INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

IEC
CEI
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 ∅ > 4 µm, particles/ml with ∅ > 6 µm, particles/ml with ∅ > 14 µm. 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*

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 ∅ > 4 µm, particules/ml de ∅ > 6 µm, particules/ml de ∅ > 14 µm. 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*