

前 言

银或银合金包套铋系高温超导体是目前国内外研制开发最多的一种实用高温超导材料,而临界电流特性又是高温超导材料各参数中最重要的特性参数之一。为保证临界电流测量数据的可靠性和可比性,需建立相应的国家标准,以促进国内高温超导材料的研制和生产工作。

本标准制定中参考了 IEC 61788-3《银基 Bi-2212 和 Bi-2223 氧化物超导体直流临界电流测定》的标准草案。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由国家超导技术联合研究开发中心提出、资助、组织制定和归口。

本标准负责起草单位:北京有色金属研究总院、国家超导技术联合研究开发中心。

本标准参加起草单位:西北有色金属研究院、科学院物理所、中国科技大学、南京大学、科学院上海冶金所。

本标准主要起草人:华崇院、郭树权、汪京荣、曹烈兆。

本标准是在对大量样品进行多年的国内外循环比对测试和测试技术的专项实验研究的基础上,广泛征求有关专家意见制定的。参加循环比对测试的有:杨乾声、刘宜平、肖玲、丁世英、张宏、孙越、段镇中、汪成友、毛玉柱等。

中华人民共和国国家标准

银或银合金包套铋系氧化物 超导体直流临界电流的测定

GB/T 18502—2001

The DC critical current measurement for Ag or Ag-alloy sheathed
bismuthal oxide superconductor

1 范围

本标准规定了银或银合金包套铋系氧化物超导体短样品在零外场和液氮温度(77 K)附近进行直流临界电流的测定。

被测样品应为简单带材或圆线,而非编织带或缆线。所含超导材料既可以是 Bi-2223 也可以为 Bi-2212,其在样品截面上的分布既可是单芯的结构,也可为多芯的结构。

本标准适用于临界电流小于 200 A, n 值大于 10 的超导短样品临界电流的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

IEC 60050-815 超导电性名词术语

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 临界电流 critical current

超导体所能承载的最大直流电流,在此电流之下超导体可被认为是零电阻的载流导体。
[IEC 60050-815 中 815-03-01]

3.2 临界电流判据 critical current criterion

为具体判定超导样品是否处于非零电阻的失超状态所使用的量化判据。临界电流判据分电场判据及电阻率判据,可以根据实际应用的需要或约定采用其中一种。电场判据规定,在增加电流的过程中,当样品上出现的电场达到所选定电场标准时的电流为临界电流。而电阻率判据则根据样品整体呈现的电阻率达到所选定电阻率判据时的电流为临界电流。[IEC 60050-815 中 815-03-02]

3.3 n 值 n value

在一定的电场或电阻率范围内,超导样品 $V-I$ 曲线可用如下的指数函数公式近似:

$$V = V_0(I/I_0)^n \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——样品的电压, μV ;

I ——样品的电流, A ;

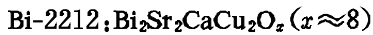
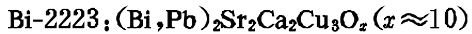
V_0 ——为确定 n 值在 $V-I$ 曲线上选定的参照电压, μV ;

I_0 ——为确定 n 值在 $V-I$ 曲线上选定的参照电流, A 。

n 值即为被这经验公式所定义的幂指数。[IEC 60050-815 中 815-03-10]

3.4 Bi-2223 及 Bi-2212 氧化物超导体

它们均为氧化物超导体,分别具有下列化学式:



国际电工委员会关于超导性词汇的文件 IEC 60050-815 适用于本标准。

4 测试方法和要求

本标准用直流四引线法测定样品的 $V-I$ 曲线,并由此 $V-I$ 曲线而确定其临界电流。为防止电流引线的接触电阻对样品电压信号采集的影响,样品上的电压引线必须和电流引线分离。样品电流应通过与样品串联的标准电阻来测定。从零开始增加样品的直流电流并记录样品上产生的电压信号,以获得完整的样品 $V-I$ 曲线。

本标准的目标精度为在零磁场和 77 K 附近,临界电流(I_c)测量的变化系数(COV)应小于 3%。变化系数(coefficient of variation)定义为在不同实验室间进行临界电流测量比较时,临界电流测量值的标准偏差和各实验室测量值的平均值之比。

本标准不适用于具有明显“爬坡”现象的 $V-I$ 曲线。

5 样品架和试样制备

5.1 样品架的材料可选用如夹布胶木那样的非金属材料,也可选用非磁性的金属材料。在从室温冷却到 77 K 时,由样品架材料和样品收缩系数的不同而导致的样品应变应小于 $\pm 0.1\%$ 。附录 A(提示的附录)给出了 BSCCO 和一些常用样品架材料在 273 K~4 K 之间的热收缩系数,以供参考。

5.2 若选用非磁性的金属材料作样品架时,样品架表面应进行绝缘处理,以避免测试时电流在样品和样品架之间分流。

5.3 样品架应有平坦的表面,平直的样品可安置在平面上而不遭受额外的应变和应力。

5.4 样品可用双面胶带、真空脂、低温胶等方法固定于样品架上,但也可不用任何粘结材料在样品和样品架之间进行固定,以利于样品反复的安装和测试。

5.5 样品的长度应满足下述公式表示的条件:

$$L_1 = 2 \times L_2 + L + 2 \times L_3 \geq 5 \times W \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$L_2 \geq W \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$L \geq W \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$L_3 \geq W \quad \dots\dots\dots(5)$$

其中 L_1 是样品的长度, W 是样品的宽度或直径, L_2 为电流引线焊接部分或连接部分的长度, L 是电位引线之间的距离, L_3 是电流引线和电位引线之间的距离。在需要较高灵敏度测量的情况下, L 需足够的大,以与仪表的灵敏度相匹配。在存在着明显的传输电流转移而导致 $V-I$ 曲线“爬坡”现象时,电流引线和电位引线之间的距离 L_3 需要相应增加。

5.6 样品的电位引线应尽可能沿样品长度方向的中轴线配置并处于样品的中部。为减少干扰信号对样品电压信号的影响,在连接到测试仪表之前,两根电压引线应经过扭绞处理。

5.7 在连接到由杜瓦盖延伸下来的电流电位引线之前,样品上的电流及电位引线应首先固定于设置在样品架的接线柱上,以防止在操作和测试过程中外力通过电流或电位引线传递到样品上,导致脆性材料 BSCCO 因外力作用而产生性能退化。

5.8 电流和电位引线与样品的连接,既可焊接,也可用机械压接或其他方法连接。不论用何种方法连接,都不应给被测样品性能造成损害。由于样品上的电流接头是非超导接头,通过大电流时会有功率损耗并引起样品的温升。为防止这种温升对样品临界电流测量的影响,必须注意控制此电流引线接头的接触电阻。由电流引线接触电阻引起的样品中部最高温升应小于 0.3 K。

6 测试步骤

- 6.1 在进行样品的临界电流测试时,样品和样品架必须全部浸泡在液氮之中。
- 6.2 为防止样品过快冷却导致的热应力对样品性能的可能损伤,样品应首先在蒸发的冷氮气中慢慢冷却,然后慢慢的插入到液氮之中。样品从室温冷却到液氮温度的时间不应少于 5 min。
- 6.3 所使用液氮的实际温度,应用经标定的铂电阻温度计或其他测温元件实测。
- 6.4 测试电流应从零开始逐步增大,样品上的相应电压应用 X-Y 记录仪或其他数据采集系统进行记录。既可以用恒定速度线性地增加样品的电流,也可以采用“步进”的方法来进行样品电流的升流。在线性增加电流的情况下,升流速率应低于 $1I_c/\text{min}$ 。在步进升流时,于相邻电流设置点之间的升流速度应低于 $5I_c/\text{min}$ 。在每一个电流设置点上电流的偏离应小于临界电流 I_c 的 1%。
- 6.5 为防止样品失超后的损坏,每次测试时样品最大电压信号应控制在 $10 \mu\text{V}/\text{cm}$ 之下。
- 6.6 同一样品每相邻两次的重复测量,应有足够的时间间隔,此间隔推荐为不少于 2 min。
- 6.7 临界电流测试结束后,应及时将样品由液氮中取出,避免样品在液氮中过长时间的浸泡。同样样品从液氮温度恢复到室温时也应注意避免样品的激烈温升,所用时间不应少于 5 min。

7 精密度和准确度

7.1 电流测定

- 7.1.1 样品电流应通过和样品串联的标准电阻来测定。所使用的四端子标准电阻的准确度应优于 0.5%。
- 7.1.2 给样品提供电流的直流电源,应有足够高的稳定性和低的纹波与噪音。在临界电流 I_c 处,电源在 10 Hz~10 MHz 频宽范围内的最大周期和随机偏移电流(PARD)应小于临界电流 I_c 值的 $\pm 2\%$ 。
- 7.1.3 所用仪器系统的技术性能应能保证样品电流的测定达到 1%的准确度,并允许此电流的测定有 1%的精密度。

7.2 电压测定

电压 V_c 测定的精密度应优于 10%。样品电压 V_c 的说明见 8.1.2。

7.3 液氮温度测定

所使用的液氮应用经标定的铂电阻或其他温度传感元件进行测定。温度测定的准确度应优于 $\pm 0.1 \text{ K}$ 。

7.4 电压引线间距的测定

电压引线之间距离测量的准确度应优于 5%。

8 测量结果的计算

8.1 临界电流判据

8.1.1 根据所采集的 $V-I$ 曲线确定临界电流时,既可用电场判据(E_c)也可用电阻率判据(ρ_c)。本标准使用的电场判据为 $100 \mu\text{V}/\text{m}$,电阻率判据为 $2 \times 10^{-13} \Omega \cdot \text{m}$ 。

8.1.2 无论是使用电场判据还是电阻率判据,临界电流都需根据所采集的 $V-I$ 曲线上相对于电压基准线的电压值(V_c)来确定相应的临界电流。电压基准线是当样品电流为零时由相应的电压测定值(V_0)做出的一个垂直于电压坐标轴的直线,如图 1。在使用电场判据时, V_c 值可通过下述公式(6)来确定:

$$V_c = LE_c \quad \dots\dots\dots(6)$$

其中 $V_c(\mu\text{V})$ 是电压判据, $L(\text{m})$ 是样品上电压引线间距离, E_c 为电场判据,其值为 $100 \mu\text{V}/\text{m}$ 。当使用电阻率判据时, V_c 值可通过下述公式(7)来确定:

$$V_c = I_c \rho_c L/S \quad \dots\dots\dots(7)$$

其中 $L(\text{m})$ 和 $S(\text{m}^2)$ 是电压引线之间的距离和样品的整个横截面积。 ρ_c 是电阻率判据,本标准规定

的判据为 $2 \times 10^{-13} \Omega \cdot m$ 。根据公式(7)做出的直线和 $V-I$ 曲线交点所确定的相应电压判据 (V_c) 和临界电流值 (I_c)，见图 1。

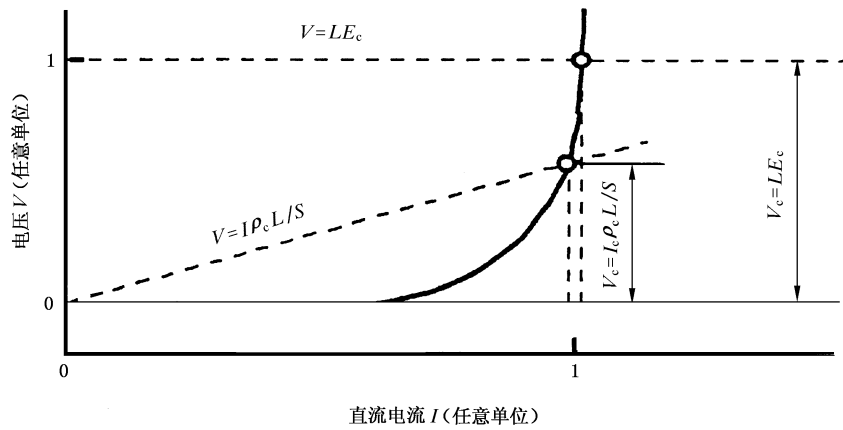


图 1 用电场及电阻率判据在 $V-I$ 曲线上来确定临界电流

8.1.3 本标准不确定有明显“爬坡”现象的 $V-I$ 曲线的临界电流。连接电流为零及电流为 $0.5I_c$ 时相应 $V-I$ 曲线的两点，所形成的直线斜率应小于 $0.3V_c/I_c$ 。其中 V_c 为确定相应临界电流 I_c 时使用的电压判据。不符合此要求的 $V-I$ 曲线被认作无效测试，见图 2。

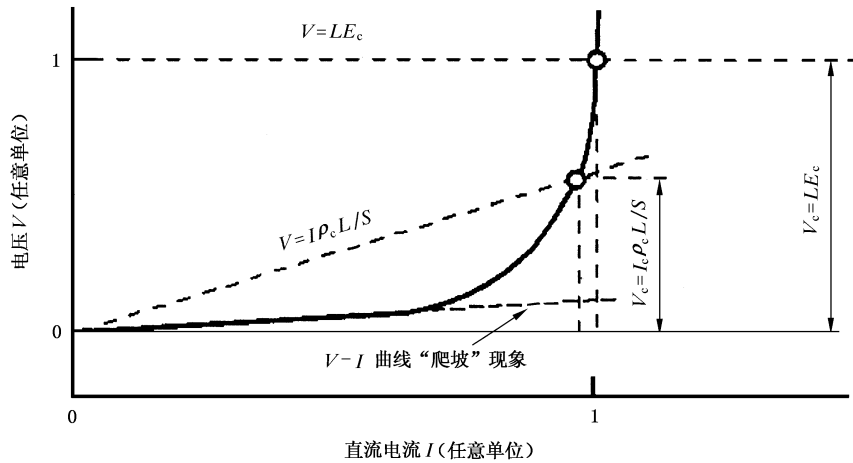


图 2 具有“爬坡”现象的 $V-I$ 曲线和在此情况下用电场及电阻率判据来确定临界电流的方法

8.2 n 值(选择项)

8.2.1 根据公式(1), n 值可通过对一定范围内的 V 和 I 取对数后而获得。 n 值为对数坐标轴 ($\lg V - \lg I$) 内相应直线的斜率。

8.2.2 n 值应在确定样品临界电流的电场或电阻率判据范围内进行计算, 并使计算结果合理反映样品由超导态向正常态转变的特点。因为 n 值的大小和计算时所采用电场和电阻率的数值范围有密切的关系, 因此所使用的电场或电阻率范围应明确报告。

9 测定报告

9.1 样品参数

- a) 样品名称及生产厂家;
- b) 样品编号;
- c) 样品的基体材料及基体材料与超导体的体积比;
- d) 样品的形状、尺寸、芯数及芯径;

e) 其他有参考意义的样品参数。

9.2 样品的临界电流值

- a) 样品的临界电流值(I_c)；
- b) 所用判据；
- c) n 值及计算时所用电场或电阻率数值范围。

9.3 测试条件

- a) 所用液氮温度；
- b) 样品架材料,尺寸及样品固定方法；
- c) 电位引线之间距离,电位及电流引线间的最短距离；
- d) 样品和电流、电位引线的连接方法,及电流引线与样品的连接部分长度。

9.4 测定日期、测定人员、校验人员、技术负责人签字、单位盖章。

附 录 A
(提示的附录)

Bi 系氧化物超导体和有关材料的热收缩数据

选择制作样品架的材料时,需考虑其热收缩系数和样品的匹配。表 A.1 给出了 BSCCO 和一些常用样品架材料在 273 K~4 K 之间的热收缩系数。

表 A.1 Bi 系氧化物超导体和有关材料的热收缩数据

材 料	热收缩率/%							
	温度/K							
	273	200	150	100	50	20	10	4
Bi-2223 复合带								
Bi-2223 第一次冷却	0	-0.09	-0.14	-0.17	-0.20	-0.20	-0.20	
复合带 ¹⁾ 第二次冷却	0	-0.11	-0.18	-0.23	-0.27	-0.27	-0.27	
银 ²⁾	0	-0.135	-0.221	-0.301	-0.360	-0.374	-0.375	-0.375
OFHC 铜已退火 ³⁾	0	-0.118	-0.180	-0.252	-0.288	-0.295	-0.295	
G10 叠层方向 ⁴⁾	0	-0.09	-0.13	-0.175	-0.205	-0.215	-0.220	-0.225
G10 垂直方向 ⁴⁾	0	-0.28	-0.428	-0.54	-0.62	-0.64	-0.65	-0.655
不锈钢 AISI SUS316 ³⁾	0	-0.111	-0.173	-0.230	-0.262	-0.265	-0.265	-0.265
不锈钢 AISI SUS304 ³⁾	0	-0.11	-0.172	-0.230	-0.261	-0.264	-0.264	-0.264

注: 热收缩系数在 273 K 时以零来表示。

1) O. Yamada et al, vol. 38, No. 4(1998)397

2) Properties of Materials at low Temperature(Phase 1), edited by V. J. Johnson, Pergamon Press(1961)

3) Handbook on Materials for Superconducting Machinery, NVS(1974, 1976)

4) A. F. et al, IEEE Trans. On Magnetics, MAG-17(1981)2316