

中华人民共和国国家标准

GB/T 44003—2024

力学性能测量 REBCO 涂层 导体(镀铜)脱层强度测试方法

Mechanical property measurement—Delamination strength test for
REBCO coated conductors (copper-plated)

2024-04-25 发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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	2
5 装置	2
5.1 试验机	2
5.2 拉伸夹具	2
5.3 砧头	3
5.4 焊接夹具	3
5.5 焊接加热台	3
6 测试连接体制备	3
6.1 测试样品	3
6.2 砧头	3
6.3 砧头与测试样品焊接	4
6.3.1 涂抹焊锡	4
6.3.2 加热焊接	4
7 测试步骤	4
7.1 连接体装配	4
7.2 室温测试	4
7.3 液氮温区测试	4
7.4 测试数据采集	4
8 数据处理	5
8.1 脱层强度	5
8.2 三参数威布尔分布	5
8.3 99%可靠度判据下的脱层强度	6
8.4 不确定度	6
9 测试报告	6
9.1 样品	6
9.2 测试条件	6
9.3 结果	6
附录 A (资料性) 夹具参考信息与装配注意事项	7

A.1 总则	7
A.2 拉伸夹具(底座)	7
A.3 砧头	7
A.4 垂直焊接	8
A.5 焊接夹具	9
附录 B (资料性) 威布尔分布及可靠度	10
B.1 概述	10
B.2 三参数威布尔分布	10
B.2.1 γ 的计算	10
B.2.2 α 和 β 的计算	11
B.3 可靠度函数	11
B.4 样本容量	11
附录 C (资料性) 不确定度	12
C.1 单次脱层强度测量标准不确定度	12
C.1.1 σ_d 合成标准不确定度	12
C.1.2 F 标准不确定度	12
C.1.3 a 和 b 标准不确定度	13
C.1.4 算例	13
C.2 99%可靠度判据下的脱层强度 σ_{99} 不确定度	14
附录 D (资料性) 循环比对试验主要结果	16
D.1 循环比对试验使用样品参数	16
D.2 循环比对试验结果	16
参考文献	17
 图 1 装配图示意图	2
图 2 REBCO 涂层导体样品结构示意图	3
图 3 拉力-位移曲线	5
图 A.1 拉伸夹具(底座)	7
图 A.2 上砧头	7
图 A.3 下砧头	8
图 A.4 连接体示意图	8
图 A.5 焊接夹具	9
 表 C.1 单次脱层强度测试数据	14
表 C.2 单次脱层强度测试相关不确定度结果	14
表 D.1 循环比对试验使用样品的基本参数	16
表 D.2 循环比对试验结果	16

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国超导标准化技术委员会(SAC/TC 265)归口。

本文件起草单位：兰州大学、上海交通大学、上海超导科技股份有限公司、苏州新材料研究所有限公司、上海上创超导科技有限公司、中国科学院等离子体物理研究所、上海大学、中国船舶集团有限公司第七一二研究所、云南电网有限责任公司电力科学研究院。

本文件主要起草人：张兴义、刘聪、王玉山、朱佳敏、陈思侃、刘华军、刘方、陶书、蔡传兵、李敏娟、周勇、黑颖顿。



引　　言

REBCO(RE 指 Y,Gd,Dy 等稀土元素)涂层导体,也称第二代高温超导带材,具有高的不可逆磁场和高场下优异的载流能力,在超导磁体、超导电缆和超导电机等领域具有重要的应用前景。

REBCO 涂层导体是一种多层复合材料,由铜稳定层、银层、超导层、缓冲层和基底层构成,其中超导层和缓冲层属于陶瓷材料,其他层是金属或合金材料。REBCO 涂层导体在应用过程中由于电磁力和热应力的作用会出现脱层现象,一旦出现脱层将导致材料的载流能力下降,给超导装置的运行带来安全隐患。因此,有必要建立标准的测试方法以准确测量 REBCO 涂层导体的脱层强度。

砧拉法是一种原理简单、易实现室温及液氮温度下复合层状材料脱层强度的测试方法,该方法也适用于 REBCO 涂层导体(镀铜)。因此,本文件采用砧拉法对 REBCO 涂层导体(镀铜)在室温和液氮温度下进行脱层强度测试。

在使用砧拉法测试 REBCO 涂层导体(镀铜)脱层强度过程中,由于陶瓷材料的断裂韧性远低于金属和合金材料,导致脱层均发生在超导层及缓冲层;而陶瓷材料的脆性使得脱层强度测试数据离散,直接得到的数据难以对材料制备和工程设计提供指导性建议,因而需要特殊的数据分析方法进行数据处理。本文件采用三参数威布尔分布数据分析方法对脱层强度的测试数据进行处理。在获得威布尔分布拟合参数的基础上,基于可靠度判据可直接给出脱层强度。

室温脱层强度测试表征 REBCO 涂层导体出厂时的脱层强度,同时作为液氮温度下脱层强度的参照,液氮温度下脱层强度测试则用于表征 REBCO 涂层导体低温下的脱层强度。室温和液氮温度下的脱层强度均可用于 REBCO 涂层导体的制备工艺评价,并作为应用该导体制备超导装置设计的依据。



力学性能测量 REBCO 涂层导体(镀铜)脱层强度测试方法

1 范围

本文件描述了 REBCO 涂层导体在室温以及液氮温度下脱层强度的测试及数据处理的方法。

本文件适用于铜层厚度范围为 $5 \mu\text{m} \sim 20 \mu\text{m}$ 的 REBCO 涂层导体(镀铜)。铜层厚度超过范围的 REBCO 涂层导体可参考本文件。

本文件不适用于采用不锈钢或其他金属进行加强,或外表面经过涂覆/包裹绝缘材料的 REBCO 涂层导体。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 2900.100 电工术语 超导电性

GB/T 13634—2019 金属材料 单轴试验机检验用标准测力仪的校准

GB/T 16825.1—2022 金属材料 静力单轴试验机的检验与校准 第 1 部分:拉力和(或)压力试验机 测力系统的检验与校准

GB/T 34987—2017 威布尔分析

3 术语和定义

GB/T 2900.100 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 砧头 anvil

脱层强度测试中与样品接触面积为矩形的连接样品表面与夹头的部件。

3.2 连接体 union body

砧头与样品焊接构成的整体。

3.3 横向拉伸应力 transverse tensile stress

脱层强度测试期间任一时刻的拉力除以上砧头和样品的接触面积。

3.4 脱层强度 delamination strength

σ_d

样品发生破坏时的横向拉伸应力。

注:样品破坏指在载荷作用下,发生层间分离的现象,表现为载荷达到最大值,然后突然下降为 0。



3.5

可靠度判据下的脱层强度

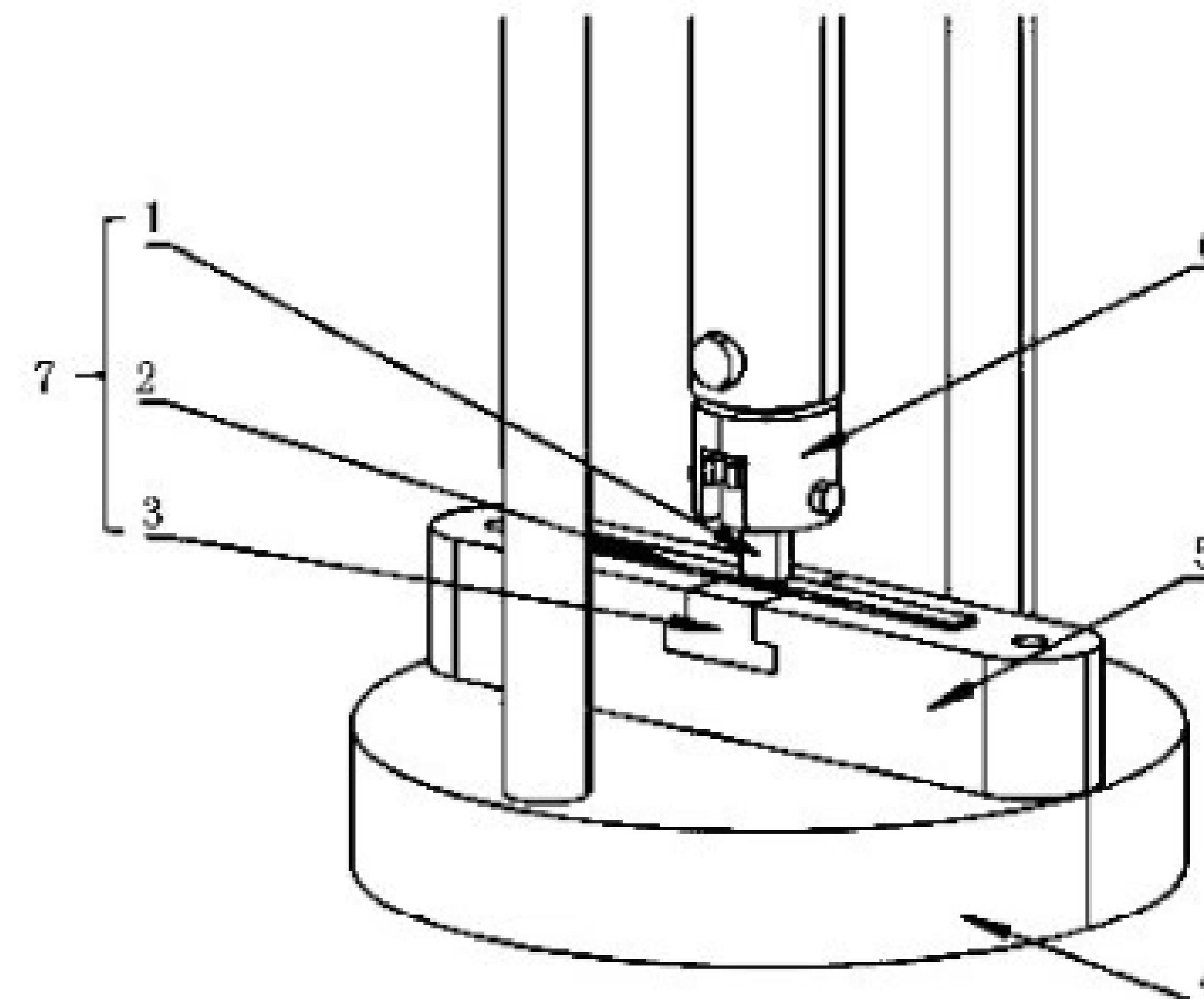
给定可靠度百分比所对应的脱层强度。

注: σ_{99} 为 99% 可靠度判据下的脱层强度, 表示在此横向拉伸应力作用下样品有 99% 的概率不会发生脱层破坏。

4 原理

用焊锡将样品水平焊接在上、下砧头之间, 并通过拉伸夹具装配在试验机上, 运行试验机, 使样品承受横向拉伸应力作用直至发生层间分离。装配图示意图见图 1。

重复进行 n 次 ($n \geq 16$) 测试, 得到一组最大横向拉伸应力测试数据, 数据符合威布尔分布。通过计算威布尔分布的三个参数, 得到可靠度函数, 进而给出基于可靠度判据的脱层强度。



标引序号说明:

- 1——上砧头;
- 2——样品;
- 3——下砧头;
- 4——圆盘;
- 5——拉伸夹具(底座);
- 6——拉伸夹具(万向接头);
- 7——连接体。

图 1 装配图示意图

5 装置

5.1 试验机

应使用能提供恒定横梁位移速率控制系统的试验机。使用前, 应按 GB/T 16825.1—2022 的附录 A“试验机的一般检查”规定的要求对试验机进行检查, 应按 GB/T 13634—2019 描述的步骤对试验机进行校准。

5.2 拉伸夹具

拉伸夹具包括拉伸夹具(底座)和拉伸夹具(万向接头), 拉伸夹具(底座)的设计图见附录 A 的

图 A.1。拉伸夹具应满足以下要求：

- 具有能与试验机和砧头有效连接的机构；
- 测试过程不发生大变形和破坏；
- 通过万向连接保证垂直拉伸。

5.3 砧头

上、下砧头均采用与样品表面铜层热膨胀系数相同或相近的无氧铜材料制作，能与夹具有效连接且施加垂直载荷，方便垂直焊接于样品表面。上、下砧头的设计图分别参见图 A.2 和图 A.3。

5.4 焊接夹具

在加热台上通过焊接夹具对样品和砧头进行加热焊接，焊接完成后上、下砧头垂直于样品表面。焊接夹具的设计图参见图 A.5。

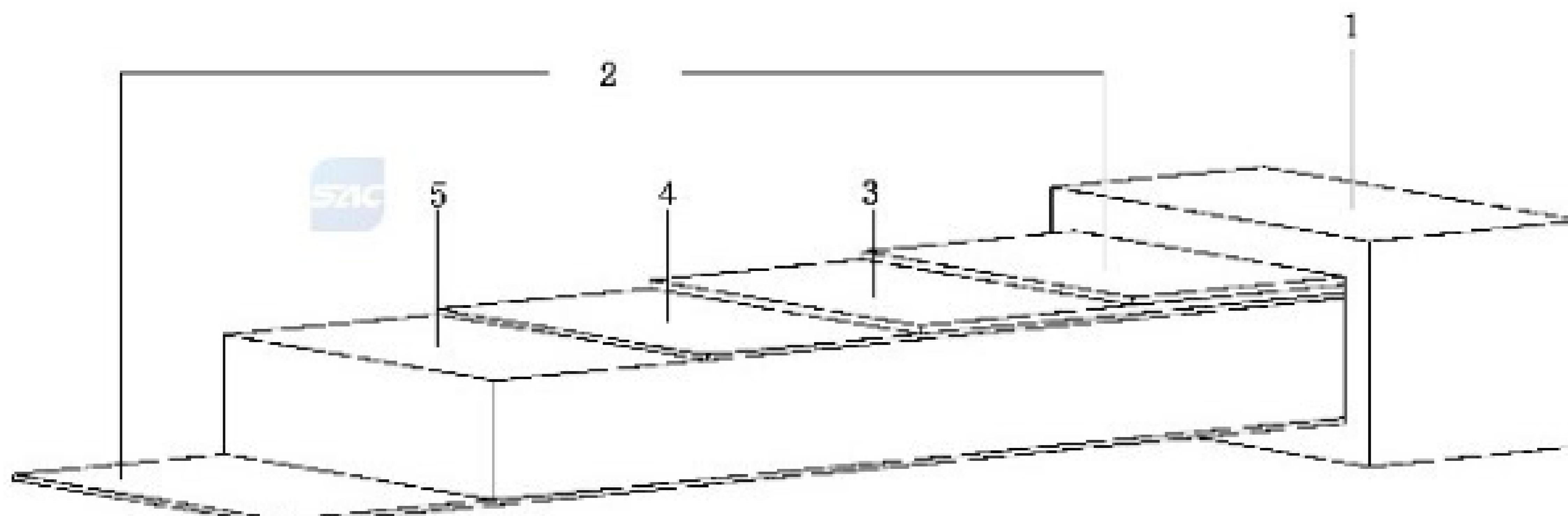
5.5 焊接加热台

应为可控温加热台，最高温度不小于 300 ℃，控温精度±1 ℃。

6 测试连接体制备

6.1 测试样品

应从同一批次产品中任选一根 REBCO 涂层导体沿长度方向依次连续取样，截取不少于 32 个样品。单个样品长度应不小于 35 mm，样品宽度不限制。样品结构示意图见图 2，由铜层、银层、基底层、缓冲层及超导层组成。



标引序号说明：

- 1——铜层；
- 2——银层；
- 3——超导层；
- 4——缓冲层；
- 5——基底层。

图 2 REBCO 涂层导体样品结构示意图

6.2 砧头

用 300 目～400 目的细砂纸对砧头表面进行打磨，去除表面氧化层，增大表面粗糙度，使焊锡与样品、砧头之间有良好的浸润性。打磨时应保持砧头上、下表面平行，上砧头侧面与焊接面垂直。并用无水乙醇或丙酮对砧头及样品表面进行清洗。

上砧头宽度应等于样品宽度。上砧头长度应等于 $8\text{ mm}\pm0.1\text{ mm}$ 。下砧头的长度应不小于上砧头的长度。下砧头的宽度应不小于上砧头的宽度。

6.3 砧头与测试样品焊接

6.3.1 涂抹焊锡

将焊锡均匀涂抹于砧头及样品表面,样品放置于上、下砧头之间,上砧头靠近超导层,下砧头靠近基底层,安装于焊接夹具中,剔除砧头边缘多余焊锡。

焊锡应保证在室温及液氮温度测试过程中,不使样品与砧头之间脱开。推荐使用成分为 Sn 96.5/Ag 3.0/Cu 0.5 的焊锡膏,熔点为 $217\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。若使用其他成分焊锡,焊接拉伸强度应不低于 50 MPa 。

6.3.2 加热焊接

开启加热台,待温度升至焊锡熔化温度,将安装有砧头样品连接体的焊接夹具放置于加热台上,待焊锡完全熔化,将砧头边缘溢出的焊锡剔除干净,防止上、下砧头焊接在一起,焊接完成后关闭加热台。

使用 6.3.1 中规定的焊锡膏焊接时,样品表面温度应控制在 $217\text{ }^{\circ}\text{C}\sim227\text{ }^{\circ}\text{C}$,焊接时间应小于 2 min ,在此条件下焊接不会对样品造成损伤。样品宜自然冷却至室温。

注:升温速率与焊接过程无关。

7 测试步骤

7.1 连接体装配

将焊接完成的砧头样品连接体安装在试验机拉伸夹具中,见图 1。装配通过插销连接万向接头与砧头样品连接体,插销的半径宜小于上砧头销孔的半径,不应引入额外拉伸/压缩预应力。

7.2 室温测试

采用位移加载模式,加载模式为准静态加载,推荐加载速率为 0.1 mm/min 。

注:准静态加载是为了避免加载过程中的冲击应力。准静态加载速率为范围值,在范围内的加载速率均可采用。

0.1 mm/min 仅为在本文件给出的样品和夹具尺寸下的参考值。

7.3 液氮温区测试

控制液氮液面以不大于 10 cm/min 的速度浸没装配结构和样品,待完全浸没且液氮液面稳定后,标记液面位置。保持浸没状态不小于 10 min ,待装配结构和样品完全冷却,开始加载。测试过程中实时监测液氮液面高度,若液氮液面下降至标记以下,及时补充液氮。

加载速率与 7.2 中的室温测试一致。

7.4 测试数据采集

加载速率设定为规定值,运行试验机,持续加载至样品发生破坏。将测试过程中试验机位移和载荷传感器的数据分别绘制在横、纵坐标上,如图 3 所示。记录最大拉力值。室温和液氮温度下应各进行不少于 16 次有效测试。

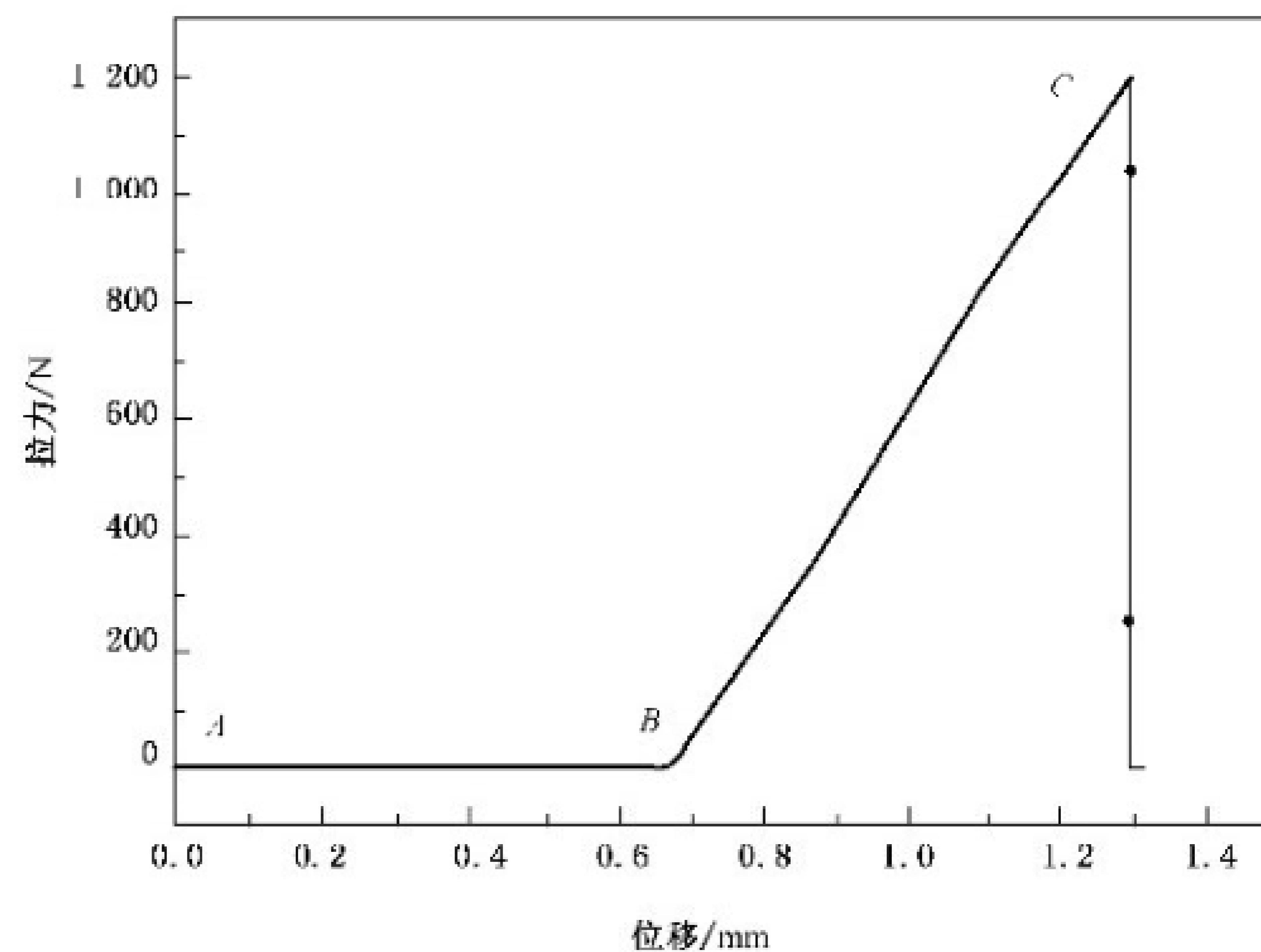


图 3 拉力-位移曲线

图3 拉力-位移曲线中,AB段为预拉阶段,消除拉伸夹具间隙,使加载装置拉紧;BC段为加载阶段,载荷作用于样品表面;C点为最大拉力,在C点之前样品不会发生破坏,当到达C点后拉力突然下降为零,此时样品发生脱层破坏。

以下情况应判定测试结果无效：

- 样品焊接区域内有焊锡脱落；
 - 样品存在未脱开区域，拉力-位移曲线表现为拉力突然下降，但未降为零，此时可能发生剪裂破坏。

如果测试数据无效，应沿长度继续取样，重复测试。

8 数据处理

8.1 脱层强度

脱层强度 σ_d 按公式(1)计算得到:

中武

σ_d —— 脱层强度, 单位为兆帕斯卡(MPa);

F ——最大横向拉伸力, 单位为牛顿(N);

S ——砧头和样品接触面积,单位为平方毫米(mm^2)。

8.2 三参数威布尔分布

按照 GB/T 34987—2017 中 5.2 的规定,三参数威布尔分布的累计分布函数为公式(2)。参考附录 B 的 B.2 的计算过程,计算三个参数 α 、 β 、 γ 的值,代入公式(2),得到三参数威布尔分布的累计分布函数。

式中：

$F(x; \alpha, \beta, \gamma)$ ——三参数威布尔分布的累计分布函数；

x ——自变量, 单位为兆帕斯卡(MPa);

α —— 比例参数, 单位为兆帕斯卡(MPa);
 β —— 形状参数;
 γ —— 位置参数, 单位为兆帕斯卡(MPa)。

注：当某对象适合最弱链模型（材料在某一外加应力水平下发生断裂的概率取决于各个固有裂纹所在的局部微小区域内裂纹发生失稳扩展的概率）时，此对象的断裂或破坏服从威布尔分布。

8.3 99%可靠度判据下的脱层强度

根据三参数威布尔分布的累计分布函数,得到可靠度函数,计算过程见 B.3。将 99% 这一可靠度,代入可靠度函数公式(3),可计算 99% 可靠度判据下的脱层强度 σ_{99} 。

式中：

σ_{99} ——99%可靠度判据下的脱层强度,单位为兆帕斯卡(MPa)。

8.4 不确定度

不确定度计算见附录 C。

9 测试报告

9.1 样品

样品参数应包括：

——测试样品制造商

——分类和／或标识；

批号:

——样品超导层制备工艺

——样品的横截面尺寸(包括各层厚度和样品宽度);

一样品临界电流；

——焊锡型号(焊接方法)：

——焊接溫度。

9.2 测试条件

测试条件应包括：

——— 橫梁位移速率：

——上砧头和样品接触面积；

—— 测 试 温 度。

9.3 結果

測試結果應包括：

—— 脱层强度测试结果：

——威布尔分布函数曲线：

——99%可靠度判据下的脱层强度值。

附录 A
(资料性)
夹具参考信息与装配注意事项

A.1 总则

本附录给出了夹具相关参考信息,以及装配注意事项。

A.2 拉伸夹具(底座)

拉伸夹具(底座)宜使用 G10 玻璃钢材料制作,设计图见图 A.1。图 A.1a)为拉伸夹具(底座)的主视图,图 A.1b)为拉伸夹具(底座)的侧视图,图 A.1c)为拉伸夹具(底座)的俯视图。

单位为毫米

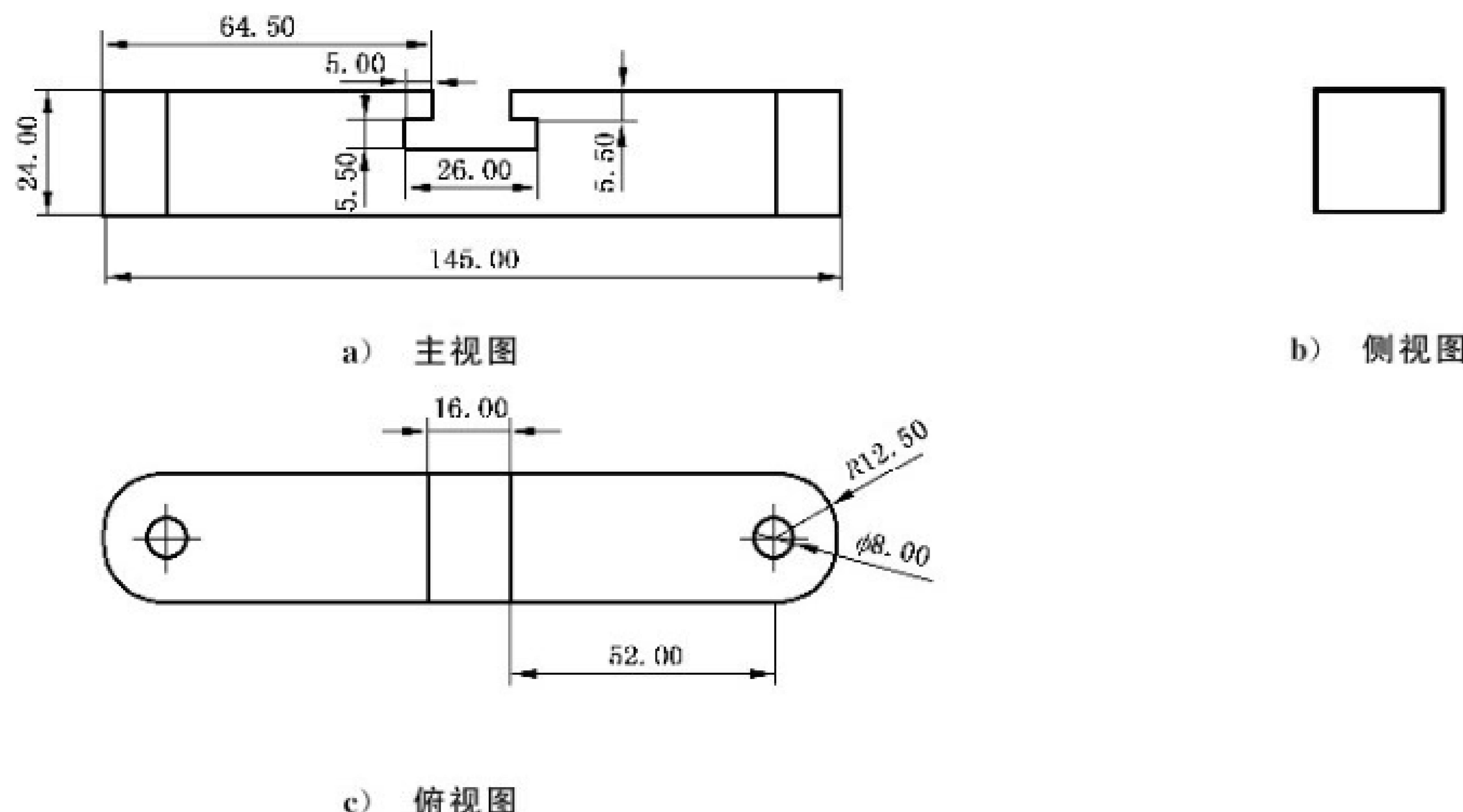


图 A.1 拉伸夹具(底座)

A.3 砧头

上砧头的设计图见图 A.2,图 A.2a)为上砧头的主视图,图 A.2b)为上砧头的侧视图,图 A.2c)为上砧头的俯视图。

附录 D
(资料性)
循环比对试验主要结果

D.1 循环比对试验使用样品参数

样品具体规格及参数见表 D.1。

表 D.1 循环比对试验使用样品的基本参数

样品编号	超导层制备 工艺	宽度 mm	铜层厚度 μm	临界电流 I_c A	样品长度 m	备注
ST-10-E	PLD	10	15	≈ 500	10	边缘无切割

D.2 循环比对试验结果

本次循环比对试验测试单位为 A 单位、B 单位及 C 单位, 循环比对试验所使用的样品由 C 单位提供。主要试验结果见表 D.2。

表 D.2 循环比对试验结果

温度	检测单位	编号	测试次数	威布尔分布			σ_{99} MPa	$u(\sigma_{99})$ MPa	$u'(\sigma_{99})$ %	U' %
				α MPa	β	γ MPa				
室温	A	I	16	7.53	1.03	13.82	13.91	0.30	2.22	4.44
		II	16	9.82	1.62	13.77	14.33			
	B	III	16	7.28	1.07	12.44	12.54			
		IV	16	5.17	1.12	13.40	13.49			
	C	V	16	8.64	1.54	12.86	13.30			
液氮温度	A	VI	16	9.74	1.03	8.45	8.55	0.19	2.35	4.70
		VII	16	12.60	1.23	7.74	8.04			
	B	VIII	16	5.83	1.02	7.57	7.63			
	C	IX	16	5.42	1.02	8.02	8.08			

参 考 文 献

- [1] 龚江宏. 陶瓷材料断裂力学[M]. 北京: 清华大学出版社, 2001.
-



www.bzxz.net

收费标准下载网