

中国国际热核聚变实验堆计划采购包专项标准

HJB 1003—2017

铌三锡复合超导体剩余电阻比的测定

Measurement of residual resistance ratio for Nb₃Sn composite superconductors

2017 - 01 - 23 发布

2017 - 02 - 23 实施

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 要求	1
5 装置	1
6 样品准备	2
7 数据采集	2
8 测试方法的不确定度	3
9 测试报告	3
附录 A（资料性附录） Nb ₃ Sn 超导线 RRR 测试方法的不确定度评定	5

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国国际核聚变能源计划执行中心提出并归口。

本标准起草单位：中国科学院等离子体物理研究所。

本标准主要起草人：武玉、龙凤、刘方、刘勃、秦经刚、刘华军、雷雷。

铌三锡复合超导体剩余电阻比的测定

1 范围

本标准规定了Nb₃Sn复合超导体的剩余电阻比（RRR）的测试过程及方法。
本标准适用于ITER用Nb₃Sn超导线的RRR测试，其他类型Nb₃Sn超导线RRR测试可参照本标准执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 13811 电工术语 超导电性

3 术语和定义

GB/T 13811 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

剩余电阻比 residual resistance ratio(RRR)

室温电阻和低温下剩余电阻之比。

4 要求

不论是在室温还是低温条件下，复合超导体电阻都应采用四引线法测量。

5 装置

5.1 样品架的材料

样品架的材料应使用铜，铝，银或其他类似的材料，其在4.2 K时的热导率应不小于100 W/m·K。这些材料的表面应使用绝缘材料覆盖（树脂、聚酯、聚四氟乙稀等的涂层或薄膜材料），其厚度应不大于0.1 mm。

5.2 样品架尺寸

样品架为平板状，其尺寸应保证安装的样品长度不小于30 mm。

5.3 低温容器

对低温电阻（R₀）进行测量的低温容器应包括样品杆和液氮储槽。样品杆应安装电流引线及电压引线，同时能够满足安装的样品顺利进、出液氮，并实现高度可调。

6 样品准备

6.1 样品长度应不小于 30 mm。样品不能出现接头或打结，样品电位抽头之间的距离(L)应不小于 25 mm。测量样品低温温度的测温元件应尽可能的接近样品。

6.2 应使用机械方法把样品固定在具有绝缘层的样品架上。

6.3 在连接电压、电流引线及安装样品至样品架上时，应防止在整个过程中样品所受应力过大，造成样品超过允许范围的拉伸或弯曲变形。

6.4 电流引线连接在样品两端，电位引线安装于样品中部，样品应在同一样品架上进行室温电阻 (R_1) 和低温电阻 (R_2) 的测量，其测量都应在同一安装状态下对同一样品进行。

7 数据采集

7.1 室温电阻 (R_1)

7.1.1 测试样品室温电阻时温度 T_m (°C) 应满足 $0 \leq T_m \leq 35$ 。测试时，样品应通入一定的电流 I_1 ，电流密度控制在 $0.1 \text{ A/mm}^2 \sim 1 \text{ A/mm}^2$ 的范围之内，记录样品上产生的电压 (U_1)、电流 (I_1) 和室温 (T_m)。

7.1.2 使用公式 (1) 计算样品在室温 T_m 时的电阻 R_m ，使用公式 (2) 计算样品在 273 K 时的电阻 R_1 。

$$R_m = \frac{U_1}{I_1} \dots\dots\dots (1)$$

$$R_1 = \frac{R_m}{[1 + 0.00393 \cdot T_m]} \dots\dots\dots (2)$$

7.2 低温电阻 (R_2)

7.2.1 将样品放入低温容器 (5.3) 中，样品从室温冷却到液氮温度的时间应不小于 5 min。

7.2.2 在低温电阻 (R_2) 的测量阶段，应在样品上始终通入一定的电流 I_2 ，电流密度控制在 $0.1 \text{ A/mm}^2 \sim 10 \text{ A/mm}^2$ 的范围之内，记录样品上产生的电压 U_2 、电流 I_2 和样品温度 T 。为使采集到的电压信号有足够高的信噪比，在转变温度之上样品所产生电压的绝对值应大于 $5 \mu\text{V}$ 。

7.2.3 当样品处于超导态并有测试电流 (I_2) 通过时，应先后测量两组电压。一组是电压 U_{0+} ，它是电流以正方向通过样品时测量得到的样品电压；另一组是电压 U_{0-} ，它是瞬间改变电流方向时测量得到的样品电压。有效的 R_2 测量要求没有过大的干扰电压存在，并且样品一开始完全处于超导状态。

有效的测量应满足公式 (3) 的条件：

$$\frac{|U_{0+} - U_{0-}|}{U_2} < 1\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

\bar{U}_2 ——在低温下样品处于正常状态时的平均电压，它的定义在 7.2.5 中说明。

7.2.4 样品应缓慢地回温使之完全转变到正常态，把样品提升到液氮液面以上，通过调整样品与液氮液面之间的高度或者利用加热元件来实现样品温度控制。

7.2.5 低温电阻 (R_2) 采用定点温度法进行测量。低温电阻 R_2 是样品在稳定温度 T_2 (20 K) 下测定的。测量时, 应使整个样品保持在 (20 ± 1) K 内。为了抵消热电势对测量值的影响, 在恒定的温度 T_2 下, 通过采用使测试电流反向的方法, 测出两个电压信号 U_{2+} 和 U_{2-} 。根据公式 (4) 计算得到平均电压值 \bar{U}_2 。

$$\bar{U}_2 = \frac{|U_{2+} - U_{2-}|}{2} \dots\dots\dots (4)$$

7.2.6 使用公式 (5) 计算低温电阻 (R_2) 的数值。

$$R_2 = \frac{\bar{U}_2}{I_2} \dots\dots\dots (5)$$

7.3 剩余电阻比 (RRR)

被测样品的剩余电阻比 (RRR) 应使用公式 (6) 来计算。

$$RRR = \frac{R_1}{R_2} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

R_1 ——复合超导体在273 K时的电阻值;

R_2 ——复合超导体在20 K时的电阻值。

8 测试方法的不确定度

本测试方法不确定度受温度准确度、电压准确度、电流准确度等的影响。本方法的相对合成标准不确定度应不超过3% (包含因子 $k=1$)，参见附录A。

9 测试报告

9.1 样品

样品要求包括:

- a) 生产厂家;
- b) 品级和/或牌号;
- c) 横截面的面积和形状;
- d) 芯丝数;
- e) 芯丝直径;
- f) 铜与非铜比值。

9.2 剩余电阻比值 (RRR)

应给出剩余电阻比值 (RRR)。

9.3 测试条件的报告

9.3.1 电流、电压和其他条件的报告:

- a) 样品的全部长度;
 - b) 电位引线之间的距离 (L);
 - c) 电流接触点之间的长度;
 - d) 测试电流 (I_1 和 I_2);
 - e) 测试电流密度 (I_1 和 I_2 除以导体的整个横截面);
 - f) 各种相应的电压值 (U_1 、 U_{0+} 、 U_{0-} 、 U_{2+} 、 U_{2-} 和 \bar{U}_2);
 - g) 各种电阻值 (R_m 、 R_1 和 R_2);
 - h) 样品架的材料、形状和尺寸;
 - i) 样品在样品架上的安装方法。
- 9.3.2 室温电阻 R_1 的测量:
- a) 室温测量时样品的温度设定和控制方法;
 - b) 测量 R_m 时的温度 (T_m)。
- 9.3.3 低温电阻 R_2 测量:
- a) 测量 R_2 时的温度 (T_2);
 - b) 样品温度控制方法。

附录 A
(资料性附录)

Nb₃Sn 超导线 RRR 测试方法的不确定度评定

A.1 数学模型

Nb₃Sn超导线RRR由公式(A.1)得到:

$$RRR = \frac{R_1}{R_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

R₁由公式(A.2)得到:

$$R_1 = \frac{U_1}{I_1[1 + 0.00393T_m]} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$$U_1 = 1000 \mu V;$$

$$I_1 = 0.5 A;$$

$$T_m = 0^\circ C。$$

R₂由公式(A.3)得到:

$$R_2 = \frac{U_{2+} - U_{2-}}{2I_2} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$$U_{2+} = 10 \mu V;$$

$$U_{2-} = -10 \mu V;$$

$$I_2 = 0.5 A。$$

因此, R₁=2000 μΩ, R₂=20 μΩ, RRR=100。

分别计算R₁和R₂的合成标准不确定度, 再求RRR的合成标准不确定度。

A.2 R₁的合成标准不确定度

A.2.1 R₁不确定度灵敏度系数评定

R₁合成标准不确定度u₁由公式(A.4)得到:

$$u_1 = \sqrt{(c_1 u_{U_1})^2 + (c_2 u_{I_1})^2 + (c_3 u_{T_m})^2} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

$$C_1 = \frac{\partial R_1}{\partial U_1} = \frac{1}{I_1(1 + 0.00393T_m)} = 2;$$

$$C_2 = \frac{\partial R_1}{\partial I_1} = \frac{-U_1}{I_1^2(1+0.00393T_m)} = -4000\mu\Omega/A;$$

$$C_3 = \frac{\partial R_1}{\partial T_m} = \frac{-0.00393U_1}{I_1(1+0.00393T_m)^2} = -7.86\mu\Omega/A。$$

这里用于不确定度灵敏度系数评定的量仅适用于特定的实验。这些系数并非普遍适用的，每次实验都会不同。

A. 2. 2 每个变量的合成标准不确定度

A. 2. 2. 1 U_1 的合成不确定度

U_1 的合成不确定度计算如下：

- 测量精度引起的实验标准不确定度， $u_{U11} = 5\mu V$ ；
- U_1 的合成标准不确定度：

$$u_{U1} = \sqrt{(u_{U11})^2} = 5\mu V。$$

A. 2. 2. 2 I_1 的合成不确定度

I_1 的合成不确定度计算如下：

- 测量精度引起的实验标准不确定度， $u_{I11} = 0.0025 A$ ；
- 电流波动引起的实验标准不确定度， $u_{I12} = 0.0025 A$ ；
- I_1 的合成标准不确定度：

$$u_{I1} = \sqrt{(u_{I11})^2 + (u_{I12})^2} = 0.0035 A。$$

A. 2. 2. 3 T_m 的合成不确定度

T_m 的合成不确定度计算如下：

- 测量精度引起的实验标准不确定度， $u_{Tm1} = 1 K$ ；
- T_m 的合成标准不确定度： $u_{Tm} = \sqrt{(u_{TM1})^2} = 1K。$

A. 2. 3 R_1 的合成标准不确定度评定结果

$$u_1 = \sqrt{(c_1 u_{U1})^2 + (c_2 u_{I1})^2 + (c_3 u_{Tm})^2} = 19.02\mu\Omega。$$

A. 3 R_2 的合成标准不确定度

A. 3. 1 R_2 不确定度灵敏度系数评定

R_2 合成标准不确定度 u_2 由公式(A. 5)得到：

$$u_2 = \sqrt{(c_1 u_{U_{2+}})^2 + (c_2 u_{U_{2-}})^2 + (c_3 u_{I_2})^2} \cdots \cdots \cdots (A. 5)$$

式中:

$$C_1 = \frac{\partial R_2}{\partial U_{2+}} = \frac{1}{2I_2} = 1;$$

$$C_2 = \frac{\partial R_2}{\partial U_{2-}} = \frac{-1}{2I_2} = -1;$$

$$C_3 = \frac{\partial R_2}{\partial I_2} = \frac{-(U_{2+} - U_{2-})}{2(I_2)^2} = -40。$$

这里用于不确定度灵敏度系数评定的量仅适用于特定的实验。这些系数并非普遍适用的,每次实验都会不同。

A. 3. 2 每个变量的合成标准不确定度

A. 3. 2. 1 U_{2+} 的合成标准不确定度

U_{2+} 的合成标准不确定度计算如下:

- 测量精度引起的实验标准不确定度, $u_{U_{2+1}} = 0.05 \mu V$;
- 温度波动引起的实验标准不确定度, $u_{U_{2+2}} = 0.1 \mu V$;
- U_{2+} 的合成标准不确定度: $u_{U_{2+}} = \sqrt{(u_{U_{2+1}})^2 + (u_{U_{2+2}})^2} = 0.112 \mu V$ 。

A. 3. 2. 2 U_{2-} 的合成标准不确定度

U_{2-} 的合成标准不确定度计算如下:

- 测量精度引起的实验标准不确定度, $u_{U_{2-1}} = 0.05 \mu V$;
- 温度波动引起的实验标准不确定度, $u_{U_{2-2}} = 0.1 \mu V$;
- U_{2-} 的合成标准不确定度: $u_{U_{2-}} = \sqrt{(u_{U_{2-1}})^2 + (u_{U_{2-2}})^2} = 0.112 \mu V$ 。

A. 3. 2. 3 I_2 合成的不确定度

I_2 的合成不确定度计算如下:

- 测量精度引起的实验标准不确定度, $u_{I_{21}} = 0.0025 A$;
- 电流波动引起的实验标准不确定度, $u_{I_{22}} = 0.0025 A$;
- I_2 的合成标准不确定度: $u_{I_2} = \sqrt{(u_{I_{21}})^2 + (u_{I_{22}})^2} = 0.004 A$ 。

A. 3. 3 R_2 的合成标准不确定度评定结果

$$u_{R_2} = \sqrt{(c_1 u_{U_{2+}})^2 + (c_2 u_{U_{2-}})^2 + (c_3 u_{I_2})^2} = 0.212 \mu \Omega$$

由于1 K温度不稳定带来R2的不确定度 $u_{R_{2t}} = 0.4 \mu \Omega$ 。

因此， R_2 总合成标准不确定度： $u_2 = \sqrt{(u_{R_2})^2 + (u_{R_{2t}})^2} = 0.45 \mu \Omega$ 。

A. 4 RRR的合成标准不确定度评定结果

RRR的合成标准不确定度评定 u_{RRR} 可由公式 (A. 6) 得到：

$$u_{RRR} = \sqrt{(c_1 u_1)^2 + (c_2 u_2)^2} \dots\dots\dots (A. 6)$$

式中：

$$C_1 = \frac{\partial RRR}{\partial R_1} = \frac{1}{R_2} = 0.05;$$

$$C_2 = \frac{\partial RRR}{\partial R_2} = \frac{-R_1}{R_2^2} = -5;$$

因此， $u_{RRR} = \sqrt{(c_1 u_1)^2 + (c_2 u_2)^2} = 2.46$ 。

RRR的相对合成标准不确定度为： $u = \frac{u_{RRR}}{RRR} = 2.46\%$ 。

A. 5 RRR的合成标准不确定度的循环比对实验

对RRR的测试结果进行循环比对实验。一共得到33个结果，平均值是140，实验标准差为19.7，实验标准不确定度为3.43，相对合成标准不确定度为2.45%。

因此，基于循环比对实验的目标相对合成不确定度，该方法的目标合成不确定度应不超过3.0%（包含因子k=1）。