Canadian General Standards Board

Office des normes générales du Canada

1-GP-71
Method 50.20
June 1980

(F)1-GP-71
Méthode 50.20
Juin 1980

WITHDRAWAL

RETRAIT

June 1993

Juin 1993

CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD

PIGMENT ANALYSIS — IDENTIFICATION OF BASIC SILICATE WHITE LEAD BY MEANS OF THE MICROSCOPE

With the approval of the CGSB Committee on Paint Test Methods, this test method is hereby withdrawn. It has been determined that it is no longer referenced in any of the CGSB paint standards.

OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

ANALYSE PIGMENTAIRE — IDENTIFICATION DU SILICATE BASIQUE DE PLOMB AU MOYEN D'UN MICROSCOPE

En accord avec le Comité des méthodes d'essais des peintures, cette méthode d'essai est retirée par le présent avis. Il a été constaté qu'elle n'est plus référencée dans aucune des normes de l'ONGC sur les peintures.

Canada

Canadian General Standards Board

CGSB
Ottawa
Canada
K1A 1G6

Methods of Testing Paints and Pigments

CGSB 1-GP-71

PIGMENT ANALYSIS IDENTIFICATION OF BASIC SILICATE WHITE LEAD BY MEANS OF THE MICROSCOPE

METHOD 50.20
June 1980

Supersedes Issue of
August 1974

Withdrawn/Retirée

SCOPE

This method is to distinguish basic silicate white lead particles from a mechanical mixture of silica and lead silicate.

APPARATUS

Microscope equipped with 40X or 60X high dry objectives to give 600 to 1000 magnifications; glass microscope slide 50 x 75 mm; cover slips and 30% ethylene glycol solution in water.

REAGENTS

Potassium sulfide solution. Bubble hydrogen sulfide gas into a 10% potassium hydroxide solution for 1 h and filter.

Reference sample of basic silicate white lead, such as 45X, number B-995, Canadian Titanium Pigments Limited, Montreal, Quebec.

MOUNTING MEDIUM

Acrylic resin — Acryloid F-10, manufactured by Rohm and Haas. Dilute the resin with equal parts of xylene* and place in a dropping bottle for convenience in use.

PROCEDURE

Place a small amount of pigment on a clean microscope slide, add to it a drop of mounting medium and a drop of xylene.* Using a finger, incorporate the pigment into the resin and spread it out on the whole slide in the form of a thin film. This action must be fast and the finger must be withdrawn from the slide before the film sets. Prolonged action will cause objectionable streaking. As soon as the xylene evaporates and the film appears dry to the eye, place a drop of potassium sulfide solution on the film under a cover glass and, next to it under a separate cover glass, place a drop of 30% ethylene glycol solution also on the film for use as a blank. Place the slide on the microscope stage and first observe the potassium sulfide preparation and then the blank. Repeat the above using the reference sample of 45X basic silicate white lead for comparison.

Appearance of Particles after the Staining Test

a. *Basic Silicate White Lead*

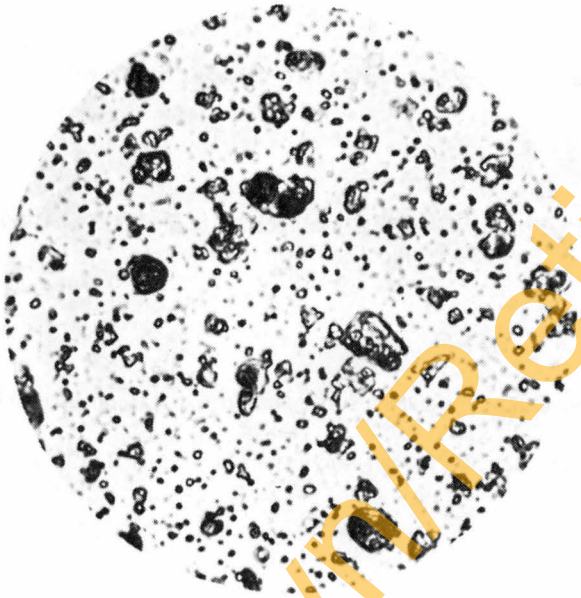
The particles of basic silicate white lead are easily recognized as they rapidly assume a greyish-brown color, which eventually changes to a transparent amber grey or black due to the lead sulfide formed on the surface. Depending on the thickness of the mount, it may take several minutes for this color to develop. The particles may also be distinguished and their proportion estimated by the characteristic shape, which is that of fine granular particles of silica with smooth surfaces. An illustration of the appearance of basic silicate white lead particles before and after staining is attached.

* It is recommended that a surgeon's glove be worn when working with xylene and that inhalation of this solvent be minimized or avoided.

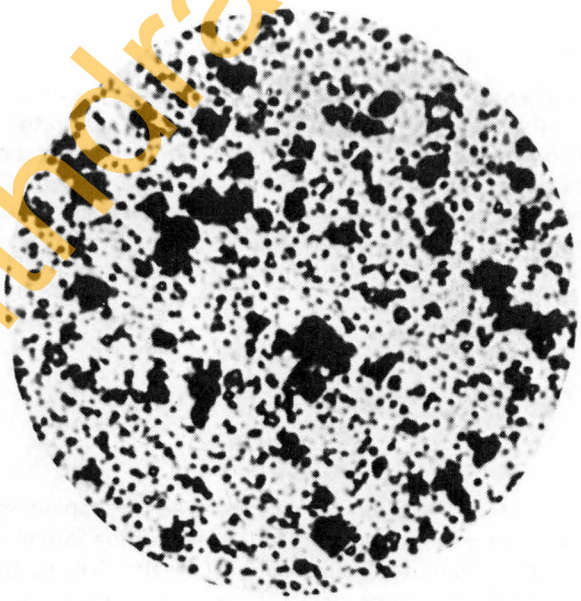
b. *Mechanical Mixture of Lead Silicate and Silica*

A mechanical mixture of lead silicate and silica differs from basic silicate white lead in two respects. First, the particle size of basic silicate white lead ranges from 5 - 7 μm whereas particle size of lead carbonate and lead silicate ranges from 2 - 4 μm. Second, in the mechanical mixture, the small lead particles alone show the blackish staining leaving the entire larger silica particles unstained. The basic silicate white lead particles, on the other hand all show the characteristic blackish staining.

Photomicrographs of Basic Silicate White Lead



Unstained — 1000X



Stained With K_2S — 1000X

Withdrawn/Retirée

Office des normes générales du Canada

ONGC Ottawa Canada K1A 1G6	Méthodes d'essai des peintures et pigments	ONGC (F)1-GP-71
	ANALYSE PIGMENTAIRE IDENTIFICATION DU SILICATE BASIQUE DE PLOMB AU MOYEN D'UN MICROSCOPE	MÉTHODE 50.20 Juin 1980

Remplace l'édition d'août 1974

Withdrawn/Retirée

OBJET

La présente méthode vise à distinguer les particules de silicate basique de plomb d'un mélange mécanique de silice et de silicate de plomb.

APPAREILLAGE

Microscope muni d'un objectif ordinaire 40X ou 60X pouvant donner un grossissement de 600 à 1000; porte-objets de 50 x 75 mm; couvre-objets et solution aqueuse à 30% d'éthylène-glycol.

RÉACTIFS

Solution de sulfure de potassium. Faire barboter du sulfure d'hydrogène dans une solution d'hydroxyde de potassium à 10% pendant 1 h et filtrer.

Silicate basique de plomb étalon, tel que le 45X, numéro B-995, fourni par Canadian Titanium Pigments Limited, Montréal, Québec.

MILIEU DE SUSPENSION

Résine acrylique — Acryloid F-10, fabriquée par Rohm and Haas. Diluer la résine partie pour partie avec du xylène* et mettre dans un flacon compte-gouttes pour une plus grande facilité d'emploi.

MODE OPÉRATOIRE

Mettre une petite quantité de pigment sur un porte-objet propre, y ajouter une goutte de milieu de suspension et une goutte de xylène.* Avec le doigt, incorporer le pigment dans la résine et l'étaler sur toute la surface du porte-objet en une mince pellicule. Cette opération doit être effectuée rapidement et le doigt doit être retiré avant que la pellicule ne sèche. Si cette opération exige trop de temps, il se produira des stries. Dès que le xylène s'évapore et que la pellicule semble sèche, mettre une goutte de solution de sulfure de potassium sur la pellicule et recouvrir d'un couvre-objet; immédiatement à côté mettre sous un couvre-objet séparé une goutte de solution aqueuse à 30% d'éthylène-glycol. L'éthylène-glycol sert de blanc. Mettre le porte-objet sur la platine du microscope et examiner d'abord la préparation de sulfure de potassium, puis le blanc. Reprendre le mode opératoire ci-dessus en utilisant l'étalon constitué de silicate basique de plomb 45X aux fins de comparaison.

ASPECT DES PARTICULES APRÈS L'ESSAI DE COLORATION

a. *Silicate basique de plomb*

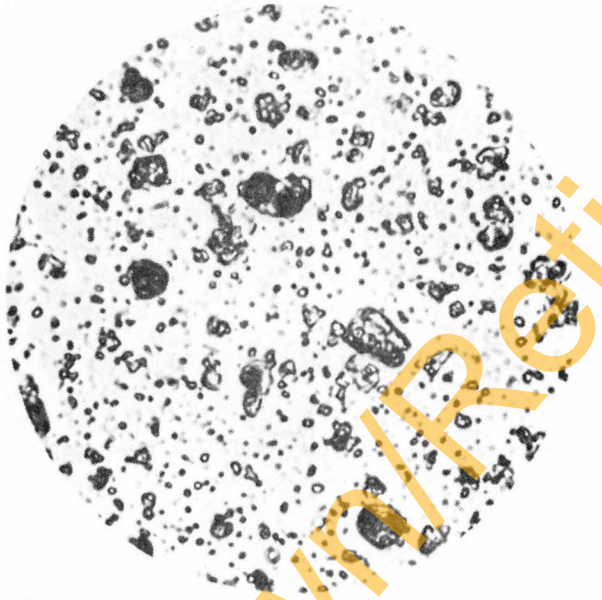
On peut facilement reconnaître les particules de silicate basique de plomb car elles virent rapidement au gris-brun qui éventuellement vire à l'ambre gris ou au noir transparent en raison de la formation de sulfure de plomb sur sa surface. Suivant l'épaisseur de la pellicule, ce virage peut nécessiter plusieurs minutes. On peut également distinguer les particules et évaluer leur proportion d'après la forme caractéristique qui est celle de fines particules granulaires de silice ayant une surface lisse. Ci-après se trouve une illustration de l'aspect des particules de silicate basique de plomb avant et après coloration.

* Il est recommandé de porter des gants de chirurgie lorsqu'on manipule du xylène et de réduire au minimum les risques d'inhalation de ce solvant s'ils ne peuvent être éliminés complètement.

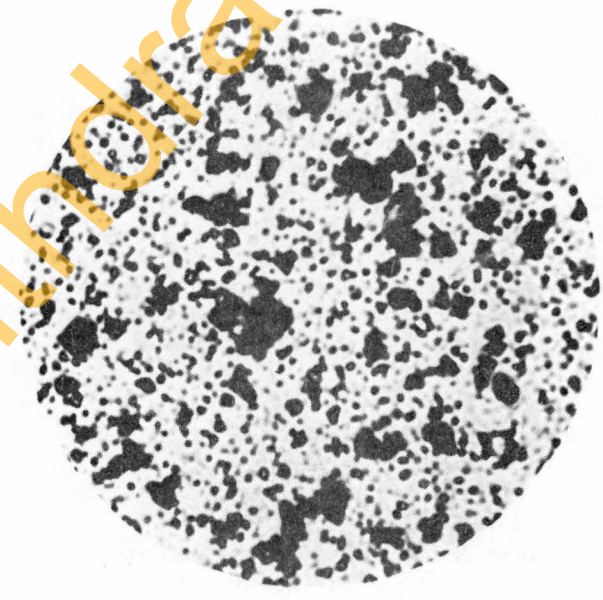
b. *Mélange mécanique de silicate de plomb et de silice*

Un mélange mécanique de silicate de plomb et de silice diffère du silicate basique de plomb sous deux rapports. D'abord, les dimensions des particules de silicate basique de plomb sont de 5 à 7 μm, tandis que celles du carbonate de plomb et du silicate de plomb sont de 2 à 4 μm. Deuxièmement, dans le mélange mécanique, seules les petites particules de plomb accusent une coloration noire, laissant toutes les autres particules de silice plus grosses non colorées. D'autre part, les particules de silicate basique de plomb accusent toutes une couleur noire caractéristique.

Microphotographies du silicate basique de plomb



Non coloré — X1000



Coloré avec du K_2S — X1000

Withdrawn/Retirée