

**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 ($< 2 \mu\text{m}$) et des très grosses ($> 200 \mu\text{m}$).
- 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 $5 \mu\text{m}$.

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.

- 2) 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 ($<2\text{ }\mu\text{m}$) and very large particles ($>200\text{ }\mu\text{m}$).
- 3) The instrument records the light interruption area of the particle and from this calculates the diameter of a sphere having the same area (or the longer axis of a specified ellipsoid with the same area).

This means that no information on the shape of the particles is obtained, which especially constitutes a limitation where the recognition of fibres is concerned. Their narrow and elongated shape results in a slight light obturation and consequently in a very small equivalent sphere diameter. When it is important to evaluate the concentration of fibres, automatic counters cannot perform this task adequately.

- 4) When air-saturated or over-saturated liquids are shaken manually or in a shaking machine, or given high-energy ultrasonic treatment, or treated at full vacuum, finely dispersed microbubbles may be formed in the liquid. In the optical system of the automatic counter, these microbubbles will be counted as solid particles.

These difficulties are avoided when using optical microscopic methods. In addition, optical microscopy may give some information about which types of particles are present. These methods are, however, much more time-consuming and operator-dependent and it may often be very difficult to count particles of less than $5\text{ }\mu\text{m}$.

5. Types and identification of particles

Particles found in an insulating liquid may be metal-working residues in the form of iron, copper, brass and aluminium particles, welding cinder and sandblasting material. Metal particles may also originate from pump wear. Other types of particles include soot and sludge from arcing in or ageing of the liquid, cellulose lint, sand, dust, and particles of varnish, plastic or rubber.

A knowledge of which particle types are present in the insulating liquid can, in certain cases, help in assessing the condition of the equipment or in diagnosing a fault. Certain particles may be identified by filtering a liquid sample through a membrane filter and examining the residue under a microscope.

Some fibres can be identified with specific identification stains, and a number of metals by means of spot tests or microscopic chemical methods. Metallic materials may also be identified and quantified by instrumental methods and wet chemical analysis. A detailed description of methods for the identification of particles is, however, outside the scope of this standard.

6. Echantillonnage

6.1 Remarque générale

Il convient que l'échantillon prélevé ne soit utilisé que pour le comptage des particules.

6.2 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.

Dans l'utilisation d'un analyseur automatique de particules, le volume du flacon doit être compris entre 150 cm³ et 500 cm³.

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 utilisant des seringues comme récipients d'échantillonnage est décrite dans l'annexe A.

6.3 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 que l'essai soit réalisé sur le solvant filtré utilisé lors du dernier stade de la procédure de nettoyage.

Une méthode de nettoyage est proposée à titre indicatif, mais d'autres méthodes peuvent être utilisées pourvu qu'elles soient 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 ou un autre solvant approprié, filtré sur une membrane de 0,45 µm. Laisser 1 cm³ ou 2 cm³ de solvant dans le récipient, 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. Remplir le flacon d'acétone filtrée sur une membrane de 0,45 µm, comme décrit au point c) ci-dessus, et le plonger dans un bain à ultrasons pendant 15 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.

6. Sampling

6.1 General remark

The sample taken should only be used for the particle count determination

6.2 Sampling vessels

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

When automatic particle size analyzer is used, the volume of the bottle shall be between 150 cm³ and 500 cm³.

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 oils in service using syringes as sampling vessels is given in Appendix A.

6.3 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 indicated for guidance, but other methods can be used provided they have at least the same effectiveness.

- a) Wash with warm water containing 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 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 shall include ultrasonic treatment. Plunge the sampling bottle filled with 0.45 µm membrane filtered acetone in an ultrasonic bath for 15 min in place of step c) above.

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.

Avertissement. - L'attention est attirée sur les réglementations nationales concernant l'utilisation des solvants.

6.4 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'article A5 de l'annexe A peut être utilisée ou, en variante, les procédures décrites dans la CEI 475. Dans le cas de transformateurs de puissance scellés, de réducteurs de mesure ou d'équipements similaires à faible volume de liquide, les instructions du constructeur concernant la procédure d'échantillonnage et la quantité autorisée doivent être respectées. La prise d'échantillonnage dans un transformateur devra être faite de préférence pendant que l'huile circule ou immédiatement après l'arrêt des pompes. Les résultats de l'analyse peuvent dépendre du point de prélèvement choisi. Des échantillons de confirmation ou ultérieurs devront donc toujours être prélevés au même point.

Toutes les précautions doivent être prises au cours de l'échantillonnage afin de ne pas contaminer l'isolant liquide.

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 pour éviter la contamination des échantillons sont prises. Dans ce cas particulier, l'utilisation d'une bâche est nécessaire.

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

6.5 Procédure d'échantillonnage

- Avant de prélever l'échantillon, nettoyer convenablement la partie extérieure de la vanne de prélèvement et les parties adjacentes au moyen de chiffons non pelucheux.
- Adapter à la vanne de prélèvement un tuyau en plastique (résistant aux liquides à analyser).
- Si le récipient 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 récipient.

- Rincer complètement la vanne et la tuyauterie en laissant s'écouler une quantité suffisante de liquide (par exemple, 5 l) dans un récipient de récupération.

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

6.4 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 Clause A5 of Appendix A may be used or, alternatively, the procedures given in IEC 475. 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 oil 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 have been 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.

6.5 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 a suitable plastic tube (resistant to the liquid 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 line by draining a sufficient quantity of liquid (e.g. 5 l) into a waste container.

- Enlever le bouchon de flacon, ne pas éliminer le solvant et, sans interrompre l'écoulement du liquide de la vanne, remplacer le récipient de récupération par le flacon d'échantillonnage et recueillir, aussi rapidement que possible, le volume de liquide requis. Ensuite, enlever ce récipient d'échantillonnage et remettre en place le récipient de récupération.
- Refermer le récipient d'échantillonnage, sans forcer.
- Fermer la vanne de prélèvement et remettre sa protection. Etiqueter l'échantillon.
- Protéger l'échantillon de la lumière pendant le transport et le stockage.

6.6 *Identification des échantillons*

6.6.1 *Echantillonnage en cuves*

Les étiquettes portent les indications suivantes:

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

6.6.2 *Echantillonnage dans le matériel électrique*

Les étiquettes portent les indications suivantes:

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

7. *Préparation des échantillons pour l'analyse*

Il convient d'analyser les échantillons le plus rapidement possible.

Les effets dus au stockage des échantillons sont décrits dans l'article 3. Les échantillons peuvent être homogénéisés par agitation (manuellement ou mécaniquement) ou au moyen d'ultrasons. Si un traitement aux ultrasons de haute énergie est appliqué, il y a risque que le nombre de particules soit surévalué, à la suite de la rupture de particules de grande taille, mais aussi par la présence de microbulles qui peuvent également être formées et dispersées au sein du liquide.

- 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 overtightening.
- Close the sampling valve and replace any protection. Label the sample.
- The sample shall be protected against light during transportation and storage.

6.6 *Labelling of samples*

6.6.1 *Samples from tanks*

Labels shall carry the following markings:

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

6.6.2 *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.

7. *Preparation of the samples for analysis*

Samples should be processed as soon as possible.

The effects of storage of samples are described in Clause 3. The samples can be mixed by shaking (manually or in a shaking machine) or by ultrasonic treatment. If high-energy ultrasonic treatment is used, however, there is a risk that the particle number is enhanced owing to breakdown of large particles, and also that finely dispersed microbubbles are formed in the liquid. As in the optical system of the

Comme le système optique d'un analyseur automatique comptera ces microbulles comme des particules, un traitement sous vide est nécessaire (voir paragraphe 8.6.2). Cependant lorsque les liquides sont saturés ou sursaturés en air et que la dépression est trop importante, des microbulles peuvent également être libérées au sein du liquide.

Note.- Il est conseillé de vérifier l'efficacité de l'agitation et du traitement sous vide appliqués. Cela peut s'effectuer en prélevant plusieurs échantillons simultanément. Un échantillon est analysé immédiatement après prélèvement, sans agitation ni traitement sous vide, un autre échantillon est analysé après agitation et un troisième après une période de stockage. Il convient que cette procédure soit appliquée à des liquides ayant différents niveaux de contamination, différents niveaux d'oxydation et différentes teneurs en air.

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

8.1 Résumé de la méthode

L'échantillon est agité pour homogénéiser les particules, puis passé au débit approprié dans le détecteur de l'analyseur de particules. Lorsque le volume requis de liquide est passé dans le compteur, le comptage est terminé et les résultats affichés.

8.2 Appareillage et matériels auxiliaires

8.2.1 Un analyseur automatique de particules équipé d'un capteur fonctionnant sur le principe d'occultation de la lumière et approprié au comptage de particules dans la gamme de 2,5 μm à plus de 100 μm .

L'analyseur permet de:

- a) Classer les particules en au moins cinq classes de dimensions.
- b) Compter spécifiquement les particules et déterminer leur distribution pour une quantité mesurée d'un matériau de référence en suspension dans 100 cm^3 d'un fluide approprié, à $\pm 10\%$ du nombre total de comptage. Afin que la précision soit suffisante, il faut que le nombre de particules comptées soit plus grand ou égal à 200 pour la classe des plus petites dimensions.
- c) Ne pas saturer (c'est-à-dire fournir un comptage plus faible que prévu, résultat d'une coïncidence de particules dans la zone de comptage) lors de l'analyse d'une suspension contenant moins de 2 000 particules par centimètre cube de fluide.

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

automatic counter such microbubbles will be counted as particles, a vacuum treatment is necessary (see Sub-clause 8.6.2). When too high a vacuum is applied to air-saturated or over-saturated liquids, however, microbubbles 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.

SECTION TWO - METHOD A

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

8.1 *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.

8.2 *Apparatus and auxiliary materials*

8.2.1 An automatic particle counter fitted with a sensor operating on the light interruption principle and suitable for counting within the range of 2.5 μm to greater than 100 μm .

The automatic particle counter shall be capable of:

- a) Sorting particles in at least five size ranges.
- b) Providing a specific particle count and distribution for a measured quantity of reference material suspended in 100 cm^3 of a suitable liquid to a precision of $\pm 10\%$ of the total count. To obtain sufficient accuracy, the number of particles counted shall be greater than or equal to 200 in the smallest size ranges.
- c) Not saturating (i.e. provide a lower than expected count as a result of particle coincidence within the sensing zone) when analyzing a suspension containing less than 2 000 particles per cubic centimeter of fluid.

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

8.2.2 Une source de gaz comprimé - soit de l'air ou de l'azote comprimé exempt d'huile et d'eau, filtré sur une membrane filtrante de 0,45 μm . Le débit, la gamme de pression et le régulateur de pression doivent satisfaire aux exigences spécifiques de l'appareil utilisé.

8.2.3 Une pompe à vide permettant d'obtenir une dépression constante.

8.2.4 Un distributeur de solvant muni à la sortie d'une membrane filtrante de 0,45 μm .

8.2.5 Un solvant, de l'éther de pétrole (point d'ébullition situé entre 40 °C et 60 °C) ou tout autre solvant approprié, filtré sur une membrane de 0,45 μm .

8.2.6 Un détergent liquide, de qualité commerciale, soluble dans l'eau.

8.2.7 Un des étalons suivants:

- Des sphères en latex dont le nombre et la taille sont connus, dispersées dans un liquide approprié.
- Un jeu de sphères en latex, d'une seule dimension, dispersées dans un liquide approprié.
- Fine poussière d'essai (A.C.F.T.D. = Air Cleaner Fine Test Dust).

8.2.8 Facultatif: un bain de nettoyage aux ultrasons (voir article 7).

8.3 *Procédures d'étalonnage*

8.3.1 L'étalonnage du compteur est effectué suivant l'une des méthodes décrites dans l'annexe B.

8.3.2 L'étalonnage est effectué annuellement ou après chaque réparation ou modification apportée au capteur ou lorsque les résultats sont douteux.

8.4 *Préparation de l'appareil pour le comptage*

Vérifier que l'instrument est positionné sur les valeurs d'étalonnage correspondant à la gamme de dimensions conformément à la procédure décrite dans le manuel d'utilisation de l'appareil.

Lorsque l'instrument a été mis hors service, effectuer la procédure de contrôle avant l'utilisation ou au moins quotidiennement.

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

8.5 *Préparation de l'échantillon avant comptage*

8.5.1 Eliminer toute contamination visible de la surface extérieure du récipient.

8.5.2 Eliminer les échantillons qui visiblement contiennent de l'eau libre ou des matières en suspension (par exemple dépôts), qui vraisemblablement peuvent affecter la réponse du capteur.

8.2.2 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.

8.2.3 Vacuum pump capable of supplying a steady vacuum.

8.2.4 Solvent dispenser fitted with a 0.45 µm membrane filter at the outlet.

8.2.5 Solvent - petroleum ether with a boiling-range of 40 °C to 60 °C, or suitable alternative filtered through a 0.45 µm membrane filter.

8.2.6 Detergent - liquid, water soluble, commercial grade.

8.2.7 Calibration standard - one of the following:

- Latex spheres of known numbers and size ranges dispersed in a suitable liquid.
- A set of mono-sized latex spheres dispersed in a suitable liquid.
- Air Cleaner Fine Test Dust (A.C.F.T.D.).

8.2.8 Optional: ultrasonic cleaning bath (see Clause 7).

8.3 Calibration procedures

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

8.3.2 Calibration shall be carried out annually or when any repair/change is made to the sensor or whenever results are suspect.

8.4 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.

8.5 Preparation of sample before counting

8.5.1 Remove any visible contamination from the exterior of the bottle.

8.5.2 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.

- 8.5.3 Eviter autant que possible de diluer les échantillons. Cependant, si une dilution est nécessaire pour satisfaire aux conditions d'utilisation de l'appareil, utiliser un liquide du même type que l'échantillon (ou un solvant compatible), filtré sur une membrane de 0,45 μm . Noter le rapport de dilution.

Note.- L'adaptation de la viscosité du liquide pour satisfaire aux conditions d'utilisation de l'appareil peut se faire par chauffage. Si cette procédure est utilisée, il faudra tenir compte des recommandations du fabricant concernant la durée de vie de la cellule de détection. Il faut également vérifier que la fidélité est acceptable.

8.6 Préparation de l'échantillon pour le comptage

- 8.6.1 Homogénéiser l'échantillon soit en l'agitant doucement à la main pendant 1 min, soit en immergeant le récipient dans un bain à ultrasons.
- 8.6.2 Si nécessaire, éliminer les bulles d'air en appliquant un léger vide pendant 1 min au moins.
- 8.6.3 Rincer le capteur au moyen d'une petite quantité de l'échantillon à analyser.
- 8.6.4 Effectuer autant que possible le comptage dans le récipient d'échantillonnage. Si le comptage n'est pas effectué dans les 2 min, répéter les procédures décrites aux points 8.6.1 et 8.6.2.

Note.- Lorsqu'on utilise un dispositif de prélèvement automatique, il est conseillé de s'assurer que le tube d'aspiration est bien rempli de liquide avant d'appliquer la dépression.

8.7 Procédure de comptage

- 8.7.1 S'assurer que l'appareil est sous tension depuis suffisamment longtemps pour être stabilisé avant d'entreprendre le comptage.
- 8.7.2 La procédure de comptage est effectuée conformément aux instructions du fabricant en accordant une attention particulière au débit et en choisissant le mode de comptage différentiel (Δ). Le mode cumulé peut être utilisé si le mode différentiel n'est pas disponible sur l'appareil.
- 8.7.3 Le comptage est effectué sur au moins deux prélèvements égaux de l'échantillon de volume supérieur ou égal à 20 cm^3 . Il convient que les deux résultats concordent à 10% près pour la classe des plus petites particules. Si cette exigence n'est pas remplie, il convient d'éliminer l'échantillon ou de le réagiter et de le soumettre à un nouveau comptage. Il est souhaitable que dans chaque classe de dimensions la somme de deux comptages ne soit pas inférieure à 200. Si le nombre de particules est insuffisant pour atteindre 200 dans n'importe quelle classe, exprimer le nombre réel de particules comptées ainsi que la concentration.

Note.- Pour un nombre minimal de 200 particules, la précision du comptage est de $\pm 10\%$ pour un intervalle de confiance de 95%.

- 8.5.3 Sample dilution should be avoided as far as possible. However, if dilution is necessary in order to comply with the instrument run parameters, a dilution with a liquid of the same type as the sample (or with a compatible solvent), filtered through a 0.45 μm membrane filter, may be used. Then record the dilution ratio.

Note.- In order to meet the instrument run parameters, viscosity modification of the liquid may be achieved by heating. If recourse to this is necessary, 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.

8.6 *Preparation of sample for counting*

- 8.6.1 Mix the prepared sample either by shaking gently by hand for 1 min and/or by immersing the bottle in an ultrasonic cleaning bath.
- 8.6.2 If necessary, apply a moderate vacuum for at least 1 min to remove air bubbles.
- 8.6.3 Flush the sensor with a small amount of the test sample.
- 8.6.4 Count the test sample wherever possible from the sample bottle as received. If the counting is not commenced within 2 min repeat procedures 8.6.1 and 8.6.2.

Note.- It is advisable, when using automatic bottle sampling apparatus, that the sensor uptake tube be filled with the test fluid before applying the vacuum.

8.7 *Counting procedure*

- 8.7.1 Ensure that the instrument has been switched on long enough to become stabilized before counting is initiated.
- 8.7.2 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 differential (delta) mode of counting. The cumulative mode may be used if a delta mode is not available on the instrument.
- 8.7.3 The sample shall be counted in at least two equal volumes, greater than or equal to 20 cm^3 . These two counts should agree within 10% in the smallest size range. If this requirement is not attained the sample shall be discarded or re-agitated and re-counted. It is desirable that in each size range the sum of the two counts should be not less than 200. In the event of there not being sufficient particles to reach a total count of 200 in any size range, report the actual number counted as well as the concentration.

Note.- The above minimum count of 200 ensures that the counting accuracy is within $\pm 10\%$ with a 95% confidence.

8.7.4 Le comptage d'un échantillon terminé, retirer le récipient 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.

8.7.5 Calculer la concentration en particules dans chaque classe, à partir du nombre de coups moyens obtenus pour chaque prise de l'échantillon, compte tenu du volume de chaque prise et du facteur de dilution.

8.8 Rapport

Exprimer le nombre de particules pour 100 cm^3 de l'échantillon d'origine et, au moins, dans les classes de dimensions suivantes (voir note):

Domaine de dimensions des particules (p)

Micromètres (μm)

2,5 < p ≤ 5

5 < p ≤ 15

15 < p ≤ 25

25 < p ≤ 50

50 < p ≤ 100

p > 100

Nombre total de particules > 2,5

Nombre total de particules > 5

Nombre total de particules > 15

Le rapport mentionne également ce qui suit:

- méthode d'étalonnage;
- méthode d'agitation;
- date d'échantillonnage;
- date d'analyse.

Note.- Pour les liquides en service, il peut être suffisant de noter le nombre total de particules supérieures à 5 μm et supérieures à 15 μm .

8.9 Fidélité

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode ne sont pas encore établies.

8.7.4 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 sensor be dried out after flushing.

8.7.5 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.

8.8 Report

Report the number of particles per 100 cm^3 of the original sample in at least the following size ranges (see note):

Particle size range (p)

Micrometres (μm)

2.5 < p $\leq$ 5

5 < p $\leq$ 15

15 < p $\leq$ 25

25 < p $\leq$ 50

50 < p $\leq$ 100

p > 100

Total number of particles > 2.5

Total number of particles > 5

Total number of particles > 15

The report shall also include the following:

- method of calibration;
- method of agitation;
- date of sampling;
- date of analysis.

Note.- For liquids in service, it may be sufficient to report just the number of particles greater than 5 μm and greater than 15 μm .

8.9 Precision

The repeatability and reproducibility of this method have not yet been established.

SECTION TROIS - METHODE B

9. Détermination du nombre et de la taille des particules dans les isolants liquides par microscopie optique

9.1 *Principe*

Un volume connu d'isolant liquide est filtré, sous vide, sur une membrane filtrante afin de recueillir les agents contaminants sur la surface de la membrane. 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.

9.2 *Méthode 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/DIS 4407.

9.3 *Méthode en lumière incidente*

La détermination du nombre et de la taille des particules par microscopie en lumière incidente s'effectue suivant la méthode décrite dans l'ISO/DIS 4408.

SECTION THREE - METHOD B

9. Counting and sizing of particulate matter in insulating liquid using optical microscopy**9.1 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.

9.2 Procedure by transmitted light

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

9.3 Procedure by incident light

Counting and sizing of particulate matter by incident light shall be made according to the procedure described in ISO/DIS 4408.

Withdawn
IEC NORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60910-1:2018

ANNEXE A

UTILISATION DE SERINGUES COMME RECIPIENTS D'ECHANTILLONNAGE

A1. *Type de seringues*

Les seringues sont en polypropylène ou en tout autre polymère convenable, dont le volume est au moins de 150 cm³, lorsqu'on utilise un compteur automatique, et d'au moins 100 cm³ pour le comptage au microscope.

Note.- Dans le cas d'un compteur automatique, il est possible d'effectuer le prélèvement à l'aide de trois seringues de 50 cm³ par échantillon. 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.

A2. *Nettoyage des seringues*

Une procédure identique à celle décrite pour les flacons au paragraphe 6.3 peut être utilisée, il ne faut cependant pas laisser de reliquat de solvant dans la seringue.

A3. *Instructions générales pour le prélèvement*

Les instructions données au paragraphe 6.4 sont également applicables dans ce cas.

A4. *Prélèvement dans des appareils ou des cuves munis d'une vanne d'échantillonnage*

- Avant tout prélèvement, nettoyer soigneusement l'extérieur de la vanne de prélèvement et les parties adjacentes 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.
- Protéger l'échantillon de la lumière pendant le transport et le stockage.

APPENDIX A

USE OF SYRINGES AS SAMPLING VESSELS

A1. *Type of syringe*

Syringes shall be made of 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. - For automatic counters an alternative is to use three syringes of 50 cm³ capacity per sample. This will, however, reduce the accuracy of the result. For liquids with a high particle content one syringe with 50 cm³ capacity may suffice.

A2. *Cleaning of syringes*

The same procedure as for bottles (Sub-clause 6.3) can be used, except that no solvent shall be left in the syringe.

A3. *General directions for sampling*

The same considerations given in Sub-clause 6.4 apply here.

A4. *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.

A5. *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 vidant plusieurs fois la seringue.
- Remplacer la seringue par une nouvelle et prélever l'échantillon.
- Enlever la seringue et obturer l'orifice.
- Protéger l'échantillon de la lumière au cours du transport et du stockage.

A6. *Etiquetage des échantillons*

Voir paragraphe 6.6.

A7. *Préparation des échantillons pour l'analyse*

Voir article 7.