of $k = 1$), which is confirmed in the relative combined standard uncertainty of 0,06 % for the copper dissolving method, and 0,2 % for the copper mass method according to round robin tests made to establish this standard as shown in Annex F.

10 Test report

10.1 Identification of test specimen

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

- a) manufacturer name of the specimen;
- b) identification number;
- c) billet number;
- d) raw material composition;
- e) shape and area of the cross-section of the wire, number of filaments, diameter of filaments, and Nb barrier.

10.2 Report of copper to superconductor volume ratio

The test report shall contain the following information:

- a) the copper to superconductor volume ratio of each specimen;
- b) Nb-Ti specific mass value used;
- c) method of removing insulation from the specimen, if any.

10.3 Report of test conditions

The following test conditions shall be reported:

- a) ambient temperature;
- b) nitric acid temperature at the beginning;
- c) nitric acid immersion time duration;
- d) drying time duration.

Annex A (normative)

Copper to superconductor volume ratio – copper mass method

A.1 General

If the specific mass of Nb-Ti is unknown and the Nb-Ti alloy fraction is unknown and/or the fraction of Nb barrier is unknown, then the copper to superconductor volume ratio shall be measured in the following manner. Clauses 1 to 6 also apply to this annex.

A.2 Quantity of specimen

A specimen of around 50 cm long and not exceeding the mass of 10 g shall be taken out of the base test material.

A.3 Remove insulation, cleaning, and drying

Refer to subclauses 7.2 to 7.4.

A.4 Measurement of specimen length

The length (L), in centimetres, of the specimen shall be measured with a relative combined standard uncertainty not to exceed 0,1 %.

A.5 Measurement of specimen diameter

The diameter (if it is a round wire) or two sides (if it is a rectangular wire) of the specimen shall be measured for the cross-sectional area measurement at five points along its length with combined standard uncertainty not to exceed 0,5 μm . Then the average cross-sectional area (A), in square centimetres, shall be calculated from those values obtained at the five points.

A.6 Measurement of specimen mass

The mass (M_W), in grams, of the specimen shall be measured on a balance with a manufacturer's specified uncertainty of $\pm 0,1$ mg or better.

A.7 Dissolving copper and measurement of dissolved specimen mass

The copper shall be measured in the same manner as in 7.6 and the cleaning and drying of the dissolved specimen shall be performed in the same manner as in 7.7.

The mass ($M_{\text{Nb-Ti}}$), in grams, of the filaments shall be determined in the same manner as Clause 7.8 of the main method.

A.8 Procedural repetition for the second specimen

The procedural steps in Clauses A.1 through A.6 shall be repeated on the second specimen. As soon as the method is qualified by a successful repetition, the repeated measurements on the

second specimen can be omitted in subsequent measurements. However, periodic re-qualification shall be performed every six months or after changes of equipment or personnel.

A.9 Calculation

Assuming the specific mass of the copper (ρ_{Cu}) 8,93 g/cm³, the copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconducting wires with copper mass method ($R_{\text{Cu,m}}$) shall be obtained using the following equation.

$$R_{\text{Cu,m}} = \frac{(M_{\text{W}} - M_{\text{Nb-Ti}}) / \rho_{\text{Cu}}}{A \times L - (M_{\text{W}} - M_{\text{Nb-Ti}}) / \rho_{\text{Cu}}} \quad (\text{A.1})$$

NOTE 1 There may be large errors for the measurement of thin round wire and thin rectangular wire. So, care is taken for the measurement of those wires.

NOTE 2 For rectangular wire, the cross-sectional area (A), in square centimetres, is corrected according to the radius at the corners of the cross-sectional area, which is given in the specifications supplied by the manufacturers. In the case of rectangular wire, the uncertainty of the method in Annex A becomes worse if correction according to the radius at the corners is not taken into account.

Annex B (informative)

Specific mass depending on Nb-Ti fraction

Specific mass depending on Nb-Ti fraction is summarised in Table B.1.

Table B.1 – Specific mass of Nb-Ti

Nb-Ti fraction – mass % –	Nb-Ti fraction – volume % –	Specific mass g/cm ³
Nb	Nb	8,57
Nb – 43,2 mass % Ti	Nb – 59,1 volume % Ti	6,16
Nb – 45,0 mass % Ti	Nb – 60,9 volume % Ti	6,09
Nb – 46,5 mass % Ti	Nb – 62,3 volume % Ti	6,04
Nb – 47,0 mass % Ti	Nb – 62,8 volume % Ti	6,02
Nb – 48,0 mass % Ti	Nb – 63,7 volume % Ti	5,98
Nb – 53,5 mass % Ti	Nb – 68,6 volume % Ti	5,76
Nb – 55,0 mass % Ti	Nb – 69,9 volume % Ti	5,70
Ti	Ti	4,51
NOTE 1 The specific mass of the Nb-Ti alloy depends not only on its composition but also on other parameters: amount of cold work, impurities, phase condition, and so on. NOTE 2 Relative standard uncertainty of 0,5 %. Additional digits are provided for more precise interpolation using volume % Ti. Consider adding conversion from mass fraction to volume fraction: $f_v = (f_m/4,51)/f_m/4,51 + (1-f_m)/8,57$, where f_v is the volume fraction of Ti and f_m is the mass fraction of Ti.		

Annex C

(information)

Mechanical removal of insulating cover materials

Specimens covered with insulating material such as polyimide tape, which cannot be removed with a solvent, are outside the scope of this standard. It is likely that some errors may be caused in the measurement when the insulating material is mechanically removed.

Annex D (informative)

Second etch of specimen

It is recommended that etching be repeated to ensure the complete dissolution of copper, especially for fine filament wires. After the mass measurement of the dissolved specimen, the second etch and mass measurements are carried out according to 7.6 to 7.9. Check to ensure that the difference in mass for the two measurements is within $\pm 0,5$ %.

Annex E (informative)

Uncertainty considerations

E.1 Overview

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

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

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

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

E.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]).

E.3 Consideration of the uncertainty concept

Statistical evaluations in the past frequently used the coefficient of variation (COV) which is the ratio of the standard deviation and the mean (N.B. the COV is often called the relative standard deviation). Such evaluations have been used to assess the precision of the measurements and

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

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 the same signal conditioner and data acquisition system. The $n = 10$ data pairs are taken randomly from the spreadsheet of 32 000 cells. Here, extensometer number one (E_1) is at zero offset position whilst extensometer number two (E_2) is deflected to 1 mm. The output signals are in volts.

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

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

Table E.2 – Mean values of two output signals

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

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

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

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

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

Table E.4 – Standard uncertainties of two output signals

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

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

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

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

$$\text{COV} = \frac{s}{\bar{X}} \tag{E.4}$$

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.

E.4 Uncertainty evaluation example for TC 90 standards

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

E.5 Reference documents of Annex E

- [1] ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement* (GUM 1995)
- [2] ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms* (VIM)
- [3] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*. NIST Technical Note 1297, 1994 (Available at <<http://physics.nist.gov/Pubs/pdf.html>>)
- [4] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique *Analyst*, (1994), 119, 2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [6] [Cited 2013-02-18] Available at <http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html>
- [7] [Cited 2013-02-18] Available at <<http://www.isgmax.com/>>
- [8] CHURCHILL, E., HARRY, H.K., and COLLE, R., *Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results*. NBS Special Publication 644 (1983)

- [9] JAB NOTE Edition 1:2003, *Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing)*. (Available at <<http://www.jab.or.jp>>).

Annex F (informative)

Uncertainty evaluation in the test method of copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors

F.1 Copper dissolving method

F.1.1 Mathematical model

The copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors measured with the copper dissolving method ($R_{Cu,d}$) is formally given by Equation (F.1),

$$R_{Cu,d} = \frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}} \quad (F.1)$$

where

M_W is the mass of the specimen g;

M_{Nb-Ti} is the mass of the Nb-Ti filaments g;

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

ρ_{Nb-Ti} is the specific mass of the Nb-Ti filament g/cm³.

F.1.2 Evaluation of sensitivity coefficients

The combined standard uncertainty of the copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors with the copper dissolving method is formally given by Equation (F.2),

$$u_{RCu,d} = \sqrt{c_1^2 u_{MWc}^2 + c_2^2 u_{MNb-Ti}^2 + c_3^2 u_{\rho_{Nb-Ti}}^2 + c_4^2 u_{\rho_{Cu}}^2} \quad (F.2)$$

where

$u_{RCu,d}$ is a combined standard uncertainty of copper to superconductor volume ratio with the copper dissolving method;

u_{MWc} is a combined standard uncertainty of the specimen with the copper dissolving method;

M_W is given by 5,00 g;

u_{MNb-Ti} is a combined standard uncertainty of Nb-Ti mass with the copper dissolving method;

M_{Nb-Ti} is given by 1,00 g;

ρ_{Nb-Ti} is a specific mass of the Nb-Ti filament, given by 6,04;

c_n means the sensitivity coefficient for each variable, which is the partial differential term of the Equation (F.1),

$$c_1 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial M_W} = \frac{\rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}} = 0,676 \text{ 1/g}$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial M_{Nb-Ti}} = \frac{M_W \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti}^2 \times \rho_{Cu}} = -3,382 \text{ 1/g}$$

$$c_3 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial \rho_{Nb-Ti}} = \frac{M_W - M_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}} = -0,448 \text{ cm}^3 / \text{g}$$

$$c_4 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial \rho_{Cu}} = -\frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}^2} = -0,303 \text{ cm}^3 / \text{g}$$

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

F.1.3 Combined standard uncertainty of each variable

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

- Combined standard uncertainty of sample mass, $u_{MWc} = 0,004 \text{ g}$, which is composed of experimental standard uncertainty of M_W , $0,002 \text{ g}$ and the type B uncertainty of the balance, $0,003 \text{ g}$ ($5,00 \text{ g} \times 0,001/\sqrt{3}$).
- Combined standard uncertainty of Nb-Ti mass, $u_{MNb-TiC} = 0,0008 \text{ g}$, which is composed of experimental standard uncertainty of $0,0006 \text{ g}$ and the type B uncertainty of the balance of $0,0006 \text{ g}$.
- Standard uncertainty of a specific mass of the Nb-Ti filament, $u_{\rho_{Nb-Ti}} = 0,0070 \text{ g/cm}^3$, which is assumed by the type B uncertainty of the Nb-Ti filament with Nb barrier, $0,2 \%$.
- Standard uncertainty of the specific mass of copper, $u_{\rho_{Cu}} = 0,0052 \text{ g/cm}^3$, which is assumed by the type B uncertainty of the specific mass of copper, $0,1 \%$.
- Evaluation results of the combined standard uncertainty, $u_{RCuc,d}$

$$u_{RCuc,d} = \sqrt{c_1^2 u_{MWc}^2 + c_2^2 u_{MNb-TiC}^2 + c_3^2 u_{\rho_{Nb-Ti}}^2 + c_4^2 u_{\rho_{Cu}}^2}$$

$$= \{(0,676)^2(0,004)^2 + (-3,382)^2(0,0008)^2 + (0,448)^2(0,0070)^2 + (-0,303)^2(0,0052)^2\}^{1/2}$$

$$= 0,005$$

And the relative combined standard uncertainty, $u_{RCurc,d}$ is to be calculated by $u_{RCurc,d} = 0,005/2,7 = 0,2 \%$ at the nominal copper to superconductor volume ratio = 2,7.

F.1.4 Round robin test results of standard uncertainty of copper to superconductor volume ratio

The round robin test was carried out on a Cu/Nb-Ti composite superconductor. The specifications of the test superconductor are:

Diameter: 2,002 mm including insulating layer

Nominal Cu/Nb-Ti ratio: 5,78

Mean filament diameter: about 81 μm

The number of participating institutes was 8 in Japan and the number of determinations was 16. The average was 5,69, the experimental standard deviation was 0,009, and the relative combined standard uncertainty was 0,06 %.

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

F.2 Copper mass method

F.2.1 Mathematical model

The copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors measured with the copper mass method ($R_{Cu,m}$) is formally given by Equation (F.3),

$$R_{Cu,m} = \frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) / \rho_{Cu}}{A \times L - (M_W - M_{Nb-Ti}) / \rho_{Cu}} \quad (F.3)$$

where

- M_W is the mass of the specimen g;
- M_{Nb-Ti} is the mass of the Nb-Ti filaments g;
- ρ_{Cu} is 8,93, which is the specific mass of copper g/cm³;
- A is the cross-sectional area of the specimen cm²;
- L is the length of the specimen cm.

F.2.2 Evaluation of sensitivity coefficients

The combined standard uncertainty of the copper to superconductor volume ratio of Cu/Nb-Ti composite superconductors with the copper mass method ($u_{RCu,m}$) is formally given by Equation (F.4),

$$u_{RCu,m} = \sqrt{c_1^2 u_{MW}^2 + c_2^2 u_{MNb-Ti}^2 + c_3^2 u_A^2 + c_4^2 u_L^2 + c_5^2 u_{\rho_{Cu}}^2} \quad (F.4)$$

where

- $u_{RCu,m}$ is a combined standard uncertainty of copper to superconductor volume ratio;
- M_W is given by 6,70 g;
- u_{MW} is a combined standard uncertainty of the specimen mass;
- u_{Nb-Ti} is a combined standard uncertainty of Nb-Ti mass;
- M_{Nb-Ti} is given by 0,70 g;
- A is given by 0,03 cm²;
- L is given by 25,0 cm;

$$c_1 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial M_W} = \frac{1}{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})} + \frac{M_W - M_{Nb-Ti}}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - (M_W - M_{Nb-Ti}))\}^2} = 13,67 \text{ 1/g}$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial M_{Nb-Ti}} = \frac{1}{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})} + \frac{M_W - M_{Nb-Ti}}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - (M_W - M_{Nb-Ti}))\}^2} = -13,67 \text{ 1/g}$$

$$c_3 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial A} = \frac{-L\rho_{Cu}(M_W - M_{Nb-Ti})}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})\}^2} = -2734 \text{ 1/cm}^2$$

$$c_4 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial L} = \frac{-A\rho_{Cu}(M_W - M_{Nb-Ti})}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})\}^2} = -3,3 \text{ 1/cm}$$

$$c_5 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial \rho_{Cu}} = \frac{-A(M_W - M_{Nb-Ti})}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})\}^2} = -9,18 \text{ cm}^3/\text{g}$$

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

F.2.3 Combined standard uncertainty of each variable

The following results were obtained using the sensitivity coefficients from F.2.2.

- Combined standard uncertainty of the specimens, $u_{MWC} = 0,003$ g, which is composed of experimental standard uncertainty of M_w , 0,001 g and the type B uncertainty of the balance, 0,003 g ($5,00 \text{ g} \times 0,001/\sqrt{3}$).
- Combined standard uncertainty of the Nb-Ti mass, $u_{MNB-TiC} = 0,0006$ g, which is composed of experimental standard uncertainty of 0,0003 g and the type B uncertainty of the balance, 0,0006 g.
- Combined standard uncertainty of the cross-sectional area of the sample, $u_{Ac} = 0,00002 \text{ cm}^2$, which is composed of experimental standard uncertainty, $u_D = 0,00005 \text{ cm}$, and the type B uncertainty of the micrometer, 0,00006 cm.
- Combined standard uncertainty of the sample length, $u_{Lc} = 0,01 \text{ cm}$, which is composed of experimental standard uncertainty of 0,01 cm and the type B uncertainty of the vernier calipers, 0,0005 cm.
- The type B uncertainty of the specific mass of copper, 0,00516 g/cm³.
- Evaluation results of the combined standard uncertainty, $u_{RCuc,m}$

$$u_{RCuc,m} = \sqrt{c_1^2 u_{MWC}^2 + c_2^2 u_{MNB-TiC}^2 + c_3^2 u_{Ac}^2 + c_4^2 u_{Lc}^2 + c_5^2 u_{\rho_{Cu}}^2}$$

$$= \{(13,67)^2(0,003)^2 + (-13,67)^2(0,0006)^2 + (-2734)^2(0,00002)^2 + (-3,3)^2(0,01)^2 + (-9,18)^2(0,00516)^2\}^{1/2}$$

$$= 0,09$$

And the relative combined standard uncertainty, $u_{RCurc,m}$ is to be calculated by $u_{RCurc,m} = 0,09/6 = 1,5 \%$ at the nominal copper to superconductor volume ratio = 6.

F.2.4 Round robin test results of standard uncertainty of copper to superconductor volume ratio

The round robin test was carried out on a Cu/Nb-Ti composite superconductor. The specifications of the test superconductor are:

Diameter: 2,002 mm including insulating layer

Nominal Cu/Nb-Ti ratio: 5,78

Mean filament diameter: about 81 μm

The number of participating institutes was 8 in Japan and the number of determination was 16. The average was 5,98, the experimental standard deviation was 0,038, the combined standard uncertainty was 0,014, and the relative combined standard uncertainty was 0,2 %.

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

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	29
1 Domaine d'application	30
2 Références normatives	30
3 Termes et définitions	30
4 Principe	31
5 Produit chimiques	31
6 Appareillage	31
7 Mode opératoire de mesure	32
7.1 Quantité d'éprouvette	32
7.2 Retrait du matériau de recouvrement isolant.....	32
7.3 Nettoyage.....	32
7.4 Séchage	32
7.5 Mesure du poids de l'éprouvette et sa répétition	32
7.6 Dissolution du cuivre	33
7.7 Nettoyage et séchage des filaments de Nb-Ti.....	33
7.8 Mesure du poids de l'éprouvette dissoute et sa répétition	34
7.9 Répétition procédurale pour la seconde éprouvette	34
8 Calcul des résultats	34
9 Incertitude de la méthode d'essai	35
10 Rapport d'essai	35
10.1 Identification de l'échantillon d'essai	35
10.2 Indication du rapport volumique cuivre/supraconducteur	35
10.3 Rapport des conditions d'essai	36
Annexe A (normative) Rapport volumique cuivre/supraconducteur – Méthode de la masse de cuivre.....	37
Annexe B (informative) Masse spécifique en fonction de la fraction de Nb-Ti	39
Annexe C (information) Retrait mécanique des matériaux de recouvrement isolants	40
Annexe D (informative) Seconde attaque de l'éprouvette	41
Annexe E (informative) Considérations relatives à l'incertitude	42
Annexe F (informative) Évaluation de l'incertitude de la méthode d'essai de rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs Cu/Nb-Ti	47
Tableau B.1 – Masse spécifique de Nb-Ti	39
Tableau E.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques.....	43
Tableau E.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie	43
Tableau E.3 – Écarts types expérimentaux de deux signaux de sortie.....	44
Tableau E.4 – Incertitudes types de deux signaux de sortie	44
Tableau E.5 – Coefficient de variation de deux signaux de sortie	44

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SUPRACONDUCTIVITÉ –

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

AVANT-PROPOS

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

La Norme internationale CEI 61788-5 a été établie par le comité d'études 90 de la CEI: Supraconductivité.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 2000, dont elle constitue une révision technique. Les principales révisions sont l'ajout de deux nouvelles annexes, «Considérations relatives à l'incertitude» (Annexe E) et «Évaluation de l'incertitude de la méthode d'essai du rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs Cu/Nb-Ti» (Annexe F).

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
90/321/FDIS	90/324/RVD

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

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

Une liste de toutes les parties de la série CEI 61788, publiée sous le titre général *Supraconductivité*, figure sur le site web de la CEI.

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

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

INTRODUCTION

Le rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs est utilisé principalement pour calculer la densité de courant critique des fils supraconducteurs. L'essai effectué avec la méthode donnée dans la présente Norme internationale peut être utilisé pour fournir une partie des informations nécessaires pour déterminer la pertinence d'un supraconducteur spécifique. De plus, cette méthode est utile pour le contrôle qualité, l'essai d'acceptation ou de recherche si les précautions données dans cette norme sont observées.

La méthode d'essai donnée dans cette Norme internationale est fondée sur la connaissance de la masse spécifique de Nb-Ti ou de la fraction d'alliage Nb-Ti et on peut utiliser l'Annexe B pour estimer la masse spécifique. Si la masse spécifique de Nb-Ti est inconnue et si la fraction d'alliage Nb-Ti est inconnue et/ou si la fraction de barrière de Nb est inconnue, une autre méthode est décrite à l'Annexe A permettant de déterminer le rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs.

SUPRACONDUCTIVITÉ –

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

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61788 spécifie une méthode d'essai pour déterminer le rapport volumique cuivre/supraconducteur de fils en composite supraconducteur Cu/Nb-Ti.

Cette méthode d'essai et l'autre méthode de l'Annexe A sont destinées à être utilisées avec des fils en composite supraconducteur Cu/Nb-Ti ayant une section de 0,1 mm² à 3 mm², un diamètre du ou des filaments de Nb-Ti de 2 µm à 200 µm et un rapport volumique cuivre/supraconducteur supérieur ou égal à 0,5.

Le conducteur d'essai composite Cu/Nb-Ti présenté dans cette méthode possède une structure monolithique avec une section ronde ou rectangulaire. Cette méthode d'essai est réalisée en dissolvant le cuivre dans de l'acide nitrique. Les écarts par rapport à cette méthode d'essai qui sont admis pour les essais périodiques et les autres restrictions spécifiques sont mentionnés dans la présente norme.

Les fils en composite supraconducteur Cu/Nb-Ti dépassant les limites de la section, du diamètre de filament et du rapport volumique cuivre/supraconducteur peuvent être mesurés avec la présente méthode au moyen d'une réduction d'incertitude anticipée. D'autres géométries d'éprouvettes plus spécialisées peuvent être plus appropriées à des conducteurs dépassant les limites et ont été omises de la présente norme pour la simplifier et pour conserver une faible incertitude.

On s'attend à appliquer la méthode d'essai donnée dans cette norme à d'autres fils en composite supraconducteur après y avoir apporté certaines modifications appropriées.

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 60050-815 (toutes les parties), *Vocabulaire électrotechnique international* (disponible à <http://www.electropedia.org>)

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les définitions données dans la CEI 60050-815, ainsi que la définition suivante s'appliquent.

3.1

rapport volumique cuivre/supraconducteur

rapport entre le volume du matériau de stabilisation de cuivre et le volume sans cuivre constitué de filaments de Nb-Ti et leurs barrières de Nb

4 Principe

Cette méthode d'essai utilise la nature du fil supraconducteur composite Cu/Nb-Ti telle que le cuivre se dissout dans une solution d'acide nitrique mais pas les filaments de Nb-Ti ni les barrières de Nb.

Après avoir mesuré son poids, tremper l'éprouvette dans la solution d'acide nitrique pour dissoudre uniquement le cuivre.

Mesurer ensuite le poids des filaments de Nb-Ti restants et de leurs barrières de Nb.

Le volume et le poids du fil d'amorçage et le poids des filaments sont utilisés pour déterminer le rapport volumique cuivre/supraconducteur.

5 Produit chimiques

Les produits chimiques suivants doivent être préparés pour la préparation de l'échantillon:

- a) solution d'acide nitrique constituée d'acide nitrique (fraction volumique de 50 % à 65 % recommandée) et d'eau distillée;
- b) solvant organique;
- c) solvant dégraissant;
- d) alcool éthylique;
- e) eau distillée (pure).

NOTE Lorsqu'on utilise de l'acide nitrique d'une fraction massique supérieure à 65 %, l'acide est dilué dans de l'eau distillée dans les limites de la teneur indiquée ci-dessus.

6 Appareillage

L'appareillage suivant doit être préparé.

- Chambre de tirage
- Balance

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

- Séchoir ou four de séchage

Un séchoir ou un four de séchage doit être utilisé pour évaporer l'humidité après lavage de l'éprouvette.

- Bécher
- Verre de montre
- Pincettes en plastique
- Papiers filtre
- Thermomètre
- Gants de caoutchouc et lunettes de protection

Des gants de caoutchouc et des lunettes de protection doivent être utilisés pour protéger le corps humain des liquides ou vapeurs acides dangereux. La dissolution de l'éprouvette doit être réalisée dans une chambre de tirage afin de protéger le corps humain.

7 Mode opératoire de mesure

7.1 Quantité d'éprouvette

Prélever une éprouvette d'un poids d'environ 1 g à 10 g du matériau d'essai de base.

7.2 Retrait du matériau de recouvrement isolant

Un solvant organique approprié n'attaquant pas le cuivre doit être utilisé pour retirer tout matériau de recouvrement isolant de l'éprouvette. On doit enfin contrôler visuellement qu'il ne reste plus de matériau de recouvrement isolant.

Si aucun solvant organique ne peut enlever le matériau de recouvrement isolant, le retrait mécanique présenté à l'Annexe C constitue une alternative.

7.3 Nettoyage

Un dégraissant doit être utilisé pour enlever les traces d'huile et/ou de graisse de l'éprouvette dont le matériau de recouvrement a été enlevé. Elle doit ensuite être nettoyée à l'eau pure. L'éprouvette dégraissée doit finalement être trempée dans de l'alcool éthylique pour remplacer l'eau. Un nettoyage n'utilisant pas d'alcool éthylique constitue une alternative, en utilisant le processus de séchage décrit en 7.4.

7.4 Séchage

L'éprouvette propre doit être disposée sur un verre de montre et entièrement séchée dans un séchoir ou un four de séchage à une température de 60 °C maximum, le temps de maintien étant supérieur à 0,5 h. Lorsque le nettoyage de l'éprouvette est effectué sans alcool éthylique, l'éprouvette doit être entièrement séchée dans un séchoir ou un four de séchage à une température de 100 °C, le temps de maintien étant supérieur à 0,5 h.

7.5 Mesure du poids de l'éprouvette et sa répétition

Lorsque l'éprouvette est refroidie jusqu'à 35 °C ou moins, son poids doit être mesuré sur une feuille de papier de pesée, en utilisant une balance dont l'incertitude spécifiée par le fabricant est inférieure ou égale à $\pm 0,1$ mg.

Après avoir terminé cette mesure de poids (première mesure), enlever l'éprouvette de la balance.

Pour s'assurer que l'éprouvette a été entièrement séchée, le poids de l'éprouvette doit être mesuré à nouveau environ 10 min après la première mesure (seconde mesure).

La différence de poids entre la première et la seconde mesure doit être à $\pm 0,5$ %. Si cette différence est à $\pm 0,5$ %, on doit prendre la moyenne des deux mesures comme poids de l'éprouvette.

Si la différence de poids est supérieure à $\pm 0,5$ %, le nettoyage de l'éprouvette avec de l'alcool éthylique et le séchage de l'éprouvette doivent être répétés comme décrit en 7.3, 7.4, 7.5 et 7.6 jusqu'à ce que la différence de poids entre les deux mesures soit à $\pm 0,5$ %.

Dès que cette partie de la méthode a été qualifiée par une répétition réussie, la seconde mesure de poids peut être omise lors des mesures suivantes. Toutefois, une requalification périodique doit être effectuée tous les six mois ou après des changements de matériel ou de personnel.

7.6 Dissolution du cuivre

Le cuivre doit être dissous de l'éprouvette de la manière suivante.

Placer approximativement 150 ml de la solution d'acide nitrique dans un bécher de 300 ml. Nouer l'éprouvette pour faciliter le maintien de tous les filaments à la fin de l'attaque. Dans la chambre de tirage, en maintenant la température de la solution d'acide nitrique comprise entre 20 °C et 50 °C, la totalité de l'éprouvette doit être trempée dans la solution d'acide nitrique pendant 30 min à 1 h pour dissoudre complètement le cuivre de l'éprouvette. On doit contrôler visuellement que le cuivre a été entièrement dissous. Pour des fils avec des filaments inférieurs à 10 µm, la seconde attaque conformément à l'Annexe D est recommandée pour assurer une dissolution complète du cuivre.

Noter que l'on doit utiliser une nouvelle solution d'acide nitrique pour chaque éprouvette attaquée.

Lorsque du cuivre est dissous dans la solution d'acide nitrique, du gaz de nitrite est généré. Puisque l'acide nitrique et le gaz de nitrite sont dangereux pour le corps humain, utiliser toutes les précautions de sécurité lors de la manipulation des acides, par exemple en portant des vêtements de protection et en effectuant le travail de dissolution du cuivre dans la chambre de tirage. De plus, les vapeurs générées pendant le stockage et l'utilisation sont dangereuses. On doit suivre les précautions normales de sécurité pour le stockage, l'utilisation et l'élimination des acides.

Utiliser des gants de caoutchouc, des lunettes de protection et une paire de pinces en plastique pendant le traitement de la solution d'acide nitrique.

NOTE La température de la solution d'acide nitrique spécifiée ici est la température avant d'y avoir trempé l'éprouvette. La température peut monter jusqu'à plus de 50 °C pendant la dissolution du cuivre.

Lors du mélange de la solution, toujours ajouter l'acide nitrique à l'eau.

7.7 Nettoyage et séchage des filaments de Nb-Ti

Le nettoyage et le séchage des filaments de Nb-Ti doivent être effectués de la manière suivante.

De l'acide doit être versé soigneusement du bécher dans un réservoir d'évacuation en plastique, en maintenant l'éprouvette dans le bécher de manière à ne perdre aucun filament brisé. Le bécher doit être à nouveau rempli avec de l'eau distillée pour le rincer. L'eau doit être soigneusement versée du bécher. Le bécher doit maintenant être à nouveau rempli, cette fois avec de l'alcool éthylique, pour remplacer toute l'eau restante. Pour sécher entièrement tous les filaments, l'éprouvette doit alors être disposée, à l'aide de pinces en plastique, sur une feuille de papier filtre avec tous les filaments rompus ou perdus. Ils doivent ensuite être placés dans un séchoir ou un four de séchage (voir 7.4).

Si l'on remarque une tache verte sur le papier filtre, il reste alors de l'acide sur les filaments. Cet acide doit être éliminé par un nouveau rinçage dans l'alcool.

Un nettoyage n'utilisant pas d'alcool éthylique constitue une alternative, en utilisant le processus de séchage décrit en 7.4.

S'il y a un trop grand nombre de filaments brisés, ces procédures doivent être répétées en repartant du début sur une nouvelle éprouvette.

Les filaments de Nb-Ti d'un diamètre d'environ 10 µm ou moins peuvent être combustibles lorsqu'ils sont retirés de l'acide et exposés à l'air après avoir enlevé la matrice. Les sources d'inflammation (ce qui inclut une flamme, de la chaleur, une étincelle et une décharge électrostatique) sont évitées. De plus, on doit utiliser des pinces pour manipuler les filaments

attaqués et elles ne doivent venir en contact avec aucune partie du corps. Les précautions normales de sécurité relatives aux dangers de la combustion des métaux doivent être suivies.

7.8 Mesure du poids de l'éprouvette dissoute et sa répétition

Lorsque l'éprouvette est refroidie jusqu'à 35 °C ou moins, en utilisant une balance dont l'incertitude spécifiée par le fabricant est inférieure ou égale à $\pm 0,1$ mg, l'éprouvette doit être pesée comme en 7.5. Une feuille de papier de pesée doit être utilisée pour la mesure pour éviter de perdre des filaments brisés (première mesure).

Après avoir terminé la mesure de poids décrite en 7.5, les filaments de Nb-Ti doivent être enlevés de la balance. Pour savoir si les filaments Nb-Ti sont entièrement secs, les filaments de Nb-Ti doivent être pesés à nouveau environ 10 min après la première mesure (seconde mesure).

La différence de poids doit être à $\pm 0,5$ % entre cette seconde mesure et la première mesure. Si la différence de poids est à $\pm 0,5$ % entre les deux mesures, on doit prendre la moyenne des poids des deux mesures comme poids des filaments.

Si la différence de poids entre les deux mesures est supérieure à $\pm 0,5$ %, seul le nettoyage avec de l'alcool éthylique et le séchage doivent être répétés comme décrit à l'étape procédurale du 7.7, et les étapes procédurales doivent ensuite être répétées dans l'étape procédurale du 7.5. Effectuer ensuite une nouvelle vérification pour s'assurer que la différence de poids des deux mesures est à $\pm 0,5$ %.

Dès que cette partie de la méthode a été qualifiée par une répétition réussie, la seconde mesure de poids peut être omise lors des mesures suivantes. Toutefois, une requalification périodique doit être effectuée tous les six mois ou après des changements de matériel ou de personnel.

7.9 Répétition procédurale pour la seconde éprouvette

Les étapes procédurales du 7.1 au 7.8 doivent être répétées sur la seconde éprouvette.

Dès que la méthode a été qualifiée par une répétition réussie, les mesures répétées sur une seconde éprouvette peuvent être omises lors des mesures suivantes. Toutefois, une requalification périodique doit être effectuée tous les six mois ou après des changements de matériel ou de personnel.

8 Calcul des résultats

Pour chaque mesure, le rapport volumique cuivre/supraconducteur doit être obtenu à deux décimales près dans l'équation suivante, en effectuant un arrondi à deux décimales près.

Si l'on mesure deux éprouvettes, on doit prendre la moyenne des deux rapports comme rapport volumique cuivre/supraconducteur.

Le rapport volumique cuivre/supraconducteur s'exprime par $\frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}}$,

où

M_W est le poids de l'éprouvette en g;

M_{Nb-Ti} est le poids des filaments de Nb-Ti en g;

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

ρ_{Nb-Ti} est la masse spécifique du filament de Nb-Ti, en g/cm³.

La masse spécifique de l'alliage Nb-Ti peut être obtenue par interpolation des valeurs données à l'Annexe B si elle n'est pas fournie par le fabricant du fil.

NOTE Si l'on utilise une barrière par exemple en Nb, celle-ci est incluse dans le poids du filament de Nb-Ti en calculant la masse spécifique effective du filament tenant compte de la fraction de la barrière de Nb.

9 Incertitude de la méthode d'essai

L'avantage de la méthode est que le rapport volumique cuivre/supraconducteur peut être obtenu uniquement d'après les poids de l'éprouvette et des filaments de Nb-Ti. Puisque les poids peuvent être mesurés relativement précisément, les poids peuvent être déterminés avec une incertitude type composée relative de moins de 0,05 %, même pour une éprouvette ayant un poids de 1 g et un rapport volumique cuivre/supraconducteur de 10.

L'incertitude dépend également de la masse spécifique de Nb-Ti. La première option doit consister à utiliser la valeur de la masse spécifique de Nb-Ti donnée par le fabricant du fil, car elle ne dépend pas uniquement de la composition de l'alliage (voir NOTE 1 à l'Annexe B). Sinon, la valeur de la masse spécifique de l'alliage Nb-Ti doit être déterminée avec une incertitude type relative de 0,5 % par interpolation des valeurs énumérées à l'Annexe B.

Si l'on utilise une barrière par exemple en Nb, celle-ci doit être incluse dans le poids du filament de Nb-Ti en calculant la masse spécifique effective du filament tenant compte de la fraction de la barrière de Nb pour conserver une faible incertitude.

Si la masse spécifique de Nb-Ti est inconnue et que la fraction d'alliage Nb-Ti est inconnue et/ou que la fraction de la barrière de Nb est inconnue, utiliser alors la méthode de l'Annexe A.

L'incertitude type composée relative cible de cette méthode d'essai ne doit pas dépasser 2 % (en utilisant un facteur de recouvrement $k = 1$), ce qui est confirmé dans l'incertitude type composée relative de 0,06 % pour la méthode de dissolution du cuivre et 0,2 % pour la méthode de la masse de cuivre conformément à des essais interlaboratoires réalisés pour élaborer la présente norme, comme indiqué à l'Annexe F.

10 Rapport d'essai

10.1 Identification de l'échantillon d'essai

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

- a) nom du fabricant de l'éprouvette;
- b) numéro d'identification;
- c) numéro de billette;
- d) composition du matériau brut;
- e) forme et section du fil, nombre de filaments, diamètre des filaments et barrière de Nb.

10.2 Indication du rapport volumique cuivre/supraconducteur

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) rapport volumique cuivre/supraconducteur de chaque éprouvette;
- b) valeur de la masse spécifique de Nb-Ti utilisé;
- c) méthode de retrait de l'isolant de l'éprouvette s'il y a lieu.

10.3 Rapport des conditions d'essai

Les conditions d'essai suivantes doivent être consignées:

- a) température ambiante;
- b) température de l'acide nitrique au début;
- c) durée d'immersion dans l'acide nitrique;
- d) durée du séchage.

Annexe A **(normative)**

Rapport volumique cuivre/supraconducteur – Méthode de la masse de cuivre

A.1 Généralités

Si la masse spécifique de Nb-Ti est inconnue et que la fraction d'alliage Nb-Ti est inconnue et/ou que la fraction de la barrière de Nb est inconnue, on doit alors mesurer le rapport volumique cuivre/supraconducteur de la manière suivante. Les Articles 1 à 6 s'appliquent également à cette annexe.

A.2 Quantité d'éprouvette

Une éprouvette d'une longueur d'environ 50 cm et dont le poids ne dépasse pas 10 g doit être prélevée du matériau d'essai de base.

A.3 Retrait de l'isolant, nettoyage et séchage

Se référer aux paragraphes 7.2 à 7.4.

A.4 Mesure de la longueur de l'éprouvette

La longueur (L), en centimètres de l'éprouvette doit être mesurée avec une incertitude type composée relative ne dépassant pas 0,1 %.

A.5 Mesure du diamètre de l'éprouvette

Le diamètre (s'il s'agit d'un fil rond) ou les deux faces (s'il s'agit d'un fil rectangulaire) de l'éprouvette doivent être mesurés pour la mesure de la section en cinq points, sur sa longueur, avec une incertitude type composée ne dépassant pas 0,5 μm . La section moyenne (A), en centimètres carrés doit ensuite être calculée d'après les valeurs obtenues aux cinq points.

A.6 Mesure du poids de l'éprouvette

Le poids (M_W), en grammes de l'éprouvette doit être mesuré sur une balance avec une incertitude spécifiée par le fabricant de $\pm 0,1$ mg ou mieux.

A.7 Dissolution du cuivre et mesure du poids d'éprouvette dissoute

Le cuivre doit être mesuré de la même manière qu'en 7.6 et le nettoyage et le séchage de l'éprouvette dissoute doivent être réalisés de la même manière qu'en 7.7.

Le poids ($M_{\text{Nb-Ti}}$), en grammes des filaments doit être déterminé de la même manière qu'en 7.8 de la méthode principale.

A.8 Répétition procédurale pour la seconde éprouvette

Les étapes procédurales du A.1 au A.6 doivent être répétées sur la seconde éprouvette. Dès que la méthode a été qualifiée par une répétition réussie, les mesures répétées sur la seconde éprouvette peuvent être omises lors des mesures suivantes. Toutefois, une requalification périodique doit être effectuée tous les six mois ou après des changements de matériel ou de personnel.

A.9 Calcul

En supposant une masse spécifique du cuivre (ρ_{Cu}) de 8,93 g/cm³, le rapport volumique cuivre/supraconducteurs des fils en composite supraconducteur Cu/Nb-Ti avec la méthode de la masse de cuivre, ($R_{\text{Cu,m}}$) doit être obtenu en utilisant l'équation suivante.

$$R_{\text{Cu,m}} = \frac{(M_W - M_{\text{Nb-Ti}}) / \rho_{\text{Cu}}}{A \times L - (M_W - M_{\text{Nb-Ti}}) / \rho_{\text{Cu}}} \quad (\text{A.1})$$

NOTE 1 Des erreurs importantes peuvent exister pour la mesure d'un fil mince rond et d'un fil mince rectangulaire. On effectue donc la mesure de ces fils avec soin.

NOTE 2 Pour un fil rectangulaire, la section (A), en centimètres carrés est corrigée en fonction du rayon aux coins de la section, qui est indiqué dans les spécifications fournies par les fabricants. Dans le cas d'un fil rectangulaire, l'incertitude de la méthode de l'Annexe A empire si l'on ne tient pas compte d'une correction en fonction du rayon aux coins.

Annexe B (informative)

Masse spécifique en fonction de la fraction de Nb-Ti

La masse spécifique en fonction de la fraction de Nb-Ti est résumée dans le Tableau B.1.

Tableau B.1 – Masse spécifique de Nb-Ti

Fraction de Nb-Ti —poids %—	Fraction de Nb-Ti —volume %—	Masse spécifique g/cm ³
Nb	Nb	8,57
Nb – 43,2 % en poids de Ti	Nb – 59,1 % en volume de Ti	6,16
Nb – 45,0 % en poids de Ti	Nb – 60,9 % en volume de Ti	6,09
Nb – 46,5 % en poids de Ti	Nb – 62,3 % en volume de Ti	6,04
Nb – 47,0 % en poids de Ti	Nb – 62,8 % en volume de Ti	6,02
Nb – 48,0 % en poids de Ti	Nb – 63,7 % en volume de Ti	5,98
Nb – 53,5 % en poids de Ti	Nb – 68,6 % en volume de Ti	5,76
Nb – 55,0 % en poids de Ti	Nb – 69,9 % en volume de Ti	5,70
Ti	Ti	4,51
NOTE 1 La masse spécifique de l'alliage Nb-Ti dépend non seulement de sa composition mais également d'autres paramètres: quantité de travail à froid, impuretés, condition de phase et ainsi de suite. NOTE 2 Incertitude type relative de 0,5 %. Des chiffres supplémentaires sont fournis pour obtenir une interpolation plus précise en utilisant le pourcentage en volume de Ti. On considère l'ajout de la conversion de fraction massique en fraction volumique: $f_v = (f_m/4,51)/f_m/4,51 + (1-f_m)/8,57$, où f_v est le volume de Ti et f_m est la fraction massique de Ti.		

Annexe C (information)

Retrait mécanique des matériaux de recouvrement isolants

Les éprouvettes recouvertes d'un matériau isolant tel qu'une bande de polyimide, ne pouvant pas être éliminé avec un solvant, ne font pas partie du domaine d'application de la présente norme. Il est probable que des erreurs apparaissent dans la mesure lorsque le matériau isolant est enlevé mécaniquement.

Annexe D (informative)

Seconde attaque de l'éprouvette

Il est recommandé de répéter l'attaque pour s'assurer de la dissolution complète du cuivre, en particulier pour les fils à filaments minces. Après la mesure de poids de l'éprouvette dissoute, la deuxième attaque et les mesures de poids sont effectuées conformément à 7.6 à 7.9. S'assurer que la différence de poids des deux mesures est à $\pm 0,5$ %.

Annexe E (informative)

Considérations relatives à l'incertitude

E.1 Vue d'ensemble

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

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

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

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

E.2 Définitions

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

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

E.3 Considérations relatives au concept d'incertitude

Précédemment, les évaluations statistiques utilisaient fréquemment 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). On utilisait ces évaluations pour estimer la précision des mesures et fournir l'étroitesse des essais répétés. L'incertitude type (SU) dépend davantage du nombre d'essais répétés et moins de la moyenne que le COV et, en conséquence, elle fournit dans certains cas une image plus réaliste de la dispersion des données et de l'estimation de l'essai. L'exemple ci-dessous représente un ensemble de mesures électroniques de dérive et de tension de fluage de deux extensomètres nominalement identiques utilisant le même dispositif de conditionnement de signal et le même système d'acquisition de données. Les $n = 10$ paires de données sont prélevées de manière aléatoire sur la feuille de calcul de 32 000 cellules. Ici, l'extensomètre numéro un (E_1) est dans la position de décalage nul, tandis que l'extensomètre numéro deux (E_2) est dévié de 1 mm. Les signaux de sortie sont en volts.

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

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

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

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

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

Tableau E.3 – Écart type expérimental de deux signaux de sortie

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

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

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

Incertitude type (u) V	
E_1	E_2
0,000 095 97	0,000 067 48

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

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

Coefficient de Variation (COV) %	
E_1	E_2
25,4982	0,0091

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

L'incertitude type est très semblable pour les déviations des deux extensomètres. 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.

E.4 Exemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du Comité d'Études 90

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

Type B (expériences antérieures, données documentées, informations du fabricant, etc., souvent fournies sous la forme de distributions rectangulaires).

Le calcul d'incertitude utilisant le mode opératoire du GUM (Guide de l'expression pour l'incertitude de mesure) 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 quantités d'entrée. Un exemple simple d'un tel modèle est donné pour l'incertitude d'une mesure de force, F_{LC} utilisant une cellule d'effort:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

E.5 Documents de référence de l'Annexe E

- [1] Guide ISO/CEI 98-3:2008, *Incertitude de mesure – Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* (GUM 1995)
- [2] Guide ISO/CEI 99:2007, *Vocabulaire international de la métrologie – Concepts de base et généraux et termes associés* (VIM)
- [3] [3] TAYLOR, B.N. and KUYATT, C.E. *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*. NIST Technical Note 1297, 1994 (Disponible à <<http://physics.nist.gov/Pubs/pdf.html>>)
- [4] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique *Analyst*, (1994), 119, 2161-2166
- [5] EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Second edition:2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
- [6] [Cité 2013-02-18] Disponible à <http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html>
- [7] [Cité 2013-02-18] Disponible à <<http://www.isgmax.com/>>
- [8] CHURCHILL, E., HARRY, H.K., and COLLE, R., *Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results*. NBS Special Publication 644 (1983)
- [9] JAB NOTE Edition 1:2003, *Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing / High Power Testing)*. (Disponible à <<http://www.jab.or.jp>>)

Annexe F (informative)

Évaluation de l'incertitude de la méthode d'essai de rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs Cu/Nb-Ti

F.1 Méthode de dissolution du cuivre

F.1.1 Modèle mathématique

Le rapport volumique cuivre/supraconducteur des fils en composite supraconducteur Cu/Nb-Ti mesuré avec la méthode de dissolution du cuivre ($R_{Cu,d}$) est donné formellement par l'Équation (F.1),

$$R_{Cu,d} = \frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}} \quad (F.1)$$

où

M_W est le poids de l'éprouvette en g;

M_{Nb-Ti} est le poids des filaments de Nb-Ti en g;

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

ρ_{Nb-Ti} est la masse spécifique du filament de Nb-Ti, en g/cm³.

F.1.2 Évaluation des coefficients de sensibilité

L'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/supraconducteur des fils en composite supraconducteur Cu/Nb-Ti avec la méthode de dissolution du cuivre est donnée formellement par l'Équation (F.2),

$$u_{RCu,d} = \sqrt{c_1^2 u_{MWc}^2 + c_2^2 u_{MNb-Ti}^2 + c_3^2 u_{\rho_{Nb-Ti}}^2 + c_4^2 u_{\rho_{Cu}}^2} \quad (F.2)$$

où

$u_{RCu,d}$ est l'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/supraconducteur avec la méthode de dissolution du cuivre;

u_{MWc} est l'incertitude type composée de l'éprouvette avec la méthode de dissolution du cuivre;

M_W est donné par 5,00 g;

u_{MNb-Ti} est l'incertitude type composée du poids de Nb-Ti avec la méthode de dissolution du cuivre;

M_{Nb-Ti} est donné par 1,00 g;

ρ_{Nb-Ti} est la masse spécifique du filament de Nb-Ti, donnée par 6,04;

c_n est le coefficient de sensibilité de chaque variable, qui est le terme différentiel partiel de l'Équation (F.1),

$$c_1 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial M_W} = \frac{\rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}} = 0,676 \text{ 1/g}$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial M_{Nb-Ti}} = \frac{M_W \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti}^2 \times \rho_{Cu}} = -3,382 \text{ 1/g}$$

$$c_3 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial \rho_{Nb-Ti}} = \frac{M_W - M_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}} = -0,448 \text{ cm}^3 / \text{g}$$

$$c_4 = \frac{\partial R_{Cu,d}}{\partial \rho_{Cu}} = -\frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) \times \rho_{Nb-Ti}}{M_{Nb-Ti} \times \rho_{Cu}^2} = -0,303 \text{ cm}^3 / \text{g}$$

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

F.1.3 Incertitude type composée de chaque variable

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

- Incertitude type composée d'un poids d'échantillon, $u_{MWc} = 0,004 \text{ g}$, qui est constituée d'une incertitude type expérimentale de M_W , $0,002 \text{ g}$ et de l'incertitude de Type B de la balance, $0,003 \text{ g}$ ($5,00 \text{ g} \times 0,001/\sqrt{3}$).
- Incertitude type composée d'un poids de Nb-Ti, $u_{MNB-TiC} = 0,0008 \text{ g}$, qui est constituée d'une incertitude type expérimentale de $0,0006 \text{ g}$ et de l'incertitude de Type B de la balance de $0,0006 \text{ g}$.
- Incertitude type d'une masse spécifique du filament de Nb-Ti, $u_{\rho_{Nb-Ti}} = 0,0070 \text{ g/cm}^3$, prise par l'incertitude de Type B du filament de Nb-Ti avec barrière de Nb, $0,2 \%$.
- Incertitude type de la masse spécifique du cuivre, $u_{\rho_{Cu}} = 0,0052 \text{ g/cm}^3$, prise par l'incertitude de Type B de la masse spécifique de cuivre, $0,1 \%$.
- Résultats d'évaluation de l'incertitude type composée, $u_{RCu,d}$

$$u_{RCu,d} = \sqrt{c_1^2 u_{MWc}^2 + c_2^2 u_{MNB-TiC}^2 + c_3^2 u_{\rho_{Nb-Ti}}^2 + c_4^2 u_{\rho_{Cu}}^2}$$

$$= \{(0,676)^2(0,004)^2 + (-3,382)^2(0,0008)^2 + (0,448)^2(0,0070)^2 + (-0,303)^2(0,0052)^2\}^{1/2}$$

$$= 0,005$$

D'autre part, l'incertitude type composée relative, $u_{RCu,d}$ doit être calculée par $u_{RCu,d} = 0,005/2,7 = 0,2 \%$ pour le rapport volumique nominal cuivre/supraconducteur = $2,7$.

F.1.4 Résultats d'essai interlaboratoires de l'incertitude type du rapport volumique cuivre/supraconducteur

L'essai interlaboratoires a été réalisé sur un supraconducteur composite Cu/Nb-Ti. Les caractéristiques du supraconducteur d'essai sont les suivantes:

Diamètre: $2,002 \text{ mm}$ couche d'isolation comprise

Rapport Cu/Nb-Ti nominal: $5,78$

Diamètre moyen de filament: environ $81 \text{ }\mu\text{m}$

Le nombre d'établissements participants était de 8 au Japon et le nombre de déterminations était de 16. La moyenne était de $5,69$, l'écart type expérimental était de $0,009$ et l'incertitude type composée relative était de $0,06 \%$.

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

F.2 Méthode de la masse de cuivre

F.2.1 Modèle mathématique

Le rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs Cu/Nb-Ti mesuré avec la méthode de la masse de cuivre ($R_{Cu,m}$) est donné formellement par l'Équation (F.3),

$$R_{Cu,m} = \frac{(M_W - M_{Nb-Ti}) / \rho_{Cu}}{A \times L - (M_W - M_{Nb-Ti}) / \rho_{Cu}} \quad (F.3)$$

où

M_W est le poids de l'éprouvette en g;

M_{Nb-Ti} est le poids des filaments de Nb-Ti en g;

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

A est la section de l'éprouvette en cm²;

L est la longueur de l'éprouvette en cm.

F.2.2 Évaluation des coefficients de sensibilité

L'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/supraconducteur des composites supraconducteurs Cu/Nb-Ti avec la méthode de la masse de cuivre ($u_{RCuc,m}$) est donnée formellement par l'Équation (F.4),

$$u_{RCuc,m} = \sqrt{c_1^2 u_{MWc}^2 + c_2^2 u_{MNb-Ti}^2 + c_3^2 u_{Ac}^2 + c_4^2 u_{Lc}^2 + c_5^2 u_{\rho_{Cu}}^2} \quad (F.4)$$

où

$u_{RCuc,m}$ est l'incertitude type composée du rapport volumique cuivre/supraconducteur;

M_W est donné par 6,70 g;

u_{MWc} est l'incertitude type composée du poids de l'éprouvette;

u_{Nb-Ti} est l'incertitude type composée du poids de Nb-Ti;

M_{Nb-Ti} est donné par 0,70 g;

A est donné par 0,03 cm²;

L est donné par 25,0 cm;

$$c_1 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial M_W} = \frac{1}{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})} + \frac{M_W - M_{Nb-Ti}}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - (M_W - M_{Nb-Ti}))\}^2} = 13,67 \text{ 1/g}$$

$$c_2 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial M_{Nb-Ti}} = \frac{1}{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})} + \frac{M_W - M_{Nb-Ti}}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - (M_W - M_{Nb-Ti}))\}^2} = -13,67 \text{ 1/g}$$

$$c_3 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial A} = \frac{-L\rho_{Cu}(M_W - M_{Nb-Ti})}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})\}^2} = -2734 \text{ 1/cm}^2$$

$$c_4 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial L} = \frac{-A\rho_{Cu}(M_W - M_{Nb-Ti})}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})\}^2} = -3,3 \text{ 1/cm}$$

$$c_5 = \frac{\partial R_{Cu,m}}{\partial \rho_{Cu}} = \frac{-A(M_W - M_{Nb-Ti})}{\{AL\rho_{Cu} - (M_W - M_{Nb-Ti})\}^2} = -9,18 \text{ cm}^3/\text{g}$$

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

F.2.3 Incertitude type composée de chaque variable

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

- Incertitude type composée des éprouvettes, $u_{MWC} = 0,003$ g, qui est constituée d'une incertitude type expérimentale de M_w , 0,001 g et de l'incertitude de Type B de la balance, 0,003 g ($5,00 \text{ g} \times 0,001/$).
- Incertitude type composée d'un poids de Nb-Ti, $u_{MNB-TiC} = 0,0006$ g, qui est constituée d'une incertitude type expérimentale de 0,0003 g et de l'incertitude de Type B de la balance de 0,0006 g.
- Incertitude type composée de la section de l'échantillon, $u_{Ac} = 0,00002 \text{ cm}^2$, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale, $u_D = 0,00005 \text{ cm}$, et de l'incertitude de Type B du micromètre, 0,00006 cm.
- Incertitude type composée de la longueur de l'échantillon, $u_{Lc} = 0,01 \text{ cm}$, qui est constituée de l'incertitude type expérimentale de 0,01 cm et de l'incertitude de Type B des pieds à coulisse, 0,0005 cm.
- Incertitude de type B de la masse spécifique du cuivre, 0,00516 g/cm³.
- Résultats d'évaluation de l'incertitude type composée, $u_{RCu,m}$

$$u_{RCu,m} = \sqrt{c_1^2 u_{MWC}^2 + c_2^2 u_{MNB-TiC}^2 + c_3^2 u_{Ac}^2 + c_4^2 u_{Lc}^2 + c_5^2 u_{\rho_{Cu}}^2}$$

$$= \{(13,67)^2(0,003)^2 + (-13,67)^2(0,0006)^2 + (-2734)^2(0,00002)^2 + (-3,3)^2(0,01)^2 + (-9,18)^2(0,00516)^2\}^{1/2}$$

$$= 0,09$$

D'autre part, l'incertitude type composée relative, $u_{RCurc,m}$ doit être calculée par $u_{RCurc,m} = 0,009/6 = 1,5 \%$ pour le rapport volumique nominal cuivre/supraconducteur = 6.

F.2.4 Résultats d'essai interlaboratoires de l'incertitude type du rapport volumique cuivre/supraconducteur

L'essai interlaboratoires a été réalisé sur un supraconducteur composite Cu/Nb-Ti. Les spécifications du supraconducteur d'essai sont:

Diamètre: 2,002 mm couche d'isolation comprise

Rapport Cu/Nb-Ti nominal: 5,78

Diamètre moyen de filament: environ 81 µm

Le nombre d'établissements participants était de 8 au Japon et le nombre de déterminations était de 16. La moyenne était de 5,98, l'écart type expérimental était de 0,038, l'incertitude type composée était de 0,014, et l'incertitude type composée relative était de 0,2 %.

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

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