

《超导线材的临界温度测量》 标准解读

宣讲人：高慧贤

西部超导材料科技股份有限公司



1

标准简介

INTRODUCTION

2

T_c 定义

DEFINITIONS

3

标准解读

STANDARD

4

实例演示

EXPERIMENTS

5

要点回顾

SUMMARY



1

标准简介

INTRODUCTION

1. 标准简介 [国际标准]



NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
61788-10
Deuxième édition
Second edition
2006-08

Supraconductivité –

Partie 10:
Mesure de la température critique –
Température critique des composites
supraconducteurs par une méthode
par résistance

Superconductivity –

Part 10:
Critical temperature measurement –
Critical temperature of composite
superconductors by a resistance method



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61788-10:2006

起草单位

IEC 61788-10是由IEC Technical Committee 90 : Superconductivity (TC90) 起草完成的。最初是由日本细陶瓷委员会提出，后期修改是日本新材料中心参与完成。

版本发布

2002年第一版发布；2006年经修订后发布第二版，适用范围上添加了Cu/Nb₃Al，以及金属包套的MgB₂，金属为稳定体的Bi系氧化物超导体，Y系或稀土金属基涂层导体。

国标依据

国家标准的制定是等同引用的最新版IEC 61788-10 (2006) 。

1. 标准简介 [国家标准]



ICS 77.040.01
H 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 31780—2015/IEC 61788-10,2006

临界温度测量
电阻法测复合超导体临界温度

Critical temperature measurement—
Critical temperature of composite superconductors by a resistance method

(IEC 61788-10:2006, Superconductivity—Part 10:Critical temperature
measurement—Critical temperature of composite superconductors
by a resistance method, IDT)

2015-07-03 发布

2016-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

提出归口

本标准由中国科学院提出，并由全国超导标准化技术委员会（SAC/TC 265）归口。

起草单位

本标准是由西部超导材料科技股份有限公司（WST）、中国科学院物理研究所、中国科学技术大学三家单位联合起草的。

制定发布

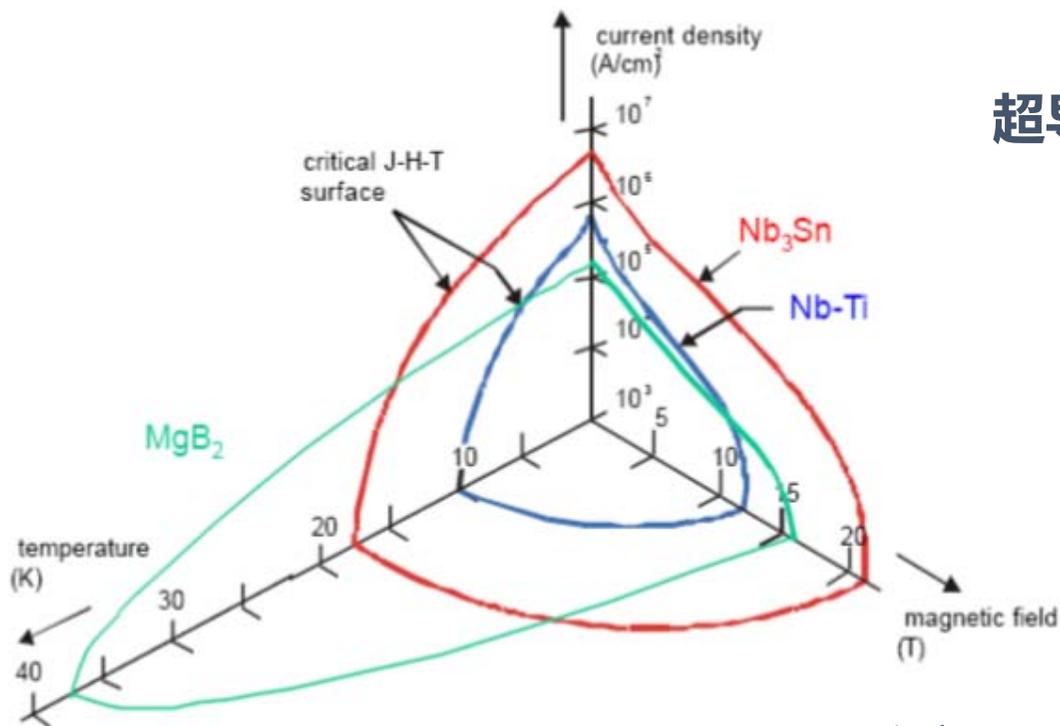
- 2011年3月申请；
- 2011年9月立项；
- 2015年7月3日发布；
- 2016年2月1日实施。

2

T_c 定义

DEFINITIONS

2. T_C 定义



超导材料重要的三个“临界”

- 临界电流 (I_c)
- 临界磁场 (H_C)
- 临界温度 (T_C)

T_C 定义

在电流和磁场为零的条件下，超导体呈现超导电性的最高温度。

T_C 意义

临界温度在超导体应用中尤为重要，临界温度越高，温度裕度越大。



3

标准解读

STANDARD

3. 标准解读 [引言]



现有的测量超导体临界温度的方法有很多,如电阻法、采用 SQUID 磁强计和 VSM(振动样品磁强计)测直流磁化率法、交流磁化率法、比热法等。通常,其他测试方法适用于非均一材料或厚膜、薄膜、块材和粉末样品等要求更高灵敏度且电阻法难以测量的材料。但是,本标准采用的电阻法具有简单可靠且适用于大部分工业实用复合超导体的特点,从而更符合工业化生产的实际需求。



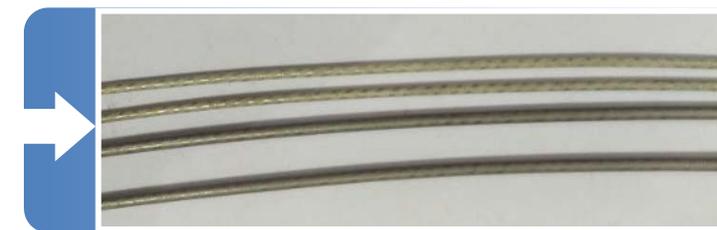
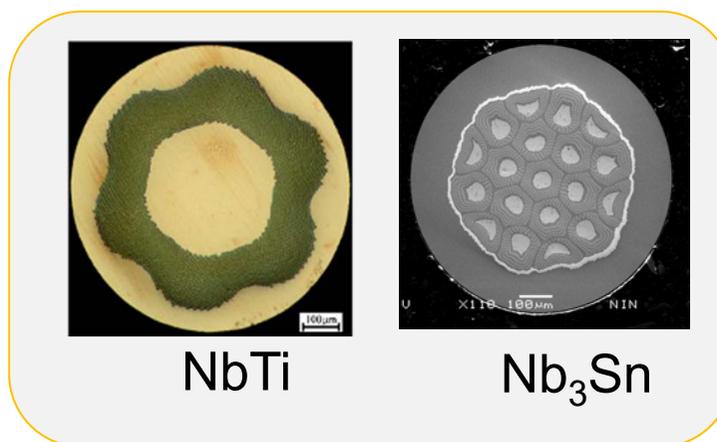
- ✓ **电阻法**
- ✓ SQUID磁强计
- ✓ VSM (振动样品磁强计)
- ✓ 交流磁化率法
- ✓ 测直流磁化率法
- ✓ 比热法...

3. 标准解读 [适用范围]



本标准规定了工业用的电阻测定复合超导体临界温度的测量方法。

本标准适用于一体化结构的圆形、扁平或方形截面的单芯或多芯复合超导体,包括 Cu/Nb-Ti、Cu/Cu-Ni/Nb-Ti 和 Cu-Ni/Nb-Ti 复合超导体, Cu/Nb₃Sn 和 Cu/Nb₃Al 复合超导体,以及金属包套的 MgB₂ 复合超导体,金属为稳定体的 Bi 系氧化物超导体, Y 系或稀土金属基涂层导体。



3. 标准解读 [方法原理]



测量方法

电流电压的接线应采用标准的四引线法。
本标准推荐采用提拉法来改变样品温度，获得完整的超导曲线。

T_C 确定方法

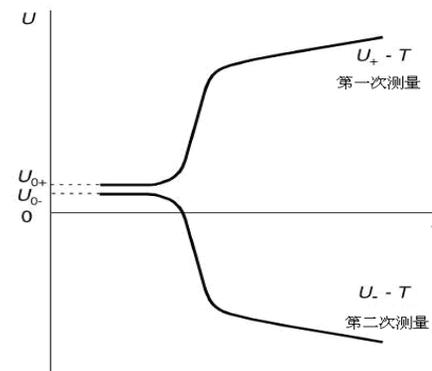
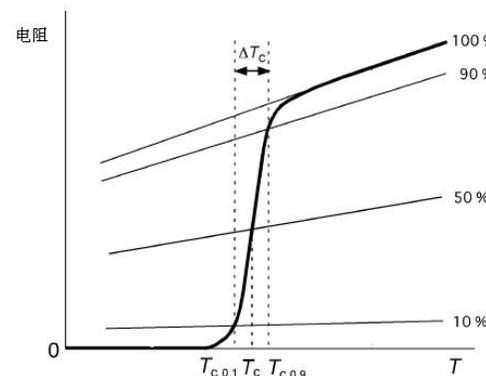
正常态区域曲线切线定义为100%高，切线的50%高的直线与转变曲线交点对应的温度即为**临界温度**。
超导**转变宽度** ΔT_C 定义为 $T_{C0.9} - T_{C0.1}$ 。

要求

ΔT_C 应小于或等于 T_C 的3%；
电流正反向进行两次测量，要求 $|T_{C+} - T_{C-}| / T_C \leq 3\%$

目标精密度

变化系数（COV）应小于或等于3%



3. 标准解读 [装置构成]



安装基板

样品安装在设计好的平台上，平台应选用无磁且在4.2 K下热导率大于等于100W/(m.deg)的材料，比如铜，铝，银等。平台表面应覆盖一层绝缘层（胶带，涤纶，聚四氟乙烯等），厚度在0.1 mm左右。

样品杆

样品杆上应配备有为样品提供电流的电流线以及测量电压的电位线。样品杆能应方便地将样品提出或放入液态致冷剂。

贮液池

致冷剂应选用液氦，液氘，液氮或液氩。致冷剂温度至少比 T_C 低10%。

★ 测量系统 ★

电阻测量

测量样品电阻，根据标准采用四引线法，应该包含有恒流源、电压计、导线等；
1.电压的测量精度为0.5%；2.直流电源提供的样品电流应优于0.5%。



温度测量

低温用温度计及温度测量装置（如温度监视器）；
温度精度控制在±0.1 K。



3. 标准解读 [样品安装]

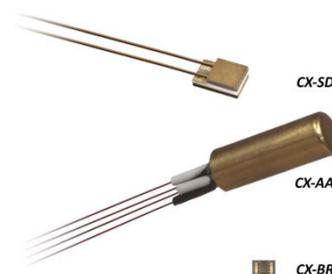
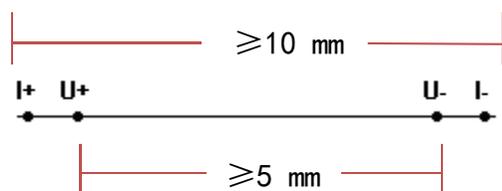


7.1 样品安装

测试样品应为截面均匀的直线样品,其长度大于或等于 10 mm,两个电压触点间距应为 5 mm 或更大,并应超过最大截面尺寸。

电流和电压触点应具有较小的电阻,例如可以选用低电阻材料(如铜线)和焊接接触以避免噪声与电压波动的影响。两电流触点应靠近样品两端,电压触点应处于样品中间部位。样品在测量过程中应被安装在基板上。

样品在安装过程中应注意不能施加额外的力,防止发生弯曲或拉伸应变。外部施加的应变应小于 0.1%。有时样品经过反应热处理后会有轻微的弯曲或变形,勿将样品强行矫直以防导致超过 0.1% 的应变。弯曲应变 ϵ_b 定义为 $\epsilon_b = 100 \times (r/R)(\%)$, r 为样品的线径或厚度的一半, R 为基板上样品的弯曲半径。

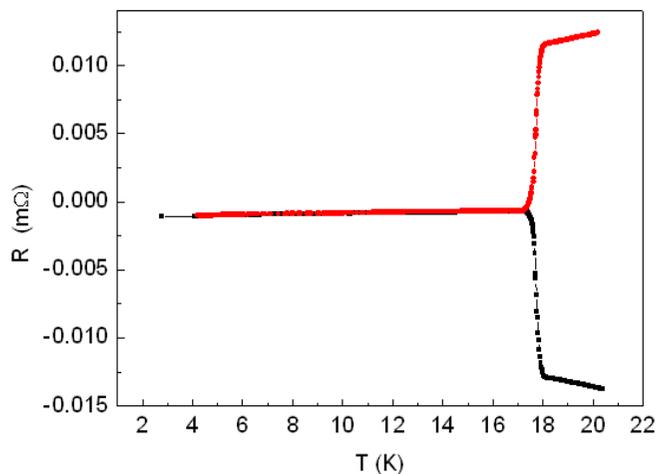
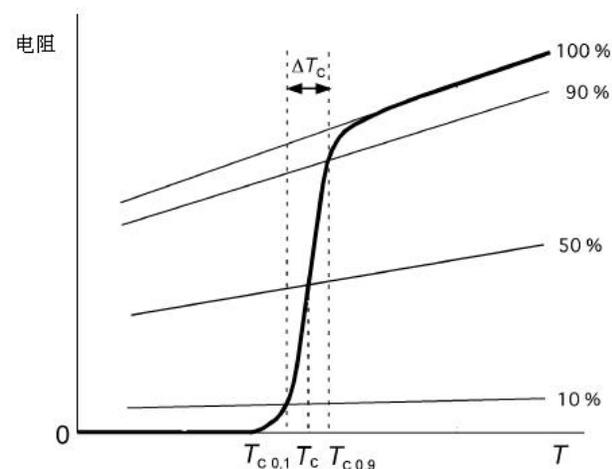
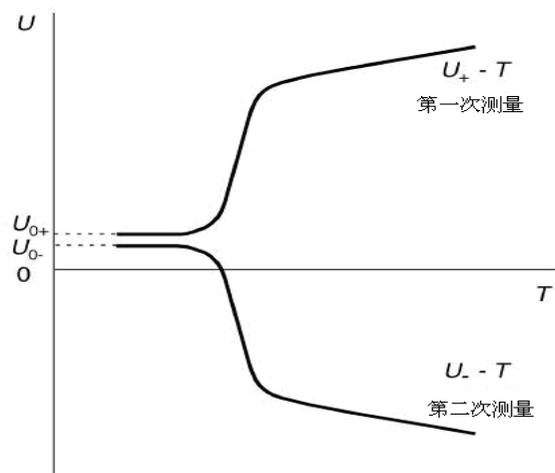


3. 标准解读 [测量]



一次测量:通正向电流, 变化样品温度, 获得一次测量 $U-T$ 曲线

二次测量:倒转电流方向, 变化样品温度, 获得二次测量 $U-T$ 曲线



$$|T_{C+} - T_{C-}| / T_C \leq 3\%$$

$$T_C = (T_{C+} + T_{C-}) / 2$$

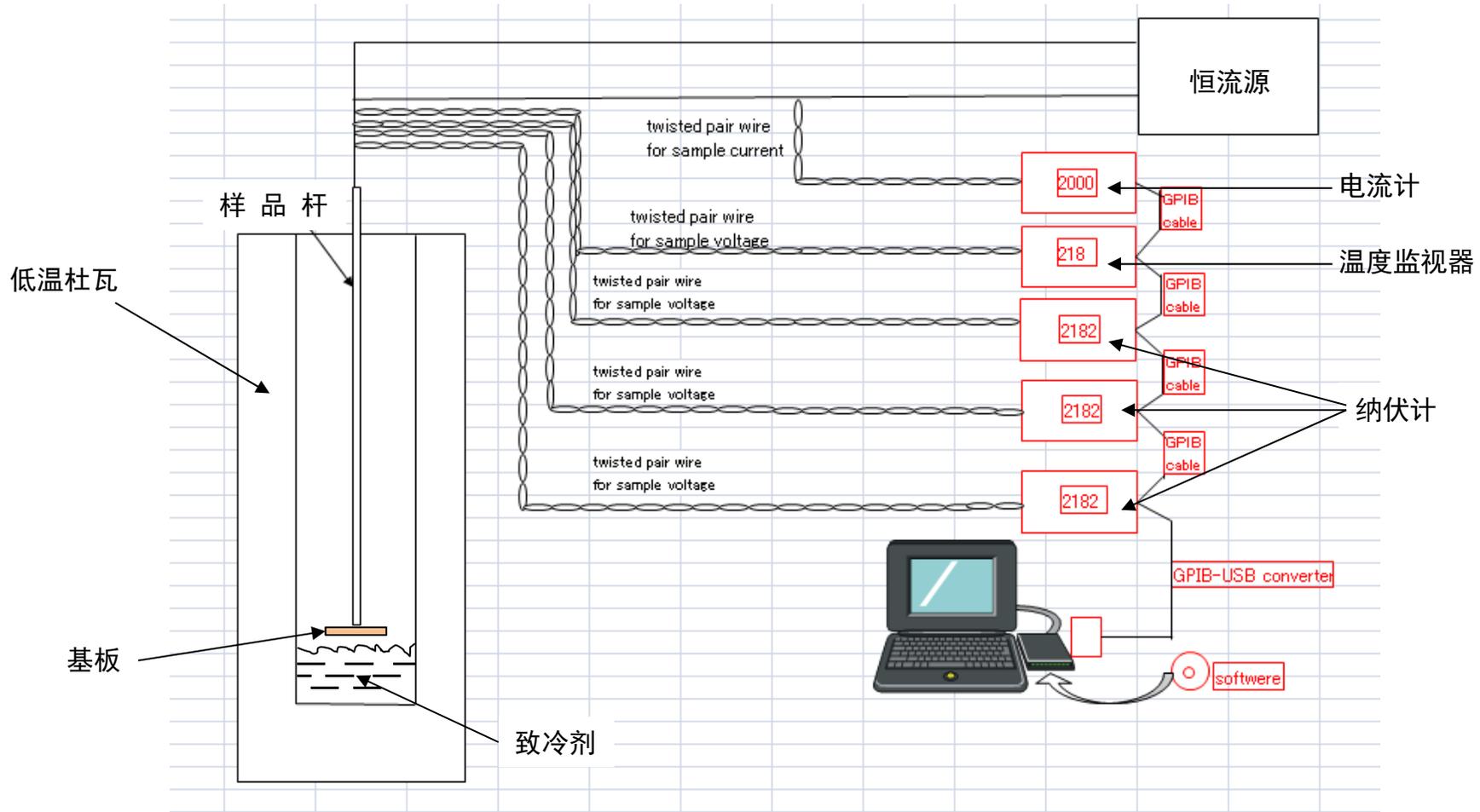


4

实例演示

EXPERIMENTS

4. 实例演示 [测量系统]



临界温度测量系统示意图

4. 实例演示 [测量系统]



杜瓦

数据采集系统

4. 实例演示 [测量系统]



温度采集

采用Lakeshore在4 K ~ 325 K范围内精确标定的Cernox-1050温度计（或DT670），Lakeshore 的218S温度监视器进行温度检测。



电压采集

Keithley 2182纳伏计测量电压。



样品电源

◆ KEPCO可编程电流源：限压10 V，可提供0 ~ 10 A电流。

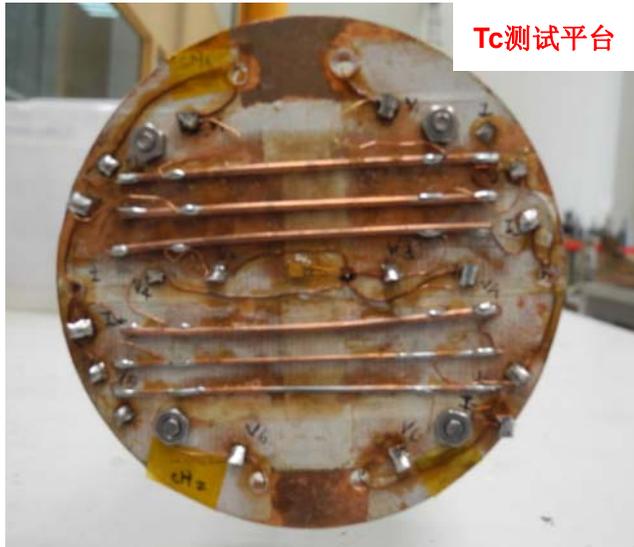
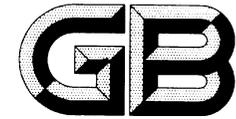


样品电流

Keithley 2000多功能数字万用表进行样品电流的监测。



4. 实例演示 [测量系统]

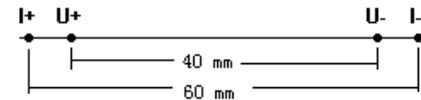


样品基板

样品基板采用导热良好，厚约1.5 mm，直径约70的紫铜板作为基板，表面覆盖有绝缘层，防止样品和基板导通

样品安装

样品的电压电流触点采用Sn5Ag焊锡进行焊接；样品采用低温实验室常用的耐低温缩醛胶固定在样品台，等待胶完全干透后进行式样。

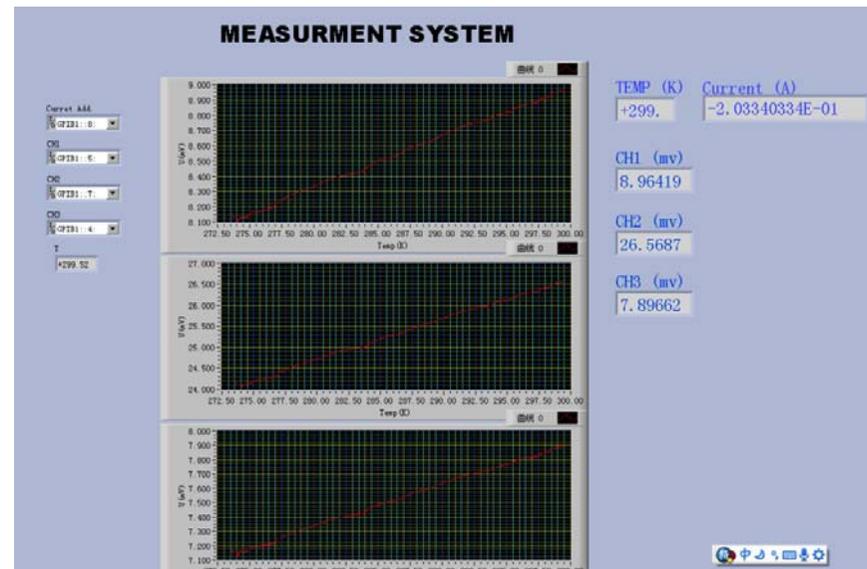


软件编程

用实验室常用软件Labview进行可视化编程，可实时观测实验过程 $U-T$ 变化

多道采集

可选择设计为多通道采集，每次可以同时测量多个样品



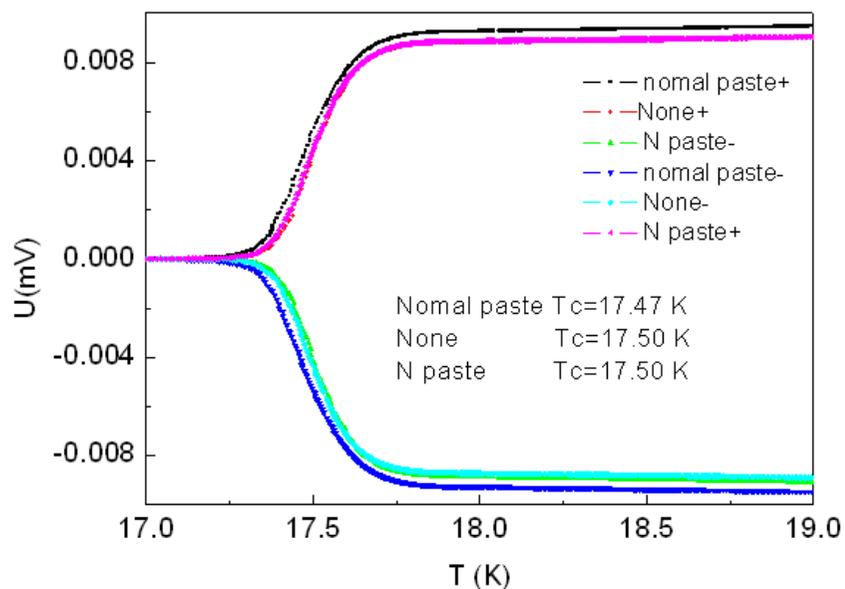
4. 实例演示 [实验]



样品信息

首先我们采用临界温度18 K左右的低温复合超导线 Nb_3Sn 进行实验。把 Nb_3Sn 直线样品进行热处理，热处理结束后剪取中间60 mm，样品两端用体积比约为30%浓度的盐酸或热磷酸去除10 mm长度上的Cr镀层用以焊接。

条目	参数
厂家	西部超导材料科技股份有限公司
类别	ITER用内锡法 Nb_3Sn
线径	$\Phi 0.82$ mm
芯丝数	~3000
芯丝	~6 μm
铜比	1
临界电流	260 A @12 T, 4.22 K
RRR	> 100
状态	热处理后



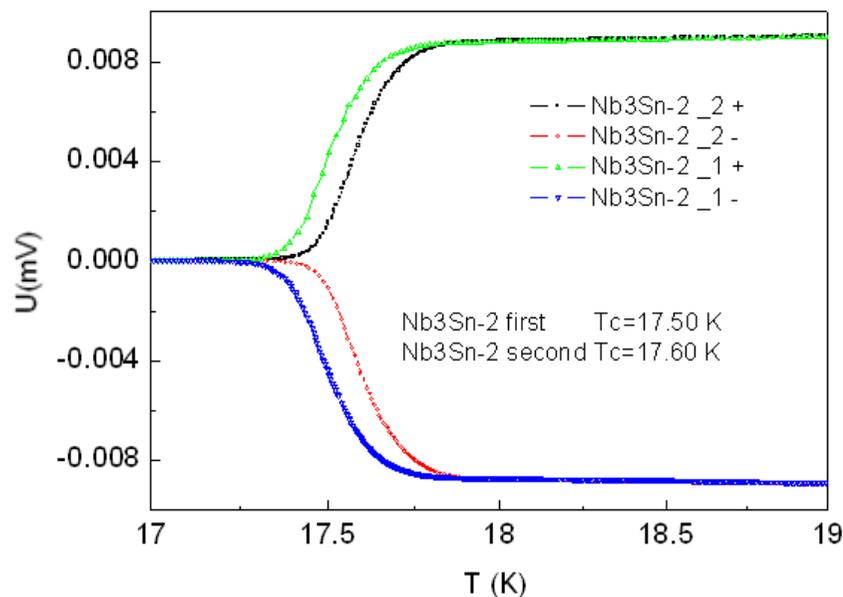
导热硅脂实验

同一样品采用不同的导热硅脂进行实验：

1. 只用缩醛胶粘接时 T_c=17.50 K
2. 普通国产导热硅脂 T_c=17.47 K
3. 进口N型导热硅脂 T_c=17.50 K

实验结果表明，样品采用缩醛胶粘接后，已经与基板建立很好的热连接，不需要再使用导热硅脂。

4. 实例演示 [实验]

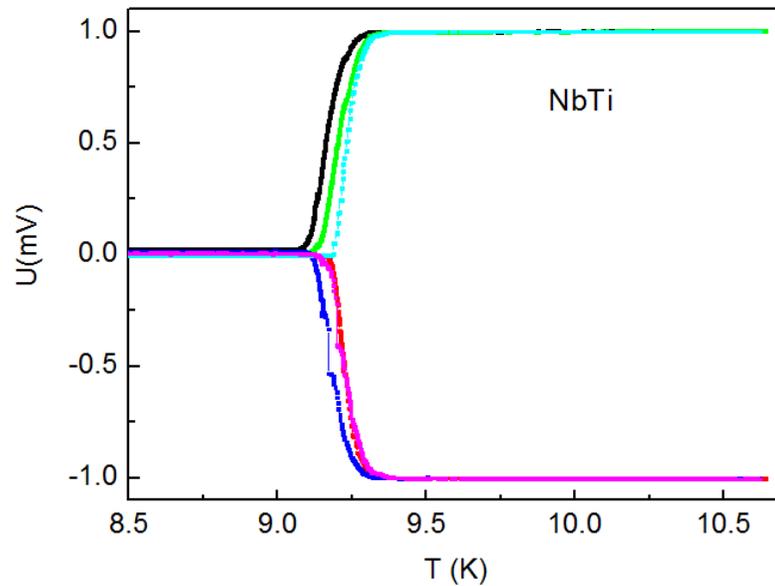


实验分析

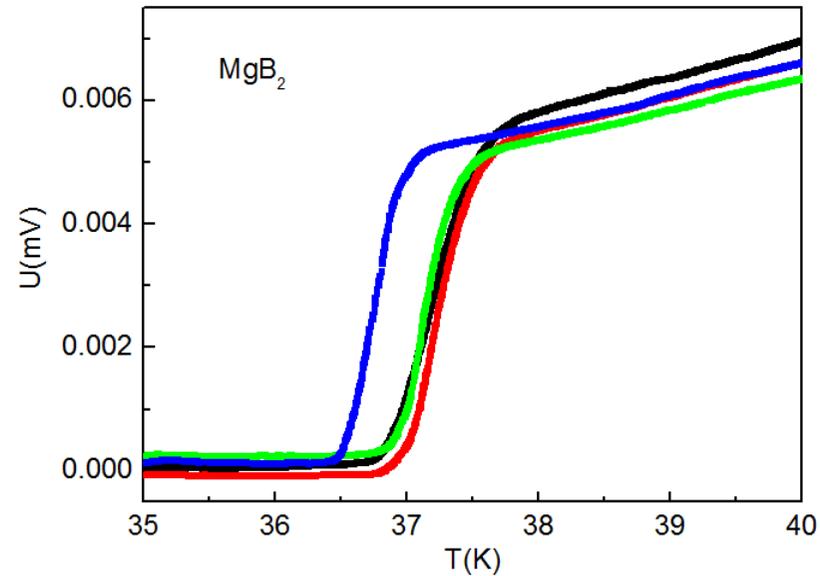
1. 几次测量 ΔT_c 约为0.20 K, 小于 T_c 的3%, 0.53 K;
2. 一个样品测量两次, 结果相差0.1 K, 相对误差为<0.6%;
3. 电流正反向后获得 T_c 相差都小于标准要求的3%。

	正向电流时 T_c (K)	反向电流时 T_c (K)	T_c	$(T_{c+}-T_{c-})/T_c \leq 3\%$
样品1	17.74	17.75	17.74	0.06%
样品2	17.64	17.52	17.58	0.70%
样品3	17.76	17.77	17.76	0.06%
样品4	18.10	18.10	18.10	0.00%
样品5	18.09	18.10	18.09	0.05%
样品6	17.81	17.73	17.77	0.45%

4. 实例演示 [实验]



NbTi超导线的电压-温度曲线



MgB₂超导线的电压-温度曲线

致冷剂选择

常用致冷剂，液氮（LN）、液氦（LH）；

低温超导体以及临界温度在77K以下的应选择LH致冷剂；而临界温度相对较高的高温超导体，适合采用LN制冷剂。



5

要点回顾

SUMMARY

5. 要点回顾



1

在使用该标准进行测量前，需要详细阅读标准，理解标准的主要技术要点：

- ✓ 临界温度的确定方式；
- ✓ 实验有效或无效的判据；
- ✓ 对样品及基板的尺寸要求。

2

低温测量系统的搭建：

- ✓ 测量设备精度应满足或优于标准要求并经过计量校准；
- ✓ 根据名义临界温度值选择合适的低温致冷剂的；
- ✓ 用适当的软件编写实时数据采集程序。

3

测量系统搭建完成后，初次正式使用前应进行确认：

- ✓ 实验的有效性判断；
- ✓ 重复性实验；
- ✓ 实验室间比对...



谢谢!

超导材料