

**INTERNATIONAL
STANDARD**

**IEC
CEI**

**NORME
INTERNATIONALE**

60970

Second edition
Deuxième édition
2007-07

**Insulating liquids – Methods for counting and
sizing particles**

**Isolants liquides – Méthodes de détermination du
nombre et de la taille des particules**



Reference number
Numéro de référence
IEC/CEI 60970:2007



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2007 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Email: inmail@iec.ch
Web: www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

- Catalogue of IEC publications: www.iec.ch/searchpub

The IEC on-line Catalogue enables you to search by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, withdrawn and replaced publications.

- IEC Just Published: www.iec.ch/online_news/justpub

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details twice a month all new publications released. Available on-line and also by email.

- Customer Service Centre: www.iec.ch/webstore/custserv

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please visit the Customer Service Centre FAQ or contact us:

Email: csc@iec.ch
Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

- Catalogue des publications de la CEI: www.iec.ch/searchpub/cur_fut-f.htm

Le Catalogue en-ligne de la CEI vous permet d'effectuer des recherches en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Il donne aussi des informations sur les projets et les publications retirées ou remplacées.

- Just Published CEI: www.iec.ch/online_news/justpub

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille deux fois par mois les nouvelles publications parues. Disponible en-ligne et aussi par email.

- Service Clients: www.iec.ch/webstore/custserv/custserv_entry-f.htm

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions, visitez le FAQ du Service clients ou contactez-nous:

Email: csc@iec.ch
Tél.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**INTERNATIONAL
STANDARD**

**IEC
CEI**

**NORME
INTERNATIONALE**

60970

Second edition
Deuxième édition
2007-07

**Insulating liquids – Methods for counting and
sizing particles**

**Isolants liquides – Méthodes de détermination du
nombre et de la taille des particules**



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

PRICE CODE
CODE PRIX

R

*For price, see current catalogue
Pour prix, voir catalogue en vigueur*

CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 General caution, health, safety and environmental protection	6
4 Significance.....	7
5 Comparison and limitation of the methods	7
6 Types and identification of particles.....	8
7 Sampling	8
7.1 General remarks.....	8
7.2 Sampling vessels	9
7.3 Cleaning of sampling bottles	9
7.4 General directions for sampling	9
7.5 Sampling procedure	10
7.6 Labelling of samples.....	10
7.6.1 Samples from tanks.....	10
7.6.2 Samples from electrical equipment	10
8 Preparation of the samples for analysis	10
9 Method A – Automatic particle size analyzer.....	11
9.1 Summary of method	11
9.2 Apparatus and auxiliary materials.....	11
9.3 Calibration procedures	11
9.4 Preparation of the apparatus for counting.....	12
9.5 Preparation of sample before counting	12
9.6 Preparation of sample for counting.....	12
9.7 Counting procedures	12
9.8 Report.....	13
9.9 Precision	13
9.10 Repeatability	13
9.11 Reproducibility	13
10 Method B – Optical microscopy	14
10.1 Principle.....	14
10.2 Procedure by transmitted light.....	14
10.3 Procedure by incident light	14
Annex A (informative) Use of syringes as sampling vessels	15
Annex B (informative) Calibration of the automatic particle counters.....	17
Bibliography.....	18

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

INSULATING LIQUIDS – METHODS FOR COUNTING AND SIZING PARTICLES

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 provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
- 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 60970 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1989. This edition constitutes a technical revision.

The significant technical changes with respect to the previous edition are as follows:

- new calibration procedures for automated laser particle;
- three figures contamination code;
- new procedure of sample pre-treatment when automated laser counter method are used.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
10/695/FDIS	10/714/RVD

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

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

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the maintenance result date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

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

INTRODUCTION

The first edition of this standard was published in 1989, and confirmed in 1996. The present edition has been found necessary for consistency with the new ISO 4406:1999, in which calibration procedures for automated particles counters have been changed from ACFTD standard to ISO-MTD standard. Specific procedures for sample preparation are described in more detail when automated particle counters are used. Results and ISO Code reporting are consistent with ISO 4406:1999 standard. Repeatability and reproducibility data are reported.

It has been demonstrated that particle contamination of insulating liquids used in electrical equipment have been responsible for major faults [1]¹. Particle analysis is recommended (as complementary test) by IEC 60422[3] for power transformers with nominal voltage above 170 kV[2].

Particle counting and sizing is usually carried out using automated counters; the calibration standard for these counters was changed in 1999. The ISO reporting code has also been changed from a two-figure to a three-figure code. This code gives information on three classes of cumulative counting: particles/ml with $\varnothing > 4 \mu\text{m}$, particles/ml with $\varnothing > 6 \mu\text{m}$, particles/ml with $\varnothing > 14 \mu\text{m}$. Particle analysis with automated particle counters has been thoroughly investigated to verify factors influencing the results and to optimize the analysis procedure. Reference figures for repeatability and Reproducibility are reported, for particle counting and for ISO Class.

Annex A provides information about sampling with syringes. Annex B reports a reference for ISO MTD calibration procedure.

¹ Figures in square brackets refer to the bibliography.

INSULATING LIQUIDS – METHODS FOR COUNTING AND SIZING PARTICLES

1 Scope

This standard describes the sampling procedures and methods for the determination of particle concentration and size distribution.

Three methods are specified. One uses an automatic particle size analyser, working on the light interruption principle. The other two use an optical microscope, in either the transmitted light or incident light mode, to count particles collected on the surface of a membrane filter. The optical microscope methods are described in ISO 4407.

All three methods are applicable to both used and unused insulating liquids.

Annex A contains an alternative sampling procedure using a syringe and Annex B reports a reference for the calibration of automatic particle counters.

NOTE 1 The methods are not intended to measure particulate matter in liquids containing sludge. While analysing solid content on oils containing sludge refers to method for sediment and sludge determination in IEC 60422, Annex C.

NOTE 2 The methods specified are only applicable to measurements related to a limited range of size and number.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application 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 60475: *Method of sampling liquid dielectrics*

ISO 4406: *Hydraulic fluid power – Fluids – Method for coding the level of contamination by solid particles*

ISO 4407: *Hydraulic fluid power – Fluid contamination – Determination of particulate contamination by the counting method using an optical microscope*

ISO 5884: *Aerospace – Fluid systems and components – Methods for sampling and measuring the solid particle contamination of hydraulic fluids*

EN 50353: *Insulating oil – Determination of fibre contamination by the counting method using a microscope*

3 General caution, health, safety and environmental protection

This International Standard does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of the standard to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

The insulating liquids which are the subject of this standard should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with the eyes may cause irritation. In the case of eye contact, irrigation with copious quantities of clean running water should be carried out

and medical advice sought. Some of the tests specified in this standard involve the use of processes that could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard for guidance.

This standard is applicable to insulating liquids and used sample containers, the disposal or decontamination of which must be done according to local regulations. Every precaution should be taken to prevent release of mineral oil into the environment.

4 Significance

It is well known that particles have a detrimental effect on the dielectric strength of insulating liquids. It has long been the practice to include in specifications of insulating liquids the requirement that the fluid be clear and free of visible particulate matter. However, there has been no standard method for quantitative estimates, so that practices have differed. This standard gives standard procedures for the test.

Filtration of insulating liquids is an established practice in the electrical industry. The procedure described may serve to assess the performance of the filter system. The results obtained are dependent upon the method used. With the automatic counter the measured values also depend on the calibration procedure and in particular on the calibration material. It is therefore essential that the methods of analysis and the calibration standards are specified when quoting results.

The particle content of a sample may depend on different transformer parameters as well as the condition of the oil itself.

Storage may affect the sample, due to sedimentation and/or coalescence of particles. Shaking of the sample before analysis will be necessary.

5 Comparison and limitation of the methods

Automatic particle counters using the light interruption principle are quick and easy to use, but the following points should be borne in mind:

- With some liquids it may be necessary to modify their viscosity to comply with the operating parameters of the instrument.
- It is necessary to choose a sensor head suitable for counting in the size range required. No single head can count both very small particles (<2 µm) and very large particles (>200 µm).
- The instrument records the light interruption area of the particle and from this calculates the diameter of a sphere having the equivalent area or the longer axis of a specified ellipsoid with the same area, as established by ISO 4407. When measurements are carried out with automatic particle counters, the reported sizes are expressed as µm(c) to indicate that the particle size has been calculated from the observed cross-sectional area. Particle sizes from optical microscope counting are expressed as µm. The relationship between the two units is described in ISO 4406:
 - 6 µm(c) corresponds to 5 µm
 - 14 µm(c) corresponds to 15 µm.
- Automatic counters give no information as to the shape of the particles, and this constitutes a limitation with respect to the recognition of fibres. Their narrow and elongated shape results in a slight light obscuration and consequently in a very small equivalent sphere diameter. The results obtained can be different from those obtained by microscope counting. When it is important to evaluate the concentration of fibres, automatic counters cannot perform this task adequately.
- When air-saturated or over-saturated liquids are shaken manually or in a shaking machine, or given high-energy ultrasonic treatment, finely dispersed micro-bubbles may be formed

in the liquid. In the optical system of the automatic counter, these micro-bubbles will be counted as solid particles.

- These difficulties are avoided when using either of the optical microscopic methods. In addition, optical microscopy may give some information about the types of particles present. These methods are, however, much more time-consuming and operator dependent and may be very difficult to count particles of less than 5 µm.

6 Types and identification of particles

The origins of particles found in insulating liquids are manifold.

In new, unenergized, equipment the insulating liquid may contain cellulose fibres plus particles from the manufacturing process. These could include iron, aluminium, brass, welding cinder and sandblasting materials.

Insulating liquids in working transformers, at both normal and overload temperatures, slowly acquire soot and sludge particles. Localised overheating over 500 °C could be a source of carbon. The carbon particles produced in the OLTC diverter may migrate by leakage, accidents or human error into the bulk fluid compartment and contaminate the full charge.

A typical source of metallic particles is from pump bearing wear, although corrosion and arcing on metallic components may also produce particles.

Cellulose lint, sand, dust and particles of varnish, plastic or rubber can also be found in the fluid of transformers in service.

A knowledge of which particle types are present in the insulating liquid can, in certain cases, help in assessing the conditions of the equipment, in diagnosing a fault or indicating a risk of failure. The most dangerous particles are the conductive ones (metals, carbon, wet fibres, etc.). Particle identification and counting have been found to be necessary procedures of condition monitoring (CIGRE brochures 157[1] and 227[2]).

Certain particles may be identified by filtering a sample through a membrane filter and examining the residue under a microscope (EN 50353). At this stage some fibres can be identified using the dispersion staining technique and a number of metals by means of spot tests or micro chemical methods. Metallic particles can be better identified and quantified by instrumental analytical methods such as atomic absorption spectroscopy (AAS), induced coupled plasma (ICP-AES), and wet chemical analysis. A detailed description of methods for the identification of particles is, however, outside the scope of this standard.

7 Sampling

7.1 General remarks

The sample taken should only be used for the particle count determination. Further analysis may be done on the residual sample, but after the particle count determination.

The particle content of a sample is also dependant on the sampling point, time elapsed since the transformer was filled, the circulation rate and the time that the transformer has been left to stand prior to sampling.

With used liquids, oxidation products which are soluble at operating temperatures may precipitate when the sample is allowed to stand at room temperature for a prolonged period. This process, which is dependent upon the service age of the liquid, the time between sampling and analysis and the storage temperature, can affect the particle count.

For the above mentioned reasons, sampling is the main source of spreading of results.

7.2 Sampling vessels

The sampling vessels recommended in this standard are cylindrical, flat-bottomed, wide-necked, clear glass bottles fitted with a polypropylene threaded cap forming a seal with the bottle without the use of any inserts.

When an automatic particle size analyzer is used, the volume sampled shall be enough to allow a proper rinsing of the instrument's dead volume and measuring cell before the analysis.

For microscopy, the bottles shall have at least 100 cm³ capacity and be permanently marked to indicate 100 cm³ sample size.

An alternative method for insulating liquids in service using syringes as sampling vessels is given in Annex A.

7.3 Cleaning of sampling bottles

It is recommended that the bottles be cleaned to achieve a blank count of less than 200 particles above 5 µm per 100 cm³. The test should be performed on the filtered solvent used in the last stage of the cleaning process.

A cleaning method is given for guidance, but other methods can be used provided they achieve a similar or greater degree of cleanliness.

- a) Wash with warm water containing a detergent
- b) Rinse with warm water and drain
- c) Rinse thoroughly with 0,45 µm membrane filtered acetone to remove water
- d) Rinse with 0,45 µm membrane filtered petroleum ether 40 °C to 70 °C or with another suitable solvent. Leave 1 cm³ or 2 cm³ of solvent in the bottle and close the bottle.

If ultrasonic agitation is used before counting particles, the cleaning procedure must include ultrasonic treatment. Reject the procedure outlined in stage c) and instead place the sample bottle, filled with 0,45 µm membrane filtered acetone, in an ultrasonic bath for 1 min.

A residue of solvent in the bottle creates a positive pressure in the bottle helping to prevent contamination from the atmosphere when opening the bottle.

Warning: Attention is called to national regulations associated with the use of solvents.

The use of purchased sample bottles cleaned in accordance with ISO 5884 is allowed.

7.4 General directions for sampling

It is difficult to obtain representative samples from a drum. If sampling is found to be necessary, the procedure given in Annex A may be used or, alternatively, the procedures given in IEC 60475. In the case of sealed power transformers and instrument transformers or similar equipment with small liquid volume, the manufacturer's instructions on sampling procedure and quantity shall be followed. A sample from a transformer should preferably be taken during fluid circulation or immediately afterwards. The analysis obtained may depend on the sampling point selected. Confirmatory or follow-up samples should therefore always be taken from the same point.

Every precaution shall be taken when sampling not to contaminate the sample.

Outdoor sampling of insulating liquids in rain, fog, snowfall or high wind is only permitted if all precautions are taken to avoid contamination of the samples. In this special case the use of a cover is necessary.

Ensure that sampling is done by an experienced person.

7.5 Sampling procedure

Prior to taking the sample, the exterior of the sampling valve and the adjacent parts shall be thoroughly cleaned using lint-free wiping materials.

- Connect a length of plastic tubing, which is resistant to the liquid being sampled, to the sampling valve.
- If the sampling bottle contains filtered solvent, it may be necessary at low ambient temperature to warm the bottle with the hands, in order to create a positive pressure and thereby prevent the ingress of atmospheric particulate matter.

Warning: Petroleum ether, as well as many of its alternatives, is a highly flammable solvent, and appropriate safety measures must be observed when the bottle is opened.

- Thoroughly flush the valve and by draining a sufficient quantity of liquid into a waste container. The adequate draining volume depends on the total oil volume of the equipment (for big power units 5 l is recommended).
- Remove the cap from the bottle; do not empty out the solvent. Without interrupting the flow from the valve, substitute the bottle for the waste container and collect the required volume of sample as quickly as possible. Then remove the sample bottle and replace the waste container.
- Replace the bottle cap without over tightening.
- Close the sampling valve and replace any protection. Label the sample.

The sample shall be protected against light during transportation and storage.

7.6 Labelling of samples

7.6.1 Samples from tanks

Labels shall carry the following markings:

- tank identification;
- sampling point;
- type of insulating liquid;
- date of sampling.

7.6.2 Samples from electrical equipment

Labels shall carry the following markings:

- equipment identification;
- sampling point;
- equipment in factory/in service;
- liquid identification;
- temperature of liquid;
- date of sampling.

8 Preparation of the samples for analysis

Samples should be processed as soon as possible after sampling, because their long storage will generally lead to sedimentation of particles. Fine particles may also coalesce to form larger particles. For the above mentioned reasons, a shaking procedure will be necessary.

When automatic particle analysers are used, a detailed procedure for sample treatment is described in Clause 9 (Method A – Automatic particle size analyzer).

If high-energy ultrasonic treatment or higher shear mixing is used, there is a risk that the particle count determined will be enhanced owing to breakdown of sludge and other large particles and also that finely dispersed micro bubbles are formed in the liquid. If too high a vacuum is applied to air-saturated liquids, more micro bubbles may be released from the liquid.

NOTE It is advisable that the agitation and vacuum procedure developed be tested for effectiveness. This can be done by taking several samples simultaneously. One sample is tested immediately after sampling, with no agitation or vacuum treatment at all, another after treatment and a third after some storage time. The test should be applied to liquids with a varying degree of particle content, state of ageing and air content.

For optical microscopy systems shaking can be done manually, in a shaking machine, or by ultrasonic treatment (see Clause 10: Method B – Optical microscopy).

9 Method A – Automatic particle size analyzer

9.1 Summary of method

The sample is agitated to suspend the particles, then passed at an optimum flow rate through the sensor unit of the particle counter. After the required fluid volume has been passed through the sensor the count is terminated and the results recorded.

9.2 Apparatus and auxiliary materials

- An automatic particle counter fitted with a sensor operating on the light interruption principle and suitable for counting within the range of 2,0 µm to greater than 200 µm. The automatic particle counter shall be capable of:
 - Sorting particles into at least > 4µm, > 6 µm, > 14 µm size ranges.
 - Providing a specific particle count and distribution for a measured quantity of reference material to a precision of ±10 % of the total count.
 - Not saturating (i.e. providing a lower than expected count as a result of particle coincidence within the sensing zone) when analysing a suspension containing less than 2 000 particles per millilitre of fluid.

NOTE Alternative detectors may be used to extend the size range of the particles measured.

- Compressed gas – a pressurized source of air or nitrogen free from oil or water contamination filtered through a 0,45 µm membrane filter. The capacity, pressure range and constant pressure controls should meet the requirements of the particular equipment in use.
- Solvent dispenser fitted with a 0,45 µm membrane filter at the outlet.
- Solvent – petroleum ether with a boiling-range of 40 °C to 70 °C, or suitable alternative filtered through a 0,45 µm membrane filter.
- Detergent – liquid, water soluble, commercial grade.
- Calibration standard ISO MTD.
- Ultrasonic bath.

9.3 Calibration procedures

The calibration of the instrument shall be carried out using one of the procedures given in Annex B.

Calibration should be advisably carried out annually or when any repair/change is made to the sensor or whenever results are suspect. It is recommended to check instrument's performance at least each 6 months, by analysing a standard sample of standard reference material (SRM). The results must be consistent with the reproducibility in 9.11.

NOTE Laboratory reference materials (LRM) can be used for instrument's checks if their stability and uncertainty are demonstrated to be equivalent to standard reference materials.

9.4 Preparation of the apparatus for counting

Check that the instrument is set to the calibration numbers for the required size ranges in accordance with the procedure given in the instrument manual.

When the instrument has been switched off, the check procedure shall be carried out prior to use or daily, whichever is less frequent.

If the instrument is permanently switched on, the check procedure shall be carried out at least monthly.

9.5 Preparation of sample before counting

- Remove any visible contamination from the exterior of the bottle.
- Samples which are found on visual examination to contain water or suspended solids (e.g. sludge) likely to affect the performance of the sensor shall be rejected.
- Sample dilution should be avoided as far as possible. However, if in order to comply with the instrument operating parameters dilution is necessary then a liquid of the same type as the sample, or a compatible solvent, may be used. The solvent must be filtered through a 0,45 µm membrane before mixing. Then record the dilution ratio.

NOTE In order to meet the instrument operating parameters, the viscosity of the liquid may be modified by heating. In this case, due regard to the instrument manufacturer's recommendations regarding sensor life should be noted. It should also be established that the precision obtained is acceptable. If sample heating is applied, note the analysis temperature on the Report of results.

9.6 Preparation of sample for counting

- Detach particles coalesced on the vessel by immersing the bottle in an ultrasonic bath for 5 min.
- Shake vigorously by hand for 30 s.

NOTE Suitable mechanical apparatus can be used for shaking several samples at the same time

- After shaking the sample must be degassed by immersing the bottle in an ultrasonic bath for 5 min.

NOTE Vacuum degassing can either be used, if a sufficient repeatability can be achieved (see 9.10). It is advisable, when using automatic bottle sampling apparatus, that the sensor uptake tube be filled with the test fluid before applying the vacuum.

- Count the sample immediately after the degassing stage. If unable to count within 2 min then the particle suspension shall be maintained by continuous rolling of the sample container.

9.7 Counting procedures

- The counting procedure shall be carried out in accordance with the instrument manufacturer's operating instructions, paying particular attention to the required flow rate and selecting the cumulative mode of counting.
- The sample shall be counted in at least three equal volumes, greater than or equal to 10 millilitres. These three counts should agree within 10 % in the smallest size range (> 4 µm). If this requirement is not attained the sample shall be discarded or re-agitated and re-counted.

NOTE The above minimum count of 20 particles ensures that the counting reproducibility is in accordance with 9.11 of this standard.

- After each sample has been counted remove the sample bottle and flush the system with solvent, filtered through a 0,45 µm membrane filter. It is not recommended that the sensor be dried out after flushing.
- Calculate the particle concentration in each size range from the mean of the counts obtained for each sample aliquot, taking into account the volume of the aliquot and the dilution ratio.

9.8 Report

Report the cumulative number of particles per millilitre of the original sample in at least the following size ranges (see notes):

- ISO code, expressed according to ISO 4406:
 - (AA)/BB/CC
 - AA is the scale number representing the number of particles equal to or larger than 4 $\mu\text{m(c)}$ per millilitre of fluid
 - BB is the scale number representing the number of particles equal to or larger than 6 $\mu\text{m (c)}$ per millilitre of fluid
 - CC is the scale number representing the number of particles equal to or larger than 14 $\mu\text{m (c)}$ per millilitre of fluid

NOTE 1 The $\mu\text{m(c)}$ notation of the size ranges means that the measurement is carried out using an automatic particle counter which has been calibrated in accordance with ISO 11171[4] (ISO MTD calibration).

NOTE 2 When the raw data in one of the size ranges results in an actual particle count of fewer than 20 particles, the scale number for that size range should be labelled as: \geq scale number (e.g.: a code of 14/12/ ≥ 7 signifies that the counting for size range of 14 $\mu\text{m(c)}$ was more than 0,64 and up to and including 1,3 particles, but less than 20 particles were counted).

NOTE 3 When the raw data in one of the size ranges is 'too numerous to count' report a «*» sign (e.g.: a code of */22/7).

NOTE 4 When no counts are detected in one of the size ranges report a «-» sign (e.g.: a code of 12/9/-).

NOTE 5 According to ISO 4406, size ranges of 6 $\mu\text{m (c)}$ and 14 $\mu\text{m (c)}$ are equivalent to the old 5 μm and 15 μm particle sizes obtained using the now defunct ISO 4402:1991[5] method of calibrating automatic particle counters..

- Total number of particles (where p is the diameter in micrometers)
 - $p > 4 \mu\text{m(c)}$
 - $p > 6 \mu\text{m(c)}$
 - $p > 14 \mu\text{m(c)}$
- The report shall also include the following:
 - method of calibration;
 - date of sampling;
 - date of analysis.

9.9 Precision

Precision data for this method has been provided by a round robin test performed on three samples of mineral insulating oil taken from transformers with different levels of particle contamination.

NOTE Repeatability and reproducibility are referred to a 95 % confidence level.

9.10 Repeatability

The repeatability has been estimated independently by different laboratories by preparing sample batches of mineral oil and making 7 to 10 replications of the analysis.

When the same laboratory analyses twice the same sample, the difference in each one of the three scale numbers of the ISO code should not exceed 1.

9.11 Reproducibility

The reproducibility has been estimated on the results provided by different laboratories on the same samples.

When different laboratories analyse the same sample, the difference in each one of the three scale numbers of the ISO code should not exceed 2.

10 Method B – Optical microscopy

10.1 Principle

A known volume of insulating liquid is filtered under vacuum conditions through a membrane filter to collect contaminants on the filter surface. The membrane is then mounted between glass slides and examined microscopically by transmitted or incident light to measure, count and size particles according to their largest dimension.

10.2 Procedure by transmitted light

Counting and sizing of particulate matter microscopically by transmitted light shall be made according to the procedure described in ISO 4407.

10.3 Procedure by incident light

Counting and sizing of particulate matter by incident light shall be made according to the procedure described in ISO 4407.

Annex A (informative)

Use of syringes as sampling vessels

A.1 Type of syringe

Syringes shall be made of glass, polypropylene or other suitable polymeric materials and have a volume of at least 150 cm³ when using automatic counters. For microscopy, the syringe capacity shall be at least 100 cm³.

NOTE This will, however, reduce the accuracy of the result. For liquids with a high particle content one syringe with 50 cm³ capacity may suffice.

A.2 Cleaning of syringes

The same procedure as for bottles (see 7.2) can be used, except that no solvent shall be left in the syringe.

A.3 General directions for sampling

The same considerations given in 7.4 apply here.

A.4 Sampling from apparatus or tank with sampling valve

Prior to taking the sample, the exterior of the sampling valve and the adjacent parts shall be thoroughly cleaned with lint-free wiping materials.

- Connect the sampling valve directly to a two-way cock with a plastic tube resistant to the liquid.
- Thoroughly flush the sampling valve, the tube and the two-way cock by draining a sufficient quantity of liquid into a waste container.
- Connect the syringe directly to the two-way cock and take the sample.
- Disconnect the syringe and plug its bottom.
- Close the sampling valve and replace any protection.
- The sample shall be protected against light during transportation and storage.

A.5 Sampling from tank or drum without bottom valve

- Connect a two-way cock to a plastic tube resistant to the liquid.
- Plunge the tube into the container.
- Connect a syringe to the two-way cock.
- Suck a sufficient quantity of liquid to rinse the system, by repeatedly filling and emptying the syringe.
- Replace the syringe with a new one and take the sample.
- Disconnect the syringe and plug its bottom.

The sample shall be protected against light during transportation and storage.

A.6 Labelling of samples

See 7.6.

A.7 Preparation of the samples for analysis

See Clause 8.

.....

Annex B
(informative)

Calibration of the automatic particle counters

Calibration of automatic particle counters should be done with ISO MTD material (NIST standard reference material SRM 2806) and accomplished according to ISO 11171.

Bibliography

- [1] J. Aubin et al., «Effect of particles on transformer dielectric strength», Final Report of Cigre SC 12, WG 17 (Particles in Oil), CIGRE Technical Brochure 157.
 - [2] V. Sokolov et al., «Life management techniques for power transformers», Final Report of Cigre SC A2 WG 18, CIGRE Technical Brochure 227.
 - [3] IEC 60422: *Mineral insulating oils in electrical equipment – Supervision and maintenance guidance*
 - [4] ISO 11171: *Hydraulic fluid power – Calibration of automatic particle counters for liquids*
 - [5] ISO 4402: *Hydraulic fluid power – Calibration of liquid automatic particle-count instruments – Method using Air Cleaner Fine Test Dust contaminant*
-

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	21
INTRODUCTION.....	23
1 Domaine d'application	24
2 Références normatives.....	24
3 Précautions générales, protection de la santé, de la sécurité et de l'environnement	24
4 Signification	25
5 Comparaison et limitation des méthodes	25
6 Identification de la nature et du type des particules	26
7 Échantillonnage.....	27
7.1 Remarques générales	27
7.2 Récipients d'échantillonnage.....	27
7.3 Nettoyage des flacons de prélèvement	27
7.4 Instructions générales pour l'échantillonnage	28
7.5 Procédure d'échantillonnage	28
7.6 Identification des échantillons	29
7.6.1 Echantillonnage en cuves.....	29
7.6.2 Echantillonnage dans le matériel électrique.....	29
8 Préparation des échantillons pour l'analyse.....	29
9 Méthode A – Analyseur automatique de particules.....	30
9.1 Résumé de la méthode.....	30
9.2 Appareillage et matériaux auxiliaires	30
9.3 Procédures d'étalonnage.....	30
9.4 Préparation de l'appareil pour le comptage.....	30
9.5 Préparation de l'échantillon avant comptage	31
9.6 Préparation de l'échantillon pour le comptage	31
9.7 Procédures de comptage.....	31
9.8 Rapport.....	32
9.9 Précision	32
9.10 Répétabilité.....	32
9.11 Reproductibilité	33
10 Méthode B – Microscopie optique.....	33
10.1 Principe.....	33
10.2 Procédure en lumière transmise	33
10.3 Procédure en lumière incidente	33
Annexe A (informative) Utilisation des seringues comme récipients d'échantillonnage	34
Annexe B (informative) Etalonnage des compteurs automatiques de particules	36
Bibliographie.....	37

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES – MÉTHODES DE DÉTERMINATION DU NOMBRE ET DE LA TAILLE DES PARTICULES

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – 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 la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités techniques – tous les comités nationaux de la CEI qui sont intéressés par le sujet traité peuvent participer à ces travaux d'élaboration. Des organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales peuvent également participer à ces travaux en liaison avec la CEI. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI 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'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre toute Publication de la CEI et toute publication nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 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 la CEI, 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 la CEI, 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 la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, 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 la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60970 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1989. Cette édition constitue une révision technique.

Les principales modifications techniques par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- nouvelles procédures d'étalonnage pour les analyseurs automatiques de particules;
- code de contamination à trois chiffres;
- nouvelle procédure pour le pré-traitement d'échantillons quand la méthode des compteurs de particules automatisés est utilisée.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/695/FDIS	10/714/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.

Cette publication a été rédigée conformément aux Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI sous «<http://webstore.iec.ch>» dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

INTRODUCTION

La première édition de cette norme a été publiée en 1989, et confirmée en 1996. La présente édition s'est avérée nécessaire en vue de la cohérence avec la nouvelle ISO 4406:1999, dans laquelle les procédures d'étalonnage pour les compteurs de particules automatisés sont passées de la norme ACFTD (*Air Cleaner Fine Test Dust*: fine poussière d'essai) à la norme ISO-MTD. Des procédures spécifiques pour la préparation d'échantillons sont décrites de manière plus détaillée lorsque des compteurs de particules automatisés sont utilisés. Les résultats et le rapport par Code ISO sont conformes à l'ISO 4406:1999. Les données de répétabilité et de reproductibilité sont indiquées dans un rapport.

Il a été démontré que la contamination par des particules d'isolants liquides utilisés dans le matériel électrique est responsable de pannes majeures[1]¹. L'analyse des particules (en tant qu'essai complémentaire) est recommandée par la CEI 60422[3] pour les transformateurs de puissance de tension nominale supérieure à 170 kV [2].

La détermination du nombre et de la taille des particules est habituellement effectuée au moyen de compteurs automatisés; la norme d'étalonnage pour ces compteurs a été modifiée en 1999. Le code d'identification ISO a également été modifié en passant d'un code à deux chiffres à un code à trois chiffres. Ce code donne des informations sur trois classes de comptage cumulatif: particules/ml de $\varnothing > 4 \mu\text{m}$, particules/ml de $\varnothing > 6 \mu\text{m}$, particules/ml de $\varnothing > 14 \mu\text{m}$. L'analyse des particules au moyen de compteurs de particules automatisés a été entièrement examinée pour vérifier les facteurs influençant les résultats et optimiser la procédure d'analyse. Les chiffres de référence pour la répétabilité et reproductibilité sont signalés, pour la détermination du nombre de particules et pour la classe ISO Class.

L'Annexe A fournit des informations sur l'échantillonnage avec des seringues. L'Annexe B indique une référence pour la méthode d'étalonnage ISO MTD.

¹ Les chiffres entre crochets renvoient à la bibliographie.

ISOLANTS LIQUIDES – MÉTHODES DE DÉTERMINATION DU NOMBRE ET DE LA TAILLE DES PARTICULES

1 Domaine d'application

Cette norme décrit les procédures de prélèvement et les méthodes pour déterminer la concentration des particules et la répartition selon leur taille.

Trois méthodes sont recommandées. L'une d'entre elles utilise un analyseur automatique de particules, dont le principe repose sur l'interruption d'un faisceau lumineux. Les deux autres utilisent un microscope optique, en mode soit de lumière transmise soit de lumière incidente, pour compter les particules retenues à la surface d'une membrane filtrante. Les méthodes au microscope optique sont décrites dans l'ISO 4407.

Ces trois méthodes sont applicables tant aux isolants liquides usagés qu'aux isolants liquides neufs.

L'Annexe A comporte une autre procédure d'échantillonnage utilisant une seringue et l'Annexe B indique une référence pour l'étalonnage des compteurs automatiques de particules.

NOTE 1 Les méthodes ne sont pas destinées à la mesure de matières particulaires des liquides contenant des dépôts. Lors de l'analyse de la teneur en matière solide des huiles contenant des dépôts, on se réfère à la détermination de sédiments et de dépôts de la CEI 60422, Annexe C.

NOTE 2 Les méthodes spécifiées ne sont applicables qu'aux mesures relatives à une gamme déterminée en dimension et en nombre.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, c'est l'édition la plus récente du document référencé (y compris tous ses amendements) qui s'applique.

CEI 60475: *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

ISO 4406: *Transmissions hydrauliques – Fluides – Méthode de codification du niveau de pollution particulaire solide*

ISO 4407: *Transmissions hydrauliques – Pollution des fluides – Détermination de la pollution particulaire par comptage au microscope optique*

ISO 5884: *Aéronautique et espace – Systèmes de fluides et éléments constitutifs – Méthodes de prélèvement et de mesure de la contamination particulaire solide des fluides hydrauliques*

EN 50353: *Huiles isolantes – Détermination de la contamination par fibres par la méthode du comptage avec utilisation d'un microscope*

3 Précautions générales, protection de la santé, de la sécurité et de l'environnement

La présente Norme internationale ne vise pas à répondre à tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. L'utilisateur de la présente norme a la responsabilité de mettre en place

les pratiques d'hygiène et de sécurité adéquates, et de vérifier avant utilisation si des contraintes réglementaires s'appliquent.

Il convient de manipuler les liquides isolants qui font l'objet de la présente norme dans le respect de l'hygiène du personnel. Le contact direct avec les yeux peut provoquer une irritation. En cas de contact oculaire, il convient d'effectuer un lavage avec une grande quantité d'eau courante propre et de consulter un médecin. Certains des essais spécifiés dans la présente norme impliquent des opérations pouvant conduire à une situation dangereuse. Les recommandations des normes correspondantes seront prises en compte.

Cette norme est applicable aux isolants liquides et aux récipients d'échantillons usagés, dont l'élimination ou la décontamination doit être effectuée selon les réglementations locales. Il convient de prendre toutes les précautions afin d'empêcher un déversement d'huile minérale dans l'environnement.

4 Signification

Il est bien connu que les particules ont une influence néfaste sur la rigidité diélectrique des isolants liquides. De longue date, il est de pratique d'inclure dans les spécifications des isolants liquides, l'exigence qu'ils soient limpides et sans matières visibles en suspension. Cependant, il n'existait pas jusque-là de méthode normalisée pour une estimation quantitative, si bien que les méthodes utilisées en pratique étaient fort différentes. La présente norme propose des procédures normalisées d'essai.

La filtration des isolants liquides est une pratique bien établie dans l'industrie électrique. La procédure décrite peut servir à évaluer l'efficacité du système de filtration. Les résultats obtenus dépendent de la méthode utilisée. Avec un analyseur automatique de particules les résultats dépendent également de la procédure d'étalonnage utilisée et en particulier du matériau d'étalonnage. Il est donc impératif, dans le rapport d'analyse, de spécifier la méthode d'essai ainsi que les normes d'étalonnage.

La teneur en particules d'un échantillon peut dépendre de différents paramètres du transformateur ainsi que l'état de l'huile elle-même.

Le stockage peut affecter l'échantillon, en raison de la sédimentation et/ou de la coalescence des particules. L'agitation de l'échantillon avant analyse sera nécessaire.

5 Comparaison et limitation des méthodes

Les compteurs automatiques de particules travaillant sur le principe d'interruption de la lumière sont rapides et faciles d'emploi, mais il convient de garder à l'esprit les points suivants:

- Pour certains liquides, il peut être nécessaire de modifier leur viscosité pour satisfaire aux paramètres de fonctionnement de l'appareil.
- Il est nécessaire de choisir un détecteur approprié à la gamme de mesures exigée. Il n'est pas possible d'utiliser un seul détecteur pour le comptage de très petites particules ($<2 \mu\text{m}$) et de très grosses ($>200 \mu\text{m}$).
- L'instrument enregistre l'interruption de lumière correspondant à la surface projetée de la particule, ensuite il calcule le diamètre de la sphère équivalente de même surface projetée ou le plus grand axe d'un ellipsoïde ayant la même surface projetée, ainsi que l'établit l'ISO 4407. Lorsque des mesures sont effectuées à l'aide d'un compteur automatique de particules, les tailles signalées sont exprimées en $\mu\text{m}(c)$ pour indiquer que la taille de particules a été calculée à partir de la section observée. Les tailles de particules à partir du comptage au microscope optique sont exprimées en μm . La relation entre les deux unités est décrite dans l'ISO 4406:

- 6 $\mu\text{m(c)}$ correspond à 5 μm
 - 14 $\mu\text{m(c)}$ correspond à 15 μm .
- Les comptages automatiques ne fournissent aucune information quant à la forme des particules, et cela constitue une limitation par rapport à la reconnaissance des fibres. Leur forme étroite et allongée provoque une faible diminution de l'intensité lumineuse et, par conséquent, donne un très petit diamètre de sphère équivalent. Les résultats obtenus peuvent être différents de ceux obtenus par le comptage au microscope. Lorsqu'il est important d'évaluer la concentration des fibres, les compteurs automatiques ne peuvent effectuer correctement cette opération.
- Lorsque des liquides saturés en air ou sursaturés sont agités soit manuellement soit mécaniquement soit encore par un traitement aux ultrasons de haute énergie, des microbulles finement dispersées peuvent se former dans le liquide. Le système optique d'un compteur automatique comptera ces microbulles comme particules solides.
- Ces difficultés sont évitées en utilisant l'une des méthodes de comptage par microscope optique. De plus, le comptage par microscope optique peut fournir certaines informations concernant le type de particules présentes. Cependant, ces méthodes demandent davantage de temps et sont tributaires de l'opérateur; il peut être difficile de compter des particules inférieures à 5 μm .

6 Identification de la nature et du type des particules

Les origines des particules trouvées dans des isolants liquides sont multiples.

Dans un matériel neuf, hors tension l'isolant liquide peut contenir des fibres de cellulose ainsi que des particules provenant du processus de fabrication. Il peut s'agir de fer, d'aluminium, de laiton, de scories de soudage et de matières provenant du sablage.

Les isolants liquides dans les transformateurs en fonctionnement, tant aux températures normales que celles de surcharge, acquièrent peu à peu des particules de suie et dépôts. Une surchauffe localisée supérieure à 500 °C peut être une source de carbone. Les particules de carbone produites dans le changeur de prises en charge peuvent migrer en raison d'une fuite, d'accidents ou d'une erreur humaine dans le compartiment de liquide et ainsi contaminer la charge pleine.

Une source type de particules métalliques provient de l'usure des paliers de pompe; la corrosion et les arcs sur les composants métalliques peuvent également produire des particules.

Des fibres cellulosiques, du sable, de la poussière et des résidus de vernis, de plastique ou de caoutchouc peuvent être contenus dans le liquide des transformateurs in service.

La connaissance du type de particules présentes dans l'isolant liquide peut, dans certains cas, fournir des indications sur l'état de l'appareil, permettre de diagnostiquer un défaut ou indiquer un risque de défaillance. Les particules les plus dangereuses sont celles qui sont conductrices (métaux, carbone, fibres humides, etc.). L'identification et le comptage des particules se sont avérés être des procédures nécessaires de contrôle des conditions (brochures CIGRE 157[1] et 227[2]).

La nature de certaines particules peut être déterminée par examen microscopique du résidu sur une membrane après filtration d'un échantillon (EN 50353). A ce stade, certaines fibres peuvent être identifiées en utilisant la technique de coloration à dispersion et certains métaux peuvent être identifiés par des essais à la touche ou par des méthodes de microanalyse. Les particules métalliques peuvent être mieux identifiées et quantifiées par des méthodes d'analyse instrumentale telles que la spectroscopie d'absorption atomique (SAA), le plasma couplé induit (ICP-AES), et l'analyse chimique par voie humide. Une description détaillée des

méthodes d'identification des particules est, cependant, hors du domaine d'application de la présente norme.

7 Échantillonnage

7.1 Remarques générales

Il convient de n'utiliser l'échantillon prélevé que pour le comptage des particules. Une analyse supplémentaire peut être effectuée sur l'échantillon résiduel, mais après le comptage des particules.

La teneur en particules d'un échantillon dépend également du point d'échantillonnage, du temps écoulé après le remplissage du transformateur, la vitesse de circulation et le temps d'attente pour le transformateur avant échantillonnage.

Avec des liquides usagés, les produits d'oxydation qui sont solubles aux températures de fonctionnement peuvent précipiter lorsque l'échantillon est maintenu à température ambiante pendant une longue période. Ce processus, qui dépend de l'âge en service du liquide, du temps écoulé entre l'échantillonnage et l'analyse et de la température de stockage, peut affecter le comptage des particules.

Pour toutes ces raisons, l'échantillonnage est la source principale de dispersion des résultats.

7.2 Récipients d'échantillonnage

Les récipients d'échantillonnage recommandés dans la présente norme sont des flacons en verre transparent, à col large et à fond plat, cylindriques, munis de bouchons filetés en polypropylène et formant joint sans utiliser aucune pièce intermédiaire.

En cas d'utilisation d'un analyseur automatique de particules, le volume échantillonné doit être suffisant pour permettre un rinçage correct du volume mort de l'instrument et de la cellule de mesure avant l'analyse.

Pour le comptage au microscope optique, les récipients doivent être d'un volume d'au moins 100 cm³ et comporter un repère indélébile indiquant le niveau correspondant à 100 cm³.

Une autre méthode de prélèvement des isolants liquides en service à l'aide de seringues comme récipients d'échantillonnage est décrite dans l'Annexe A.

7.3 Nettoyage des flacons de prélèvement

Il est recommandé que les flacons soient nettoyés pour atteindre dans un comptage à blanc moins de 200 particules de dimension supérieure à 5 µm pour 100 cm³. Il convient de réaliser l'essai sur le solvant filtré utilisé lors du dernier stade de la procédure de nettoyage.

Une autre méthode de nettoyage est proposée à titre indicatif, mais d'autres méthodes peuvent être utilisées à condition d'être aussi efficaces.

- a) Laver à l'eau chaude additionnée d'un détergent
- b) Rincer à l'eau chaude et égoutter
- c) Rincer à fond à l'acétone filtrée sur une membrane de 0,45 µm, afin d'éliminer l'eau
- d) Rincer à l'éther de pétrole de 40 °C à 70 °C ou un autre solvant approprié, filtré sur une membrane de 0,45 µm. Laisser 1 cm³ ou 2 cm³ de solvant dans le flacon, avant de le fermer.

Si, avant le comptage des particules, l'échantillon est soumis aux ultrasons, la procédure de nettoyage doit comporter un traitement aux ultrasons. Exclure la procédure décrite à l'étape

c) et, à la place, mettre le flacon échantillon rempli d'acétone filtrée sur une membrane de 0,45 µm, dans un bain à ultrasons pendant 1 min.

Un reliquat de solvant dans le flacon permet d'y créer une surpression et d'éviter une contamination par des particules atmosphériques lors de son ouverture.

Avertissement: Il y a lieu de prêter une attention particulière aux réglementations nationales concernant l'utilisation des solvants.

L'utilisation de flacons échantillons achetés et nettoyés conformément à l'ISO 5884 est autorisée.

7.4 Instructions générales pour l'échantillonnage

Il est difficile d'obtenir des échantillons représentatifs du contenu d'un fût. Si cet échantillonnage s'avère nécessaire, la procédure décrite dans l'Annexe A peut être utilisée ou, en variante, les procédures décrites dans la CEI 60475. Dans le cas de transformateurs de puissance scellés et de transformateurs de mesure ou de matériels analogues à faible volume de liquide, les instructions du fabricant concernant la procédure d'échantillonnage et la quantité autorisée doivent être respectées. Il convient de préférence de prélever un échantillon d'un transformateur pendant que le liquide circule ou immédiatement après l'arrêt des pompes. Les résultats de l'analyse peuvent dépendre du point d'échantillonnage choisi. Il convient de toujours prélever au même point des échantillons de confirmation ou de suivi.

Toutes les précautions doivent être prises au cours de l'échantillonnage pour ne pas contaminer l'échantillon.

Le prélèvement d'isolants liquides à l'extérieur par temps de pluie, de brouillard, de chute de neige ou par grand vent est permis seulement si toutes les précautions sont prises pour éviter la contamination des échantillons. Dans ce cas particulier, l'utilisation d'une bâche est nécessaire.

S'assurer que l'échantillonnage est effectué par une personne expérimentée.

7.5 Procédure d'échantillonnage

Avant de prélever l'échantillon, la partie extérieure de la vanne de prélèvement et les parties adjacentes doivent être nettoyées convenablement au moyen de chiffons non pelucheux.

- Adapter à la vanne de prélèvement un tube en plastique résistant aux liquides à analyser.
- Si le flacon d'échantillonnage contient un solvant filtré, il peut être nécessaire par temps froid de le réchauffer à la main afin de créer une surpression pour éviter l'introduction de particules atmosphériques.

Avertissement: L'éther de pétrole, comme beaucoup de ses substituts, est un solvant très inflammable, il est donc nécessaire d'observer les mesures de sécurité appropriées lors de l'ouverture du flacon.

- Rincer complètement la vanne et la tuyauterie en laissant s'écouler une quantité suffisante de liquide dans un récipient de récupération. Le volume d'écoulement approprié dépend du volume total d'huile du matériel (pour les éléments de puissance de grande taille, 5 l sont recommandés).
- Enlever le bouchon du flacon; ne pas éliminer le solvant. Sans interrompre l'écoulement du liquide de la vanne, remplacer le récipient de récupération par le flacon d'échantillonnage et recueillir le volume requis pour l'échantillon aussi rapidement que possible. Ensuite, enlever le flacon échantillon et remettre en place le récipient de récupération.
- Remettre le bouchon du flacon d'échantillonnage sans forcer outre mesure.
- Fermer la vanne de prélèvement et remettre sa protection. Etiqueter l'échantillon.

L'échantillon doit être protégé de la lumière pendant le transport et le stockage.

7.6 Identification des échantillons

7.6.1 Echantillonnage en cuves

Les étiquettes portent les indications suivantes:

- identification de la cuve;
- point d'échantillonnage;
- nature de l'isolant liquide;
- date d'échantillonnage.

7.6.2 Echantillonnage dans le matériel électrique

Les étiquettes portent les indications suivantes:

- nature du matériel;
- point d'échantillonnage;
- matériel en usine/en service;
- nature de l'isolant liquide;
- température du liquide;
- date d'échantillonnage.

8 Préparation des échantillons pour l'analyse

Il convient d'analyser les échantillons le plus rapidement possible après l'échantillonnage, car leur stockage de longue durée conduit généralement à la sédimentation des particules. De fines particules peuvent également fusionner pour former de plus grandes particules. Pour toutes ces raisons, une méthode d'agitation est nécessaire.

Lorsque l'on utilise des analyseurs automatiques de particules, une procédure détaillée pour le traitement d'échantillons est décrite dans l'Article 9 (Méthode A – Analyseur automatique de particules).

Si on utilise un traitement par ultrasons de haute énergie voire à plus fort pouvoir de cisaillement, il y a un risque que le comptage de particules soit surévalué, par fractionnement de dépôt ou autres particules de grande taille mais aussi par la présence de microbulles qui peuvent également être formées et dispersées dans le liquide. Lorsque des liquides sont saturés en air et que la dépression est trop importante, davantage de microbulles peuvent être libérées au sein du liquide.

NOTE Il est conseillé de vérifier l'efficacité de l'agitation et du traitement sous vide appliqués. A cet effet, on peut prélever plusieurs échantillons simultanément. Un échantillon est analysé immédiatement après prélèvement, sans agitation ni traitement sous vide, un autre échantillon est analysé après traitement et un troisième après une période de stockage. Il convient d'appliquer cet essai à des liquides ayant un degré variable de teneur en particules, différents niveaux de vieillissement et différentes teneurs en air.

Pour les systèmes par microscope optique, l'agitation peut être effectuée manuellement, mécaniquement ou encore par un traitement aux ultrasons (voir l'Article 10: Méthode B – Microscopie optique)

9 Méthode A – Analyseur automatique de particules

9.1 Résumé de la méthode

L'échantillon est agité pour que les particules soient en suspension, puis passé au débit optimum dans le détecteur du compteur de particules. Lorsque le volume de liquide requis est passé dans le détecteur, le comptage est terminé et les résultats enregistrés.

9.2 Appareillage et matériaux auxiliaires

- Un analyseur automatique de particules équipé d'un capteur fonctionnant sur le principe d'interruption de la lumière et adapté au comptage de particules dans la gamme de 2,0 μm à plus de 200 μm . Le compteur automatique de particules doit être capable de:
 - Classer les particules en gammes de dimensions au minimum > 4 μm , > 6 μm , > 14 μm .
 - Compter spécifiquement les particules et déterminer leur distribution pour une quantité mesurée d'un matériau de référence avec une précision de $\pm 10\%$ du nombre total de comptage.
 - Ne pas saturer (c'est-à-dire fournir un comptage plus faible que prévu, résultat d'une coïncidence de particules dans la zone de détection) lors de l'analyse d'une suspension contenant moins de 2 000 particules par millilitre de liquide.

NOTE D'autres détecteurs peuvent être utilisés afin d'élargir la gamme des dimensions des particules mesurées.

- Une source de gaz comprimé – soit de l'air soit de l'azote comprimé exempt d'huile ou d'eau, filtré sur une membrane filtrante de 0,45 μm . Il convient que le débit, la gamme de pression et les régulateurs de pression constante satisfassent aux exigences spécifiques de l'appareil utilisé.
- Un distributeur de solvant muni à la sortie d'une membrane filtrante de 0,45 μm .
- Un solvant – de l'éther de pétrole avec un point d'ébullition situé entre 40 °C et 70 °C, ou tout autre solvant approprié, filtré sur une membrane de 0,45 μm .
- Un détergent – liquide, soluble dans l'eau, de qualité commerciale.
- La norme d'étalonnage ISO MTD (*Medium Test Dust*).
- Un bain aux ultrasons.

9.3 Procédures d'étalonnage

L'étalonnage du compteur doit être effectué suivant l'une des méthodes décrites dans l'Annexe B.

Il convient d'effectuer l'étalonnage annuellement ou après chaque réparation/modification apportée au capteur ou lorsque les résultats sont douteux. Il est recommandé de vérifier la performance du compteur au moins tous les 6 mois, en analysant un échantillon type de matériau de référence standard (SRM). Il faut que les résultats soient cohérents avec la reproductibilité de 9.11.

NOTE Les matériaux de référence de laboratoire (LRM) peuvent être utilisés pour les vérifications de l'appareil si leurs stabilité et incertitude sont démontrées comme étant équivalentes aux matériaux de référence standard.

9.4 Préparation de l'appareil pour le comptage

Vérifier que l'instrument est réglé sur les valeurs d'étalonnage correspondant aux gammes de dimensions exigées conformément à la procédure décrite dans le manuel d'utilisation.

Lorsque l'instrument a été mis hors tension, la procédure de contrôle doit être effectuée avant utilisation ou quotidiennement, selon celle des deux périodicités dont la fréquence est moindre.

Si l'appareil est maintenu en service continu, la procédure de contrôle doit être effectuée au moins une fois par mois.

9.5 Préparation de l'échantillon avant comptage

- Eliminer toute contamination visible de la surface extérieure du flacon.
- Eliminer les échantillons qui visiblement contiennent de l'eau libre ou des matières en suspension (par exemple dépôts), susceptibles d'affecter la réponse du capteur.
- Il convient d'éviter dans toute la mesure du possible de diluer les échantillons. Cependant, si pour satisfaire aux paramètres de fonctionnement de l'appareil, une dilution est nécessaire, alors on peut utiliser un liquide du même type que l'échantillon, ou un solvant compatible. Le solvant doit être filtré sur une membrane de 0,45 µm avant le mélange. Ensuite noter le rapport de dilution.

NOTE Pour satisfaire aux paramètres de fonctionnement de l'appareil, la viscosité du liquide peut être modifiée par chauffage. Dans ce cas, il convient de tenir compte des recommandations du fabricant de l'appareil au sujet de la durée de vie du détecteur. Il convient également de vérifier que la précision obtenue est acceptable. Si le chauffage d'échantillon est appliqué, il faut noter la température d'analyse dans le rapport de résultats.

9.6 Préparation de l'échantillon pour le comptage

- Détacher les particules coalescées sur le récipient en immergeant le flacon dans un bain aux ultrasons pendant 5 min.
- Secouer vigoureusement à la main pendant 30 s.

NOTE Un appareil mécanique adapté peut être utilisé pour agiter plusieurs échantillons à la fois

- Après agitation, l'échantillon doit être dégazé en immergeant le flacon dans un bain aux ultrasons pendant 5 min.

NOTE Le dégazage sous vide peut aussi être utilisé, si une répétabilité suffisante peut être obtenue (voir 9.10). Lorsqu'on utilise un dispositif de prélèvement automatique, il est conseillé de s'assurer que le tube d'aspiration est bien rempli de liquide d'essai avant d'appliquer la dépression.

- Exécuter le comptage sur l'échantillon immédiatement après l'étape de dégazage. S'il y a impossibilité de comptage dans les 2 min, alors le maintien en suspension des particules doit être assuré par un mouvement de roulement continu du récipient d'échantillons.

9.7 Procédures de comptage

- La procédure de comptage doit être effectuée conformément aux instructions du fabricant sur le fonctionnement de l'appareil, en accordant une attention particulière au débit et en choisissant le mode cumulatif de comptage.
- Le comptage doit être effectué sur au moins trois prélèvements égaux de l'échantillon de volume supérieur ou égal à 10 millilitres. Il convient que les trois résultats concordent à 10 % près pour la plus petite gamme de dimensions (> 4 µm). Si cette exigence n'est pas remplie, l'échantillon doit être éliminé ou être agité de nouveau pour être soumis à un nouveau comptage.

NOTE Pour un nombre minimal de 20 particules, la reproductibilité du comptage est conforme à 9.11 de cette norme.

- Le comptage d'un échantillon terminé, retirer le flacon d'échantillonnage puis rincer l'ensemble avec un solvant filtré sur une membrane de 0,45 µm. Il est déconseillé de sécher le capteur après rinçage.
- Calculer la concentration en particules dans chaque gamme de dimensions à partir de la moyenne des comptages obtenus pour chaque prise de l'échantillon, compte tenu du volume de la prise et du facteur de dilution.

9.8 Rapport

Exprimer le nombre cumulé de particules par millilitre de l'échantillon d'origine et au moins dans les gammes de dimensions suivantes (voir les notes):

- Code ISO, exprimé conformément à l'ISO 4406:
 - (AA)/BB/CC
 - AA est le niveau représentant le nombre de particules égal ou supérieur à 4 $\mu\text{m(c)}$ par millilitre de liquide
 - BB est le niveau représentant le nombre de particules égal ou supérieur à 6 $\mu\text{m (c)}$ par millilitre de liquide
 - CC est le niveau représentant le nombre de particules égal ou supérieur à 14 $\mu\text{m (c)}$ par millilitre de liquide

NOTE 1 La notation $\mu\text{m(c)}$ des gammes de tailles signifie que la mesure est effectuée en utilisant un compteur automatique de particules étalonné conformément à l'ISO 11171[4] (étalonnage ISO MTD).

NOTE 2 Lorsque les données brutes de l'une des gammes de tailles donnent lieu à un comptage réel de particules de moins de 20 particules, il y a lieu que le niveau pour cette gamme de tailles soit étiqueté comme suit: \geq niveau (par exemple, un code de 14/12/ \geq 7 signifie que le comptage pour la gamme de tailles de 14 $\mu\text{m(c)}$ était compris entre 0,64 et 1,3 particules inclus, mais que moins de 20 particules ont été comptées).

NOTE 3 Lorsque les données brutes de l'une des gammes de tailles sont « trop nombreuses pour être comptées », reporter le signe «*» (par exemple un code de */22/7)

NOTE 4 Lorsqu'aucun compte n'est détecté dans l'une des gammes de tailles, reporter un signe «-» (par exemple: un code de 12/9/-)

NOTE 5 Selon l'ISO 4406, les gammes de tailles de 6 $\mu\text{m (c)}$ et de 14 $\mu\text{m (c)}$ sont équivalentes aux anciennes tailles de particules 5 μm et 15 μm obtenues suivant la méthode d'étalonnage des compteurs automatiques de particules de l'ISO 4402:1991[5] maintenant périmée.

- Nombre total de particules (où p est le diamètre en micromètres)
 - $p > 4 \mu\text{m(c)}$
 - $p > 6 \mu\text{m(c)}$
 - $p > 14 \mu\text{m(c)}$
- Le rapport mentionne également ce qui suit:
 - méthode d'étalonnage;
 - date d'échantillonnage;
 - date d'analyse.

9.9 Précision

Les données de précision pour cette méthode ont été fournies par l'essai interlaboratoire (*round robin*) réalisées sur trois échantillons d'huile minérale isolante prélevés sur transformateurs de différents niveaux de contamination de particules.

NOTE La répétabilité et la reproductibilité se réfèrent à un niveau de confiance de 95 %.

9.10 Répétabilité

La répétabilité a été estimée indépendamment par différents laboratoires en préparant des lots d'échantillons d'huile minérale et en effectuant 7 à 10 répliques de l'analyse.

Lorsque le même laboratoire analyse deux fois le même échantillon, il convient que la différence entre chacun des trois niveaux du code ISO ne dépasse pas 1.

9.11 Reproductibilité

La reproductibilité a été évaluée d'après les résultats fournis par différents laboratoires sur les mêmes échantillons.

Lorsque différents laboratoires analysent le même échantillon, il convient que la différence entre chacun des trois niveaux du code ISO ne dépasse pas 2.

10 Méthode B – Microscopie optique

10.1 Principe

Un volume connu d'isolant liquide est filtré, sous vide sur une membrane filtrante afin de recueillir les agents contaminants sur la surface du filtre. La membrane est ensuite montée entre deux lames porte-objet en verre et examinée au microscope en lumière transmise ou en lumière incidente, pour déterminer le nombre et la taille des particules selon leur plus grande dimension.

10.2 Procédure en lumière transmise

La détermination du nombre et de la taille des particules au microscope en lumière transmise s'effectue suivant la méthode décrite dans l'ISO 4407.

10.3 Procédure en lumière incidente

La détermination du nombre et de la taille des particules en lumière incidente s'effectue suivant la méthode décrite dans l'ISO 4407.

Annexe A (informative)

Utilisation des seringues comme récipients d'échantillonnage

A.1 Type de seringue

Les seringues doivent être en verre, en polypropylène ou en tout autre polymère convenable dont le volume est d'au moins 150 cm³ lorsqu'on utilise un compteur automatique. Pour le comptage au microscope, la capacité de la seringue doit être d'au moins 100 cm³.

NOTE Cependant, la précision de l'analyse peut en être réduite. Une seringue de 50 cm³ peut suffire pour le comptage de liquides à forte teneur en particules.

A.2 Nettoyage des seringues

Une procédure identique à celle décrite pour les flacons (voir 7.2) peut être utilisée, à l'exception qu'aucun reliquat de solvant ne doit rester dans la seringue.

A.3 Instructions générales pour l'échantillonnage

Les instructions données en 7.4 s'appliquent ici.

A.4 Prélèvement dans des appareils ou des cuves munis d'une vanne d'échantillonnage

Avant de prélever l'échantillon, la partie extérieure de la vanne de prélèvement et les parties adjacentes doivent être nettoyées convenablement au moyen de chiffons non pelucheux.

- Relier la vanne de prélèvement au robinet à deux voies directement au moyen d'un tuyau en plastique résistant au liquide.
- Rincer à fond la vanne de prélèvement, le tuyau et le robinet à deux voies en laissant s'écouler un volume suffisant de liquide dans un récipient de récupération.
- Adapter la seringue directement au robinet à deux voies et prélever l'échantillon.
- Enlever la seringue et obturer l'orifice.
- Refermer la vanne de prélèvement et remettre sa protection.
- L'échantillon doit être protégé de la lumière pendant le transport et le stockage.

A.5 Prélèvement en fût ou en cuve sans vanne de prélèvement

- Adapter un robinet à deux voies à un tuyau en plastique résistant au liquide.
- Plonger le tube dans le récipient.
- Adapter une seringue au robinet à deux voies.
- Aspirer un volume suffisant de liquide pour rincer l'ensemble, en remplissant et en vidant plusieurs fois la seringue.
- Remplacer la seringue par une nouvelle et prélever l'échantillon.
- Enlever la seringue et obturer l'orifice.

L'échantillon doit être protégé de la lumière pendant le transport et le stockage.

A.6 Identification des échantillons

Voir 7.6.

A.7 Préparation des échantillons pour l'analyse

Voir Article 8.

Annexe B
(informative)

Étalonnage des compteurs automatiques de particules

Il convient d'effectuer l'étalonnage des compteurs automatiques de particules avec un matériau ISO MTD (SRM 2806 Matériau de référence standard du NIST) et de l'accomplir suivant l'ISO 11171.

Bibliographie

- [1] J. Aubin et al., « Effect of particles on transformer dielectric strength », Final Report of Cigre SC 12, WG 17 (Particles in Oil), CIGRE Technical Brochure 157
 - [2] V. Sokolov et al., « Life management techniques for power transformers », Final Report of Cigre SC A2 WG 18, CIGRE Technical Brochure 227
 - [3] CEI 60422: *Huiles minérales isolantes dans les matériels électriques – Lignes directrices pour la maintenance et la surveillance*
 - [4] ISO 11171: *Transmissions hydrauliques – Étalonnage des compteurs automatiques de particules en suspension dans les liquides*
 - [5] ISO 4402: *Transmissions hydrauliques – Étalonnage des compteurs automatiques de particules en suspension dans les liquides – Méthode utilisant une fine poussière d'essai (ACFTD)*
-

ISBN 2-8318-9231-7



9 782831 892313

ICS 17.220.99; 29.040.10

Typeset and printed by the IEC Central Office
GENEVA, SWITZERLAND