

# INTERNATIONAL STANDARD

# NORME INTERNATIONALE



---

## **Superconductivity –**

**Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb superconductors**

## **Supraconductivité –**

**Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb**

INTERNATIONAL  
ELECTROTECHNICAL  
COMMISSION

COMMISSION  
ELECTROTECHNIQUE  
INTERNATIONALE

---

ICS 17.220; 29.050

ISBN 978-2-8322-5719-7

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

## CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references .....	7
3 Terms and definitions .....	7
4 Principle.....	8
5 Measurement apparatus .....	9
5.1 Mandrel or base plate .....	9
5.2 Cryostat and support of mandrel or base plate .....	9
6 Specimen preparation.....	10
7 Data acquisition and analysis .....	11
7.1 Data acquisition hardware.....	11
7.2 Resistance ( $R_1$ ) at room temperature.....	11
7.3 Residual resistance ( $R_2$ ) just above the superconducting transition.....	11
7.4 Validation of the residual resistance measurement.....	13
7.5 Residual resistance ratio.....	13
8 Uncertainty of the test method .....	13
9 Test report.....	13
9.1 General.....	13
9.2 Test information.....	13
9.3 Specimen information .....	13
9.4 Test conditions .....	14
9.5 RRR value .....	14
Annex A (Informative) Additional information relating to the measurement of RRR.....	15
A.1 Considerations for specimens and apparatus.....	15
A.2 Considerations for specimen mounting orientation .....	16
A.3 Alternative methods for increasing temperature of specimen above superconducting transition temperature .....	16
A.3.1 General .....	16
A.3.2 Heater method.....	16
A.3.3 Controlled methods.....	16
A.4 Other test methods .....	16
A.4.1 General .....	16
A.4.2 Measurement of resistance versus time .....	17
A.4.3 Comparison of ice point and room temperature.....	17
A.4.4 Extrapolation of the resistance to 4,2 K .....	17
A.4.5 Use of magnetic field to suppress superconductivity at 4,2 K.....	18
A.4.6 AC techniques .....	18
Annex B (informative) Uncertainty considerations .....	19
B.1 Overview.....	19
B.2 Definitions.....	19
B.3 Consideration of the uncertainty concept .....	19
B.4 Uncertainty evaluation example for TC 90 standards.....	21

Annex C (informative) Uncertainty evaluation for resistance ratio measurement of Nb superconductors .....	23
C.1 Evaluation of uncertainty.....	23
C.1.1 Room temperature measurement uncertainty.....	23
C.1.2 Cryogenic measurement uncertainty.....	24
C.1.3 Estimation of uncertainty for typical experimental conditions.....	26
C.2 Round robin test summary .....	26
Bibliography.....	28
Figure 1 – Relationship between temperature and resistance near the superconducting transition.....	8
Figure A.1 – Determination of the value of $R_2$ from a resistance versus time plot .....	17
Figure C.1 – Graphical description of the uncertainty of regression related to the measurement of $R_2$ .....	25
Table B.1 – Output signals from two nominally identical extensometers .....	20
Table B.2 – Mean values of two output signals .....	20
Table B.3 – Experimental standard deviations of two output signals.....	20
Table B.4 – Standard uncertainties of two output signals .....	21
Table B.5 – Coefficient of variations of two output signals.....	21
Table C.1 – Uncertainty of measured parameters .....	26
Table C.2 – RRR values obtained by round robin test .....	27

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SUPERCONDUCTIVITY –****Part 23: Residual resistance ratio measurement –  
Residual resistance ratio of Nb superconductors**

## FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as “IEC Publication(s)”). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations 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 61788-23 has been prepared by IEC technical committee 90: Superconductivity.

The text of this International Standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
90/400/FDIS	90/403/RVD

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

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

A list of all parts in 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 document 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 document. At this date, the document will be

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

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

## INTRODUCTION

High-purity niobium is the chief material used to make superconducting radio-frequency cavities. Similar grades of niobium may be used in the manufacture of superconducting wire. Procurement of raw materials and quality assurance of delivered products often use the residual resistance ratio (RRR) to specify or assess the purity of a metal. RRR is defined for non-superconducting metals as the ratio of electrical resistance measured at room temperature (293 K) to the resistance measured for the same specimen at low temperature (~4,2 K). The low-temperature value is often called the residual resistance. Higher purity is associated with higher values of RRR.

Niobium presents special problems due to its transformation to a superconducting state at ~9 K, so DC electrical resistance is effectively zero below this temperature. The definition above would then yield an infinite value for RRR. This document describes a test method to determine the residual resistance value by using a plot of the resistance to temperature as the test specimen is gradually warmed through the superconducting transition in the absence of an applied magnetic field. This results in a determination of the residual resistance at just above superconducting transition, ~10 K, from which RRR is subsequently determined.

International standards also exist to determine the residual resistance ratio of superconducting wires. In contrast to superconducting wires, which are usually a composite of a superconducting material and a non-superconducting material and the RRR value is representative of only the non-superconducting component, here the entire specimen is composed of superconducting niobium. Frequently, niobium is procured as a sheet, bar, tube, or rod, and not as a wire. For such forms, test specimens will likely be a few millimeters in the dimensions transverse to electric current flow. This difference is significant when making electrical resistance measurements, since niobium samples will likely be much longer than that for the same length-to-diameter ratio as a wire, and higher electrical current may be required to produce sufficient voltage signals. Guidance for sample dimensions and electrical connections is provided in Annex A. Test apparatus should also take into consideration aspects such as the orientation of a test specimen relative to the liquid helium surface, accessibility through ports on common liquid helium dewars, design of current contacts, and minimization of thermal gradients over long specimen lengths. These aspects distinguish the present document from similar wire standards.

Other test methods have been used to determine RRR. Some methods use a measurement at a temperature other than 293 K for the high resistance value. Some methods use extrapolations at 4,2 K in the absence of an applied magnetic field for the low resistance value. Other methods use an applied magnetic field to suppress superconductivity at 4,2 K. A comparison between this document and some other test methods is presented in Annex A. It should be noted that systematic differences of up to 10 % are produced by these other methods, which is larger than the target uncertainty of this document. Care should therefore be taken to apply this document or the appropriate corrections listed in Annex A according to the test method used.

Whenever possible, this test method should be transferred to vendors and collaborators who also perform RRR measurements. To promote consistency, the results of inter-laboratory comparisons are described in Annex C.

## SUPERCONDUCTIVITY –

### Part 23: Residual resistance ratio measurement – Residual resistance ratio of Nb superconductors

#### 1 Scope

This part of IEC 61788 addresses a test method for the determination of the residual resistance ratio (RRR),  $r_{RRR}$ , of cavity-grade niobium. This method is intended for high-purity niobium grades with  $15 < r_{RRR} < 600$ . The test method should be valid for specimens with rectangular or round cross-section, cross-sectional area greater than  $1 \text{ mm}^2$  but less than  $20 \text{ mm}^2$ , and a length not less than 10 nor more than 25 times the width or diameter.

#### 2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. 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, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 815: Superconductivity* (available at: [www.electropedia.org](http://www.electropedia.org))

## SOMMAIRE

AVANT-PROPOS .....	32
INTRODUCTION.....	34
1 Domaine d'application .....	35
2 Références normatives .....	35
3 Termes et définitions .....	35
4 Principe .....	36
5 Appareillage de mesure .....	37
5.1 Mandrin ou embase .....	37
5.2 Cryostat et support du mandrin ou de l'embase.....	37
6 Préparation de l'éprouvette.....	38
7 Acquisition et analyse des données .....	39
7.1 Matériel d'acquisition des données .....	39
7.2 Résistance ( $R_1$ ) à température ambiante .....	40
7.3 Résistance résiduelle ( $R_2$ ) juste au-dessus de la transition supraconductrice.....	40
7.4 Validation du mesurage de la résistance résiduelle .....	41
7.5 Rapport de résistance résiduelle (RRR) .....	41
8 Incertitude de la méthode d'essai .....	41
9 Rapport d'essai .....	42
9.1 Généralités .....	42
9.2 Informations d'essai.....	42
9.3 Informations sur l'éprouvette.....	42
9.4 Conditions d'essai.....	42
9.5 Valeur de RRR.....	42
Annexe A (informative) Informations supplémentaires concernant le mesurage du RRR	
.....	43
A.1 Considérations relatives aux éprouvettes et à l'appareillage .....	43
A.2 Considérations relatives à l'orientation du montage de l'éprouvette.....	44
A.3 Autres méthodes pour augmenter la température d'une éprouvette au-dessus	
de la température de transition supraconductrice .....	44
A.3.1 Généralités .....	44
A.3.2 Méthode du réchauffeur .....	44
A.3.3 Méthodes à contrôle .....	44
A.4 Autres méthodes d'essai .....	45
A.4.1 Généralités .....	45
A.4.2 Mesurage de la résistance en fonction du temps .....	45
A.4.3 Comparaison du point de glace et de la température ambiante .....	45
A.4.4 Extrapolation de la résistance à 4,2 K.....	46
A.4.5 Utilisation du champ magnétique pour supprimer la supraconductivité à	
4,2 K.....	46
A.4.6 Méthodes par courant alternatif .....	46
Annexe B (informative) Considérations relatives à l'incertitude .....	47
B.1 Vue d'ensemble .....	47
B.2 Définitions.....	47
B.3 Considérations relatives au concept d'incertitude.....	48
B.4 Exemple d'évaluation d'incertitude pour les normes du comité d'études 90 .....	49



Annexe C (informative) Évaluation de l'incertitude de mesure du rapport de résistance des supraconducteurs de Nb .....	51
C.1 Évaluation de l'incertitude .....	51
C.1.1 Incertitude de mesure de la température ambiante .....	51
C.1.2 Incertitude de mesure cryogénique .....	52
C.1.3 Estimation de l'incertitude pour des conditions expérimentales typiques .....	54
C.2 Résumé de l'essai interlaboratoires .....	54
Bibliographie.....	56
Figure 1 – Rapport entre la température et la résistance à proximité de la transition supraconductrice .....	36
Figure A.1 – Détermination de la valeur de $R_2$ à partir d'une courbe de la résistance en fonction du temps .....	45
Figure C.1 – Représentation graphique de l'incertitude de régression associée au mesurage de $R_2$ .....	53
Tableau B.1 – Signaux de sortie de deux extensomètres nominalement identiques.....	48
Tableau B.2 – Valeurs moyennes de deux signaux de sortie .....	48
Tableau B.3 – Écarts types expérimentaux de deux signaux de sortie.....	49
Tableau B.4 – Incertitudes types de deux signaux de sortie .....	49
Tableau B.5 – Coefficient de variation de deux signaux de sortie.....	49
Tableau C.1 – Incertitude des paramètres mesurés .....	54
Tableau C.2 – Valeurs de RRR obtenues par l'essai interlaboratoires .....	55

## COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

## SUPRACONDUCTIVITÉ –

**Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle –  
Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb**

## AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – 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 l'IEC"). 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 l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC 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 l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC 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 l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC 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 l'IEC. L'IEC 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 l'IEC, 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 l'IEC, 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 l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, 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 l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC 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 IEC 61788-23 a été établie par le comité d'études 90 de l'IEC: Supraconductivité.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
90/400/FDIS	90/403/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 internationale.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

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

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

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

## INTRODUCTION

Le niobium de grande pureté est la matière principale utilisée dans la fabrication des cavités radioélectriques supraconductrices. Des nuances similaires de niobium peuvent être utilisées dans la fabrication de fils supraconducteurs. Le rapport de résistance résiduelle (RRR) est souvent utilisé dans le cadre de l'approvisionnement en matières premières et l'assurance qualité des produits livrés pour spécifier ou évaluer la pureté d'un métal. Le RRR est défini pour des métaux non supraconducteurs comme le rapport de la résistance électrique mesurée à température ambiante (293 K) sur la résistance mesurée pour la même éprouvette à basse température (~4,2 K). La valeur à basse température est souvent appelée résistance résiduelle. Une plus grande pureté est associée à des valeurs plus élevées de RRR.

Le niobium pose des problèmes particuliers en raison de son passage à un état supraconducteur à ~9 K, car la résistance électrique en courant continu est effectivement nulle en dessous de cette température. La définition ci-dessus donnerait alors une valeur infinie du RRR. Le présent document spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer la valeur de la résistance résiduelle à l'aide d'une courbe de la résistance en fonction de la température puisque l'éprouvette s'échauffe progressivement au cours de la transition supraconductrice en l'absence de l'application d'un champ magnétique. Cette méthode donne une valeur de résistance résiduelle juste au-dessus de la transition supraconductrice, ~10 K, qui sert de base à la détermination du RRR.

Il existe également des normes internationales permettant de déterminer le rapport de résistance résiduelle (RRR) des fils supraconducteurs. Contrairement aux fils supraconducteurs, qui sont généralement constitués d'un matériau supraconducteur et d'un matériau non supraconducteur (la valeur du RRR étant seulement représentative du composant non supraconducteur), l'éprouvette indiquée dans le présent document est totalement constituée de niobium supraconducteur. Le niobium est souvent obtenu sous la forme d'une feuille, d'une barre, d'un tube ou d'une tige et non sous forme de fil. De ce fait, les éprouvettes sont susceptibles de présenter des dimensions transversales de l'ordre de quelques millimètres à la circulation du courant électrique. Cette différence est importante lors du mesurage de la résistance électrique, puisque les échantillons de niobium sont susceptibles d'être beaucoup plus longs que ceux d'un fil pour un même rapport longueur/diamètre, et il peut être nécessaire de disposer d'un courant électrique plus élevé pour produire suffisamment de signaux de tension. L'Annexe A fournit des recommandations pour les dimensions des échantillons et les connexions électriques. De même, il convient que l'appareillage d'essai prenne en compte les aspects suivants: orientation de l'éprouvette par rapport à la surface de l'hélium liquide, accessibilité par des orifices sur les vases Dewar classiques d'hélium liquide, conception des contacts de courant et réduction le plus possible des gradients thermiques sur d'importantes longueurs d'éprouvettes. Ces aspects différencient le présent document des normes similaires relatives aux fils.

D'autres méthodes d'essai ont été utilisées pour calculer le RRR. Certaines méthodes procèdent à un mesurage à une température autre que 293 K pour la valeur de la résistance élevée. Certaines méthodes utilisent des extrapolations à 4,2 K en l'absence d'application d'un champ magnétique pour la valeur de résistance faible. D'autres méthodes appliquent un champ magnétique pour supprimer la supraconductivité à 4,2 K. L'Annexe A présente une comparaison entre le présent document et certaines autres méthodes d'essai. Il convient de noter que ces autres méthodes produisent des différences systématiques jusqu'à 10 %, ce qui représente une valeur plus grande que l'incertitude cible du présent document. Il convient donc de veiller à appliquer le présent document ou les corrections appropriées indiquées à l'Annexe A selon la méthode d'essai utilisée.

Il convient de fournir dans la mesure du possible cette méthode d'essai aux fournisseurs et aux collaborateurs qui effectuent également des mesurages du RRR. Pour assurer la cohérence, les résultats des comparaisons interlaboratoires sont décrits à l'Annexe C.

## SUPRACONDUCTIVITÉ –

### Partie 23: Mesurage du rapport de résistance résiduelle – Rapport de résistance résiduelle des supraconducteurs de Nb

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 61788 spécifie une méthode d'essai pour la détermination du rapport de résistance résiduelle (RRR),  $r_{RRR}$ , du niobium à cavités. Cette méthode est destinée aux nuances de niobium de grande pureté de  $15 < r_{RRR} < 600$ . Il convient que la méthode d'essai soit valide pour des éprouvettes à sections rectangulaires ou circulaires, de surface de section supérieure à  $1 \text{ mm}^2$  mais inférieure à  $20 \text{ mm}^2$ , et dont la longueur n'est pas inférieure à 10 fois ni supérieure à 25 fois la largeur ou le diamètre.

#### 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 60050-815, *Vocabulaire Electrotechnique International – Partie 815: Supraconductivité* (disponible à l'adresse: [www.electropedia.org](http://www.electropedia.org))