

中华人民共和国国家标准

GB/T 36611—2018/IEC 61788-18:2013

力学性能测量 Ag 和/或 Ag 合金包套 Bi-2223 和 Bi-2212 复合超导体室温拉伸试验方法

Mechanical properties measurement—Room temperature tensile test of Ag-and/or Ag alloy-sheathed Bi-2223 and Bi-2212 composite superconductors

(IEC 61788-18:2013, Superconductivity—Part 18: Mechanical properties measurement—Room temperature tensile test of Ag-and/or Ag alloy-sheathed Bi-2223 and Bi-2212 composite superconductors, IDT)

2018-09-17 发布

2019-01-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	3
5 装置	3
5.1 总则	3
5.2 试验机	3
5.3 引伸计	3
6 试样制备	3
6.1 原则	3
6.2 试样的长度	3
6.3 绝缘层去除	3
6.4 横截面积(S_0)的确定	3
7 试验条件	4
7.1 试样的夹持	4
7.2 引伸计的安装	4
7.3 试验速度	4
7.4 试验	4
8 结果计算	4
8.1 弹性模量(E)	4
8.2 0.2%规定塑性延伸强度($R_{p0.2}$)	5
8.3 规定应变值的拉伸应力(R_A)	5
8.4 断裂强度(R_f)	7
9 测量不确定度	7
10 试验报告	7
10.1 试样	7
10.2 结果	7
10.3 试验条件	8
附录 A (资料性附录) 关于第 1 章~第 10 章的补充说明	9
附录 B (资料性附录) 不确定度考虑	18
附录 C (资料性附录) 关于评估 Ag/Bi-2223 和 Ag/Bi-2212 超导线不确定度的具体实例	22
参考文献	29

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 IEC 61788-18:2013《超导电性 第 18 部分:力学性能测量 Ag 和/或 Ag 合金包套 Bi-2223 和 Bi-2212 复合超导体室温拉伸试验方法》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

- GB/T 228.1—2010 金属材料 拉伸试验 第 1 部分:室温试验方法(ISO 6892-1:2009, MOD)
- GB/T 2900(所有部分) 电工术语 [IEC 60050(所有部分)]
- GB/T 12160—2002 单轴试验用引伸计的标定(ISO 9513:1999, IDT)
- GB/T 13634—2008 单轴试验机检验用标准测力仪的校准(ISO 376:2004, IDT)
- GB/T 16825.1—2008 静力单轴试验机的检验 第 1 部分:拉力和(或)压力试验机测力系统的检验与校准(ISO 7500-1:2004, IDT)

本标准做了下列编辑性修改:

- 为与现有标准体系一致,将本标准的名称改为《力学性能测量 Ag 和/或 Ag 合金包套 Bi-2223 和 Bi-2212 复合超导体室温拉伸试验方法》;
- 原国际标准的 A.14 和 B.5 归入参考文献,其在文中的引用也做了相应调整。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国超导标准化技术委员会(SAC/TC 265)归口。

本标准起草单位:中国科学院电工研究所、西北有色金属研究院、西部超导材料科技股份有限公司、中国科学院物理研究所。

本标准主要起草人:程军胜、李成山、闫果、李洁、王秋良、戴银明、崔春艳。

引 言

目前几种复合超导体已经商用化。尤其是高温超导体,诸如 Ag 和/或 Ag 合金包套 Bi-2223(Ag/Bi-2223)超导线和 Ag 和/或 Ag 合金包套 Bi-2212(Ag/Bi-2212)超导线,已经工业化规模生产。商用复合超导体具有高的电流密度和小的横截面积,主要应用于建造电力装置和超导磁体。在建造磁体时,复杂的应力/应变作用于线圈上;在磁体励磁时,由于超导线的电流密度很高,很大的电磁力会作用在超导线上。因此,确定线圈中超导线的力学性能是必不可少的。采用粉末装管法(PIT)制备的 Ag/Bi-2223 和 Ag/Bi-2212 复合超导线由许多氧化物芯以及作为稳定和支撑作用的 Ag 和 Ag 合金构成。本标准也适用于外部采用薄不锈钢或铜箔加强以承载大电磁力的 Ag/Bi-2223 和 Ag/Bi-2212 复合超导体。

力学性能测量

Ag 和/或 Ag 合金包套 Bi-2223 和 Bi-2212 复合超导体室温拉伸试验方法

1 范围

本标准规定了 Ag/Bi-2223 和 Ag/Bi-2212 复合超导线室温拉伸试验方法。

本试验方法用于测量弹性模量和确定 0.2% 规定塑性延伸强度。

当因材料过早断裂而不能得到 0.2% 规定塑性延伸强度时,则需测量名义应变分别是 0.05%、0.1%、0.15%、0.2%、0.25% 时的应力水平,应变间隔 0.05%。

弹性极限、断裂强度、断后伸长率和拟合型的 0.2% 规定塑性延伸强度仅作参考(参见附录 A 的 A.4、A.5、A.6 和 A.10)。

本标准适用于测试横截面积为 $0.3 \text{ mm}^2 \sim 2.0 \text{ mm}^2$ 的圆形或矩形截面的样品(对应的带材宽度 $2.0 \text{ mm} \sim 5.0 \text{ mm}$,厚度 $0.16 \text{ mm} \sim 0.4 \text{ mm}$)。

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。

ISO 376 金属材料 单轴试验机检验用标准测力仪的校准(Metallic materials—Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines)

ISO 6892-1 金属材料 拉伸试验 第 1 部分:室温试验方法(Metallic materials—Tensile testing—Part 1:Method of test at room temperature)

ISO 7500-1 金属材料 静力单轴试验机的检验 第 1 部分:拉力和(或)压力试验机 测力系统的检验与校准(Metallic materials—Verification of static uniaxial testing machines—Part 1:Tension/compression testing machines—Verification and calibration of the force-measuring system)

ISO 9513 金属材料 单轴试验用引伸计的标定(Metallic materials—Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing)

IEC 60050 (所有部分) 国际电工术语(International electrotechnical vocabulary)(见〈<http://www.electropedia.org>〉)

3 术语和定义

IEC 60050(所有部分)和 ISO 6892-1 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

拉伸应力 tensile stress

R

试验期间任一时刻的拉力除以试样原始横截面积之商。

3.2

拉伸应变 **tensile strain**

A

试验期间任一时刻的位移增量除以引伸计初始标距之商。

3.3

引伸计标距 **extensometer gauge length**

L_G

用引伸计测量试样延伸时所使用引伸计起始标距长度。

3.4

夹头间距 **distance between grips**

L₀

夹头之间的长度,夹头用于在测试前固定被测试样。

3.5

弹性模量 **modulus of elasticity**

E

弹性形变区内应力-应变曲线线性部分的斜率。

见图 1。

注:根据采用过程的不同确定:

- a) 一种是根据初始加载曲线的零偏移线,表示为 E_0 ;
- b) 另一种是根据弹性卸载时的直线斜率,表示为 E_U 。

3.6

0.2%规定塑性延伸强度 **0.2% proof strength**

R_{p0.2}

当复合超导线塑性延伸率为 0.2%时的应力。

见图 1。

注:在图 1 中初始加载曲线和卸载曲线的点 A 和 B 分别对应的指定应力 $R_{p0.2-0}$ 和 $R_{p0.2-U}$ 。认为该强度代表了复合超导材料的 0.2%规定塑性延伸强度。

3.7

规定应变值的拉伸应力 **tensile stress at specified strains**

R_A

不同规定应变值(A)对应的拉伸应力。

3.8

断裂强度 **fracture strength**

R_f

断裂时的拉伸应力。

注:大部分情况下,断裂强度定义为最大拉伸力对应的拉伸应力。

3.9

弹性极限的拉伸应力 **tensile stress at elastic limit**

R_{el}

当从弹性形变转变为塑性形变的瞬时对应弹性极限时的拉伸应力。

3.10

弹性极限的拉伸应变 **tensile strain at elastic limit**

A_{el}

弹性极限的应变。

注：应力 R_{el} 和对应的应变 A_{el} 指图 A.5 中的 G 点，并认为 G 点是从弹性形变到塑性形变的转变点。

4 原理

本方法用拉力拉伸试样，一般直至断裂，测定第 3 章定义的力学性能。

本试验的物理量受限于所采用的应变测量方法。选用传统的单引伸计系统，推荐测定 E_U 和 $R_{p0.2-U}$ 。而由于双引伸计系统能够补偿样品的弯曲效应，可以保证准确测量弹性模量，因此上述的所有量都可以测定。

5 装置

5.1 总则

试验机和引伸计应分别符合 ISO 7500-1 和 ISO 9513。标定应遵循 ISO 376。本标准中的特殊要求在本章给出。

5.2 试验机

应使用可提供恒定横梁位移速率的拉伸机控制系统。夹头应具有适用于试样的结构和强度，并且能和试验机有效地连接。夹头应具有采用挫、滚花或其他方式产生的粗糙表面，保证试样在测试过程中不会滑动。夹头可以是螺纹型、气动型或者液压型。

5.3 引伸计

引伸计的质量应不大于 30 g，从而不会影响复合超导线的力学性能。引伸计的质量应相对超导线对称平衡，从而避免任何偏中心线力。注意，不能在试样上引入弯曲力矩（参见 A.2 和 A.3）。

6 试样制备

6.1 原则

试样从线轴上取下时需要矫直，应采用对材料影响尽量小的方法。当对试样进行手工处理时，应小心避免弯曲和预加载。

6.2 试样的长度

试样的长度应是夹头之间内侧距离与两个夹头长度之和。按照引伸计安装要求，夹头之间内侧距离应不小于 60 mm。

6.3 绝缘层去除

如果试样表面有绝缘材料层，应去除。无论采用化学方法或者机械方法去除绝缘层时都需要小心，不能破坏试样表面（参见 A.7）。

6.4 横截面积(S_0)的确定

当试样表面的绝缘层去除以后，应采用千分尺或者其他尺寸测量仪器测量试样横截面积。带材的横截面积应通过其厚度和宽度的乘积获得。横截面倒角如何修正应由当事各方磋商决定（参见 A.8）。

另外,对于棱镜形导体,也可以通过照片测量其宽度和厚度。对于宽度方向厚度有变化的超导线,应采用中部与边缘厚度的平均值,以降低对横截面积错误测量的影响。圆线的横截面积应采用两个相互垂直直径的算术平均值来计算。

7 试验条件

7.1 试样的夹持

安装试样到拉伸机的夹头上时,试样和拉伸载荷轴线应对准在一条直线上。可以在夹头和试样之间垫入砂纸以防止试样被夹持的表面发生滑动或断裂(参见 A.9)。试样安装时应避免弯曲或变形。

7.2 引伸计的安装

安装引伸计时,应小心防止试样发生变形,比如引伸计尖锐的边缘造成的豁口可能引起试样过早断裂。引伸计应安装在上、下夹头的中央,测量的方向与试样轴向对准。

安装引伸计时应注意不能对试样预加载。安装后,载荷应归零。

在采用双引伸计系统时,引伸计应相对横截面对称安装,均化应变以抵消弯曲效应。

7.3 试验速度

拉伸试验应采用位移控制。试验机横梁位移速率推荐 0.1 mm/min~0.5 mm/min。

7.4 试验

测试按如下程序进行,横梁位移速率应设定在规定值,然后启动拉伸机。应变、应力分别由引伸计和载荷传感器的输出信号计算得出,在横坐标和纵坐标图中绘出,如图 1 和图 2 所示。当总应变达到大约 0.1%(A_U点)时,拉伸应力应降低 30%~40%。随后再次加载到先前水平,并继续增大直到试样断裂。

在开始任何材料试验程序之前,宜先用已知弹性特性的相似尺寸导线检验全套试验设备(参见 A.13)。

8 结果计算

8.1 弹性模量(E)

弹性模量一般采用公式(1)和初始加载曲线与卸载曲线的直线部分计算得到。用于后处理的数据分析软件,应具备放大应力-应变曲线图,尤其是其偏离线性区域的局部的功能(参见 A.12)。

$$E = \Delta F / (S_0 \Delta A) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

E —— 弹性模量,单位为兆帕(MPa);

ΔF —— 力的增量,单位为牛顿(N);

ΔA —— ΔF 对应的应变增量;

S₀ —— 试样的初始横截面积,单位为平方毫米(mm²)。

由于卸载过程是达到图 1 中的 A_U点显示的应变时实施的,那么同一个公式(1)可用于卸载的模量(E_U)和初始加载模量(E₀)。

宜在开始点 A_U测量卸载曲线,A_U点宜在 0.1%附近。

试验后,结果应采用比值 E₀/E_U进行校核。比值应满足公式(2)所给出的条件,其中 Δ=0.3(参见

A.11)。

$$1 - \Delta < \frac{E_0}{E_U} < 1 + \Delta \quad \dots\dots\dots(2)$$

如果不满足公式(2)的条件,判定试验无效。然后应对照本试验方法,检查实验过程后重新进行试验。

推荐卸载—再加载过程如下:当加载曲线达到应变点 $A_U = 0.1\%$ 时,应力降低 $30\% \sim 40\%$,随后再对超导线进行加载。

卸载曲线的斜率应在卸载开始时的应力与卸载应力值 90% 之间的直线部分获得。

8.2 0.2%规定塑性延伸强度($R_{p0.2}$)

超导线的 0.2%规定塑性延伸强度应通过两种方法获得,即图 1 中应力-应变曲线的初始加载部分和卸载部分。

加载 $R_{p0.2-0}$ 条件下的 0.2%规定塑性延伸强度应作如下确定:将应力-应变曲线的加载线直线部分沿着应变轴平移 0.2%(加载下的 0.2%偏移线),该直线与应力-应变曲线的交叉点 A 定义为初始加载下的 0.2%规定塑性延伸强度。

卸载 $R_{p0.2-U}$ 条件下的 0.2%规定塑性延伸强度应作如下确定:将卸载线的直线部分平移至加载下的 0.2%偏移应变点,该直线与应力-应变曲线的交叉点 B 定义为卸载下的 0.2%规定塑性延伸强度。根据卸载线(图 1 中的 4)确定 0.2%规定塑性延伸强度。

每个 0.2%规定塑性延伸强度应采用公式(3)计算:

$$R_{p0.2-i} = F_i / S_0 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$R_{p0.2-i}$ ——每个点的 0.2%规定塑性延伸强度,单位为兆帕(MPa);

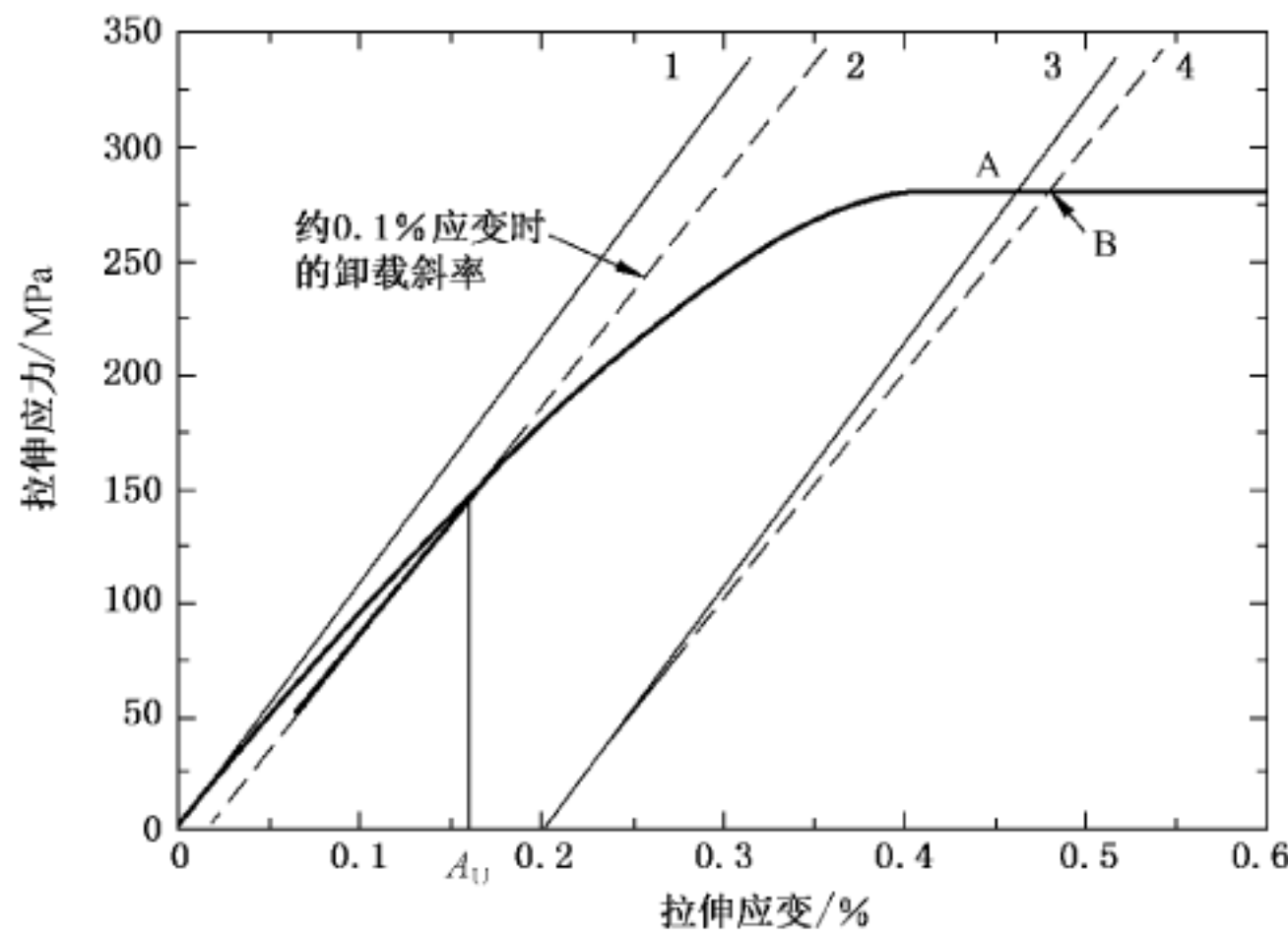
F_i ——在每个点的力,单位为牛顿(N);

S_0 ——试样的初始横截面面积,单位为平方毫米(mm^2);

并且,在 0%时 $i = 0$,0.1%时 $i = U$ 。

8.3 规定应变值的拉伸应力(R_A)

另一方面,当 0.2%规定塑性延伸强度由于过早拉断不能确定时,则需测量规定应变分别为 0.05%、0.1%、0.15%、0.2%和 0.25%时的拉伸应力,应变间隔为 0.05%。(见图 2)

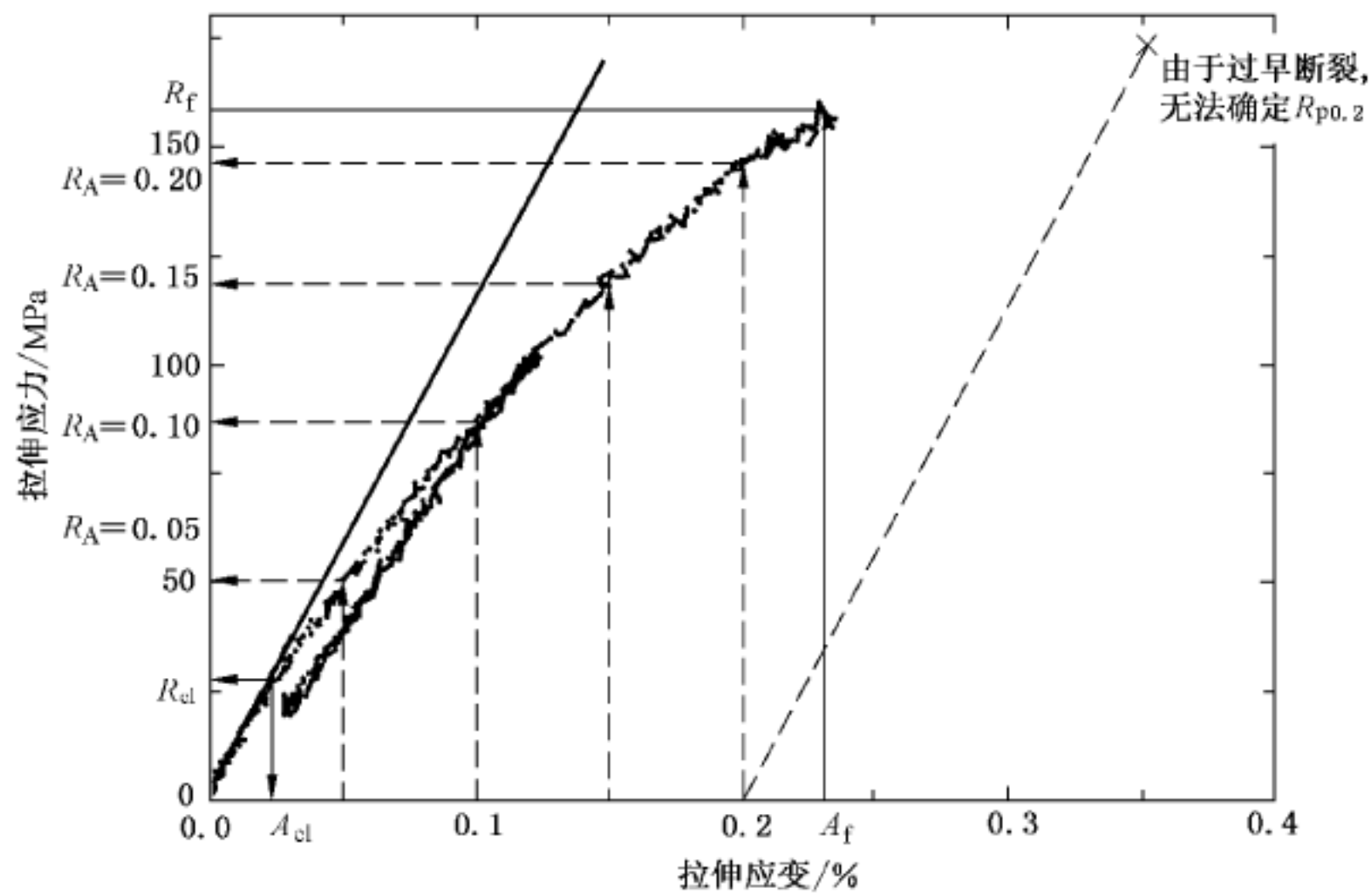


说明:

- 1——根据初始加载曲线拟合的直线(零偏移线);
- 2——根据卸载曲线拟合的直线;
- 3——根据初始加载拟合直线平移至 0.2% 偏移线;
- 4——根据卸载拟合直线平移至 0.2% 偏移线;
- A——根据偏移线 3 获得的 0.2% 规定塑性延伸强度;
- B——根据偏移线 4 获得的 0.2% 规定塑性延伸强度。

注: 初始加载线的斜率一般会随着应变的增大而减小。于是, 从横坐标上的 0.2% 偏移点可以画两条直线确定复合超导线的 0.2% 规定塑性延伸强度。A 点是由初始线获得, B 点由卸载线获得。

图 1 黄铜箔封装 Ag/Bi-2223 超导线的典型应力-应变曲线和弹性模量与 0.2% 规定塑性延伸强度的定义



注: 一旦由于超导线过早断裂不能确定 0.2% 规定塑性延伸强度, 则需测量规定应变值的拉伸应力, 比如 0.05%、0.1%、0.15%、0.2%, 应变间隔为 0.05%。另外, 断裂强度 R_f 和断后伸长率 A_f 是从应力-应变曲线中得到。

图 2 Ag/Bi-2223 超导线的典型应力-应变曲线, 0.2% 规定塑性延伸强度不能确定, 可测量图中定义的规定应变值的拉伸应力

8.4 断裂强度(R_f)

断裂强度(R_f)应为最大拉力除以超导线加载以前的原始横截面面积之商(参见 A.6)。

9 测量不确定度

除非特殊约定,试验应在 280 K~310 K 的温度范围内进行。使用的载荷传感器在零到最大载荷之间的相对标准不确定度应小于 0.1%。引伸计的相对标准不确定度应小于 0.05%。位移测量传感器(比如 LVDT,线性可变差动变压器)的相对标准不确定度应小于 0.01%。

参考当前 8 个代表性研究实验室的国际循环比对试验(International Round Robin Test)确定的弹性模量 E_0 和 E_U 、规定应变值的拉伸应力 R_A 和 0.2%规定塑性延伸强度 $R_{p0.2}$ 等测量值的相对标准不确定度值列于表 A.1(参见 A.11)。

一定数量样品的测量相对标准不确定度应用公式(4)计算得到:

$$U_{RSU}(N) = \overline{COV} / \sqrt{N} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$U_{RSU}(N)$ ——相对标准不确定度;

N ——所测样品的数量;

\overline{COV} ——全部测试数据的平均变异系数。

按照国际循环比对试验(参见参考文献中的[4]和[5]),一定数量样品的测量相对标准不确定度应用公式(4)计算得到。比如,对于裸线样品 E,经校验后合格的试验数据 $N=18$, E_0 的相对标准不确定度是 1.8%, $E_U(N=18)$ 类似为 1.5%。对于两根 BSSCO 裸线,不可能得到 $R_{p0.2}$ 值。但对于金属箔封装后具有三层结构的 Ag/Bi-2223 超导线, $R_{p0.2}$ 的相对标准不确定度为 1.4%($N=9$)。另外,规定应变值的拉伸应力 $R_A(N=16)$ 的不确定度范围在 1.0%~2.7%。

10 试验报告

10.1 试样

- a) 试样制造商;
 - b) 分类和/或标识;
 - c) 批号;
- 以下信息如有,应报告:
- d) 原材料和化学组成;
 - e) 超导带材的横截面形状和尺寸;
 - f) 芯数;
 - g) 非超导体与超导体的比值。

10.2 结果

以下力学性能结果应报告:

- a) 弹性模量(E_0 和 A_U 对应的 E_U);
- b) 0.2%规定塑性延伸强度($R_{p0.2-0}$ 和 $R_{p0.2-U}$);
- c) 应变值为 0.05%、0.1%、0.15%、0.2%和 0.25%的拉伸应力(R_A),应变间隔为 0.05%。

以下信息根据需要作为选项报告:

- d) 从应力-应变曲线得到的断后伸长率(A_f)以及断裂点的位置(比如在引伸计内或在夹头处);
- e) 断裂强度(R_f);

以下信息如有,应报告:

- f) 用指数函数拟合曲线得到的系数(参见 A.5);
- g) 弹性极限的拉伸应力(R_{el});
- h) 弹性极限的拉伸应变(A_{el})。

10.3 试验条件

以下信息如有必要应报告:

- a) 横梁位移速率;
- b) 夹头间距;
- c) 温度;
- d) 试验机的制造商和型号;
- e) 引伸计的制造商和型号;
- f) 夹持方式。

附录 A

(资料性附录)

关于第 1 章~第 10 章的补充说明

A.1 总则

本附录给出了能严重影响拉伸测试方法的各种因素的参考信息,以及使用本标准的注意事项。

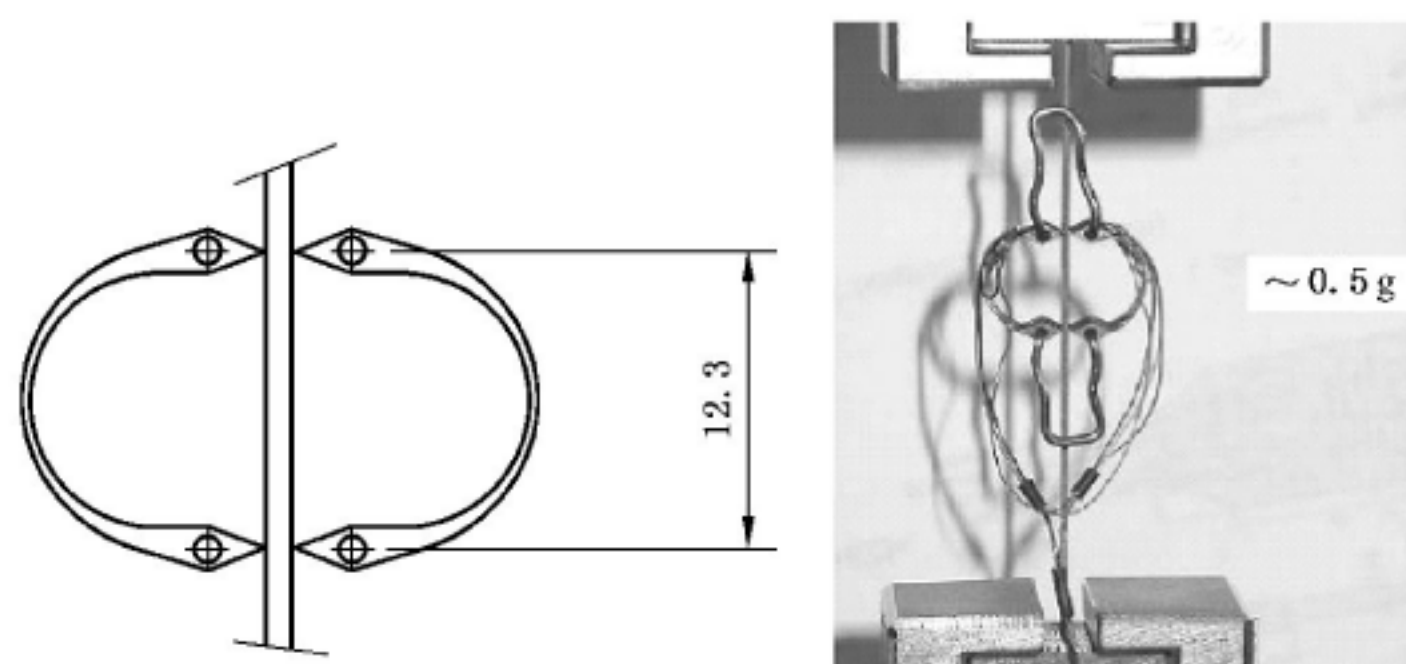
A.2 引伸计

A.2.1 双引伸计

在 Ag/Bi-2223 超导线国际循环比对试验中,通常采用两个单引伸计构成的双引伸计系统。采集两个信号后经软件平均,或者采集引伸计自身系统平均后给出的单一信号。轻型引伸计的质量应不大于 5 g^[1]。

在图 A.1 和图 A.2 中显示出了典型的先进轻型双引伸计。

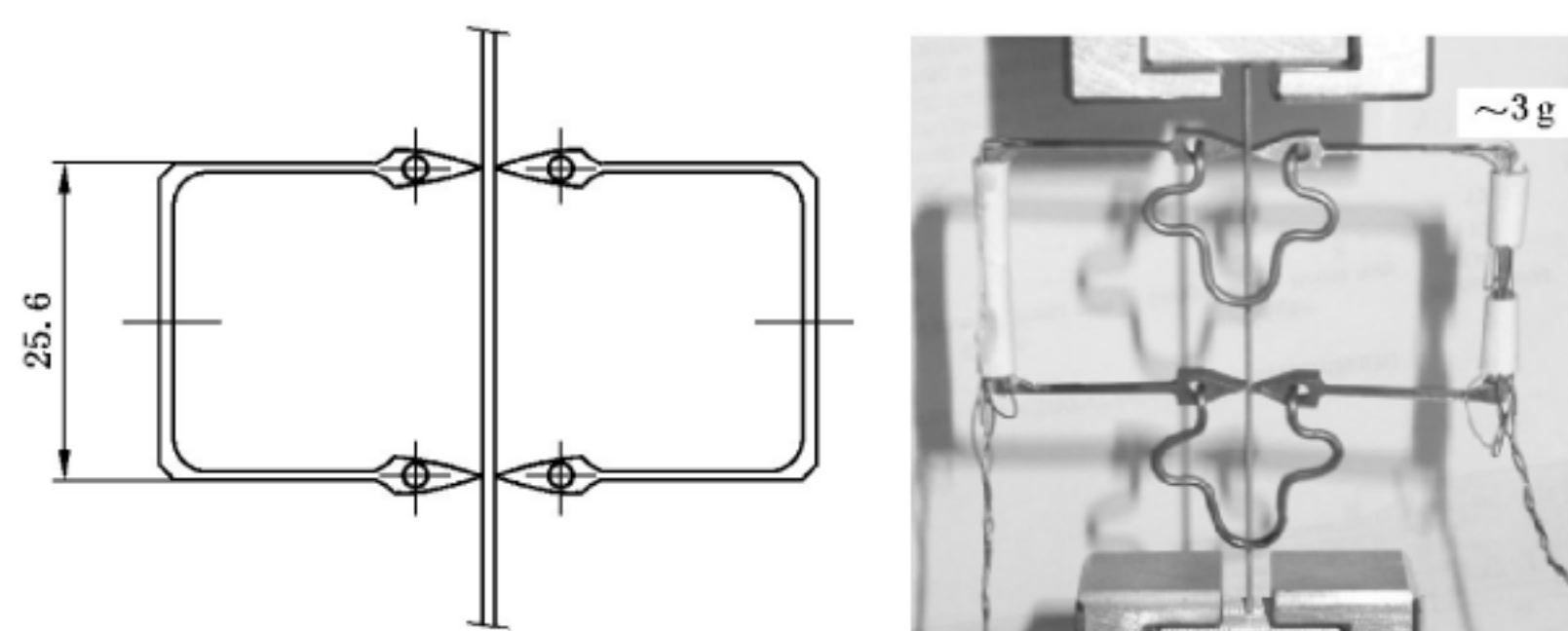
单位为毫米



注:用导线将两个引伸计连接成一个单引伸计,可以将两个位移记录电学平均。

图 A.1 轻型 Siam 双联式引伸计,其标距~12.3 mm(总重~0.5 g)

单位为毫米



注:双引伸计由两个相同的单引伸计组成,采用软件实施应变平均。

图 A.2 轻型双引伸计,其标距~25.6 mm(总重~3 g)

A.2.2 单引伸计

图 A.3 所示为一种单引伸计,带配重后的总重 31 g,曾用于 IEC 61788-6(参见参考文献[15])的制定工作。

单位为毫米

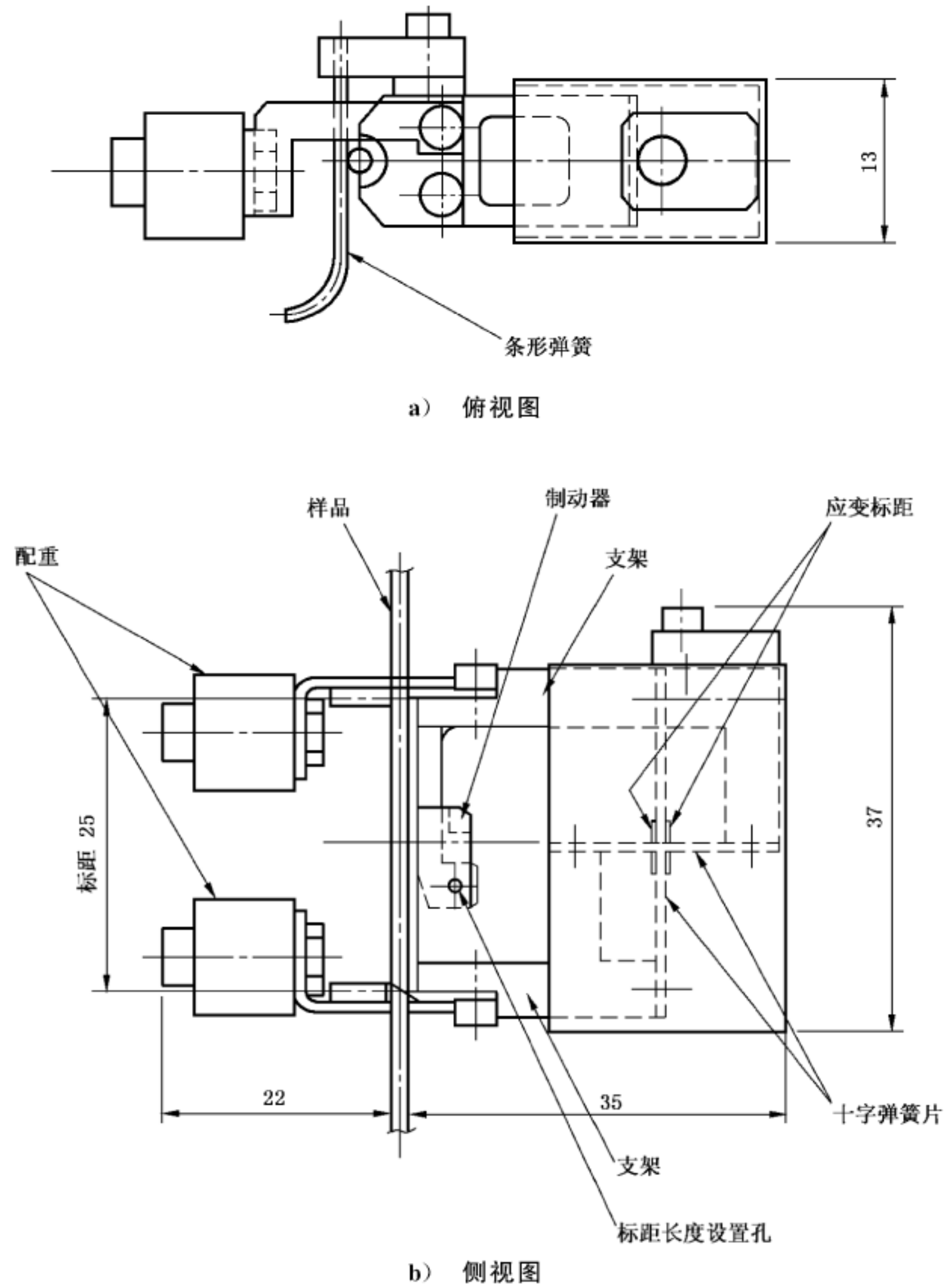


图 A.3 带配重和垂直试样轴的引伸计实例

A.3 高分辨引伸计要求

从图 A.4 中可推导出对引伸计的要求。原始数据宜具备低的相对标准不确定度,特别是在 0~0.01%应变区间内。该应变区间对应的引伸计总位移宜应为 2.5 μm(25 mm 标距)或者 1.2 μm(12 mm 标距)。事实上,为确保该应变区间内稳定记录,所获取的信号信噪比宜优于 100。12 mm 标距的引伸计的校准系数一般为 10 V/mm。因此信号的电压峰峰值宜大约为 1 mV 才能确保低的相对标准不确

定度。采用最先进的信号调节器、屏蔽且扭绞电缆、并且选用 16 位以上的高分辨率数据采集系统,有可能满足需求^[1]。图 A.4 显示了测量 Ag/Bi-2223 超导线得到的载荷-位移曲线形式的原始数据。为了获取如图所示的低分散性数据,系统一定要具有高的信噪比,以使曲线能够在 1 μm 位移范围内有好的分辨率^[2,3]。

为确保用于评估弹性模量的零偏移线具有足够低的相对标准不确定度,采用具备极高信噪比的高分辨率引伸计是首要必备的。

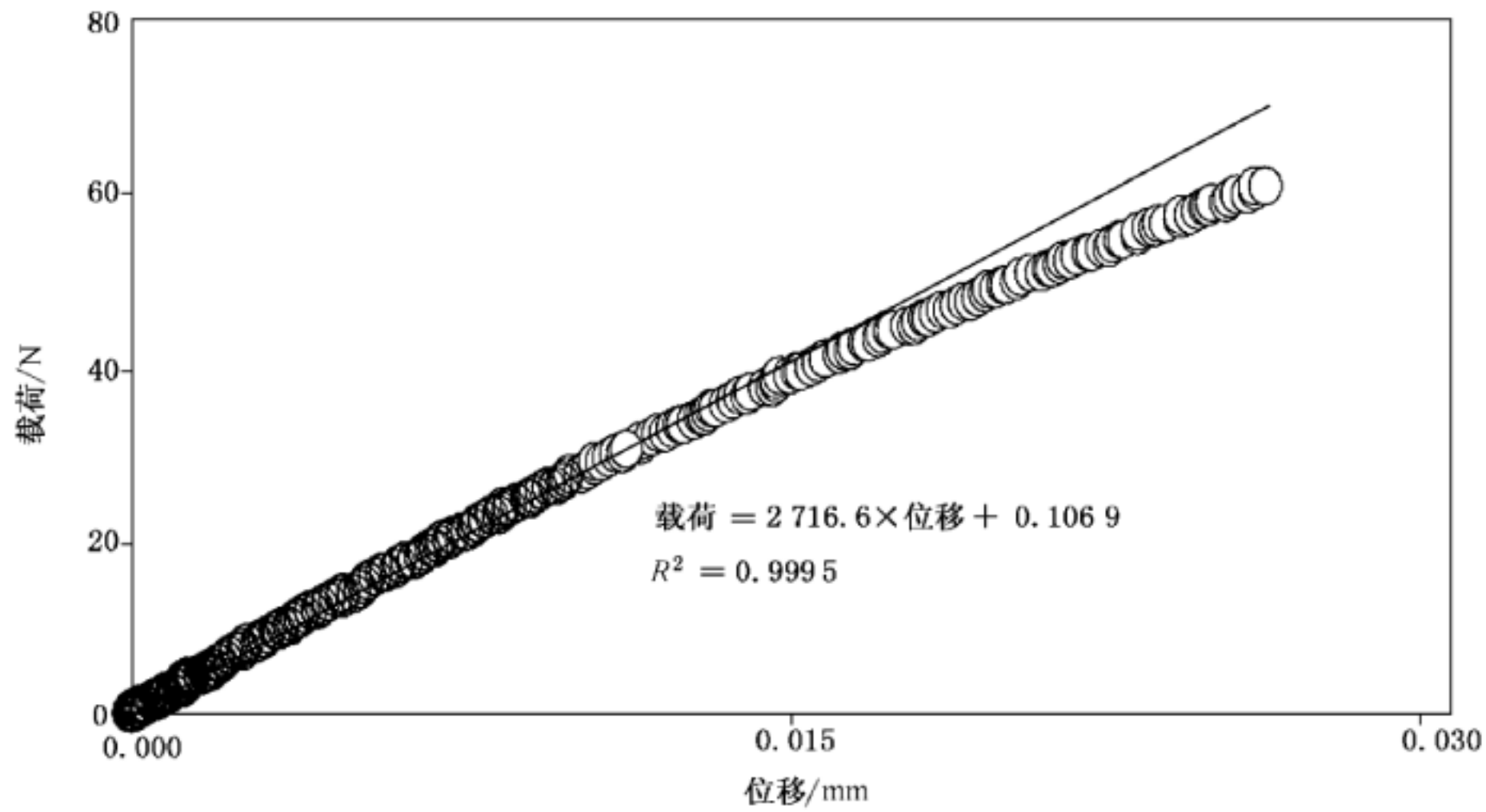


图 A.4 测量 Ag/Bi-2223 超导线得到的载荷-位移曲线形式的原始数据

A.4 弹性极限

A.4.1 弹性极限的拉伸应力(R_{el})

弹性极限的拉伸应力对应于弹性形变向塑性形变的转变点,应采用公式(A.1)计算(见图 A.5)。

$$R_{el} = F_{el} / S_0 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

R_{el} ——弹性形变向塑性形变转变点的拉应力,单位为兆帕(MPa);

F_{el} ——弹性形变向塑性形变转变点的力,单位为牛顿(N)。

A.4.2 弹性极限的应变(A_{el})

弹性极限处应力 R_{el} 对应的应变(见图 A.5),按公式(A.2)定义如下:

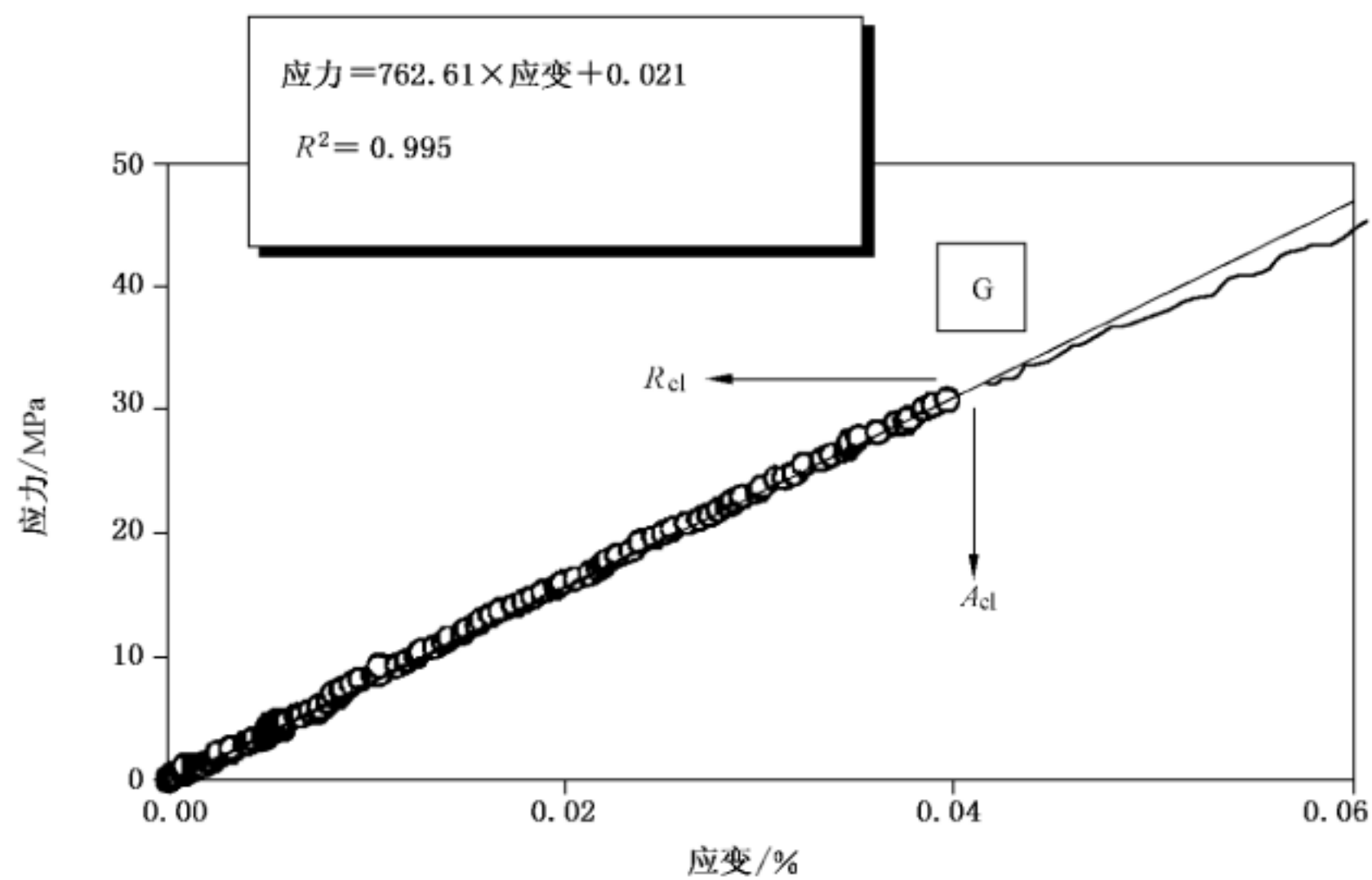
$$\Delta A_{total} = A_{max} - A_0 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

ΔA_{total} ——相对应应变零点偏移的总应变增量,对应于弹性形变向塑性形变转变发生时的应变值;

A_{max} ——与应力 R_{el} 对应的应变观测值;

A_0 ——零点偏移应变。



注：图中的大圆圈表示记录的初始直线段部分。线性一次回归分析可得出弹性模量 E ($E_0 = 76 \text{ GPa}$) 和回归系数平方的线性度量。计算值 76 GPa 是在数据分散产生的坐标偏移再定原点后进行的线性回归分析的结果。此外，回归系数的平方值宜大于 0.99 以确保线性度。应力 R_{cl} 和对应的应变 A_{cl} 对应了弹性-塑性形变转变区。尤其 R_{cl} 值是判定 E_0 的重要数据。较低的 R_{cl} 值(如 $< 5 \text{ MPa}$) 可能表示了 E_0 的不确定性很大,其原因可能是线性段很短。由于数据分散,线性段过短会影响被测量 E_0 ,使之不确定度趋高,可能需要重复测量。

图 A.5 Ag/Bi-2223 超导线的典型应力-应变图,其达到弹性极限对应的弹性-塑性形变转变区(G 点)

A.5 应力-应变曲线和 0.2%规定塑性延伸强度($R_{p0.2-F}$)的函数拟合

对于 Ag/Bi-2223 和 Ag/Bi-2212 超导线,函数拟合方法适用于确定 0.2%规定塑性延伸强度。一般地,复合导体中的银包套材料在从热处理到室温的冷却过程中已经产生屈服。因此从严格意义上说,应力-应变曲线从开始时就发生弯曲了,这将导致估测初始弹性模量变得困难。并且由于样品在热处理条件和放入拉伸试验机上产生的预应变而造成的非直线状态,使得应力-应变曲线产生凹凸弯曲,从而对估算本征零应变点时造成困难。函数拟合方法在排除掉实验数据中的上述应变值后是有效的。应力-应变曲线采用公式(A.3)指数函数近似:

$$F/S_0 = a(\epsilon - b)^n \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- F —— 试验中获取的载荷,单位为牛顿(N);
- S_0 —— 试验中获取的横截面积,单位为平方毫米(mm^2);
- ϵ —— 试验中获取的应变。

a 、 b 和 n 分别是采用非线性最小二乘法拟合获得的参数。为了避免在计算中失位, ϵ 采用%表示。拟合上限是 0.5%,拟合下限提高至三个参数收敛。

对于复合导体中的银包套部分产生屈服的情况,采用函数拟合方法确定 0.2%规定塑性延伸强度($R_{p0.2-F}$)应遵循如下步骤:考虑通过参数 b 确定的零应变点,将在卸载条件下的直线部分平移至 0.2%偏移点。该线与拟合后的应力-应变曲线相交得到点 B,确定为 0.2%规定塑性延伸强度(图 1)。通过除去参数 b 拟合简化的公式(A.3),忽略预应变,得到一个接近于 $R_{p0.2-U}$ 的更大的塑性延伸强度值。据报道,商用的最小二乘法拟合软件如果采用的容许误差低于 0.1,其计算结果几乎都与试验数据相同。然而,需要确认数据点和拟合曲线之间的一致性。

A.6 断裂强度(R_f)

对于非超导体与超导体的体积比小的 Ag/Bi-2223 超导线,在夹头处的过早断裂会导致较低的断裂强度和较小的断后伸长率。断裂强度和断后伸长率不仅从复合材料力学性能的科学角度上非常重要,而且对检验测量的有效性非常有用。然而,由于标准不确定度大和超导线应变区小,该数值仅供参考。

断裂强度应采用公式(A.4)计算:

$$R_f = F_f / S_0 \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

R_f ——断裂强度,单位为兆帕(MPa);

F_f ——对应的最大力,单位为牛顿(N)。

A.7 去除绝缘包覆

尽管覆层对强度的影响很小,但是仍需采用不损伤试样本身的有机溶液去除试样表面的覆层。如果采用有机溶液不能溶解覆层,宜采用不损伤银包套的机械剥离方法去除覆层。例如,对于银比高于3.5的低强度超导线,其抗拉强度会减少3%。绝缘覆层材料不作结构组分。四组份复合物(如银、银合金、Bi-2223或Bi-2212芯、绝缘覆层)的测量结果分析过于复杂不便执行。因此,为了保持低的相对标准不确定度,此方法仅适用于裸线测试。

A.8 横截面积确定

如果要求低的相对标准不确定度,对于出模成型的矩形截面超导线横截面积的确定,可通过对超导线截面的倒圆半径部分进行修正来实现;对于精轧超导线的横截面积的确定,可通过对超导线边缘的较小厚度值进行修正来实现。对于通过轧制成型或者土耳其头成型的线材,其倒圆半径和厚度是不可控的,需要用横截面的显微照片来修正。

A.9 夹持力

小的夹持力导致超导线滑动,而过大的夹持力会破坏试样表面,所以在调节夹持力时要小心。可以垫入砂纸等作为缓冲以防止试样被夹持的表面发生滑动和破裂。

A.10 断后伸长率(A_f)

复合超导线中银包套和超导芯的强度不同,超导线由于断裂冲击经常弯曲变形。在此情况下,用对接方法很难精确地确定断裂后的伸长量。因此,断后伸长率的测量应仅作参考。横梁移动距离可用作估算断裂后的伸长量,通常用这种方法替代对接法。如采用这种方式,需要记录试样断裂时横梁位置。由公式(A.5)可得到采用对接方法的断后伸长率,以百分比形式表示:

$$A_f = 100(L_u - L_g) / L_g \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

A_f ——断后伸长率,%;

L_g ——夹头原始间距;

L_u ——断裂后夹头间距。

A.11 相对标准不确定度

测量本身决定了任何测试结果都是分散的。为了评定测量数据,提出不确定度的概念作为独立判断的合理基础。附录 B 和附录 C 给出了关于被测物理量不确定度的详细资料。

在国际循环比对试验中收集了 7 个研究组对于 Ag/Bi-2223 超导导线的大量经验。尤其是关于由初始加载线和 0.1%应变卸载线确定的弹性模量,这些对获取数据的评估是有价值的信息。一般来说,从初始加载线获得的弹性模量比从卸载线更加分散。这些数据的综合分析参见参考文献[4],如果把所有结果收集在一起后,显示 E_0 和 E_U 的比值并不为 1。这些变化能够采用简单关系 $1-\Delta < E_0/E_U < 1+\Delta$ 表示,其中 Δ 定义为相对 1 的偏离量。已经证实 Δ 取值 0.3 可以限制初始加载线上的数据分散性和删除不合格数据。

表 A.1 总结了一些重要的数据,比如从初始加载线和 0.1%应变处的卸载线获得的弹性模量、0.2%规定塑性延伸强度、规定应变值的拉伸应力 R_i 等。这些结果的标准不确定度显示删除 Δ 值超出 0.3 的数据后,标准不确定度至少降低了 95%(包含因子 2)。

在国际循环比对试验中获取的实验数据分散性与实验室内部和实验室之间的两个因素相关。为了弄清来自各实验室提交的数据是否属于所有实验数据的同一总体,进行了在文本(GUM 的附录 H.5.2.1,参见参考文献[6])指导下的方差分析(F 检验)。作为一个典型例子,分析了 E_0 的试验数据,结果列于表 A.2。为了在实验室中做出准确比较,有必要选定相同数量的数据,比如 3 组。因此,当数据大于或等于 3 组时,从每个实验室中随机选择 3 组数据。但是,如果某实验室数据少于 3 组,则忽略该数据组。

根据参考文献(GUM)[6]的指导,组内方差(s_a^2)与组间方差(s_b^2)的比值记为: $F_{exp} = s_a^2/s_b^2$,并与理论函数 $F_{0.99}$ 相对比。如果 $F_{exp} < F_{0.99}$,主要的分散来自于组间方差。

为了弄清组内方差或组间方差的定量贡献,需要有对称数据组。数据组列于表 A.3。通过采用 3×5 对称数据, F 检验试图确定样品 E 裸线的弹性模量 E_0 。采用表 A.3 中列出的数据组,计算 F 分布为 $F_{exp} = 18$,而理论函数 $F_{0.99}(\nu_a, \nu_b)$ 为 6.0,其中 $\nu_a = 4, \nu_b = 10$ 。 $F_{exp} > F_{0.99}$ 的结果说明组内方差大于组间方差。

表 A.1 归纳了 8 个不同实验室对四种 Bi-2223 超导导线进行循环比对试验时,对弹性模量 E_0 的 F 检验的结果。从表 A.3 中可以清楚地看出,主要分散来自于组内评估。为了抑制大的标准不确定度,基于具体试验条件的证实结果已经有报道[5]。但无法根据现有分析得到明确的结论,现有的结果表明未来可能需要调整测试步骤的规范。

因此,全部样品的相对标准不确定度(U_{RSU})的平均数采用公式(A.6):

$$\bar{U}_{RSU} = \frac{\sum_{m=1}^{m=M} N'_m U_{RSU_m}}{\sum_{m=1}^{m=M} N'_m} \dots\dots\dots (A.6)$$

其中, M 表示不同超导导线的数量,样品平均数为:

$$\bar{N}' = \frac{\sum_{m=1}^{m=M} N'_m}{M} \dots\dots\dots (A.7)$$

因此,从表 A.1 中可以算得,在通过合格检查后的全部样品平均数 $N' = 16$ 的弹性模量 E_0 的相对标准不确定度(U_{RSU})为 2.1%。通过采用相同步骤,评估后的 E_U, R_i 和 $R_{p0.20}$ 及其结果列于第 9 章内。

表 A.1 对不同 Ag/Bi-2223 超导线进行国际循环比对试验的相对标准不确定度数值结果

a) 样品 E, 裸线									
特性	单位	全部数据				合格数据			
		N	$\langle x \rangle$	COV %	U_{RSU} %	N'	$\langle x' \rangle$	COV %	U_{RSU} %
E_0	GPa	20	83.7	27.0	6.0	18	76.7	7.5	1.7
E_U	GPa	20	79.1	6.2	1.3	18	78.9	6.5	1.5
$R_{0.05}$	MPa	20	38.5	9.9	2.2	18	37.5	6.6	1.5
$R_{0.1}$	MPa	20	69.3	6.1	1.3	18	68.5	5.2	1.2
$R_{0.15}$	MPa	20	95.3	5.7	1.2	18	94.1	5.4	1.2
$R_{0.2}$	MPa	19	117.8	4.9	1.1	17	117.2	4.9	1.2
$R_{0.25}$	MPa	16	133.7	5.0	1.2	15	133.6	5.2	1.3
$R_{p0.2}$	MPa	—	—	—	—	—	—	—	—
R_f	MPa	20	133.6	6.4	1.4	18	133.2	6.7	1.5
注： N 为测试超导线的总数量； N' 为合格超导线的数量； X 为弹性模量或者非比例延伸长度模量； $\langle x \rangle$ 为总体超导线的平均数； $\langle x' \rangle$ 为合格超导线的平均数； COV 为变异系数(%)； U_{RSU} 为相对标准不确定度(%)。									
b) 样品 S, 裸线									
特性	单位	N	$\langle x \rangle$	COV %	U_{RSU} %				
E_0	GPa	16	87.7	7.8	1.9				
E_U	GPa	16	90.0	6.8	1.7				
$R_{0.05}$	MPa	16	42.4	7.1	1.7				
$R_{0.1}$	MPa	16	78.8	7.8	1.9				
$R_{0.15}$	MPa	16	110.2	5.7	1.4				
$R_{0.2}$	MPa	16	137.0	5.3	1.3				
$R_{0.25}$	MPa	15	159.5	5.3	1.3				
$R_{p0.2}$	MPa	—	—	—	—				
R_f	MPa	16	164.4	5.4	1.3				
c) 样品 S, 黄铜箔封装三层结构超导线									
特性	单位	N	$\langle x \rangle$	COV %	U_{RSU} %				
E_0	GPa	15	97.9	7.5	1.9				
E_U	GPa	15	95.1	6.4	1.6				
$R_{0.05}$	MPa	15	48.5	10.4	2.7				
$R_{0.1}$	MPa	15	91.5	5.8	1.5				
$R_{0.15}$	MPa	15	132.9	4.6	1.1				
$R_{0.2}$	MPa	15	171.0	4.1	1.0				
$R_{0.25}$	MPa	15	206.4	3.8	1.0				
$R_{p0.2}$	MPa	9	273.5	4.2	1.4				
R_f	MPa	12	264.4	4.5	1.3				

表 A.1 (续)

d) 样品 S, 不锈钢箔封装三层结构超导线									
特性	单位	全部数据				合格数据			
		N	$\langle x \rangle$	COV %	U_{RSU} %	N'	$\langle x' \rangle$	COV %	U_{RSU} %
E_0	GPa	16	115.2	25.8	6.4	14	105.3	12.2	3.2
E_U	GPa	16	106.6	8.2	2.0	14	104.7	7.0	1.8
$R_{0.05}$	MPa	16	54.4	18.0	4.5	14	51.3	10.4	2.7
$R_{0.1}$	MPa	16	99.6	9.8	2.4	14	96.7	6.3	1.6
$R_{0.15}$	MPa	16	141.4	7.6	1.9	14	138.4	5.3	1.4
$R_{0.2}$	MPa	16	179.3	5.6	1.4	14	176.6	4.2	1.1
$R_{0.25}$	MPa	16	215.5	4.0	1.0	14	213.8	3.7	1.0
$R_{p0.2}$	MPa	12	291.4	5.6	1.6	10	296.1	4.5	1.4
R_f	MPa	13	321.6	4.6	1.2	11	325.4	3.9	1.1

表 A.2 对样品 E 裸线弹性模量 E_0 的 F 检验的选定数据

	P1	P2	P3	P5	P6
E_{oj1}	77.8	71.4	72	73	82.0
E_{oj2}	76.9	74.2	72	73	89.2
E_{oj3}	78.2	74.2	77	71	89.2

表 A.3 四种 Bi-2223 超导线的弹性模量 E_0 方差的 F 检验结果

样品	F_{exp}		$F_{0.99}$	主要分散源
E, 裸线	18	>	6.0	实验室之间
S, 裸线	2.8	<	7.6	实验室内部
S, 黄铜箔封装三层结构超导线	20	>	6.0	实验室之间
S, 不锈钢箔封装三层结构超导线	4.9	<	8.0	实验室内部

A.12 弹性模量(E_0)的确定

确定弹性模量 E_0 需要一个数据采集系统。在应力-应变数据记录的零位补偿区间, 该系统具备较小的相对不确定度。为了确保无偏数据, 记录的应力-应变数据宜依据如下标准程序进行评估:

- 将记录的应力-应变数据导入标准电子数据表计算软件(比如: MS Excel)中的两列中。其中, 应变数据插入第一列, 应力数据插入第二列。
- 如果数据过于分散, 采用 10 项滑动平均法进行数据平滑。
- 将从开始到至少 100 MPa 以上的应力数据复制到第三列。

- 根据第一列和第三列中从开始到 20 MPa 的数据做出应力-应变曲线图。
- 根据数据确定二阶多项式回归线和回归系数的平方。
- 通过逐步增大应力取值范围,重复上述两步骤。绘出相对于应力取值范围中最大值的一阶项和回归系数的平方。随着应力范围增大,回归系数的平方宜接近于单位 1(>0.999),一阶项宜归一于一个单一值,取为 E_0 。
- 如果上述步骤无法归一,采用修正或替代步骤。

A.13 测试设备可靠性评估

测试设备的可靠性,包括拉伸测试单元、载荷传感器和使用的引伸计系统,可采用已知弹性特性的相似尺寸导线进行测试。由于其弹性模量覆盖了 70 GPa~100 GPa,直径大约 1 mm 的铝和工业纯钛焊丝已被证实是最适合的对比材料。特别推荐测试实验室时常在进行任何测试任务之前,通过测量这些导线的弹性性能来确认拉伸设备的可靠性。这些导线易于采购。对于热处理超导线的情况,这些测试导线宜采用与热处理超导线相同的方法进行处理。这些导线能够在最大 100 MPa 的弹性区域内进行加载和卸载,而不影响其弹性性能。

附 录 B
(资料性附录)
不确定度考虑

B.1 总则

1995年,包括国际电工技术委员会(IEC)在内的多个国际标准组织决定在他们的标准中统一规范使用统计术语,将“不确定度”用于所有定量(与数值有关)的统计表示,取消用“精密度”和“准确度”的定量表示。“精密度”和“准确度”仍然可以定性使用。统计术语和不确定度评定方法的标准参见参考文献[6]。

IEC 现有标准和未来标准的制修订中是否采用不确定度表示方法,由 IEC 各技术委员会(TC)决定。这项更改工作推行起来并不容易,尤其对那些不熟悉统计学以及不确定度术语的用户来说,这种更改可能会带来困惑。2006年6月,超导技术委员会(IEC/TC 90)在日本京都召开的会议上决定在标准的制修订中采用不确定度表示方法。

将“精密度”和“准确度”转换成“不确定度”要求对数值的来源有所了解。扩展不确定度的包含因子可能是1、2、3或者其他数字。厂商说明书给出的数据一般可视为均匀分布,会导致一个 $1/\sqrt{3}$ 的转化系数。在将原数值转换成相应的标准不确定度时,需选用适当的包含因子。这里对转换过程进行详细解释,旨在告知用户在这个过程中相关的数值之间是如何转换的,并非要求用户都照此处理。转换成不确定度术语的过程不影响用户评定其测量的不确定度是否符合本标准。

基于召集人的工程判断和误差传递分析,IEC/TC 90 测量标准中给出的规范是为了限制任何影响测量的量的不确定度。如有可能,标准对某些量的影响做简单限制,因此不要求用户评定这些量的不确定度。标准的总不确定度由实验室间比对来确认。

B.2 定义

统计学定义出自参考文献[6]、[7]、[8]。要注意的是,并非本标准提到的所有术语都在参考文献[6]中有明确定义。例如,参考文献[6]中使用了术语“相对标准不确定度”和“相对合成标准不确定度”(参考文献[6]的5.1.6和附录J)但并没有正式定义(参见参考文献[8])。

B.3 不确定度概念的考虑

统计学评定过去频繁使用的变化系数(COV)是标准偏差和均值的比(变化系数 COV 通常称为相对标准偏差)。这样的评估已经用于测量精密度的评定,并给出重复试验的接近度。标准不确定度与变化系数 COV 相比,更取决于重复试验的次数,而不是平均值。因此,标准不确定度在某种程度上能看出更真实的数据分散和试验评判。下面的例子给出一组两个标称一致的引伸计使用相同信号调节器和数据采集系统进行的电子漂移和蠕变电压的测量结果。从32 000个单元的电子表格中随机抽取 $n=10$ 组数据,见表B.1。这里,1号引伸计 E_1 在零偏移位置时,2号引伸计 E_2 偏移1 mm。输出信号单位为V。两个引伸计偏差的标准不确定度和变化系数(COV)计算过程见表B.2~表B.5,及公式(B.1)至式(B.4)。

表 B.1 由两个标称一致引伸计的输出信号

输出信号 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

表 B.2 两组输出信号的平均值

均值 \bar{X}/V	
E_1	E_2
0.001 190 19	2.334 411 62

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

表 B.3 两组输出信号的实验标准偏差

实验标准偏差 s/V	
E_1	E_2
0.000 303 48	0.000 213 381

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

表 B.4 两组输出信号的标准不确定度

标准不确定度 u/V	
E_1	E_2
0.000 095 97	0.000 067 48

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

表 B.5 两组信号的变异系数

变化系数 COV/(%)	
E_1	E_2
25.498 2	0.009 1

$$\text{COV} = \frac{s}{X} \quad \dots\dots\dots (\text{B.4})$$

两个引伸计偏差的标准不确定度非常相近,而两组数据的变化系数 COV 相差将近 2 800 倍。这显示了使用标准不确定度的优势:不确定度不依赖于平均值。

B.4 IEC/TC 90 标准的不确定度评估范例

测量的观测值通常不能精确地与被测物理量的真实值相符。观测值被当作是对真实值的一种估测。测量的不确定度是测量误差的组成部分并且是任何测量都存在的固有性质。因此,结果的不确定度表示的是对测量程序逐步认知的计量学量。所有物理测量的结果都包含两个部分:估算值和不确定度。GUM 是测量过程的一个简明的、标准化的指南文件。用户可以尝试用一个最佳估算值加上不确定度来表述真实值。所述不确定度的评估可以分为两类:A 类不确定度(在同一实验条件下反复测量,呈高斯分布)和 B 类不确定度(利用以往的实验结果,文献的数据,厂商说明等等,呈均匀分布)。

下面举例说明用 GUM 进行不确定度分析的过程:

- a) 首先,用户需要推导出一个数学测量模型,即将被测量表示成所有输入量的函数。举个简单例子,拉力实验中载荷传感器测量拉力 F_{LC} 的不确定度:

$$F_{LC} (\text{作为被测物理量}) = W (\text{预期的标重}) + d_w (\text{厂商的数据}) + d_R (\text{反复测量标重/天}) + d_{Re} (\text{不同日期测量的可再现性})$$

这里,输入量有:不同天平称量的标重(A 类),厂商的数据(B 类),用数字电子系统反复测量的结果(B 类),不同日期测量最终数值的可再现性(B 类)。

- b) 用户宜给每个输入值指定一个分布方式(如:A 类测量用高斯分布,B 类测量用均匀分布)。
- c) A 类测量标准不确定度评定

$$u_A = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

式中:

- s —— 实验标准偏差;
- n —— 测量数据点总数。

- d) B 类测量标准不确定度评定

$$u_B = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot d_w^2 + \dots\dots}$$

式中:

d_w —— 均匀分布数值的范围。

- e) 用下式计算各种标准不确定度的合成标准不确定度:

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

在这种情况下,假定各输入量之间没有关联。如果说方程包含乘积项或商项,合成标准不确定度则使用偏导数评定,由于灵敏系数的存在,其间关系就变得纷繁复杂^[9,10]。

- f) 可作为选择——涉及的被测量的合成标准不确定度的评定可以乘以一个包含因子(例如:1 对应于 68 %;2 对应于 95 %;3 对应于 99 %),以提高被测量落于期望区间的概率。
- g) 报告结果表示成被测量的估计值加减扩展不确定度且附上测量单位。至少,还得说明计算的扩展不确定度使用的包含因子和估算结果的覆盖率。

为方便计算和标准化程序,使用合适的经认证的商业软件是降低常规工作量的直接方法^[11,12]。尤其是当使用这样一类软件工具时,指定的偏导数可以很容易的获得。更多关于测量不确定度指南的文献参见参考文献[8,13,14]。

附录 C
(资料性附录)

关于评估 Ag/Bi-2223 和 Ag/Bi-2212 超导线不确定度的具体实例

C.1 应力-应变曲线

图 C.1 所示为典型的 Ag/Bi-2223 超导线应力-应变曲线的低应变区域。应力与应变之间的线性关系可以归纳为公式(C.1)。

$$R(A) = E_0 A + r_0 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

采用回归分析,可以获得如下关系:

$$R = 861.5 \times A + 0.004 (R^2 = 0.9996)$$

这样可以评定弹性模量 $E_0 = 86.1 \text{ GPa}$, $r_0 = 0.004 \text{ MPa}$ 。如图 C.1 所示,偏差 r_0 很小。可以通过更加精确的实验过程来将偏差降到最低。因此,在这里的讨论中排除了偏差的贡献。

在实际实验过程中,载荷(P)通过载荷传感器测量,应力(R)通过 P 除以截面面积($s = t \times w$)获得。测量贴覆在样品上的引伸计位移(ΔL),并除以引伸计标距(L_G)以获得应变(A),单位是%。在弹性区间内,一组典型数据评定为: $P = 24.6 \text{ N}$, $t = 0.216 \text{ mm}$, $w = 4.38 \text{ mm}$, $R = 26 \text{ MPa}$, $L_G = 25 \text{ mm}$, $\Delta L = 7.5 \times 10^{-3} \text{ mm}$, $A = 0.03\%$ 。

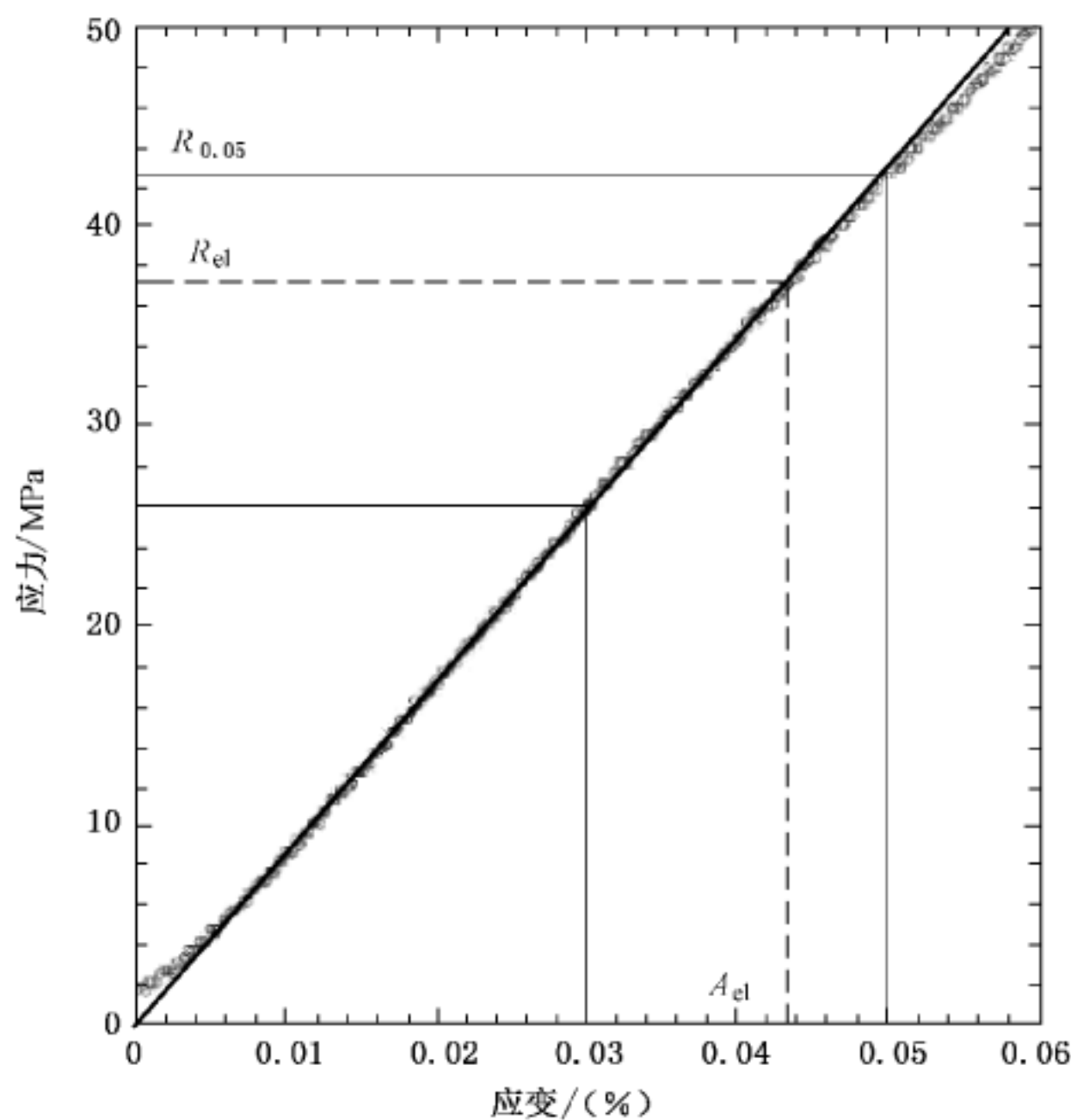


图 C.1 测量得到的 Bi-2223 超导线应力-应变曲线

C.2 弹性模量 E_0 的不确定度

C.2.1 公式

这里不确定度分析,对一些必要的量进行了定义。弹性模量定义为应力除以应变,如公式(C.2)

所示：

$$E_0 = R/A [\text{MPa}/\%] \dots\dots\dots (\text{C.2})$$

通过比较测量载荷(P_{0m})和标准质量(P_0)可以获得修正后的载荷。因此,应力为载荷除以横截面积,如公式(C.3)所示：

$$R = P \frac{P_0}{P_{0m}} \frac{1}{t\omega} [\text{MPa}] \dots\dots\dots (\text{C.3})$$

应变为引伸计位移除以引伸计标距,

$$A = 100 \times \frac{\Delta L}{L_G} [\%] \dots\dots\dots (\text{C.4})$$

因此,获得的弹性模量数学模型表示为：

$$E_0 = \frac{1}{100} \times P \frac{P_0}{P_{0m}} \frac{1}{t\omega} \frac{L_G}{\Delta L} [\text{MPa}/\%] \dots\dots\dots (\text{C.5})$$

为了评估弹性模量的不确定度,需要考虑 7 个独立变量。

$$E_0 = f(P, P_0, P_{0m}, t, \omega, \Delta L, L_G) \dots\dots\dots (\text{C.6})$$

应力的合成标准不确定度表示为：

$$u_R^2 = \left(\frac{\partial R}{\partial P}\right)^2 u_1^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial P_0}\right)^2 u_2^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial P_{0m}}\right)^2 u_3^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)^2 u_4^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial \omega}\right)^2 u_5^2 \dots\dots\dots (\text{C.7})$$

应变测量的合成标准不确定度表示为：

$$u_A^2 = \left(\frac{\partial A}{\partial \Delta L}\right)^2 u_6^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial L_G}\right)^2 u_7^2 \dots\dots\dots (\text{C.8})$$

合并以上两个公式,合成标准不确定度的总量表示为下式：

$$u_c^2 = \left(\frac{\partial E_0}{\partial R}\right)^2 u_R^2 + \left(\frac{\partial E_0}{\partial A}\right)^2 u_A^2 \dots\dots\dots (\text{C.9})$$

C.2.2 应力测量

载荷的测量采用商用的载荷传感器。生产商一般提供载荷传感器的准确度和温度依赖关系的技术数据。表 C.1 为一种典型的数据表。

表 C.1 相应生产商数据表中的载荷传感器规范

载荷传感器量程 N	准确度等级 拉力/压力/(%)	零点温度系数 S/(%/K)	灵敏度温度系数 S/(%/K)	30min 蠕变 S/(%)
5 000	0.25	0.25	0.07	0.07

公式(C.6)中的 7 个独立变量的不确定度估算：

a) 加载测量不确定度的估算

以 $P=24.6$ N 作为给定条件进行不确定性评估。零点温度系数和蠕变导致的不确定度由于影响很小可以忽略。载荷传感器的主要因素是准确度和灵敏度温度系数。评定结果列于表 C.2 中的条目 11 和 12 中。

满量程 1 kN 的载荷传感器的输出测量是采用量程 5 V 的数字电压表进行的。电压范围参数说明为分辨率 10 μ V,准确度 0.012%+2%。加载 24.6 N 的电压为 0.123 V,列于条目 13。

数字电压表的采集速率为 60 ms。另一方面,夹头间距(L_0)为 100 mm 时,初始横梁位移速率选择 1.67×10^{-3} mm/s。因此,灵敏系数列于式(C.10)：

$$\frac{dP}{dT} = \frac{dP}{dA} \frac{dA}{dt} = \frac{dP}{dA} \frac{100}{L_0} \frac{d\Delta L}{dt} = \frac{twE}{L_{CH}} \frac{d\Delta L}{dt} = 1.36[\text{N/s}] \quad \dots\dots\dots(\text{C.10})$$

其列于条目 14。关于加载测量的全部因素通过式(C.11)总结：

$$u_1 = \sqrt{c_{11}^2 a_{11}^2 / 3 + c_{12}^2 a_{12}^2 / 3 + c_{13}^2 a_{13}^2 / 3 + c_{14}^2 a_{14}^2 / 3} = 0.052 \text{ N}(0.21\%) \quad \dots(\text{C.11})$$

b) 标准质量不确定度

为了校核 1 kN 的载荷传感器,采用标准质量 0.5 kN 测试。当出厂准确度保证 0.05%,则其标准不确定度为 $u_2=0.14 \text{ N}(0.03\%)$,列于表 C.2 中的条目 2 中。

c) 标准质量测量的不确定度

采用测量载荷 $P_{0m}=500 \text{ N}$ 作为给定条件来进行不确定度评估。载荷传感器的主要因素是准确度和灵敏度温度系数。评定结果列于表 C.2 中的条目 31 和 32 中。满量程 1 kN 的载荷传感器的输出测量是采用量程 5 V 的数字电压表进行的。电压范围参数说明为分辨率 $10 \mu\text{V}$,准确度 $0.012\%+2\%$ 。加载 500 N 的对应电压为 2.5 V,列于条目 33。添加标准质量并等到稳定状态后,记录数字电压表的输出数据。则标准质量测量的标准不确定度为 $u_3=2.14 \text{ N}(0.43\%)$ 。

d) 导线厚度测量的不确定度

采用测量厚度 $t=0.216 \text{ mm}$ 作为给定条件来进行不确定度评估。采用最小刻度 $2 \mu\text{m}$ 和热膨胀系数 $20(10^{-6}/\text{K})$ 的卡尺进行厚度测量。评估结果列于表 C.2 中的条目 41 和 42 中。则导线厚度测量的不确定度为 $u_4=5.77 \times 10^{-4} \text{ mm}(0.267\%)$ 。

e) 导线宽度测量的不确定度

采用测量宽度 $w=4.38 \text{ mm}$ 作为给定条件来进行不确定度评估。采用最小刻度 0.2 mm 和热膨胀系数 $20(10^{-6}/\text{K})$ 的游标卡尺进行宽度测量。评估结果列于表 C.2 中的条目 51 和 52 中。则导线宽度测量的合成标准不确定度为 $u_5=5.77 \times 10^{-2} \text{ mm}(1.31\%)$ 。

表 C.2 应力测量中来自不同因素的不确定度

条目	因素	灵敏系数 c_{ij}	半宽值 a_{ij}	乘积 $c_{ij}a_{ij}/\sqrt{3}$	分母 x	$c_{ij}a_{ij}(\sqrt{3}x)$ %
11	载荷传感器的准确度	0.25 [%]	24.6 [N]	3.55×10^{-2} [N]	24.6 [N]	0.14
12	灵敏度温度系数	$7.223 \times 0.07 \times 10^{-2}$ [N/K]	10 [K]	2.91×10^{-2} [N]	24.6 [N]	0.12
13	数字电压表的准确度	0.012 [%]	$0.123 \times 10^3 / 5$ [N]	4.00×10^{-3} [N]	24.6 [N]	0.02
14	恒定速率的载荷增加	1.36 [N/s]	0.03 [s]	2.35×10^{-2} [N]	24.6 [N]	0.095
2	标准重量的准确度	0.05 [%]	500 [N]	0.14 [N]	500 [N]	0.03
31	载荷传感器的准确度	0.25 [%]	500 [N]	7.21×10^{-1} [N]	500 [N]	0.14
32	灵敏度温度系数	$500 \times 0.07 \times 10^{-2}$ [N/K]	10 [K]	2.02 [N]	500 [N]	0.40

表 C.2 (续)

条目	因素	灵敏系数 c_{ij}	半宽值 a_{ij}	乘积 $c_{ij}a_{ij}/\sqrt{3}$	分母 x	$c_{ij}a_{ij}(\sqrt{3}x)$ (%)
33	数字电压表的准确度	0.012 [%]	$2.5 \times 10^3/5$ [N]	3.69×10^{-2} [N]	500 [N]	0.007
41	卡尺的准确度	1	0.001 [mm]	5.77×10^{-1} [mm]	0.216 [mm]	0.26
42	灵敏度温度系数	$0.216 \times 20 \times 10^{-6}$ [mm/K]	10 [K]	2.49×10^{-5} [mm]	0.216 [mm]	0.01
51	游标卡尺的准确度	1	0.1 [mm]	5.77×10^{-2} [mm]	4.38 [mm]	1.31
52	灵敏度温度系数	$4.38 \times 20 \times 10^{-6}$ [mm/K]	10 [K]	5.05×10^{-1} [mm]	4.38 [mm]	0.01
所列因素属于 B 类不确定度						

采用公式(C.7),考虑五个因素 $u_1、u_2、u_3、u_4$ 和 u_5 ,对应力测量进行合成标准不确定度评估。采用了式(C.12)所示的灵敏系数:

$$\frac{\partial R}{\partial P} = \frac{R}{P}, \frac{\partial R}{\partial P_0} = \frac{R}{P_0}, \frac{\partial R}{\partial P_{0m}} = -\frac{R}{P_{0m}}, \frac{\partial R}{\partial t} = -\frac{R}{t} \text{ 和 } \frac{\partial R}{\partial \omega} = -\frac{R}{\omega} \dots\dots\dots (C.12)$$

应力的合成标准不确定度为 $u_R = 0.37$ MPa (1.42%)。

f) 伸长量测量的不确定度

采用测量伸长量 $\Delta L = 7.5 \times 10^{-3}$ mm 作为给定条件来进行不确定度评估。引伸计分辨率 $0.1 \mu\text{m}$ 和温度系数 $15(10^{-6}/\text{K})$ 。设定可能温度范围 $30 \text{ }^\circ\text{C} \sim 10 \text{ }^\circ\text{C}$ 。评估结果列于表 C.3 中的条目 61 和 62 中。

引伸计伸长 $500 \mu\text{m}$ 对应输出电压 5 V 。电压范围规格中,分辨率和准确度分别为 $10 \mu\text{V}$ 和 $0.012\% + 2\%$ 。伸长量 7.5×10^{-3} mm 对应电压为 0.075 V ,列于表 C.3 中的条目 63。数字电压表的采样速率为 60 ms 。另一方面,引伸计标距 $L_G = 25 \text{ mm}$ 的引伸计的伸长速率为 0.417 mm/s ,列于表 C.3 中的条目 64。评估伸长量测量的合成标准不确定度为 $u_6 = 2.86 \times 10^{-5} \text{ mm}$ (0.395%)。

g) 标距测量的不确定度

采用测量引伸计标距 $L_G = 25 \text{ mm}$ 作为给定条件来进行不确定度评估。采用最小量程 0.2 mm 和热膨胀系数 $20(10^{-6}/\text{K})$ 的游标卡尺进行宽度测量。评估结果列于表 C.3 中的条目 71 和 72 中。则引伸计标距长度的合成标准不确定度为 $u_7 = 5.78 \times 10^{-2} \text{ mm}$ (0.23%)。

采用公式(C.8),考虑 u_6 和 u_7 中的六个数值,对应变测量进行合成标准不确定度评估。采用了公式(C.13)所示的灵敏系数:

$$\frac{\partial A}{\partial \Delta L} = \frac{A}{\Delta L} \text{ 和 } \frac{\partial A}{\partial L_G} = -\frac{A}{L_G} \dots\dots\dots (C.13)$$

应变的合成标准不确定度为 $u_A = 0.000 137\%$ (0.557%)。

表 C.3 应变测量方面的不确定度

条目	因素	灵敏系数 c_{ij}	半宽值 a_{ij}	乘积 $c_{ij}a_{ij}/\sqrt{3}$	分母 x	$c_{ij}a_{ij}/(\sqrt{3}x)$ (%)
61	引伸计的准确度	1	0.5×10^{-4} [mm]	2.88×10^{-5} [mm]	7.5×10^{-3} [mm]	0.384
62	灵敏度温度系数	$1.363 \times 10^{-3} \times 1.5 \times 10^{-5}$ [mm/K]	10 [K]	1.18×10^{-7} [mm]	7.5×10^{-3} [mm]	0.001
63	数字电压表的准确度	0.012 [%]	$0.075 \times 0.5/5$ [N]	1.67×10^{-6} [mm]	7.5×10^{-3} [mm]	0.02
64	恒定速率的伸长量增加	0.417×10^{-3} [mm/s]	0.03 [s]	0.720×10^{-5} [mm]	7.5×10^{-3} [mm]	0.096
71	游标卡尺的准确度	1	0.1 [mm]	5.77×10^{-2} [mm]	25 [mm]	0.23
72	灵敏度温度系数	$25 \times 20 \times 10^{-6}$ [mm/K]	10 [K]	2.88×10^{-3} [mm]	25 [mm]	0.01
所列因素属于 B 类不确定度						

C.2.3 每个变量的合成标准不确定度

最终,合成标准不确定度评估如下。出现在公式(C.9)中的灵敏度系数由公式(C.14)给出。

$$\frac{\partial E_0}{\partial R} = \frac{E_0}{R} \text{ 和 } \frac{\partial E_0}{\partial A} = -\frac{E_0}{A} \dots\dots\dots (C.14)$$

表 C.4 各种因素导致的评估不确定度总结

序号	因素	灵敏系数 c_{ij}	标准不确定度 u_i	乘积 $c_i \times u_i$
R	应力	33.1 [1/%]	0.37 [MPa]	1.26 [MPa/%]
A	应变	2.87×10^4 [MPa/(%) ²]	1.37×10^{-4} [%]	3.93 [MPa/%]

总之,采用表 C.4 中的数据计算了合成标准不确定度。结果为 $u_c = 13.2$ MPa/%,对应相对合成标准不确定度 1.53%。弹性模量的合成标准不确定度表示为:

$$E_0 = 86.1 \text{ GPa} \pm 1.3 \text{ GPa} \dots\dots\dots (C.15)$$

参照表 C.2 和表 C.3,导致不确定度的主要因素列于条目 14、32、41、51、61、64 和 71 中。所选出的条目在后面的讨论中还会用到。尤其是与初始应变速率相关的条目 14 和 64 的作用重要。当初始应变速率变化后,弹性模量($E_0 = 86.1$ GPa)的合成标准不确定度(U_{CSU})和扩展不确定度(U_{EU}) (假设包含因子为 2),随横梁初始位移速率($L_{CH} = 100$ mm)变化,其预计值列于表 C.5。

表 C.5 弹性模量($E_0 = 86.1 \text{ GPa}$)的不确定度评估结果是横梁初始位移速率的函数

$d\Delta L/dt$ mm/s	dA/dt 1/s	U_{CSU} GPa	U_{RCSU} %	U_{EU} GPa	U_{REU} %
1.67×10^{-4}	1.67×10^{-6}	1.27	1.47	2.54	2.94
1.67×10^{-3}	1.67×10^{-5}	1.28	1.48	2.56	2.96
1.67×10^{-2}	1.67×10^{-4}	1.72	2.00	3.44	4.00
3.34×10^{-2}	3.34×10^{-4}	2.65	3.07	5.30	6.14
8.35×10^{-2}	8.35×10^{-4}	5.96	6.92	11.92	13.84

C.3 恒定应变时应力测量的不确定度

在本测试方法中,一个主要项目是测量恒定应变时的应力。即,当应变分别为 0.05%、0.1%、0.15% 和 0.2%时的应力。这里讨论估算不确定度的步骤。

如图 C.1 所示,进行了不确定度 $R_{0.05}$ 的评估,其中,给定参数 $R = 42.5 \text{ MPa}$, $P = 40.205 \text{ N}$, $A = 0.05\%$ 和 $\Delta L = 1.25 \times 10^{-2} \text{ mm}$ 。为了评估应力测量的不确定度,需要考虑六个独立变量。

$$R = f(P, P_0, P_{0m}, t, \omega, A) \dots\dots\dots (C.16)$$

则给出合成标准不确定度如公式(C.17):

$$u_c^2 = u_R^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial A}\right)^2 u_A^2 \dots\dots\dots (C.17)$$

u_R 和 u_A 的分析表达式在公式(C.7)和公式(C.8)已分别给出。此处,我们采用表 C.6 中列出的数据给出 $u_R = 0.629 \text{ MPa}$ 和 $u_A = 0.0040\%$ 。其中表 C.4 仅给出了主要条目。随之得到 $u_c = 0.64 \text{ MPa}$ (1.50%)。

$$R = 42.5 \text{ MPa} \pm 0.64 \text{ MPa} \dots\dots\dots (C.18)$$

总之,应力($R = 42.5 \text{ MPa}$)的不确定度评估结果与初始应变速率的关系列于表 C.7,其中包含因子给定为 2。

表 C.6 应力测量中各种因素的不确定度

条目	因素	灵敏系数 c_{ij}	半宽值 a_{ij}	乘积 $c_{ij}a_{ij}/\sqrt{3}$	分母 x	$c_{ij}a_{ij}/(\sqrt{3}x)$ %
14	恒定速率的 载荷增加	1.36 [N/s]	0.03 [s]	2.35×10^{-2} [N]	40.2 [N]	0.058
32	灵敏度温度 系数	$500 \times 0.07 \times 10^{-5}$ [N/K]	10 [K]	2.02 [N]	500 [N]	0.40
41	卡尺的 准确度	1	0.001 [mm]	5.77×10^{-4} [mm]	0.216 [mm]	0.26
51	游标卡尺 的准确度	1	0.1 [mm]	5.77×10^{-2} [mm]	4.38 [mm]	1.38

表 C.6 (续)

条目	因素	灵敏系数 c_{ij}	半宽值 a_{ij}	乘积 $c_{ij}a_{ij}/\sqrt{3}$	分母 x	$c_{ij}a_{ij}/(\sqrt{3}x)$ %
61	引伸计的准确度	1	0.5×10^{-4} [mm]	2.88×10^{-5} [mm]	0.012 5 [mm]	0.230
64	恒定速率的伸长量增加	0.417×10^{-3} [mm/s]	0.03 [s]	0.72×10^{-5} [mm]	0.012 5 [mm]	0.0576
71	游标卡尺的准确度	1	0.1 [mm]	5.77×10^{-2} [mm]	25 [mm]	0.23
所列因素属于 B 类不确定度						

表 C.7 应力 ($R = 42.5$ MPa) 的不确定度评估结果与初始应变速率的关系

$d\Delta L/dt$ mm/s	dA/dt 1/s	U_{CSU} GPa	U_{RCSU} %	U_{EU} GPa	U_{REU} %
1.67×10^{-4}	1.67×10^{-6}	0.63	1.50	1.26	3.00
1.67×10^{-3}	1.67×10^{-5}	0.63	1.50	1.26	3.00
1.67×10^{-2}	1.67×10^{-4}	0.68	1.61	1.36	3.22
3.34×10^{-2}	3.34×10^{-4}	0.80	1.89	1.60	3.78
8.35×10^{-2}	8.35×10^{-4}	1.38	3.25	2.76	6.50

参 考 文 献

- [1] A. NYILAS. Strain sensing systems tailored for tensile measurement of fragile wires. *Supercond. Sci. Technol.*, (2005), 18, 409-415.
- [2] K. KATAGIRI, K. KASABA, M. HOJO, K. OSAMURA, M. SUGANO, A. KIMURA and T. OGATA. Tensile testing method of Cu/Nb₃Sn superconducting wires at room temperature. *Physica C*, 2001, 357-360, 1302-1305.
- [3] K. OSAMURA, A. NYILAS, M. THOENER, B. SEEGER, R. FLUEKIGER, Y. ILYIN, A. NIJHUIS, J. EKIN, C. CLICKNER, R. P. WALSH, V. TOPLOSKY, H. SHIN, K. KATAGIRI, S. OCHIAI, M. HOJO, Y. KUBO and K. MIYASHITA. International round robin test for mechanical properties of Nb₃Sn superconductive wires at room temperature. *Supercond. Sci. Technol.*, 2008, 21, 045006.
- [4] K. OSAMURA, K. P. WEISS, H. S. SHIN, K. KATAGIRI, S. OCHIAI, M. HOJO, M. SUGANO and K. OSHAWA. International round robin test for mechanical properties of BSCCO-2223 superconductive tapes at room temperature. *Cryogenics*, 2011, 51, 21-26.
- [5] K. OSAMURA, A. NYILAS, H. S. SHIN. Estimation of uncertainty with the modulus of elasticity measured by means of tensile test for BSCCO tapes. *Cryogenics*, 2010, 50, 660-665.
- [6] ISO/IEC Guide 98-3:2008. Uncertainty of Measurement—Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM 1995)
- [7] ISO/IEC Guide 99:2007. International vocabulary of metrology—Basic and general concepts and associated terms (VIM)
- [8] 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>>)
- [9] KRAGTEN, J. Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique. *Analyst*, 1994, 119, 2161-2166
- [10] EURACHEM/CITAC Guide CG 4 Second edition: 2000. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement
- [11] [cited 2013-04-24] Available at http://www.gum.dk/e-wb-home/gw_home.html
- [12] [cited 2013-04-24] Available at <<http://www.isgmax.com/>>
- [13] CHURCHILL, E., HARRY, H. K., and COLLE, R., Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results. NBS Special Publication 644 (1983)
- [14] JAB NOTE Edition 1: 2003. Estimation of Measurement Uncertainty (Electrical Testing/High Power Testing). [cited 2013-04-24] Available at <<http://www.jab.or.jp>>.
- [15] IEC 61788-6 Superconductivity—Part 6: Mechanical properties measurement—Room temperature tensile test of Cu/Nb-Ti composite superconductors
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
力 学 性 能 测 量

**Ag 和/或 Ag 合金包套 Bi-2223 和 Bi-2212
复合超导体室温拉伸试验方法**

GB/T 36611—2018/IEC 61788-18:2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2018 年 9 月第一版

*

书号: 155066 · 1-61390

版权专有 侵权必究



GB/T 36611-2018