

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60970

Première édition
First edition
1989-06

**Méthodes de détermination du nombre
et de la taille des particules dans les
isolants liquides**

**Methods for counting and sizing
particles in insulating liquids**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60970: 1989

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement
(Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VIEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates
(On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60970

Première édition
First edition
1989-06

**Méthodes de détermination du nombre
et de la taille des particules dans les
isolants liquides**

**Methods for counting and sizing
particles in insulating liquids**

© IEC 1989 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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 l'éditeur.

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 the publisher.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

Q

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

SOMMAIRE

	Pages
PREAMBULE	4
PREFACE	4

SECTION UN - GENERALITES

Articles

1. Domaine d'application	6
2. Documents de référence	6
3. Signification	8
4. Comparaison et limitation des méthodes	8
5. Identification de la nature et du type des particules	10
6. Echantillonnage	12
7. Préparation des échantillons pour l'analyse	16

SECTION DEUX - METHODE A

8. Détermination du nombre et de la taille des particules dans les isolants liquides au moyen d'un analyseur automatique de particules	18
--	----

SECTION TROIS - METHODE B

9. Détermination du nombre et de la taille des particules dans les isolants liquides par microscopie optique	26
ANNEXE A - Utilisation de seringues comme récipients d'échantillonnage	28
ANNEXE B - Etalonnage d'un compteur automatique de particules	32

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5

SECTION ONE - GENERAL

Clause

1. Scope	7
2. Reference documents	7
3. Significance	9
4. Comparison and limitations of the methods	9
5. Types and identification of particles	11
6. Sampling	13
7. Preparation of the samples for analysis	17

SECTION TWO - METHOD A

8. Counting and sizing of particulate matter in insulating liquids using an automatic particle size analyzer	19
--	----

SECTION THREE - METHOD B

9. Counting and sizing of particulate matter in insulating liquids using optical microscopy	27
APPENDIX A - Use of syringes as sampling vessels	29
APPENDIX B - Calibration of liquid automatic particle counters ...	33

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

METHODES DE DETERMINATION DU NOMBRE ET DE LA TAILLE
DES PARTICULES DANS LES ISOLANTS LIQUIDES

PREAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes ou sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PREFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques. (Ce Sous-Comité a été repris par le Comité 10.)

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapport de vote
10A(BC)72	10(BC)247

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

METHODS FOR COUNTING AND SIZING PARTICLES
IN INSULATING LIQUIDS

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 10A: Hydrocarbon insulating oils, of IEC Technical Committee No. 10: Fluids for electro-technical applications. (This Sub-Committee has been superseded by Committee 10.)

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

Six Months' Rule	Report on Voting
10A(C0)72	10(C0)247

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

METHODES DE DETERMINATION DU NOMBRE ET DE LA TAILLE DES PARTICULES DANS LES ISOLANTS LIQUIDES

SECTION UN - GENERALITES

1. Domaine d'application

La présente norme décrit des procédures de prélèvement et des méthodes pour déterminer la concentration en particules ainsi que la distribution de la taille de ces particules. Trois méthodes sont recommandées: la première utilise un analyseur automatique de particules, dont le principe repose sur l'interruption d'un faisceau lumineux, les deux autres, sur le comptage au microscope optique des particules retenues sur une membrane filtrante soit en lumière transmise, soit en lumière incidente. Ces deux dernières méthodes sont décrites dans les ISO/DIS 4407 et ISO/DIS 4408. Toutes les méthodes sont applicables à la fois aux liquides neufs et aux liquides en service.

L'annexe A comporte une autre procédure d'échantillonnage utilisant une seringue et l'annexe B décrit trois méthodes d'étalonnage des compteurs automatiques.

Notes 1.- Les méthodes ne sont pas destinées à la détermination du nombre de particules des liquides contenant des dépôts.

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

2. Documents de référence

Publications de la CEI:

475 (1974): Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

Norme ISO:

4402 (1977): Transmissions hydrauliques - Etalonnage des compteurs automatiques de particules en suspension dans les liquides - Méthode utilisant une fine poussière d'essai ("Air Cleaner Fine Test Dust").

Projets de normes internationales:

ISO/DIS 4407: Transmissions hydrauliques - Fluides - Détermination de la pollution particulaire solide - Méthode de comptage au microscope en lumière transmise.

ISO/DIS 4408: Transmissions hydrauliques - Fluides - Détermination de la pollution particulaire solide - Méthode de comptage au microscope en lumière incidente.

METHODS FOR COUNTING AND SIZING PARTICLES IN INSULATING LIQUIDS

SECTION ONE - GENERAL

1. Scope

This standard describes sampling procedures and methods for determining particle concentration and particle size distribution. Three methods are recommended, one using an automatic particle size analyzer working on the light interruption principle and two based on the counting, with an optical microscope, of particles on the surface of a filtering membrane with transmitted or incident light. The latter two methods are described in ISO/DIS 4407 and ISO/DIS 4408. All methods are applicable both to unused liquids and to liquids in service.

Appendix A contains an alternative sampling procedure using a syringe and Appendix B describes three methods for the calibration of automatic counters.

Notes 1.- The methods are not intended to measure particulate matter in liquids containing sludge.

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

2. Reference documents

IEC publication:

475 (1974): Method of sampling liquid dielectrics

ISO standard:

4402 (1977): Hydraulic fluid power - Calibration of liquid automatic particle-count instruments - Method using Air Cleaner Fine Test Dust contaminant.

Draft international standards:

ISO/DIS 4407: Hydraulic fluid power - Fluids - Determination of solid particle contamination - Counting method using a microscope under transmitted light.

ISO/DIS 4408: Hydraulic fluid power - Fluids - Determination of solid particle contamination - Counting method using a microscope under incident light.

3. Signification

Il est bien connu que les particules ont une influence néfaste sur la rigidité électrique 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 des mesures dépendent de la méthode utilisée. Avec un analyseur automatique de particules les résultats dépendent également de la procédure d'étalonnage utilisée et en particulier des substances d'étalonnage (fine poussière d'essai ou particules étalons sphériques). Il est donc impératif, dans le rapport d'analyse, de spécifier la méthode d'essai, ainsi que la procédure d'étalonnage.

La teneur en particules d'un échantillon peut dépendre du point de prélèvement, du temps écoulé depuis le remplissage, du débit d'huile et/ou de la durée de repos de l'huile. Des prélèvements d'huile en circulation donnent des résultats de comptage plus représentatifs.

Dans le cas de liquides usagés, les produits d'oxydation qui sont dissous aux températures de service peuvent précipiter lorsque les liquides sont stockés assez longtemps à température ambiante. Ce processus, qui dépend de la durée de la période d'attente, de la température de stockage et de l'état de vieillissement du liquide, peut modifier la détermination du nombre de particules.

Le stockage des échantillons provoquera généralement une sédimentation des particules. Les particules fines peuvent également s'agglomérer pour en former de plus grosses. A moins d'analyser tout le flacon d'échantillonnage en une seule fois, l'agitation de l'échantillon est nécessaire.

Cela peut se faire manuellement, au moyen d'un agitateur mécanique ou par un traitement aux ultrasons. Si un traitement aux ultrasons de haute énergie ou si une agitation à forte contrainte de cisaillement est appliqué, il y a un risque que le nombre de particules comptées soit surévalué par le fractionnement des dépôts ou des grosses particules.

4. 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 faut se souvenir des points suivants :

- 1) Pour certains liquides, il peut être nécessaire de modifier leur viscosité pour satisfaire aux paramètres de fonctionnement de l'appareil.

3. 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 provides 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 of the measurements depend on the method used. With the automatic counter the measured values also depend on the calibration procedure and in particular on the calibration substance (fine test dust or spherical standards). It is therefore essential that the methods of analysis and calibration are specified when quoting results.

The particle content of a sample may depend on the sampling point, time elapsed since filling, oil circulation flow rate, and/or the time an oil is left to stand. Circulation of an oil filling will lead to more consistent particle count results.

With aged liquids, oil oxidation products which are dissolved at operating temperatures may precipitate under conditions of prolonged stand time at room temperature. This process, which depends on the length of stand time, the storage temperature and the ageing condition of the liquid, may have an effect on the particle count determination.

Storage of the samples will generally lead to a sedimentation of particles. Fine particles may be also coalesce to form larger particles. Unless all the contents of the sampling vessel are analyzed in one single test, shaking will be necessary.

This can be done manually, in a shaking machine, or by ultrasonic treatment. 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.

4. Comparison and limitations 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:

- 1) With some liquids it may be necessary to modify their viscosity to comply with the instrument's running parameters.

- 2) Il est nécessaire de choisir un détecteur approprié à la gamme de mesures souhaitée. Il n'est pas possible d'utiliser un seul détecteur pour le comptage simultané des petites particules ($<2\text{ }\mu\text{m}$) et des très grosses ($>200\text{ }\mu\text{m}$).
- 3) 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).

Cela signifie que l'on ne dispose d'aucune information concernant la forme des particules, ce qui est une restriction particulière quand on souhaite déceler la présence de fibres. Leur forme étroite et allongée provoque une faible diminution de l'intensité lumineuse et, par conséquent, donne un très petit diamètre de sphère équivalente. Lorsqu'il est important d'évaluer la concentration des fibres, les compteurs automatiques ne peuvent effectuer correctement cette opération.

- 4) Lorsque des liquides saturés en air ou sursaturés sont agités soit manuellement, soit mécaniquement ou par un traitement aux ultrasons de haute énergie ou encore par application d'un vide poussé, des microbulles finement dispersées peuvent se former dans le liquide. Le système optique d'un compteur automatique comptera ces microbulles comme des particules solides.

Ces difficultés sont évitées en utilisant les méthodes de comptage par microscopie optique. De plus, le comptage par microscopie optique peut fournir certaines informations concernant le type des particules présentes. Ces méthodes sont cependant plus longues et tributaires de l'opérateur. Il peut être très difficile de compter des particules inférieures à $5\text{ }\mu\text{m}$.

5. Identification de la nature et du type des particules

Les particules présentes dans un isolant liquide peuvent être des résidus d'usinage de pièces métalliques, fer, cuivre, laiton ou aluminium, des scories de soudage et des matières provenant du sablage. Les particules métalliques peuvent également provenir de l'usure des pompes. Les autres types de particules peuvent comprendre de la suie ou des dépôts provoqués par les arcs ou le vieillissement de l'isolant liquide, des fibres cellulosiques, du sable, de la poussière, des résidus de vernis, de plastique ou de caoutchouc.

La connaissance du type de particules présentes dans l'isolant liquide peut, dans certains cas, fournir des indications sur l'état de l'appareil ou permettre de diagnostiquer un défaut. La nature de certaines particules peut être déterminée par examen microscopique du résidu sur une membrane après filtration du liquide.

La nature de certaines fibres peut être déterminée par réactions colorimétriques spécifiques et certains métaux peuvent être identifiés par des essais à la touche ou par des méthodes de chimie microscopique. Les métaux peuvent également être identifiés et dosés par l'analyse chimique par voie humide et par des méthodes physiques. Une description détaillée de ces méthodes d'identification des particules est, cependant, hors du domaine d'application de la présente norme.