

分置

液体金属ナトリウム中の鉛ビスマス 溶解挙動に関する熱化学基礎研究

— ナトリウムと鉛ビスマス共晶合金の相関係 —
「先行基礎工学研究成果報告書」

(研究報告)

2004年9月

核燃料サイクル開発機構
大洗工学センター

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松 4 番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課
電話：029-282-1122 (代表)
ファックス：029-282-7980
電子メール：jserv@jnc.go.jp

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:

Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184, Japan

© 核燃料サイクル開発機構
(Japan Nuclear Cycle Development Institute)
2004

液体金属ナトリウム中の鉛ビスマス溶解挙動に関する熱化学基礎研究
(研究報告)

田代 優*

要 旨

ナトリウムと鉛ビスマス共晶合金の組成比をパラメータとした示差走査熱量測定を行った。その結果、ナトリウムと鉛ビスマス共晶合金の間で発熱反応が起こり、複数の三元金属間化合物と想定される反応生成物に由来する吸熱ピークが存在することが明らかとなった。ナトリウムと鉛ビスマスの反応（反応の有無、反応温度および反応熱量）を調べるために、示差走査熱量分析計を用いた前処理試験を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。

1. 今回の試験条件下では、ナトリウムと鉛ビスマスはすべての組成比で反応する。
2. ナトリウムと鉛ビスマスの反応は発熱反応であり、試料 1g 当たりの総発熱量はナトリウムの濃度に比例して増大する傾向にある。

前処理試験によって、ナトリウムと鉛ビスマスが反応した試料について、試料中の反応生成物、ナトリウム、鉛ビスマスの相関係を調べるために、前処理試験に連続した示差走査熱量分析計を用いた本試験を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。

1. ナトリウム濃度が約 20at.%以下では鉛ビスマス共晶合金と複数の反応生成物が共存している。
2. ナトリウム濃度が約 80at.%以上ではナトリウムと複数の反応生成物が共存している。
3. ナトリウム濃度が約 20~80at.%の間ではナトリウムおよび鉛ビスマス共晶合金は単体で存在せず、複数の反応生成物のみが存在する。
4. 複数の反応生成物はナトリウム濃度によって、その種類と生成率が変化している。
5. 今回の試験条件下で存在が確認された複数の反応生成物の溶融や相転移に伴う熱分析結果とナトリウム-鉛、ナトリウム-ビスマス、鉛-ビスマスの各二元状態図上の熱分析データは、ナトリウムの融点と鉛ビスマス共晶点以外は一致しないことから、複数の反応生成物は三元化合物である可能性が高いことが示唆された。

*大洗工学センター 要素技術開発部 熱化学安全試験グループ 客員研究員
(茨城大学 工学部 機械工学科 助手)

Fundamental Thermo-chemical Research on Lead-Bismuth Eutectic
Dissolution Behavior in Liquid Sodium
(Research Document)

Suguru TASHIRO*

Abstract

The differential scanning calorimetry has been carried out changing the composition ratio of sodium and lead-bismuth eutectic alloy. It became clear from the experiments that exothermic reaction occurs between sodium and the lead-bismuth alloy and there are many endothermic peaks which was originated by ternary reaction products.

In order to investigate the reaction (occurrence of reaction, reaction temperature and reaction heat) between sodium and lead-bismuth, pre-treatment tests were performed using the differential scanning calorimeter. Following results were obtained from the experiments.

1. Sodium reacts with lead-bismuth in every composition ratio under the present test conditions.
2. The reaction between sodium and lead-bismuth is shown to be exothermic. The reaction heat per gram of test sample increases in proportion to the sodium concentration.

In order to investigate the reaction products and a phase relation between sodium and lead-bismuth, the main tests were performed as the followings of the pre-treatment test using the differential scanning calorimeter. Following results were obtained from the experiments.

1. Lead-bismuth eutectic alloy coexists with several reaction products in the region of sodium concentration less than 20at.%.
2. Sodium coexists with several reaction products in the region of sodium concentration more than 80at.%.
3. In the sodium concentration range between 20at.% and 80at.%, neither sodium nor lead-bismuth eutectic alloy exist and only several reaction products exist.
4. The kinds of reaction product and their formation rate change depending on the sodium concentration.
5. There are several melting temperatures or phase transition temperatures of reaction products in the present thermal analyses. However these results disagree with the thermochemical data in the sodium-lead, sodium-bismuth and lead-bismuth binary phase diagrams except lead-bismuth eutectic temperature and the melting temperature of sodium. It suggests that those several reaction products are the sodium-lead-bismuth ternary compound.

*Visiting Research Fellow, Thermochemistry Safety Engineering Group, Advanced Technology Division, O-arai Engineering Center
(Assistant, Department of Mechanical Engineering, Ibaraki University)

目 次

1. 緒言	1
2. 試験方法および分析方法	2
2.1 試験装置	2
2.2 試料の調整	2
2.3 示差走査熱量分析法	3
2.4 前処理試験	3
2.5 本試験	3
2.6 試験後の分析方法	3
3. 試験および分析結果	4
3.1 ICPによる組成分析結果	4
3.2 前処理試験結果	4
3.3 本試験結果	5
4. 考察	12
4.1 前処理試験による反応熱量とナトリウム濃度の関係	12
4.2 本試験結果とナトリウム濃度の関係	13
5. 結言	14
謝辞	15
参考文献	16

図表目次

図 2-1	試験装置の概略図	17
図 3-1	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:1.7at.%)	23
図 3-2	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:3.5at.%)	24
図 3-3	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:7.2at.%)	25
図 3-4	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:13.5at.%)	26
図 3-5	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:18.3at.%)	27
図 3-6	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:20.4at.%)	28
図 3-7	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:25.0at.%)	29
図 3-8	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:25.5at.%)	30
図 3-9	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:31.4at.%)	31
図 3-10	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:31.6at.%)	32
図 3-11	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:32.3at.%)	33
図 3-12	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:34.8at.%)	34
図 3-13	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:38.6at.%)	35
図 3-14	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:43.9at.%)	36
図 3-15	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:48.5at.%)	37
図 3-16	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:54.8at.%)	38
図 3-17	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:55.3at.%)	39
図 3-18	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:55.7at.%)	40
図 3-19	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:60.8at.%)	41
図 3-20	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:63.9at.%)	42
図 3-21	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:69.6at.%)	43
図 3-22	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:76.8at.%)	44
図 3-23	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:78.4at.%)	45
図 3-24	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:80.3at.%)	46
図 3-25	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:82.6at.%)	47
図 3-26	前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:86.0at.%)	48
図 3-27	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:1.7at.%)	49
図 3-28	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:3.5at.%)	50
図 3-29	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:7.2at.%)	51
図 3-30	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:13.5at.%)	52
図 3-31	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:18.3at.%)	53
図 3-32	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:20.4at.%)	54
図 3-33	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:25.0at.%)	55
図 3-34	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:25.5at.%)	56
図 3-35	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:31.4at.%)	57
図 3-36	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:31.6at.%)	58
図 3-37	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:32.3at.%)	59
図 3-38	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:34.8at.%)	60
図 3-39	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:38.6at.%)	61
図 3-40	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:43.9at.%)	62

図 3-41	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:48.5 at.%)	63
図 3-42	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:54.8 at.%)	64
図 3-43	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:55.3 at.%)	65
図 3-44	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:55.7at.%)	66
図 3-45	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:60.8at.%)	67
図 3-46	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:63.9at.%)	68
図 3-47	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:69.6at.%)	69
図 3-48	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:76.8at.%)	70
図 3-49	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:78.4at.%)	71
図 3-50	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:80.3at.%)	72
図 3-51	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:82.6at.%)	73
図 3-52	本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:86.0at.%)	74
図 3-53	ナトリウム濃度と本試験で得られた DSC 曲線上の吸熱ピーク温度 の関係	75
図 4-1	前処理試験時の総発熱量とナトリウム濃度	77
図 4-2	鉛-ナトリウム 2 元系状態図	78
図 4-3	ピスマス-ナトリウム 2 元系状態図	79
図 4-4	鉛-ピスマス 2 元系状態図	80
図 4-5	ナトリウム濃度と本試験で得られた DSC 曲線上の吸熱ピーク温度 の関係と二元化合物の転移温度	82
表 2-1	示差走査熱量分析時のグローブボックス内雰囲気	18
表 2-2	示差走査熱量分析測定条件	19
表 2-3	試験に使用したナトリウムおよび鉛ピスマスの重量	20
表 2-4	ICP 発光分光分析装置の測定条件	21
表 3-1	前処理試験および本試験終了後の試料の組成分析結果	22
表 4-1	前処理試験時の総発熱量とナトリウム濃度	76
表 4-2	ナトリウム、鉛、ピスマスの融点および各二元化合物の融点および 相転移温度	81

1. 緒言

高速増殖炉サイクルの実用化戦略調査研究フェーズ I では、ナトリウム-水反応排除による経済性の向上を目標に二次冷却系簡素化概念の候補が検討・提案された。ここでは、蒸気発生器伝熱管に水リークが生じて、ナトリウム-水反応が発生しにくい新型蒸気発生器の設計および中間熱媒体を検討している。これらの蒸気発生器の設計では、伝熱管の破損に伴って鉛ビスマスが一次冷却材のナトリウム中に漏洩することが想定されている。¹⁾

熱化学安全試験グループでは、高速増殖炉サイクルの実用化戦略調査研究フェーズ II の一環として、ナトリウム中における鉛ビスマスの移行挙動を実験的に確認することを目的に研究が行われている。しかし、その基礎的現象を把握するための Na-Pb-Bi 三元状態図については報告がなく、ナトリウムと鉛ビスマスの間の反応の有無についても、ナトリウム-鉛およびナトリウム-ビスマスの各二元系状態図がそれぞれ報告されているのみであり、相状態に関する基礎的なデータの蓄積が必要不可欠である。

今回報告する試験はナトリウムと鉛ビスマスの組成比をパラメータとした、二つの連続した示差走査熱量分析から構成される。最初にナトリウムと鉛ビスマスの反応（反応の有無、反応温度および反応熱量）を調べるために、種々の組成比のナトリウムと鉛ビスマスを混合して示差走査熱量分析を行う前処理試験を行う。続く本試験では、前処理試験が終了して室温付近まで温度が下がった試料について、前処理試験中の反応によって生成した反応生成物の融点、融解熱量、相移転温度、相転移熱量等を調べるために、再度示差走査熱量分析を行う。この連続した前処理試験と本試験を行った試料の組成比は本試験終了後の化学分析によって決定する。

これらの結果より、前処理試験ではナトリウムと鉛ビスマスの組成比と反応の関係を、本試験では反応生成物の融点や相移転温度から、この試験条件下における相関係を明らかにすることを目的としている。

2. 試験方法および分析方法

2. 1 試験装置

試験で使用した装置の概略図を図 2-1 に示す。主な試験装置はグローブボックス、示差走査熱量分析計、天秤で構成する。試験では、ナトリウム、鉛、ビスマスの三元状態図上のナトリウムと鉛ビスマスを結ぶ線分上の相関係を明らかにすることを目的としている。したがって、これら三元元素以外の不純物の効果を除くため、超高純度アルゴンガス雰囲気グローブボックス中で試料の調整および示差走査熱量測定を行い、特に酸素や水分の影響を最小となるようにした。後述する前処理試験および本試験時におけるグローブボックス内の雰囲気（酸素濃度および水分濃度）を表 2-1 に示す。

グローブボックス内に示差走査熱量分析計を設置するために、グローブボックスのエントリーポートの改造を行い、分析計本体への冷却水の給水・排水、制御・計測信号、雰囲気ガス供給が出来るようにした。

2. 2 試料の調整

出発試料として、試薬特級のナトリウムとレアメタリック社製 99.99%の鉛ビスマスを用いた。ナトリウムはオイルから取り出して油分を除き、他の金属によるコンタミネーションを避けるためにセラミックス製のナイフを用いてグローブボックス内で表面の酸化層を取り除いて試料とした。鉛ビスマスはインゴット状の試料の表面酸化層をグローブボックス内でドリルを用いて穴を開けて取り除いた後、その穴の奥の酸化していない部分をドリルにより切削して発生した切粉を試料とした。

示差走査熱量測定に供するナトリウムおよび鉛ビスマスは、種々の組成比となるようにそれぞれ天秤を用いて秤量を行い、ナトリウムおよび鉛ビスマスと反応が少ないと考えられるアルミナ製の試料容器（外径 5.9mm・高さ 2.6mm・肉厚 0.3mm）に入れた。試料容器の上部には、試料の蒸発による組成の変動を抑えるためにアルミナ製のディスク（直径 5.0mm・肉厚 0.3mm）を蓋として置いた。基準物質には試料量とほぼ同量のアルミナ粉末を用い、これも試料容器と同様にアルミナ製の試料容器に入れてアルミナ製のディスクで蓋をした。

2. 3 示差走査熱量分析法²⁾

示差走査熱量測定には島津製作所社製示差走査熱量計 DSC-50 を用いた。測定ではパーソナルコンピュータ上のプログラムによって温度の制御および熱量信号のサンプリングを行うことで、デジタルデータの収録を行う。ナトリウムは 500℃以上の温度になるとその蒸気圧が一桁大きくなることが知られている。このために、500℃以上で長時間測定を行うとナトリウムの選択的な蒸発によって試料中の組成比の変動が起こり、示差走査熱量分析結果と試料の組成比が一致しなくなることが考えられる。したがって、今回の示差走査熱量分析では温度上限を 500℃とした。示差走査熱量測定条件を表 2-2 に示す。前節 2. 2 の手順で調整した試料および参照物質を示差走査熱量計の測定部に置いて測定を行った。表 2-3 にはアルミナ製試料容器に充填したナトリウムおよび鉛ビスマス重量を示す。

2. 4 前処理試験

ナトリウムと鉛ビスマスを混合して昇温すると、ある温度で反応することが考えられる。そこで、種々の組成比の試料について、反応の有無、反応温度、反応熱量を調べるために、その昇温過程を示差走査熱量計によって熱量分析測定を行った。種々の組成比で秤量したナトリウムと鉛ビスマスをアルミナ製の試料容器に入れてアルミナ製の蓋をした後、これを室温から 500℃まで昇温する過程について熱量測定を行った。この前処理時測定によって、ナトリウムと鉛ビスマス共晶合金の反応の有無や大凡の反応熱量等の情報を得ることができる。

2. 5 本試験

前処理試験が終了した試料は、ナトリウムの融点以下まで示差走査熱量計中で放冷を行った。前処理試験を行った試料の温度が 70℃未満になったところで、前処理試験と同じ測定条件で昇温過程の示差走査熱量測定を行った。この本試験によって、試料中に含まれる物質の融点、融解熱、液相線、固相線、共晶点、種々の相転移点等の情報を得る。

2. 6 試験後の分析方法

一連の前処理試験および本試験を行った試料はアルミナ製の試料容器ごとグローブボックスより取り出し、試料容器ごと王水（濃塩酸：濃硝酸＝3：1）を用いた酸処理により溶解して水溶液化した。この水溶液について ICP 発光分光分析法を用いて定量分析を行った。分析にはパーキンソンエルマ製 OPTIMA300 を用いた。測定条件を表 2-4 に示す。

3. 試験および分析結果

3. 1 ICPによる組成分析結果

表3-1に前処理試験および本試験と称する連続した示差走査熱量分析を行った後の各試料の組成分析結果を示す。試料中の鉛とビスマスの組成比は鉛ビスマス中の鉛とビスマスの組成比である0.8前後であり、鉛やビスマスが試料容器などと反応している可能性は低いことが分かった。さらに、試料の溶液化のために用いた王水中から回収したアルミナ製の試料容器には着色や反応が観察されなかった。

3. 2 前処理試験結果

図3-1から図3-26に前処理測定で得られた示差走査熱量分析結果を示す。これらの結果はDSC曲線と呼ばれ、曲線上に現れるピークの向きで発熱・吸熱反応が判断できる。即ち、上側を向いたピークは発熱反応を表し、下側を向いたピークは吸熱反応を表す。各ピークの熱量やピーク温度は測定装置付属のソフトウェアを用いて求めた。図中のピーク周辺の細線はこの算出に用いられたのもである。

図3-1に示すナトリウム濃度1.7at.%の場合、試料温度がナトリウムの融点付近に達すると発熱反応を示す上向きのピークが観察され、ナトリウムの溶融と同時にナトリウムと鉛ビスマスとの反応が起こっていることが分かる。さらに温度が上がると、131℃をピークとする下向きの吸熱反応が起きていることが分かった。これは鉛ビスマスの融点付近であり、鉛ビスマス単体の溶融による吸熱を示している。したがって、この組成比ではナトリウムに比べて過剰に存在する鉛ビスマスが未反応のまま単体で存在していることを示している。

これらの結果はナトリウム濃度の異なるDSC曲線である図3-2から図3-26でも基本的に同様の傾向を示し、試料温度がナトリウムの融点に達するとナトリウムと鉛ビスマスが反応することが分かった。また、試料中のナトリウム濃度が高くなるに連れて、この反応に伴う反応熱量が増加することが分かった。

一方、ナトリウム濃度が低い試料では、131℃付近をピークとする吸熱ピークの存在が顕著である。この吸熱ピークは鉛ビスマスの融点付近であることと、試料中のナトリウム濃度が高くなるに従って吸熱量を示すピーク面積が小さくなることから、先のナトリウムと鉛ビスマスの反応で残った過剰の鉛ビスマスの溶融に伴う吸熱反応であることを示している。

3. 3 本試験結果

図3-27から図3-52に測定で得られたDSC曲線をナトリウム濃度順に示す。

1. Na 1.7at.%- LBE98.3at.%、図3-27

主要な吸熱ピーク：125.7℃、128.4℃

小さくブロードな吸熱ピーク：182.7℃

鉛ビスマスの融点付近である125℃付近の大きな吸熱ピークはその先端が126℃と128℃に分裂していて、それぞれが別の現象に起因していることが分かった。125.7℃の吸熱ピークは前処理試験時にナトリウム量が少ないために反応せずに残った単体の鉛ビスマスの溶融に伴うものと考えられる。また、185℃付近にブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。

2. Na 3.5at.%- LBE96.5at.%、図3-28

主要な吸熱ピーク：126.3℃

小さくブロードな吸熱ピーク：182℃

ナトリウム濃度1.7at.%のDSC曲線とほぼ同じ傾向を示していることが分かった。ただし、鉛ビスマスの融点付近の吸熱が大きいためにナトリウム濃度1.7at.%で見られた126℃と128℃の分裂は見られなかったが、吸熱ピークの半値幅が大きいことから二つのピークが重ね合わされたものと考えられる。

3. Na 7.2at.%- LBE92.8at.%、図3-29

主要な吸熱ピーク：126.9℃

小さくブロードな吸熱ピーク：182.9℃

ナトリウム濃度3.5at.%の場合のDSC曲線とほぼ同じ傾向を示していることが分かった。187℃のブロードなピークはナトリウム濃度が高くなると次第にピークの面積が大きくなることが分かった。

4. Na 13.5at.%- LBE86.5at.%、図3-30

主要な吸熱ピーク：125.5℃、128.7℃、158.7℃、186.9℃

大きくブロードな吸熱ピーク：274.4℃

125.5℃と128.7℃の吸熱ピークが存在することとナトリウム濃度が低いとき小さくブロードだった180℃付近の吸熱ピークが明瞭なピークになっていることが分かった。また、新たに158.7℃にシャープ吸熱ピークと274.4℃をピーク値とする大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。

5. Na 18.3at.%- LBE81.7at.%, 図 3 - 3 1

主要な吸熱ピーク : 124.8°C、167.8°C、186.7°C

大きくブロードな吸熱ピーク : 287.8°C

124.8°C、167.8°Cおよび 186.7°Cにシャープな吸熱ピークが存在すること
158.7°Cに吸熱ピークと 287.8°Cをピーク値とする大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度が増加することによって、ナトリウム濃度 13.5at.%のとき 158.7°Cおよび 274.4°Cにあった吸熱ピークは高温側の 167.8°Cおよび 287.8°Cへシフトしていることが分かった。一方、鉛ビスマスの融点付近の吸熱ピークおよび 186.7°Cの吸熱ピークはほとんど変化がないことが分かった。

6. Na 20.4at.%- LBE79.6at.%, 図 3 - 3 2

主要な吸熱ピーク : 124.8°C、167.8°C、186.7°C

大きくブロードな吸熱ピーク : 287.8°C

124.8°C、167.8°Cおよび 186.7°Cにシャープな吸熱ピークが存在すること
158.7°Cに吸熱ピークと 287.8°Cをピーク値とする大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度が増加することによって、ナトリウム濃度 13.5at.%のとき 158.7°Cおよび 274.4°Cにあった吸熱ピークは高温側の 167.8°Cおよび 287.8°Cへシフトしていることが分かった。一方、鉛ビスマスの融点付近の吸熱ピークおよび 186.7°Cの吸熱ピークはシフトしなかった。鉛ビスマスの熔融に伴う 125°C付近の吸熱ピークはナトリウム濃度 20.4at.%まで存在し、これ以上の濃度では存在しないことが分かった。

7. Na 25.0at.%- LBE75.0at.%, 図 3 - 3 3

主要な吸熱ピーク : 127.6°C、176.3°C、233.1°C

大きくブロードな吸熱ピーク : 337.3°C

127.6°C、176.3°Cおよび 233.1 にシャープな吸熱ピークが存在することと
337.3°Cをピーク値とする大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度 20.4at.%まで 125°C付近に存在した鉛ビスマス単体の熔融に伴う吸熱ピークと 185.2°Cの吸熱吸熱ピークは消滅し、233.1°Cに新たに吸熱ピークが存在することが分かった。さらに、ナトリウム濃度 20.4at.%の DSC 曲線では 314.8°Cにあった大きくブロードな吸熱ピークは更に高温側の 337.3°Cにシフトして吸熱量を示すピーク面積が大きくなっていることが分かった。また、460°C付近の発熱反応を示すピークが存在することが分かった。これは示差走査熱量計のセンサー部の着色が見られることから、試料から発生

するナトリウム蒸気がセンサー部と反応をノイズと測定していると考えられる。したがって、以後の測定では示差走査熱量計のセンサー部を交換して測定を行った。

8. Na 25.5at.%- LBE74.5at.%、図3-34

主要な吸熱ピーク：128.5℃、176.1℃、218.6℃

大きくブロードな吸熱ピーク：332.5℃

128.5℃、176.1℃および218.6℃シャープな吸熱ピークが存在することと332.5℃をピーク値とする大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。吸熱ピークが存在する温度はナトリウム濃度25.0at.%とほぼ同じ温度であるが、ナトリウム濃度25.5at.%のDSC曲線では、128.5℃の吸熱ピークで吸熱量が小さくなっていることが分かった。

9. Na 31.4at.%- LBE68.6at.%、図3-35

主要な吸熱ピーク：264.9℃

大きくブロードな吸熱ピーク：343.2℃、346.0℃

264.9℃にシャープな吸熱ピークが存在することと343.2℃と346.0℃で分裂した大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度25.5at.%のとき存在が確認できた128.5℃、176.1℃および218.6℃シャープな吸熱ピークは消滅したことが分かり、ナトリウム濃度25.5at.%と31.4at.%の間で反応生成物が大きく変わったことが示唆される。

10. Na 31.6at.%- LBE 68.4at.%、図3-36

主要な吸熱ピーク：128.7℃、275.2℃

大きくブロードな吸熱ピーク：340.8℃

128.7℃と275.2℃にシャープな吸熱ピークが存在することと340.8℃に大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。128.7℃の吸熱ピークはナトリウム濃度31.4at.%のときは存在が確認できなかったが、ナトリウム濃度31.6at.%になると存在することが分かった。

11. Na 32.3at.%- LBE 67.7at.%、図3-37

主要な吸熱ピーク：128.8℃、268.9℃

大きくブロードな吸熱ピーク：340.4℃

128.8℃と268.9℃にシャープな吸熱ピークが存在することと340.4℃に大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。

12. Na 34.8at.%- LBE 65.2at.%、図 3 - 3 8

主要な吸熱ピーク : 269.7℃

大きくブロードな吸熱ピーク : 343.1℃

268.9℃にシャープな吸熱ピークが存在することと 340.4℃に大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。128℃付近のシャープな吸熱ピークは消滅したことが分かった。

13. Na 38.6at.%- LBE 61.4at.%、図 3 - 3 9

主要な吸熱ピーク : 222.1℃、272.4℃、284.0℃、

大きくブロードな吸熱ピーク : 329.0℃

222.1℃、272.4℃および 284.0℃にシャープな吸熱ピークが存在することと 329.0℃に大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。

14. Na 43.9at.%- LBE 56.1at.%、図 3 - 4 0

主要な吸熱ピーク : 221.5℃、284.1℃

大きくブロードな吸熱ピーク : 327.7℃

221.5℃と 284.1℃にシャープな吸熱ピークが存在することと 327.7℃に大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度 38.6at.%のとき存在が確認できた 272.4℃の吸熱ピークは消滅することと、330℃付近の大きくブロードな吸熱ピークの強度・面積が小さくなる傾向にあることが分かった。

15. Na 48.5at.%- LBE 51.5at.%、図 3 - 4 1

主要な吸熱ピーク : 124.9℃、220.5℃、283.4℃、319.0℃、370.5℃、406.6℃

124.9℃、220.5℃、283.4℃、319.0℃、370.5℃および 406.6℃にシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度 43.9at.%のとき存在しなかった 124.9℃、370.5℃および 406.6℃にシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。

16. Na 54.8at.%- LBE 45.2at.%、図 3 - 4 2

主要な吸熱ピーク : 221.6℃、284.6℃

小さくブロードな吸熱ピーク : 308.6℃

221.6℃と 284.6℃にシャープな吸熱ピークが存在することと 308.6℃に小さくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。一方、ナトリウム濃度 48.5at.%のとき存在した 124.9℃、370.5℃および 406.6℃に確認されたシャープ

ブな吸熱ピークは消滅することが分かった。

17. Na 55.3at.%- LBE 44.7at.%、図3-43

主要な吸熱ピーク：125.7℃、221.2℃、284.6℃、303.1℃

125.7℃、221.2℃、284.6℃および303.1℃にシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度54.8at.%のとき存在が確認できなかった125.7℃の吸熱ピークが存在することが分かった。

18. Na 55.7at.%- LBE 44.3at.%、図3-44

主要な吸熱ピーク：220.7℃、283.9℃、299.9℃

220.7℃、283.9℃および299.9℃にシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。ナトリウム濃度55.3at.%のとき存在が確認できた125.7℃の吸熱ピークは消滅したことが分かった。

19. Na 60.8at.%- LBE 39.2at.%、図3-45

主要な吸熱ピーク：220.2℃、288.1℃、306.9℃

220.2℃、288.1℃および306.9℃にシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。440℃付近の発熱を示す上向きのピークは先に述べた示差走査熱量計のセンサー部とナトリウム蒸気の反応で生じた反応に関する情報と考えられるので無視した。

20. Na 63.9at.%- LBE 36.1at.%、図3-46

主要な吸熱ピーク：220.1℃、301.3℃、307.9℃、366.8℃

220.1℃、301.3℃、307.9℃および366.8℃にシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。366.8℃の吸熱ピークはナトリウム濃度60.8at.%では存在せず、ナトリウム濃度63.9at.%のとき存在することが分かった。

21. Na 69.6at.%- LBE 30.4at.%、図3-47

主要な吸熱ピーク：295.6℃、310.7℃、404.7℃

295.6℃、310.7℃および404.7℃にシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。また、ナトリウム濃度63.9at.%のとき存在が確認できた220.1℃の吸熱ピークが消滅していることが分かった。

22. Na 76.8at.%- LBE 23.2at.%, 図 3 - 4 8

主要な吸熱ピーク : 99.8°C、309.4°C、334.1°C、357.2°C

99.8°C、309.4°C、334.1°Cおよび357.2°Cにシャープな吸熱ピークが存在することが分かった。99.8°Cの吸熱ピークはナトリウムの融点近傍であることとこの試料のナトリウム濃度が76.8at.%であることから鉛ビスマスと反応しなかった過剰量のナトリウムが単体で試料中に存在していることを示していると考えられる。

23. Na 78.4at.%- LBE 21.6at.%, 図 3 - 4 9

主要な吸熱ピーク : 99.8°C、386.4°C

大きくブロードな吸熱ピーク : 380.0°C

単体のナトリウムの溶融に伴う99.8°Cのシャープな吸熱ピークと380.0°Cと386.4°Cに分裂したピークを持つ大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。また、ナトリウム濃度76.8at.%のとき存在が確認された309.4°C、334.1°Cおよび357.2°Cにシャープな吸熱ピークは消滅していることが分かった。

24. Na 80.3at.%- LBE 19.7at.%, 図 3 - 5 0

主要な吸熱ピーク : 99.7°C

大きくブロードな吸熱ピーク : 337.4°C

単体のナトリウムの溶融に伴う99.7°Cのシャープな吸熱ピークと337.4°Cをピークとする大きくブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。また、ブロードなピーク上の259.4°Cと284.0°Cに小さな吸熱ピークが存在していることが分かった。また、ナトリウム濃度78.4at.%のとき存在が確認された380.0°Cと386.4°Cに分裂したピークを持つ大きくブロードな吸熱ピークは消滅していることが分かった。

25. Na 82.6at.%- LBE 17.4at.%, 図 3 - 5 1

主要な吸熱ピーク : 99.2°C

大きくブロードな吸熱ピーク : 345.3°C

単体のナトリウムの溶融に伴う99.2°Cのシャープな吸熱ピークと345.3°Cをピークとするブロードな吸熱ピークが存在することが分かった。また、ブロードなピーク上の292.3°Cに小さな吸熱ピークが存在していることが分かった。

26. Na 86.0at.%- LBE 14.0at.%、図 3 - 5 2

主要な吸熱ピーク：100.3℃

単体のナトリウムの溶融に伴う 100.3℃の吸熱ピークとナトリウム濃度 82.6at.%で見られた 293℃および 345℃のブロードな吸熱ピークがわずかに存在していることが分かった。

本試験で得られた各示差走査熱量分析結果中の溶融や相転移等の試料に変化があったことを示す DSC 曲線上の吸熱ピークおよび発熱ピークについて、それぞれのピーク温度とナトリウム濃度の関係を図 3 - 5 3 に示す。この結果から次のことが明らかとなった。

1. ナトリウム濃度が約 20at.%以下では、鉛ビスマス共晶合金の溶融に伴う吸熱ピークと Bi-Na、Pb-Na、Bi-Pb 二元化合物の吸熱ピークで同定出来ない複数の吸熱ピークが観察されることから、鉛ビスマス共晶合金と複数の反応生成物が共存していること、
2. ナトリウム濃度が約 80at.%以上では、ナトリウムの溶融に伴う吸熱ピークと Bi-Na、Pb-Na、Bi-Pb 二元化合物の吸熱ピークで同定出来ない複数の吸熱ピークが観察されることから、ナトリウムと複数の反応生成物が共存していること、
3. ナトリウム濃度が約 20~80at.%の間では、ナトリウムおよび鉛ビスマスの溶融に伴う吸熱ピークが観察されず、Bi-Na、Pb-Na、Bi-Pb 二元化合物の吸熱ピークで同定出来ない複数の吸熱ピークが観察されることから、ナトリウムおよび鉛ビスマス共晶合金は単体で存在せず、複数の反応生成物のみが存在すること、
4. 各反応生成物の存在を示す吸熱ピークの熱量変化がナトリウム濃度に依存することから、複数の反応生成物はナトリウム濃度に依存して、その種類と生成率が変化していることが明らかとなった。

4. 考察

4. 1 前処理試験による反応熱量とナトリウム濃度の関係

前処理試験で得た図3-1から図3-26に示す示差走査熱量分析結果と組成分析の結果より、各試料のナトリウム濃度とナトリウムと鉛ビスマスの反応によって生じた総発熱量の関係を表4-1および図4-1に示す。図4-1から全体の傾向として試料1g当たりのナトリウムと鉛ビスマスの反応に伴う総発熱量は、試料中のナトリウムの濃度に比例して増大する傾向にあることが分かった。

一方、ナトリウム濃度が50~80at.%の領域では、それぞれの領域で反応熱量が大凡変化しないように見える。これはそれぞれのナトリウム濃度の領域で生成する反応生成物が異なっていること、即ち反応生成物の生成エンタルピーの違いに起因していると考えられる。しかし、今回の前処理試験では反応の有無を確認することに主眼を置いていたために、精度の高い熱量測定とは言いがたい。その結果、実験データにバラツキが存在すると思われ、さらに精度の高い熱量測定を行う必要がある。

前処理試験では、ナトリウムと鉛ビスマスの反応を調べるために、示差走査熱量分析を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。

1. 今回の試験条件下では、ナトリウムと鉛ビスマスはすべての組成比で反応する。
2. ナトリウムと鉛ビスマスの反応は発熱反応であり、その試料1g当たりの総発熱量はナトリウムの濃度に比例して増大する傾向にある。

4. 2 本試験結果とナトリウム濃度の関係

Na-Pb 二元状態図を図 4-2 に、Na-Bi 二元状態図を図 4-3 に、Pb-Bi 二元状態図を図 4-4 に示す。これらの二元状態図上に示されるナトリウム、鉛、ビスマスの融点や種々の二元化合物の融点や相転移温度等の熱分析データを表 4-2 に示す。³⁾ さらに、これらの熱分析データを本試験で得た図 3-5 3 に同時に示した結果を図 4-5 に示す。その結果、ナトリウムの融点と鉛ビスマスの熔融温度に対応する吸熱ピーク温度は両者がほぼ一致することが確認できる。一方、それ以外の種々の二元系化合物に由来する吸熱ピーク温度については二元状態図上の熱分析データと系統的に合致するものがないことが分かった。したがって、今回の試験の温度（昇温方法を含む）、組成比、雰囲気などの条件下では、複数存在することが確認された反応生成物は二元化合物の形態をとらないことが分かった。この結果は、本試験で確認された複数の反応生成物が三元金属間化合物として存在している可能性が高いことを示唆していると考えられる。これら複数の三元金属間化合物については、今後、この試験と同様の手法で試料の回収試験を行い、回収した試料を X 線回折法や組成分析等の同定方法を用いて分析を行い、その組成や構造等を明らかにする予定である。

5. 結言

ナトリウムと鉛ビスマススの反応（反応の有無、反応温度および反応熱量）を調べるために、示差走査熱量分析計を用いた前処理試験を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。

1. 今回の試験条件下では、ナトリウムと鉛ビスマススはすべての組成比で反応する。
2. ナトリウムと鉛ビスマススの反応は発熱反応であり、試料 1g 当たりの総発熱量はナトリウムの濃度に比例して増大する傾向にある。

前処理試験によって、ナトリウムと鉛ビスマススが反応した試料について、試料中の反応生成物、ナトリウム、鉛ビスマススの相関係を調べるために、前処理試験に連続した示差走査熱量分析計を用いた本試験を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。

1. ナトリウム濃度が約 20at.%以下では鉛ビスマスス共晶合金と複数の反応生成物が共存している。
2. ナトリウム濃度が約 80at.%以上ではナトリウムと複数の反応生成物が共存している。
3. ナトリウム濃度が約 20~80at.%の間ではナトリウムおよび鉛ビスマスス共晶合金は単体で存在せず、複数の反応生成物のみが存在する。
4. 複数の反応生成物はナトリウム濃度によって、その種類と生成率が変化している。
5. 今回の試験条件下で存在が確認された複数の反応生成物の溶融や相転移に伴う熱分析結果とナトリウム-鉛、ナトリウム-ビスマスス、鉛-ビスマススの各二元状態図上の熱分析データは、ナトリウムの融点と鉛ビスマスス共晶点以外は一致しないことから、複数の反応生成物は三元化合物である可能性が高いことが示唆された。

今後は、今回の示差走査熱量分析で評価できなかったナトリウムおよび鉛ビスマススの高濃度側の溶解度を測定することによってデータの補間を行う。また、ナトリウムと鉛ビスマススの反応で生じた種々の反応生成物の定性分析を予定している。

謝辞

本研究を遂行するに当たり、要素技術開発部・熱化学安全試験グループの宮原信哉グループリーダー、浜田広次サブリーダー、大野修司チームリーダーおよび斉藤淳一サブチームリーダーのご助言・ご協力を頂いた。ここに深く感謝の意を表します。また、試験および分析において、多大なるご助力を頂いた、東興機械株式会社の鈴木和右氏および㈱化研の吉田茂氏に心より感謝します。

参考文献

- 1) 堀 徹、川崎信史、笠井重夫、此村 守、“ナトリウム冷却炉の二次系簡素化概念に関する研究－平成 12～13 年度の研究成果のまとめ－”、JNC TY9400 2002-018、(2002)
- 2) 神戸博太郎、小澤丈夫編，新版熱分析，講談社サイエンティフィク，1992
- 3) T. B. Massalski et al.: Binary Alloy Phase Diagram 2nd. Edition、ASM、Ohio, p.762, p773, p2722(1990)

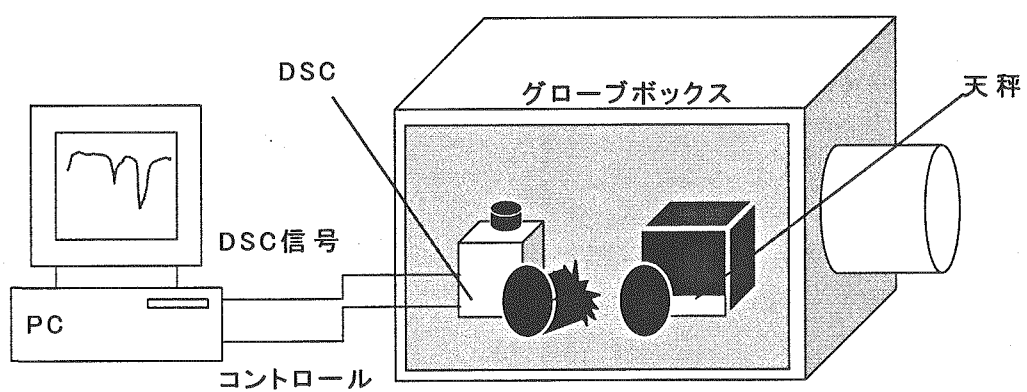


図 2 - 1 試験装置の概略図

表 2 - 1 示差走査熱量分析時のグローブボックス内雰囲気

実験 No.	前処理試験時		本試験時	
	酸素濃度 (ppm)	水分濃度 (ppm)	酸素濃度 (ppm)	水分濃度 (ppm)
#1	4	<1	5	<1
#2	10	1	10	1
#3	5	1	7	2
#4	7	1	9	1
#5	5	1	6	1
#6	8	<1	8	<1
#7	8	1	9	1
#8	5	1	7	1
#9	8	<1	8	<1
#10	7	2	8	2
#11	10	1	10	1
#12	9	2	8	1
#13	9	<1	9	<1
#14	9	1	10	1
#15	7	<1	8	<1
#16	10	<1	10	<1
#17	8	1	9	2
#18	4	1	5	<1
#19	15	2	1	2
#20	7	<1	7	<1
#21	1	1	3	1
#22	3	1	2	1
#23	1	1	8	1
#24	7	1	10	1
#25	9	1	9	1
#26	9	1	2	1

表 2 - 2 示差走査熱量分析測定条件

温度	室温～500℃
昇温速度	10℃/min
雰囲気	20～30ml/min 高純度アルゴン

表 2 - 3 試験に使用したナトリウムおよび鉛ビスマスの重量

実験 No.	Na 充填量 (mg)	鉛ビスマス充填量 (mg)	重量比 wt. %LBE	原子比 at. %LBE
#1	0.1	16.8	99.41	94.86
#2	0.2	34.3	99.42	94.96
#3	0.7	84.7	99.18	93.00
#4	0.8	29	97.32	79.92
#5	0.4	17.9	97.81	83.09
#6	0.5	8.2	94.25	64.29
#7	1	24.8	96.12	73.13
#8	1.4	38.1	96.46	74.92
#9	1.6	27.2	94.44	65.11
#10	1.9	31.9	94.38	64.83
#11	0.7	13.6	95.10	68.08
#12	1.8	30.2	94.38	64.81
#13	1.1	17.4	94.05	63.45
#14	1.8	19.9	91.71	54.82
#15	1.7	13.2	88.59	46.01
#16	2.3	16.4	87.70	43.90
#17	2.6	17.1	86.80	41.93
#18	2.1	13.5	86.54	41.37
#19	1.3	8.1	86.17	40.62
#20	1.9	9.5	83.33	35.44
#21	1.8	7.4	80.43	31.09
#22	1.4	3.4	70.83	21.05
#23	4.8	10.9	69.43	19.95
#24	1.1	3.8	77.55	27.49
#25	5.4	10.4	65.82	17.45
#26	0.6	0.7	53.85	11.35

表 2 - 4 ICP 発光分光分析装置の測定条件

測定波長	Na : 589.592nm
	Pb : 220.353nm
	Bi : 223.061nm
分析モード	定量
測定モード	検量線法
走査モード	積分法
積分時間	200ms

表 3 - 1 前処理試験および本試験終了後の試料の組成分析結果

	Na 分析値 (at.%)	Pb 分析値 (at.%)	Bi 分析値 (at.%)	Pb /Bi
#1	1.7	44.3	54.0	0.820
#2	3.5	43.4	53.1	0.817
#3	7.2	41.1	51.7	0.795
#4	13.5	38.8	47.7	0.813
#5	18.3	36.7	45.0	0.816
#6	20.4	35.9	43.7	0.822
#7	25.0	33.2	41.8	0.794
#8	25.5	33.5	41.0	0.817
#9	31.4	30.7	37.9	0.810
#10	31.6	30.7	37.7	0.814
#11	32.3	30.4	37.3	0.815
#12	34.7	28.9	36.4	0.794
#13	38.6	27.5	33.9	0.811
#14	43.9	25.1	31.0	0.810
#15	48.5	23.1	28.4	0.813
#16	54.8	20.4	24.8	0.823
#17	55.3	20.1	24.6	0.817
#18	55.7	19.8	24.4	0.811
#19	60.8	17.6	21.6	0.815
#20	63.9	16.2	19.9	0.814
#21	69.6	13.7	16.7	0.820
#22	76.8	10.5	12.7	0.827
#23	78.4	9.7	11.9	0.815
#24	80.3	8.8	10.9	0.807
#25	82.6	7.8	9.6	0.813
#26	86.0	6.3	7.7	0.818

ファイル名: Na 1.7at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/25
 試料番号: 03022501
 試料名: PbBiNa Na5at%(目標)
 試料量: 16.900[mg]
 コメント: Na:0.1mg LBE:16.8mg O:4ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

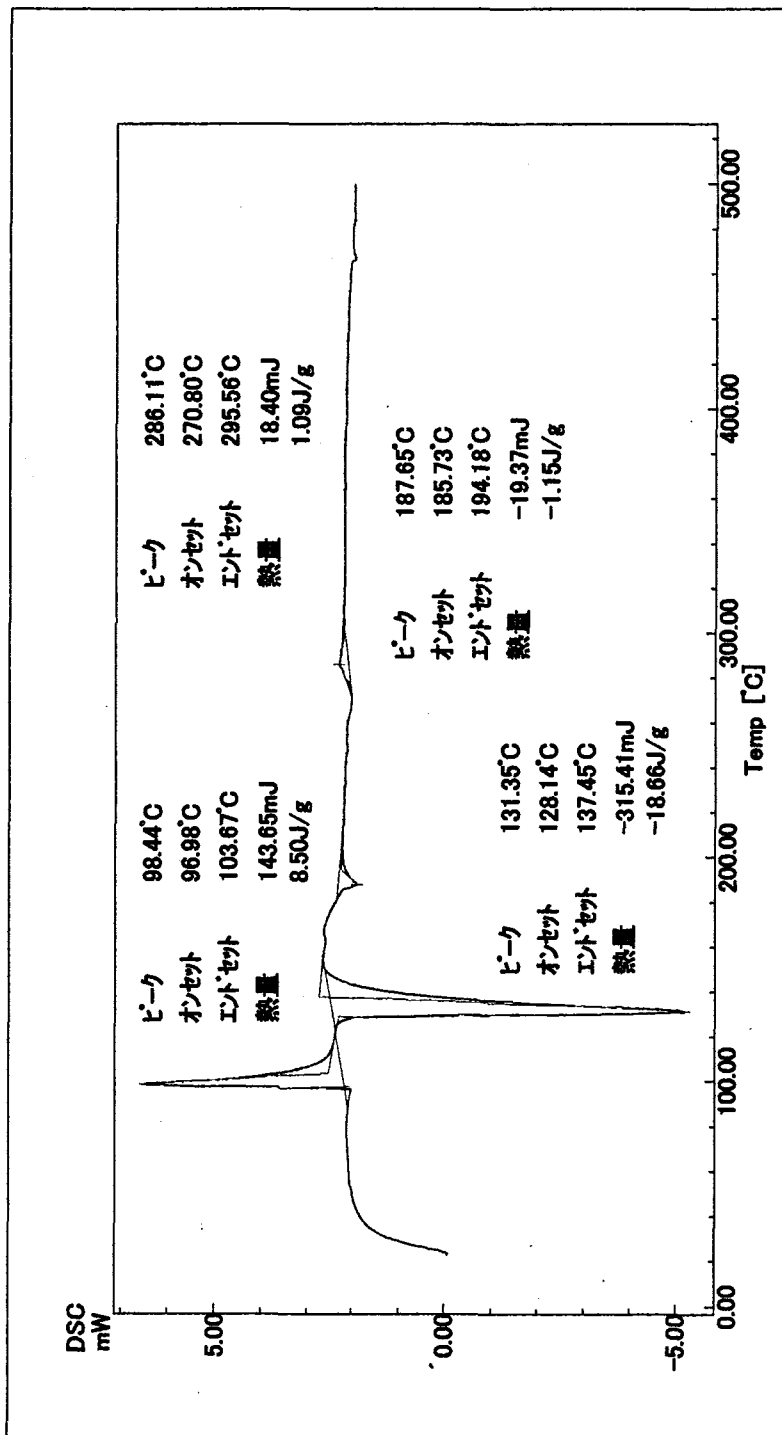


図3-1 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:1.7at.%)

ファイル名: Na 3.5at%前処理試験.tad
 収集日: 03/03/07
 印外番号: 03030703
 試料名: PbBiNa Na5at%(目標)
 試料量: 34.500[mg]
 コメント: Na:0.2mg LBE:34.3mg O:10ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

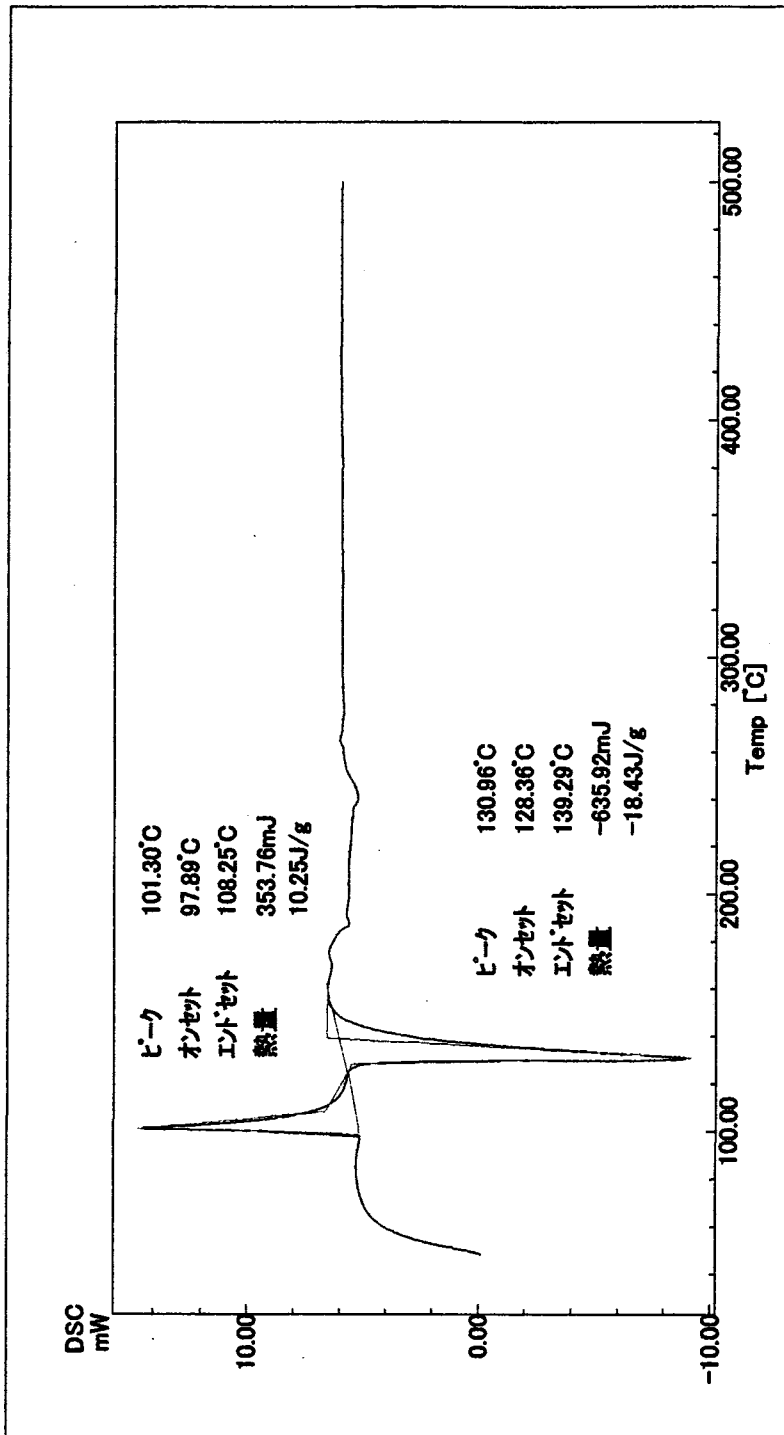


図3-2 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:3.5at.%)

ファイル名: Na 7.2at%前処理試験.tad
 収集日: 03/04/03
 社内番号: 0304031
 試料名: PbBiNe Na5at%(目標)
 試料量: 85.400[mg]
 コメント: Na:0.7mg LBE:84.7mg O2:5ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 10.00 [C/min]
 ホールド温度 500.0 [C]
 ホールド時間 0 [min]

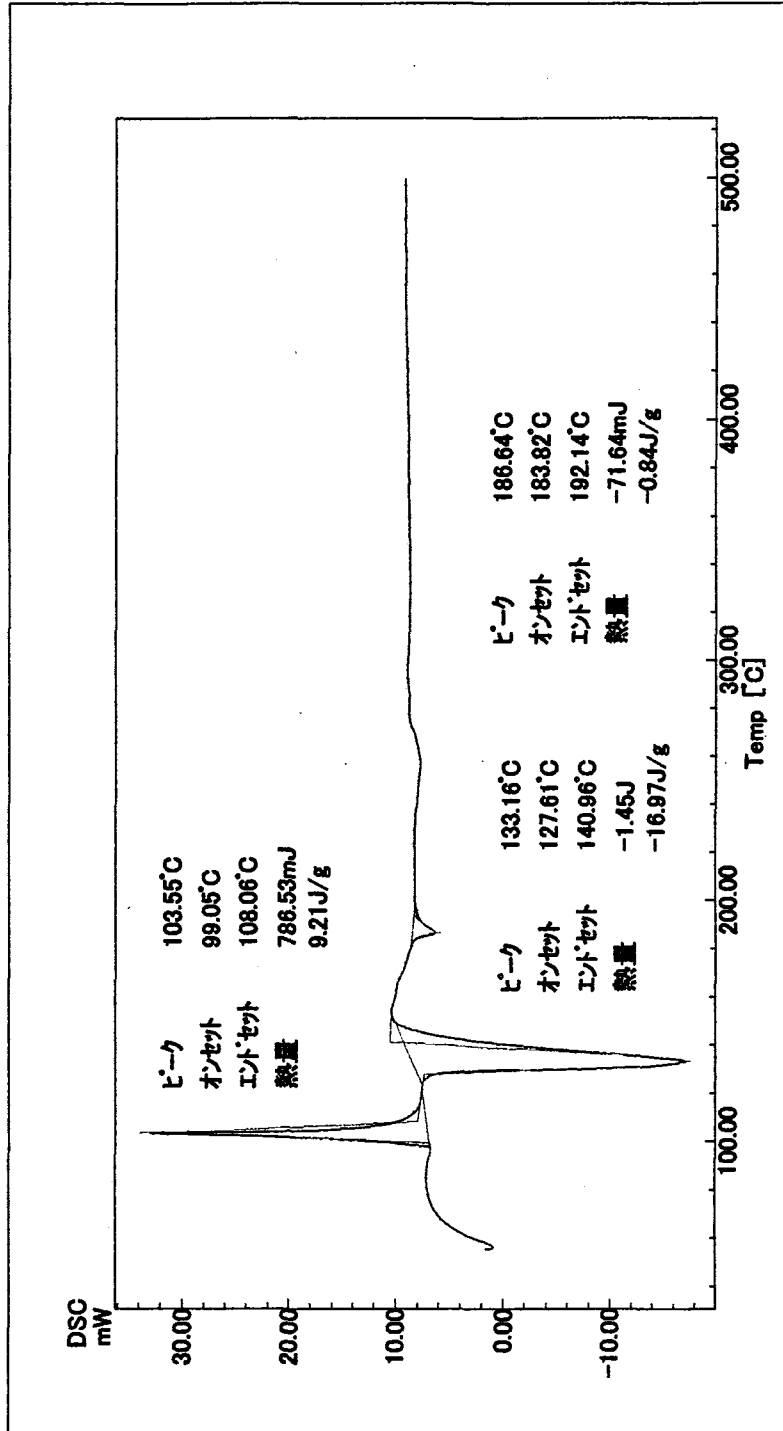


図3-3 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:7.2at.%)

ファイル名: Na 13.5at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/19
 DTA番号: 03021901
 試料名: PbBiNa Na20at%(目標)
 試料量: 29.800[mg]
 コメント: Na:0.8mgLB:29.0mg O:7ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホット温度 ホット時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

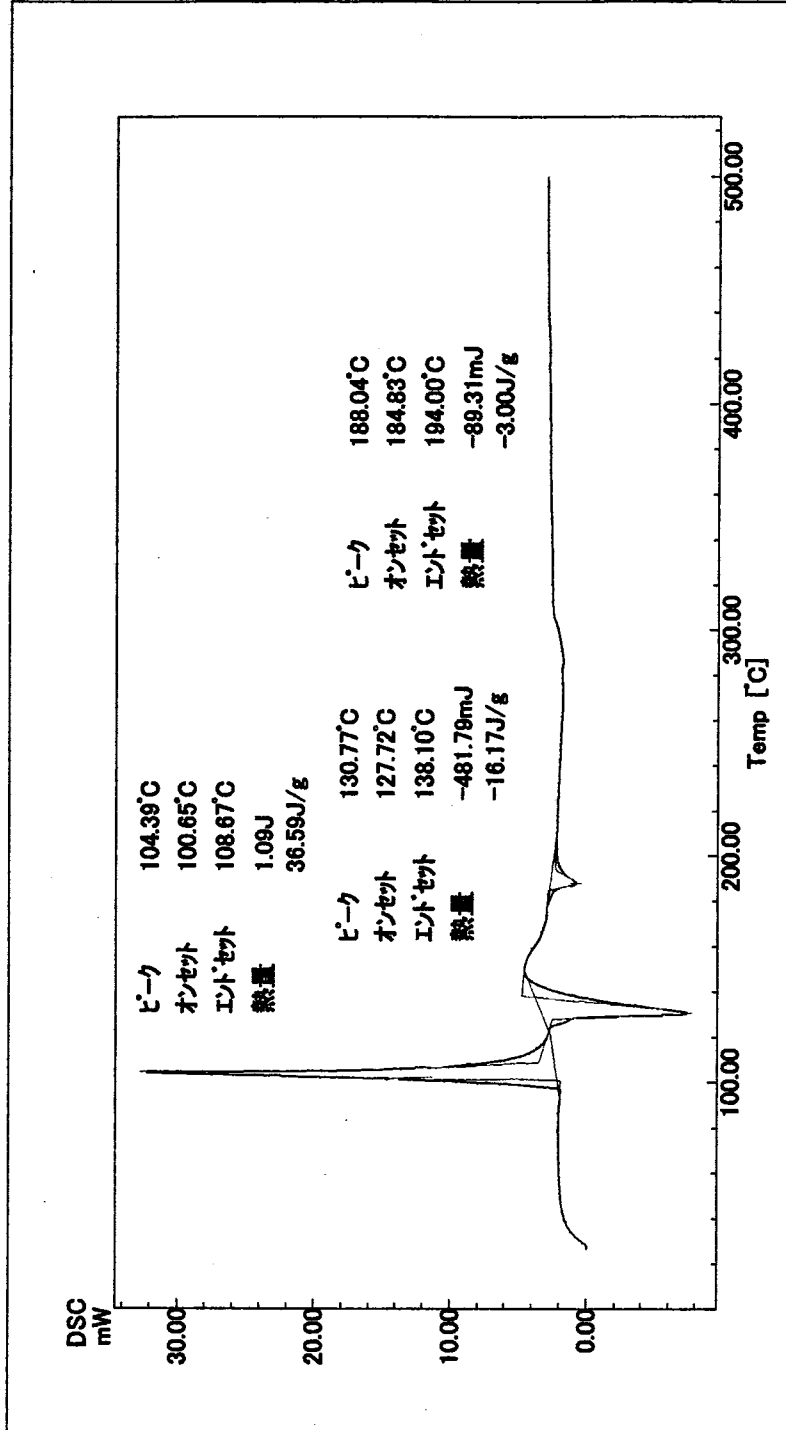


図3-4 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:13.5at.%)

ファイル名: Na 20.4at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/20
 データ番号: 03022001
 試料名: PbBiNa Na35at%(目標)
 試料量: 8.700[mg]
 コメント: Na:0.5mg LBE:8.2mg O:8ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 スタート温度 [C] 500.0
 スタート時間 [min] 0

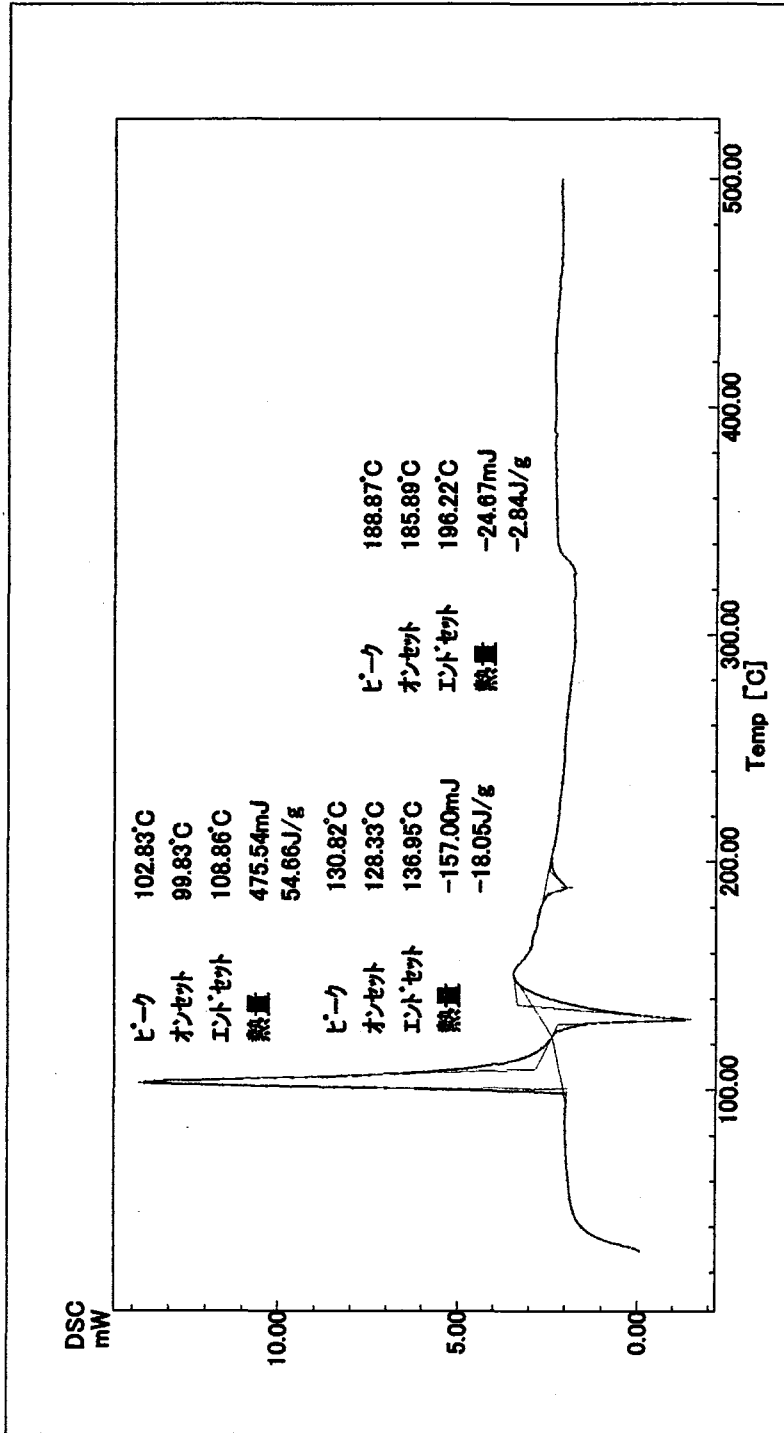


図 3-6 前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:20.4at.%)

ファイル名: Na 25.0at%前処理試験.tad
 収集日: 03/04/04
 サンプル番号: 0304041
 試料名: PbBiNa Na27at%(目標)
 試料量: 25.800[mg]
 コメント: Na:1.0mg LBE:24.8 O2:8ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

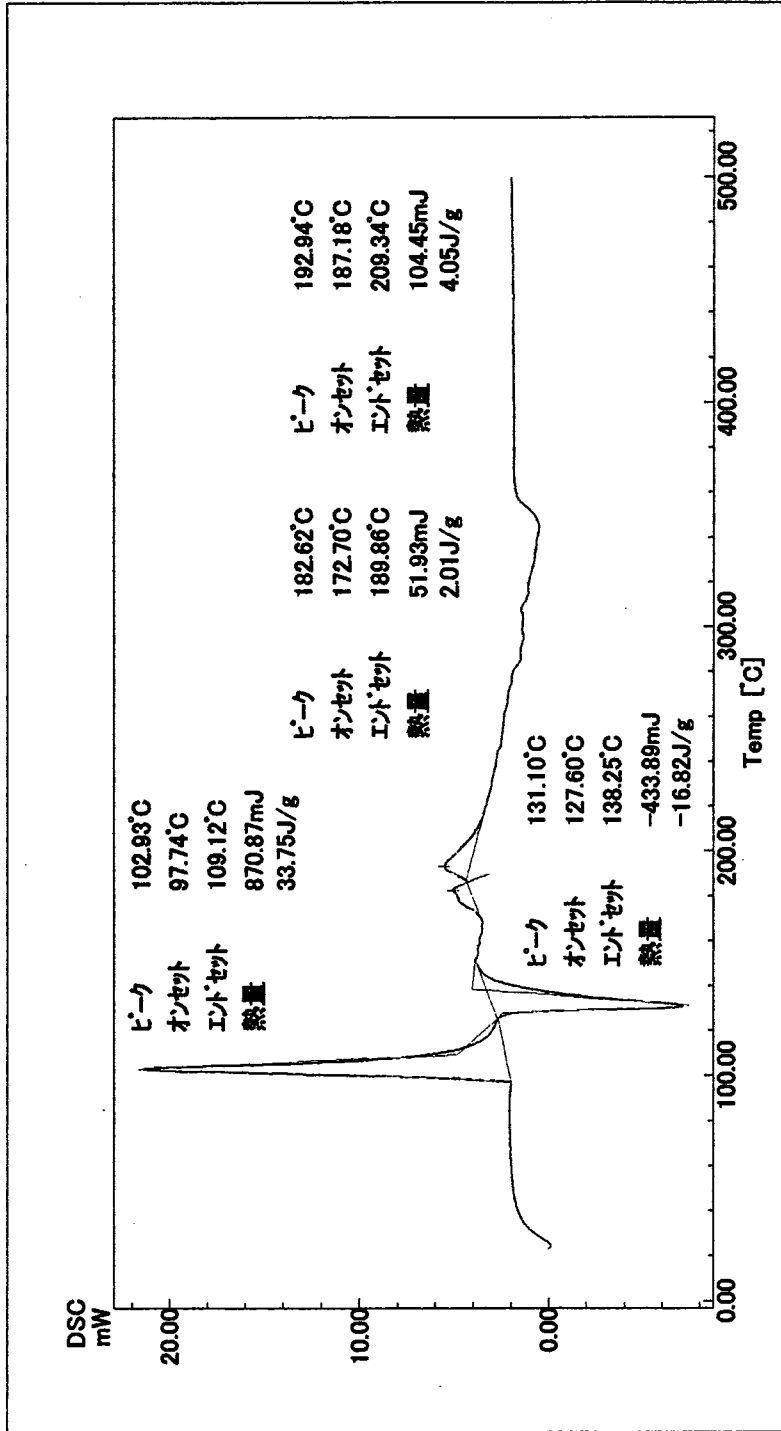


図 3-7 前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:25.0at.%)

ファイル名: Na_25.5sat%前処理試験.tad
 収集日: 03/03/10
 試料番号: 03031001
 試料名: PbBiNa_Na25sat%(目標)
 試料量: 39.500[mg]
 コメント: Na:1.4mg LBE:38.1mg O:5ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

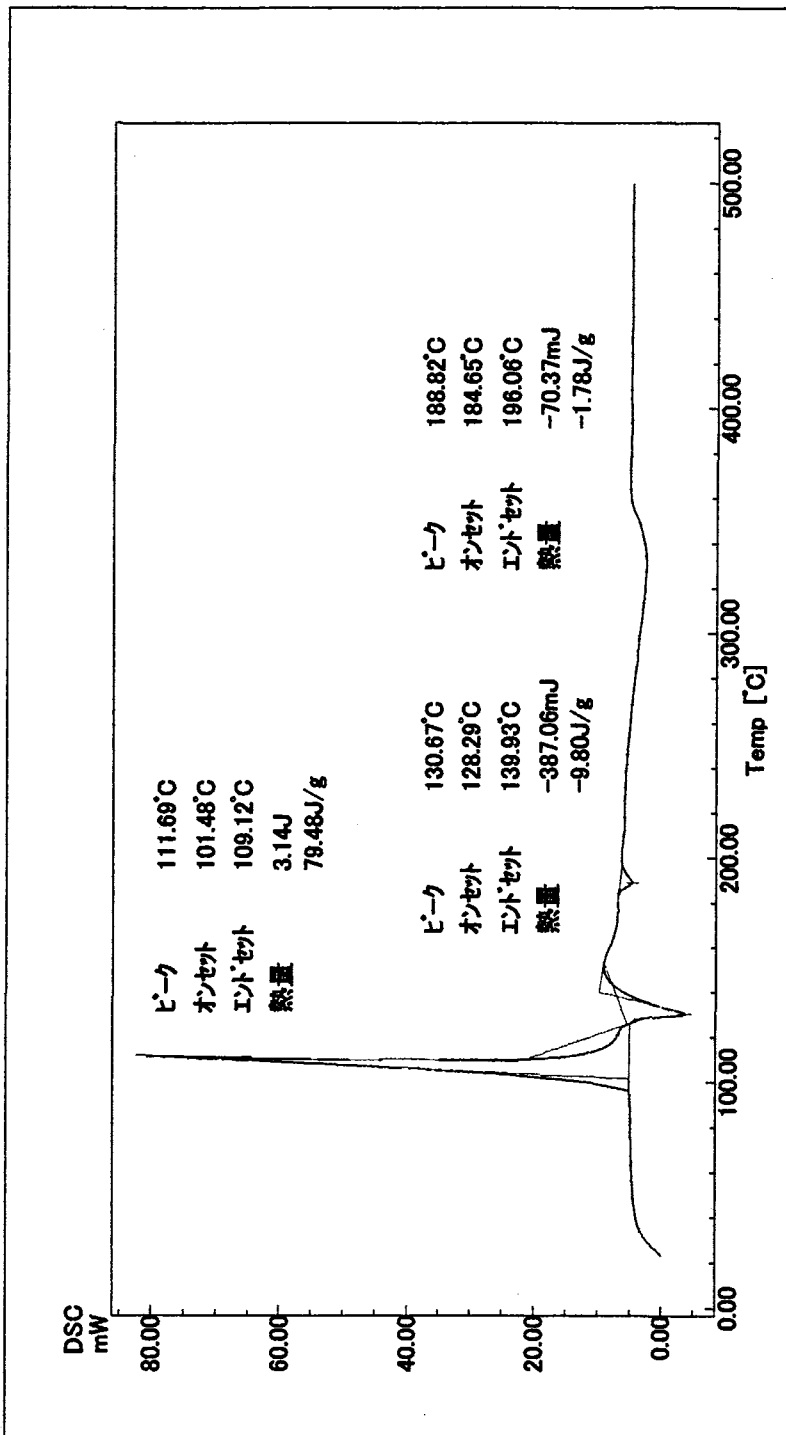


図3-8 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:25.5at.%)

ファイル名: Na 31.4at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/25
 印外番号: 03022503
 試料名: PbBiNa Na25at%(目標)
 試料量: 28.800[mg]
 コメント: Na:1.6mg LBE:27.2mg O:8ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

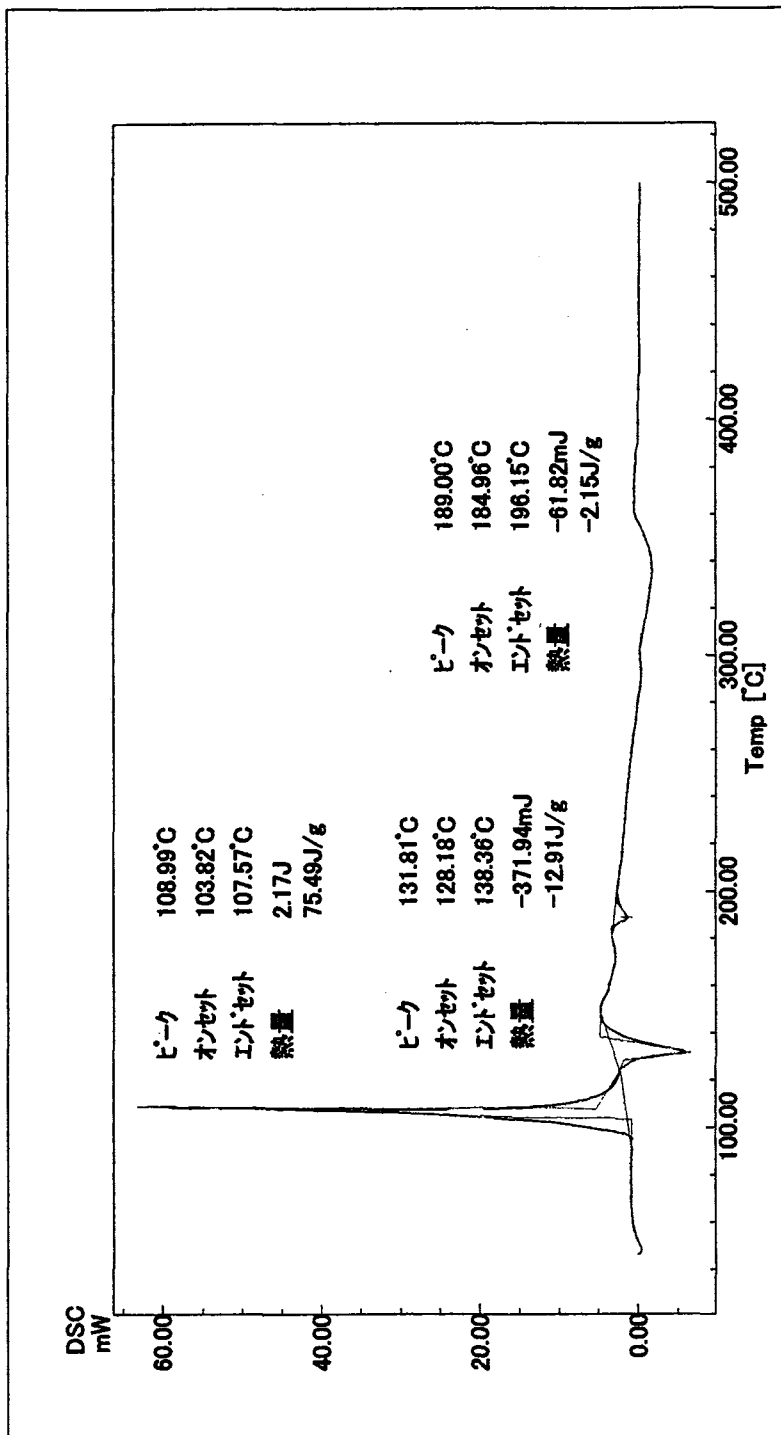


図3-9 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:31.4at.%)

ファイル名: Na_31.6at%前処理試験.tad
 収集日: 03/03/06
 試料番号: 03030601
 試料名: PbBiNa Na35at%(目標)
 試料量: 33.800[mg]
 コメント: Na:1.9mg LBE:31.9mg O:7ppm H2O:2ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

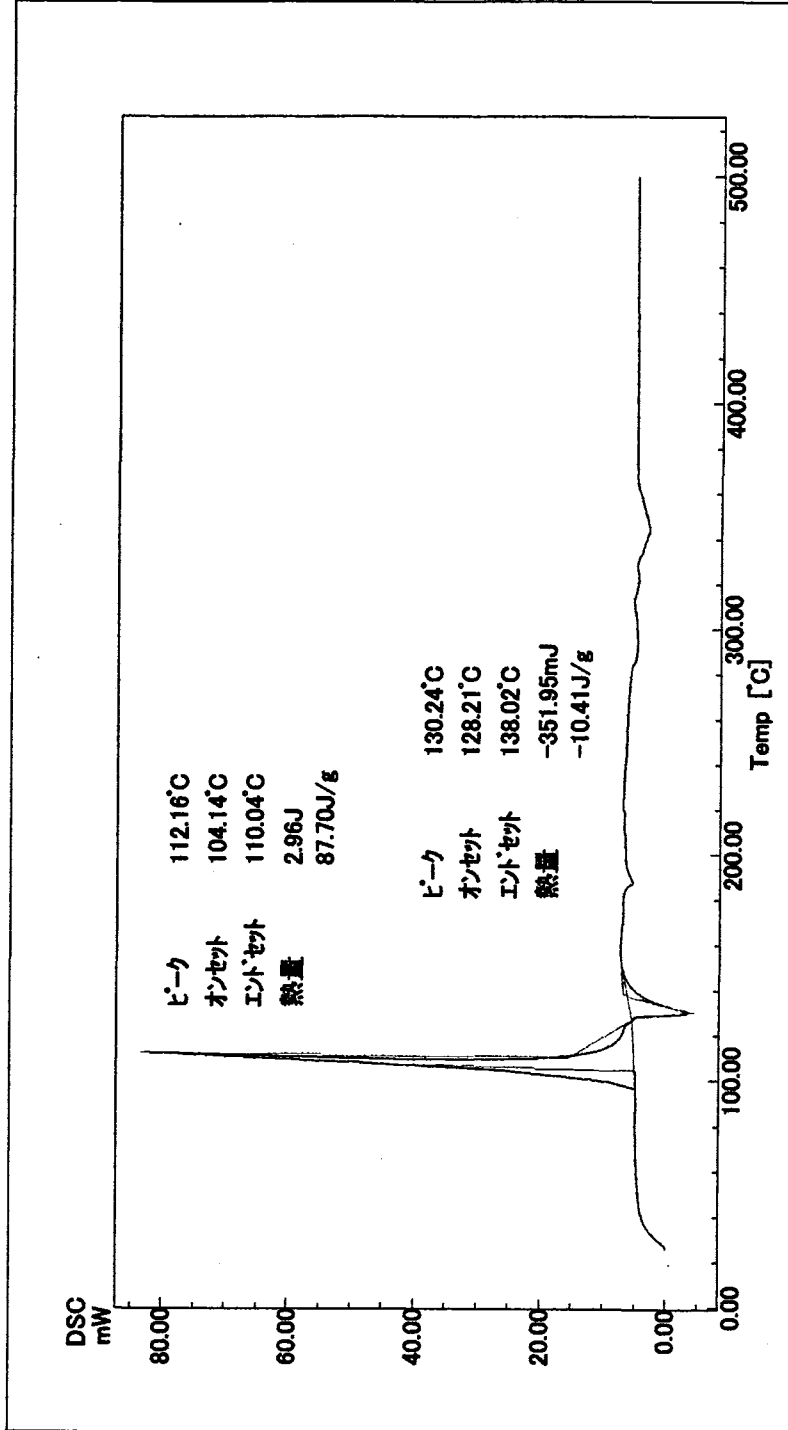


図3-10 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:31.6at.%)

ファイル名: Na 32.3at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/19
 DDT番号: 03021903
 試料名: PbBiNa Na32at%(目標)
 試料量: 14.300[mg]
 コメント: Na:0.7mgLBE:13.6mg O:10ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホール温度 [C] 500.0
 ホール時間 [min] 0

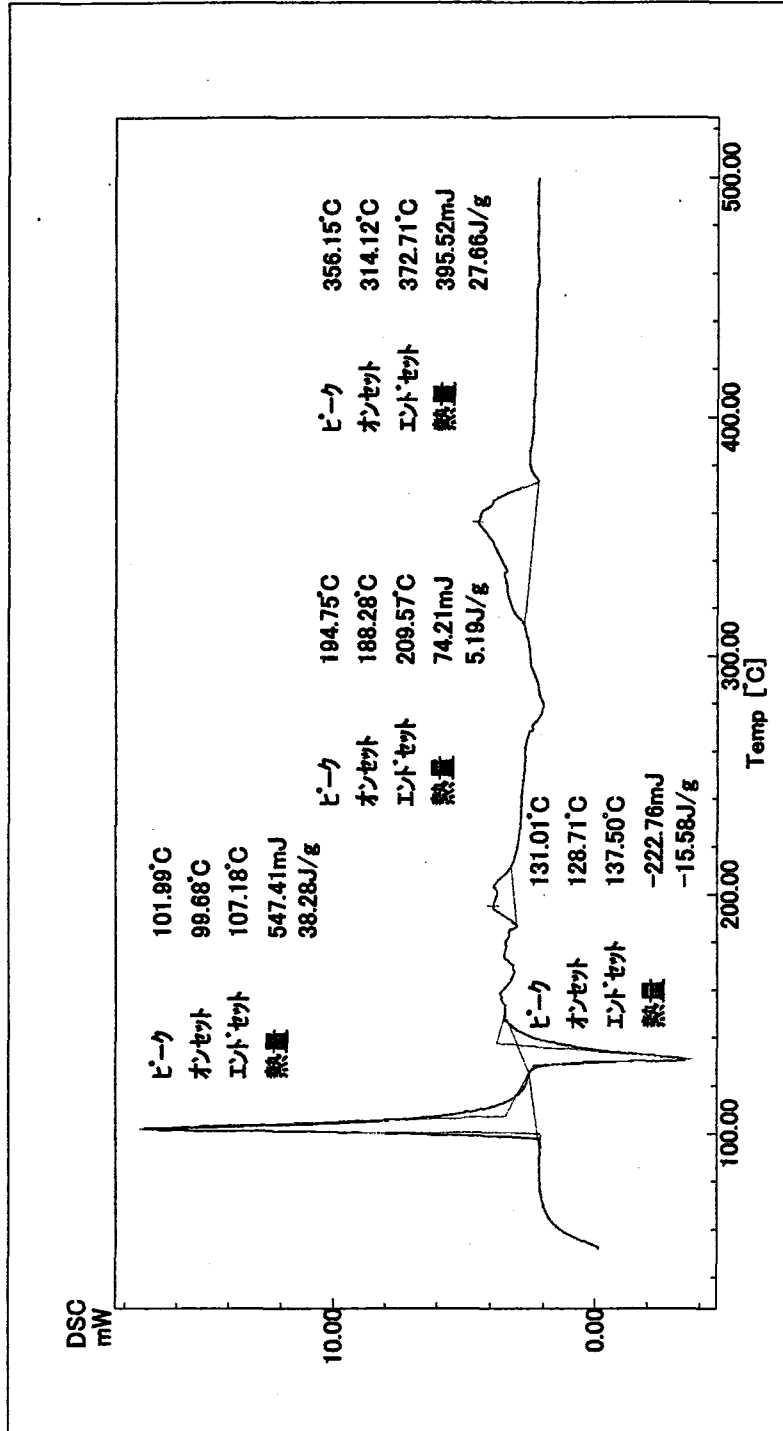


図 3-1-1 前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:32.3at.%)

ファイル名: Na 34.8at%前処理試験.tad
 収集日: 03/04/08
 ログ番号: 0304081
 試料名: PbBiNa35%(目標)
 試料量: 32.000[mg]
 コメント: Na:1.8mg LBE:30.2mg O2:9ppm H2O:2ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホット温度 ホット時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

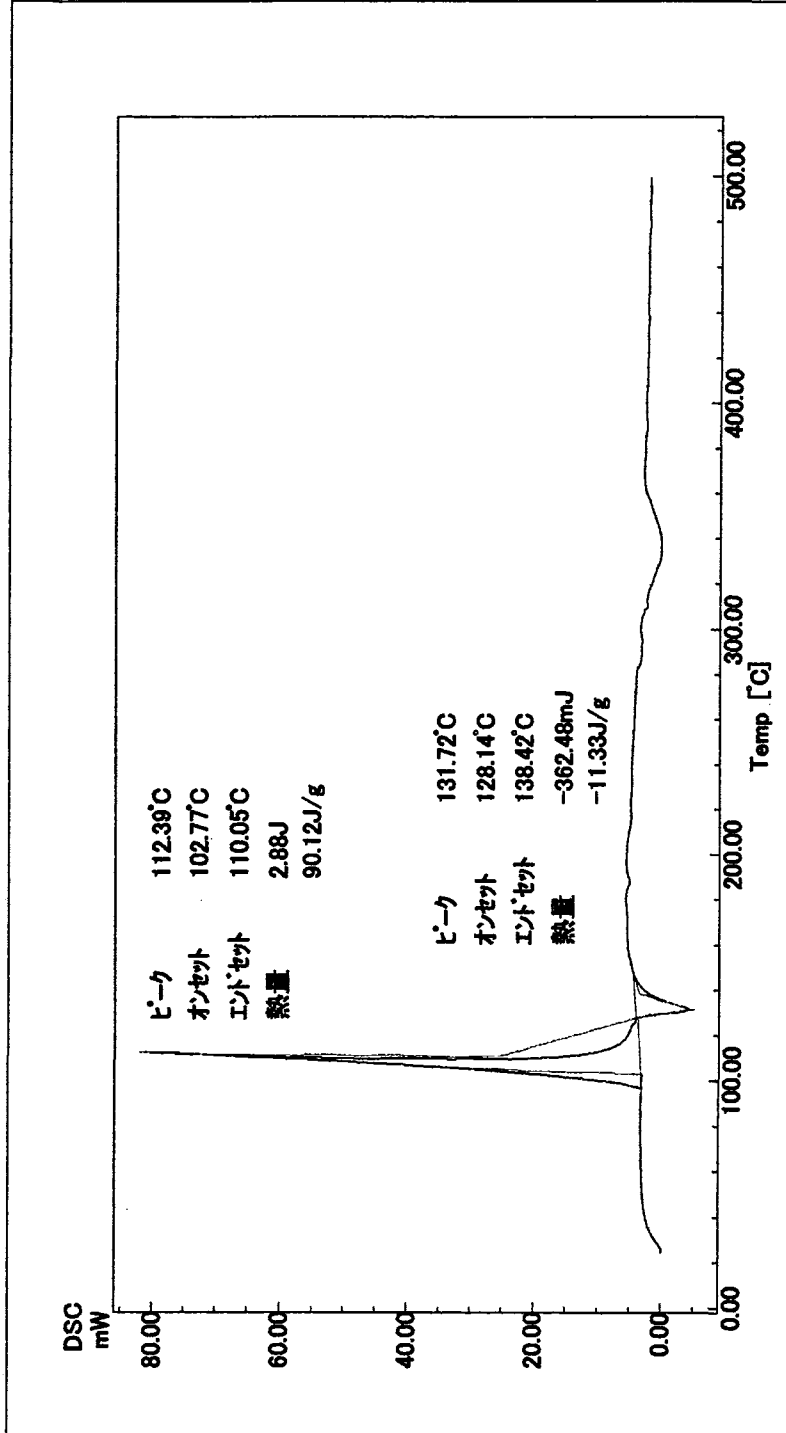


図3-12 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:34.8at.%)

ファイル名: Na 43.9at%前処理試験tad
 収集日: 03/03/10
 ID: 番号: 03031003
 試料名: PbBiNa Na45at%(目標)
 試料量: 21.700[mg]
 コメント: Na:1.8mg LBE:19.9mg O:9ppm H2O:1ppr

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

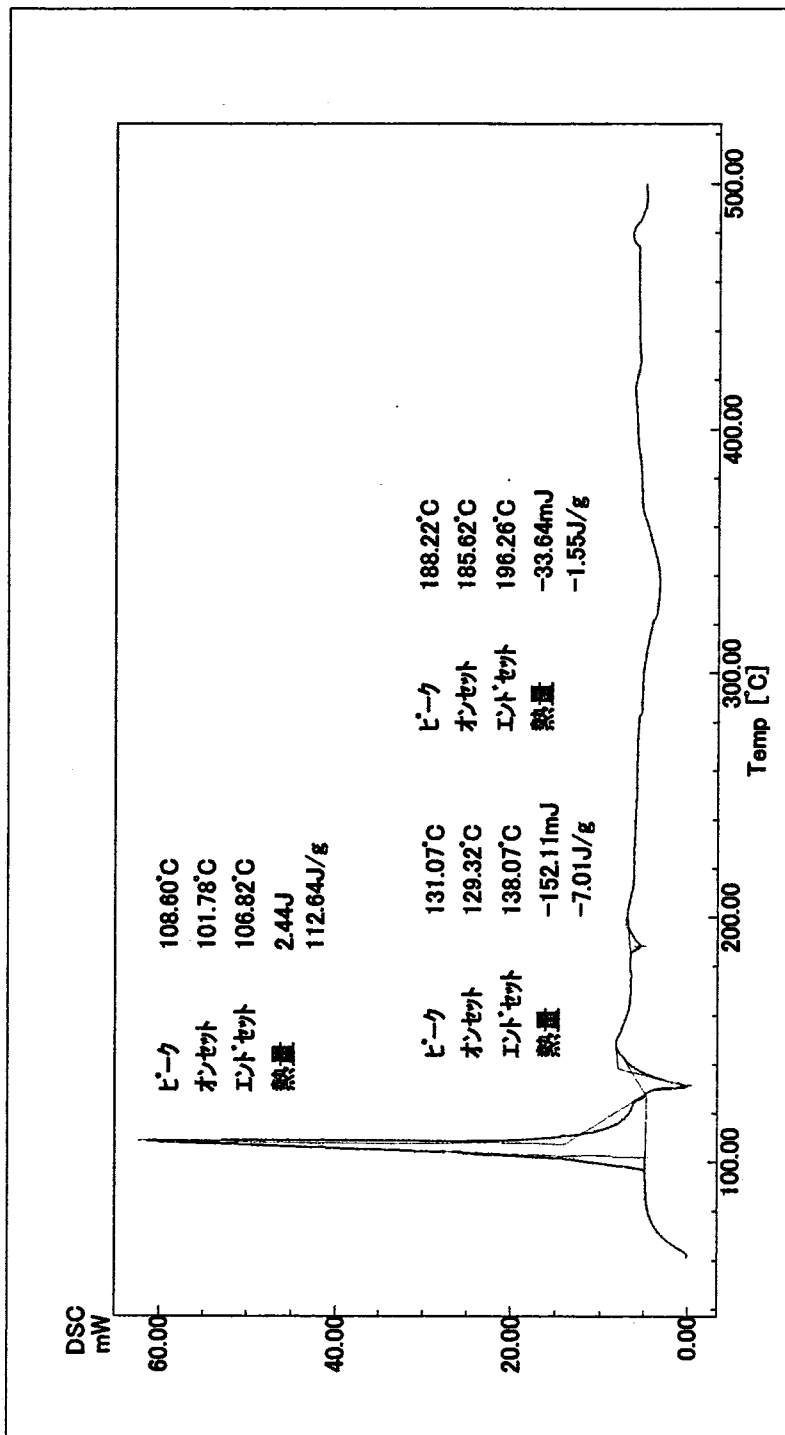


図3-1-4 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:43.9at.%)

ファイル名: Na 48.5at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/21
 炉番号: 03022101
 試料名: PbBiNa Na54at%(目標)
 試料量: 14.900[mg]
 コメント: Na:1.7mg LBE:13.2mg O:7ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホット温度 ホット時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

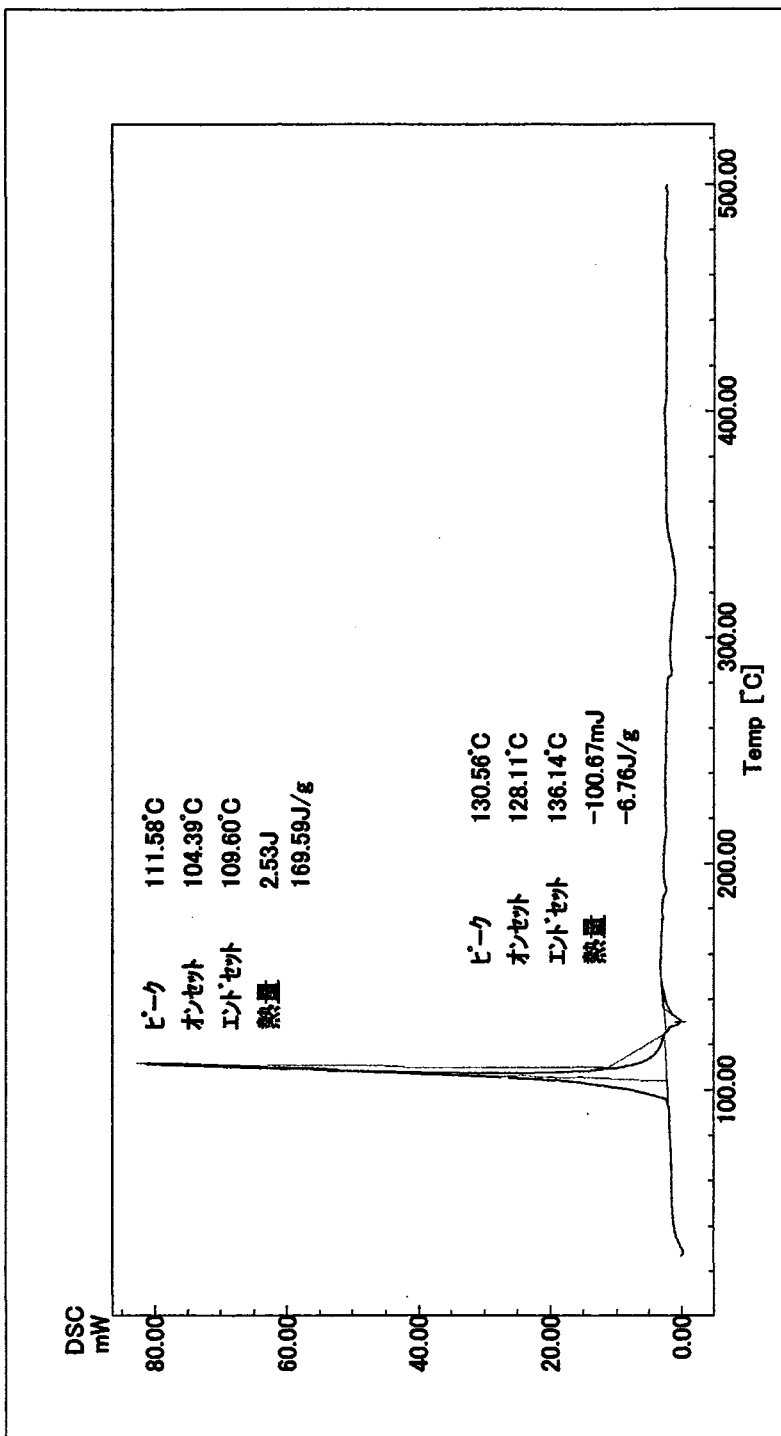


図3-15 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:48.5at.%)

ファイル名: Na 54.8at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/21
 試料番号: 03022103
 試料名: PbBiNa Na56at%(目標)
 試料量: 18.700[mg]
 コメント: Na:2.3mg LBE:16.4mg O:10ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 昇温速度 [C/min] 10.00
 昇温時間 [min] 0

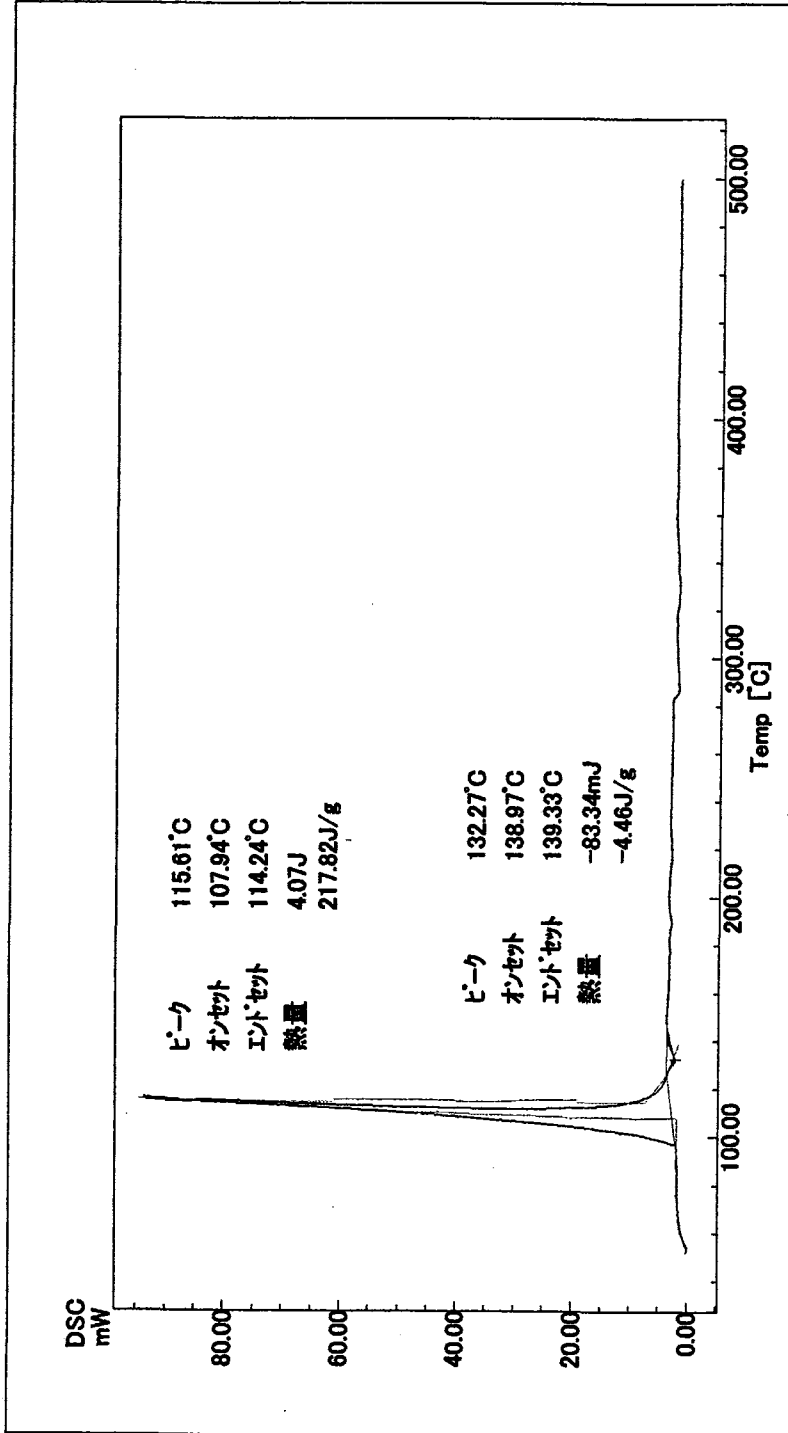


図3-16 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:54.8at.%)

ファイル名: Na 55.3at%前処理試験.tad
 収集日: 03/03/07
 DTA番号: 03030701
 試料名: PbBiNa Na58at%(目標)
 試料量: 19.700[mg]
 コメント: Na:2.6mg LBE:17.1mg O:8ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

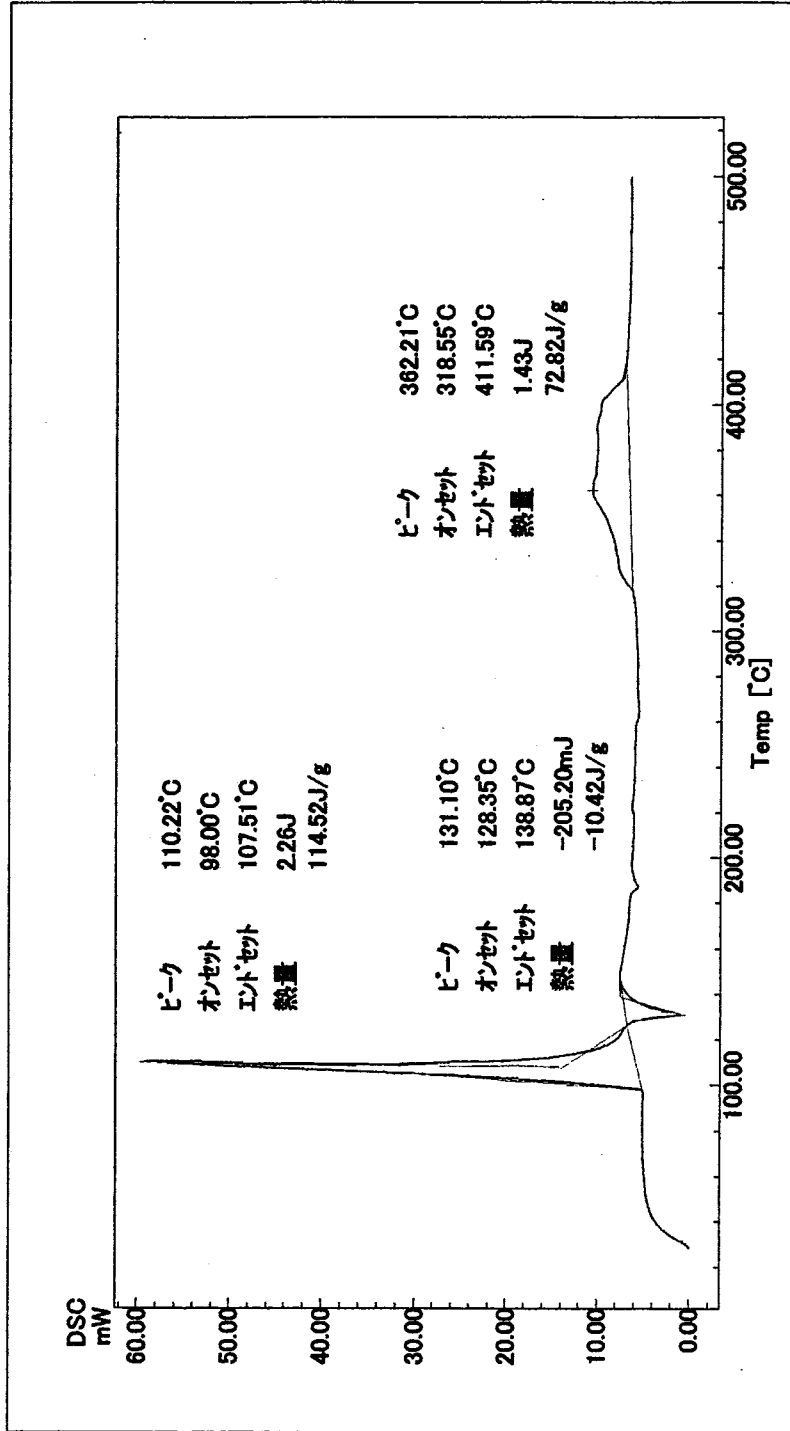


図 3-1-7 前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:55.3at.%)

ファイル名: Na 55.7at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/24
 試料番号: 03022401
 試料名: PbBiNa Na58at%(目標)
 試料量: 15.600[mg]
 コメント: Na:2.1mg LBE:13.5mg O:4ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 昇温温度 [C] 500.0
 昇温時間 [min] 0

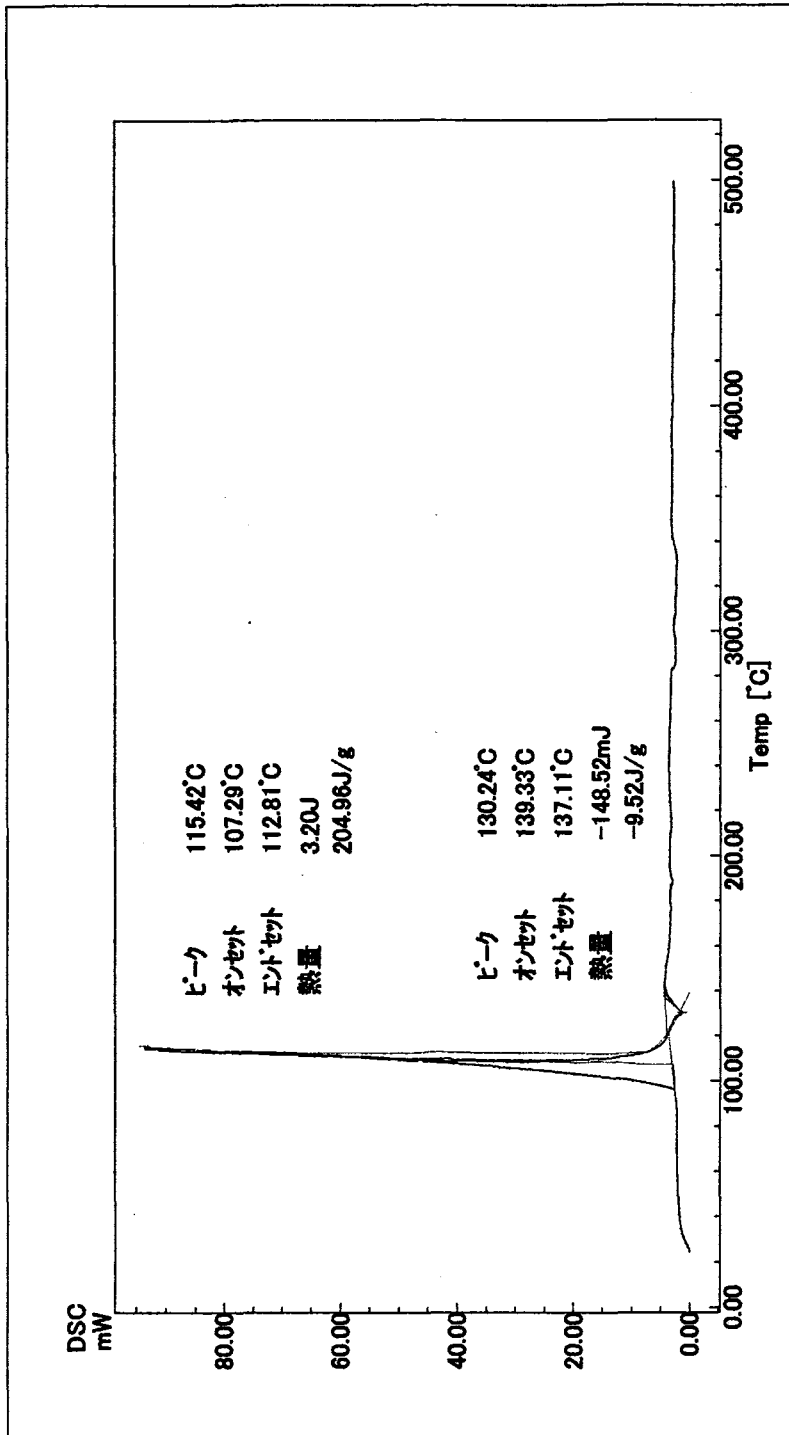


図3-18 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:55.7at.%)

ファイル名: Na 60.8at%前処理試験.tad
 収集日: 02/11/12
 サンプル番号: 02111201
 試料名: NaPbBi Na 60at%(目標)
 試料量: 9.400[mg]
 コメント: Na: 1.3mg LBE: 8.1mg
 O: 15 ppm H2O: 2ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

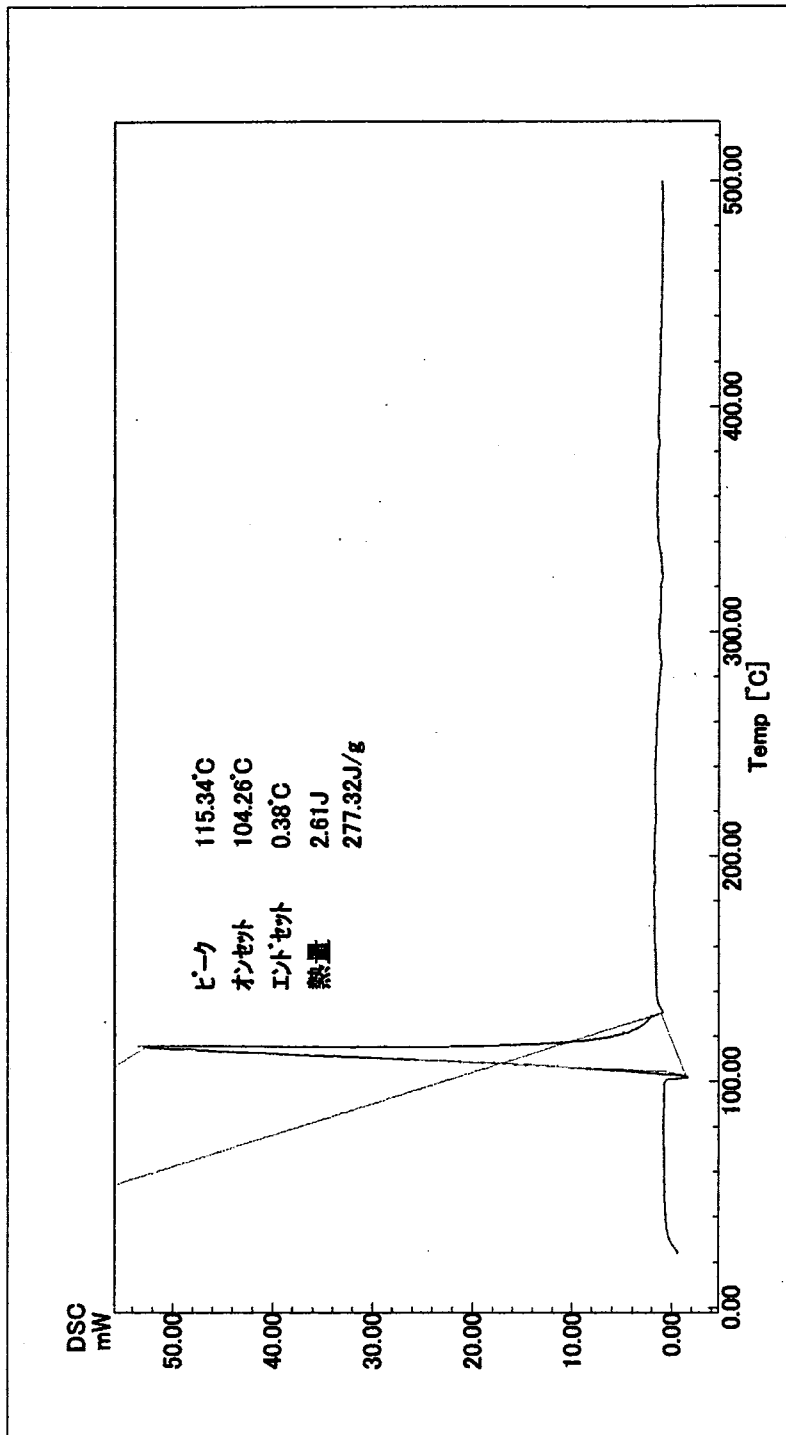


図 3-1-9 前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:60.8at.%)

ファイル名: Na 63.9at%前処理試験.tad
 収集日: 03/02/24
 D/T番号: 03022403
 試料名: PbBiNa Na65at%(目標)
 試料量: 11.400[mg]
 コメント: Na:1.9mg LBE:9.5mg O:7ppm H2O<:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

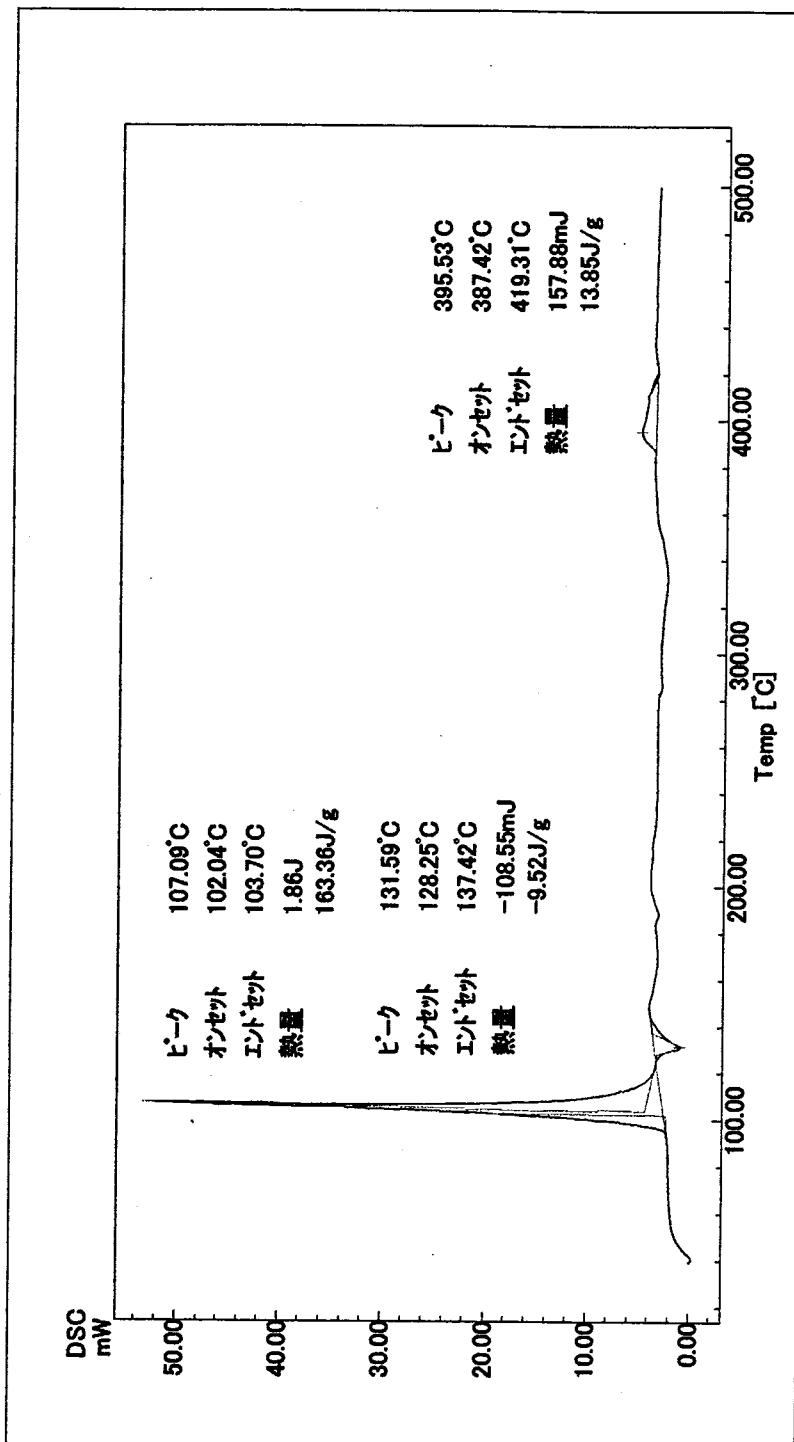


図 3-20 前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:63.9at.%)

ファイル名: Na 69.6at%前処理試験.tad
 収集日: 02/11/14
 D/T番号: 02111401
 試料名: PbBiNa Na 70at%(目標)
 試料量: 9.200[mg]
 コメント: Na: 1.8mg LBE: 7.4mg
 O: 1ppm H2O:1mg

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

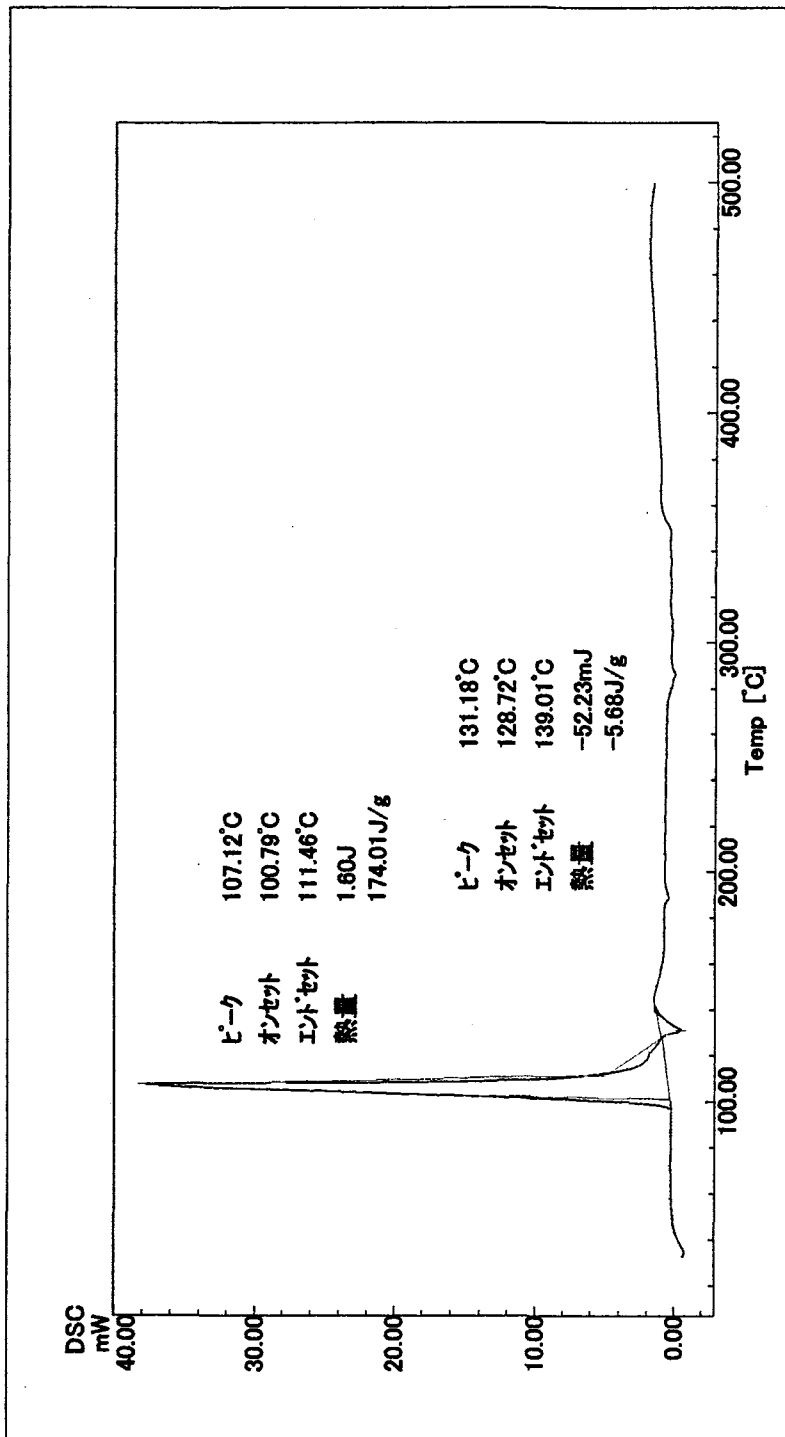


図 3-2-1 前処理試験によって得られた DSC 曲線 (Na:69.6at.%)

ファイル名: Na 76.8at%前処理試験.tad
 収集日: 02/11/19
 試料番号: 02111901
 試料名: PbBiNa₈₀at%(目標)
 試料量: 4.800[mg]
 コント: Na: 1.4mg LBE: 3.4mg
 O: 1ppm H₂O: 1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

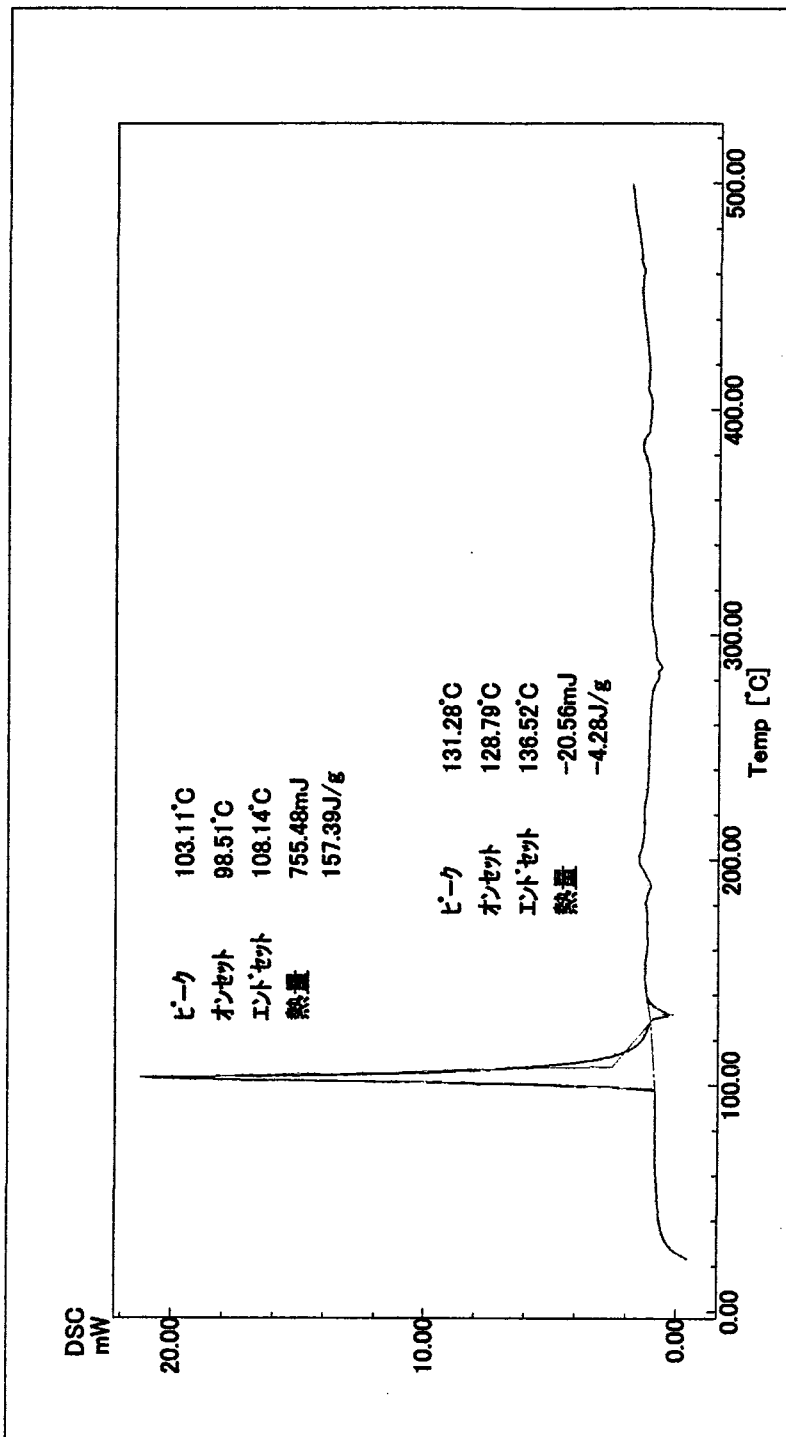


図3-22 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:76.8at.%)

ファイル名: Na 78.4at%前処理試験.tad
 収集日: 03/03/11
 印ト番号: 03031101
 試料名: PbBiNa Na80at%(目標)
 試料量: 15.700[mg]
 コメント: Na:4.8mg LBE:10.9mg O:7ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

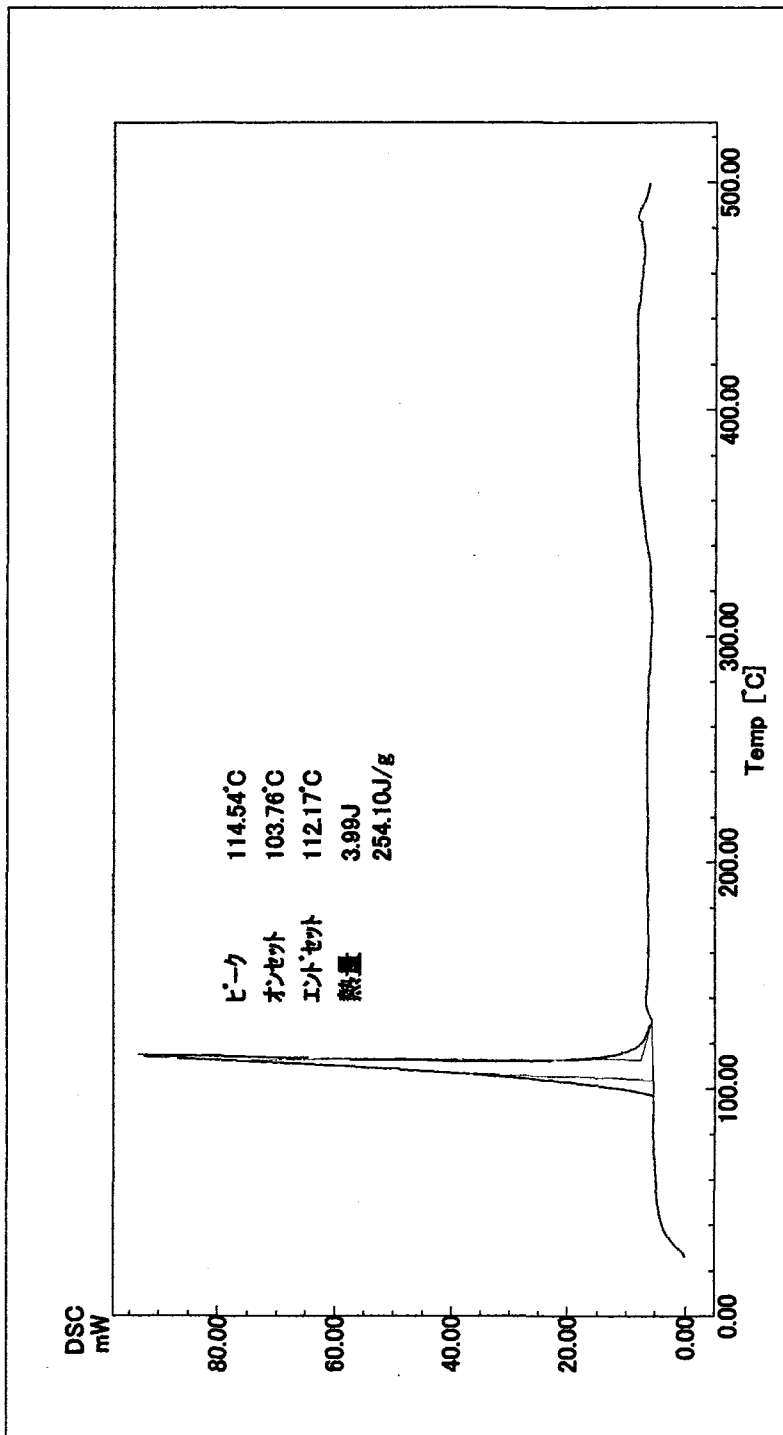


図3-23 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:78.4at.%)

ファイル名: Na 80.3at%前処理試験.tad
 収集日: 03/04/08
 炉番号: 0304083
 試料名: PbBiNa Na73at%(目標)
 試料量: 4.900[mg]
 コメント: Na:1.1mg LBE:3.8mg O2:9ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

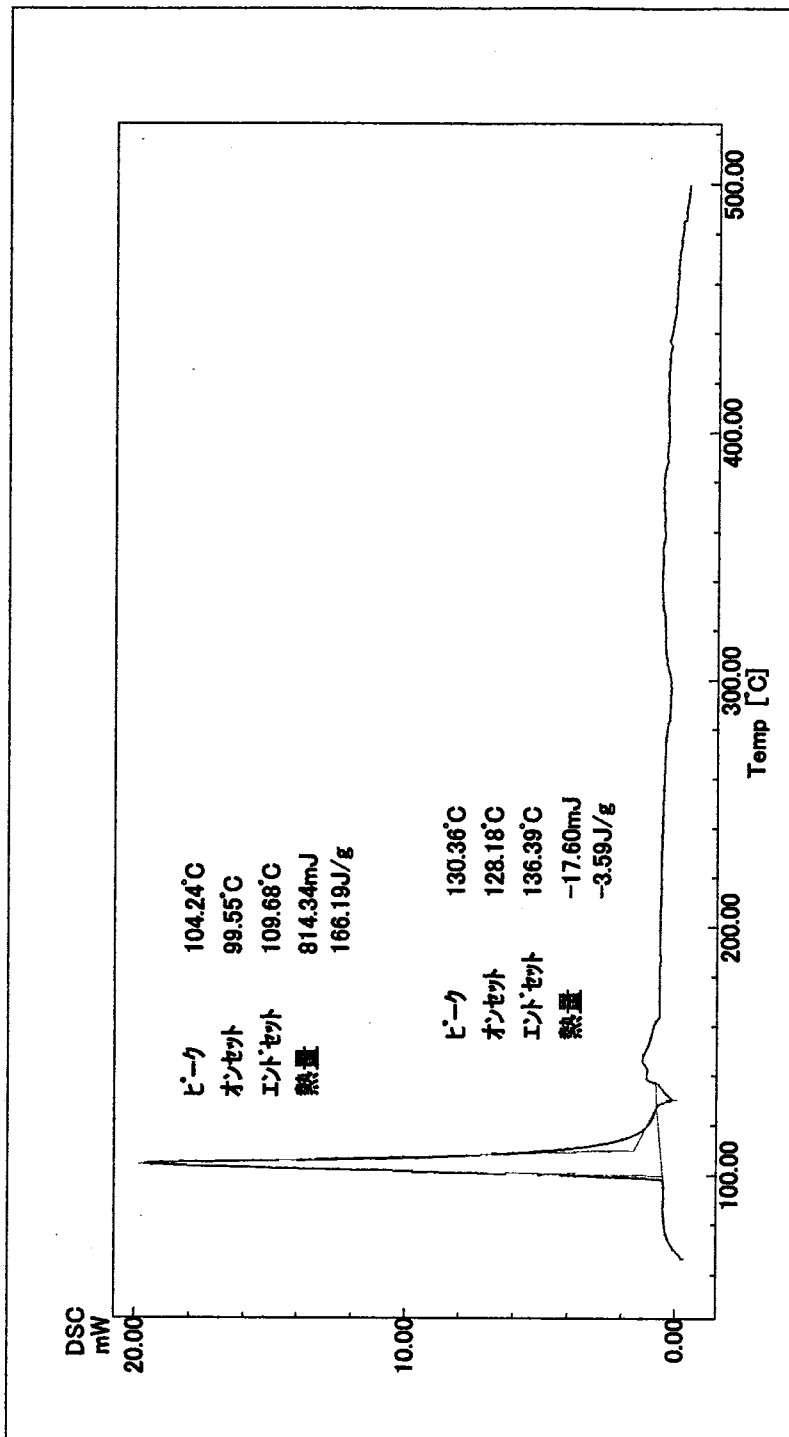


図3-24 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:80.3at.%)

ファイル名: Na 82.6at%前処理試験.tad
 収集日: 03/03/11
 試料番号: 03031103
 試料名: PbBiNa Na95at%(目標)
 試料量: 15.900[mg]
 コメント: Na:5.4mg LBE:10.4mg O:9ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

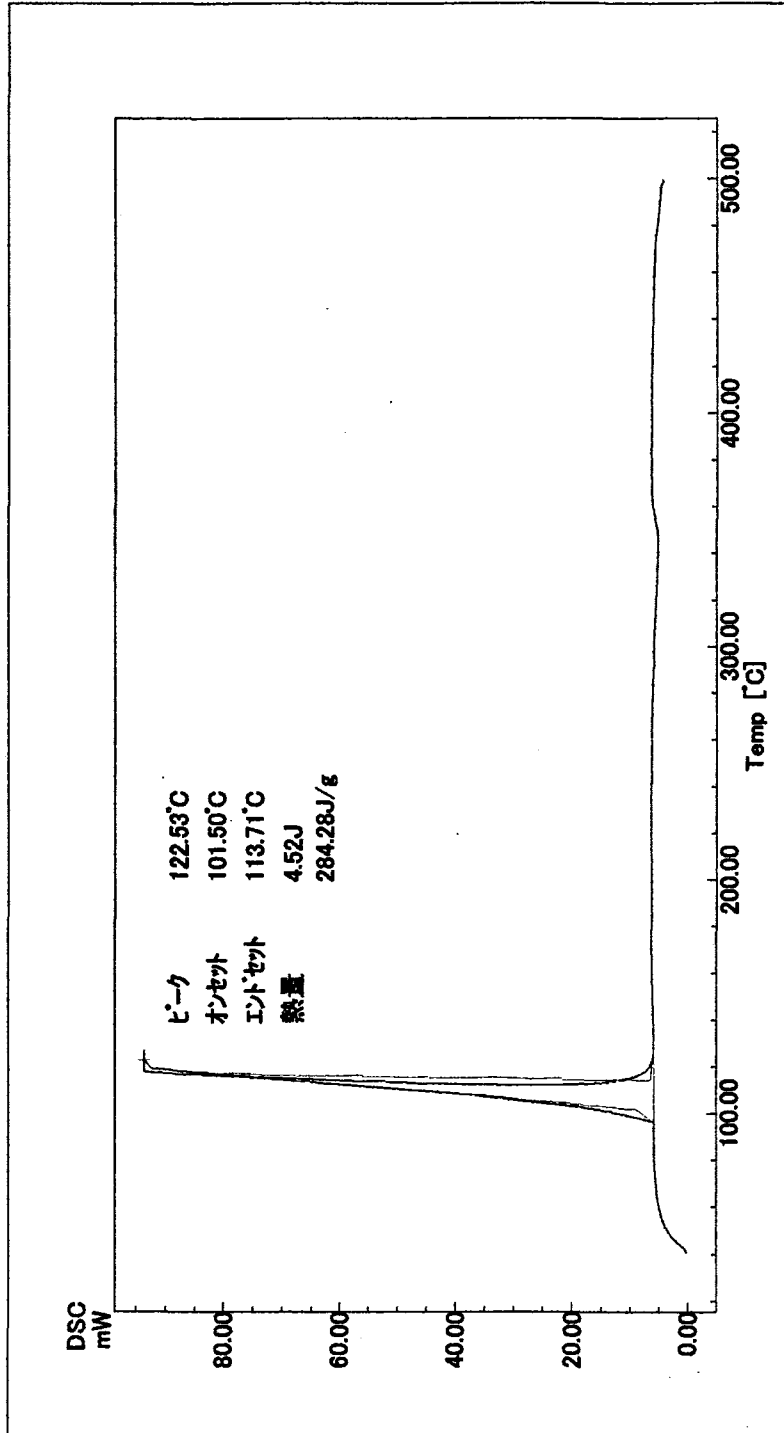


図3-25 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:82.6at.%)

ファイル名: Na 86.0at%前処理試験.tad
 収集日: 02/11/21
 D/T番号: 02112101
 試料名: PbBiNa Na90at%(目標)
 試料量: 1.300[mg]
 コント: Na: mg LBE: mg
 O: 2ppm H2O: 1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

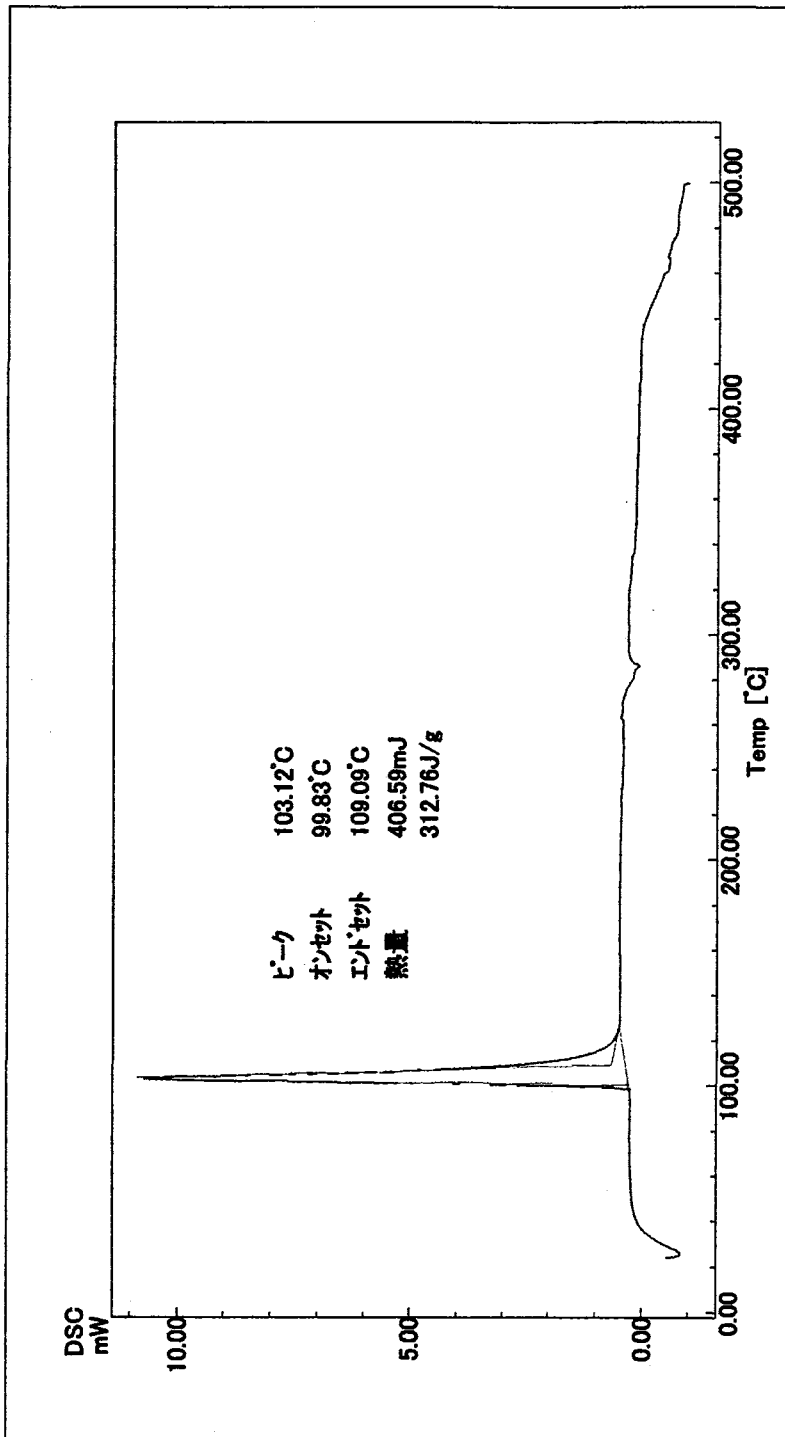


図3-26 前処理試験によって得られたDSC曲線 (Na:86.0at.%)

ファイル名: Na 1.7at%本試験.tad
 収集日: 03/02/25
 試料番号: 03022502
 試料名: PbBiNa Na5at%(目標)
 試料量: 16.900[mg]
 コント: Na:0.1mg LBE:16.8mg O:5ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

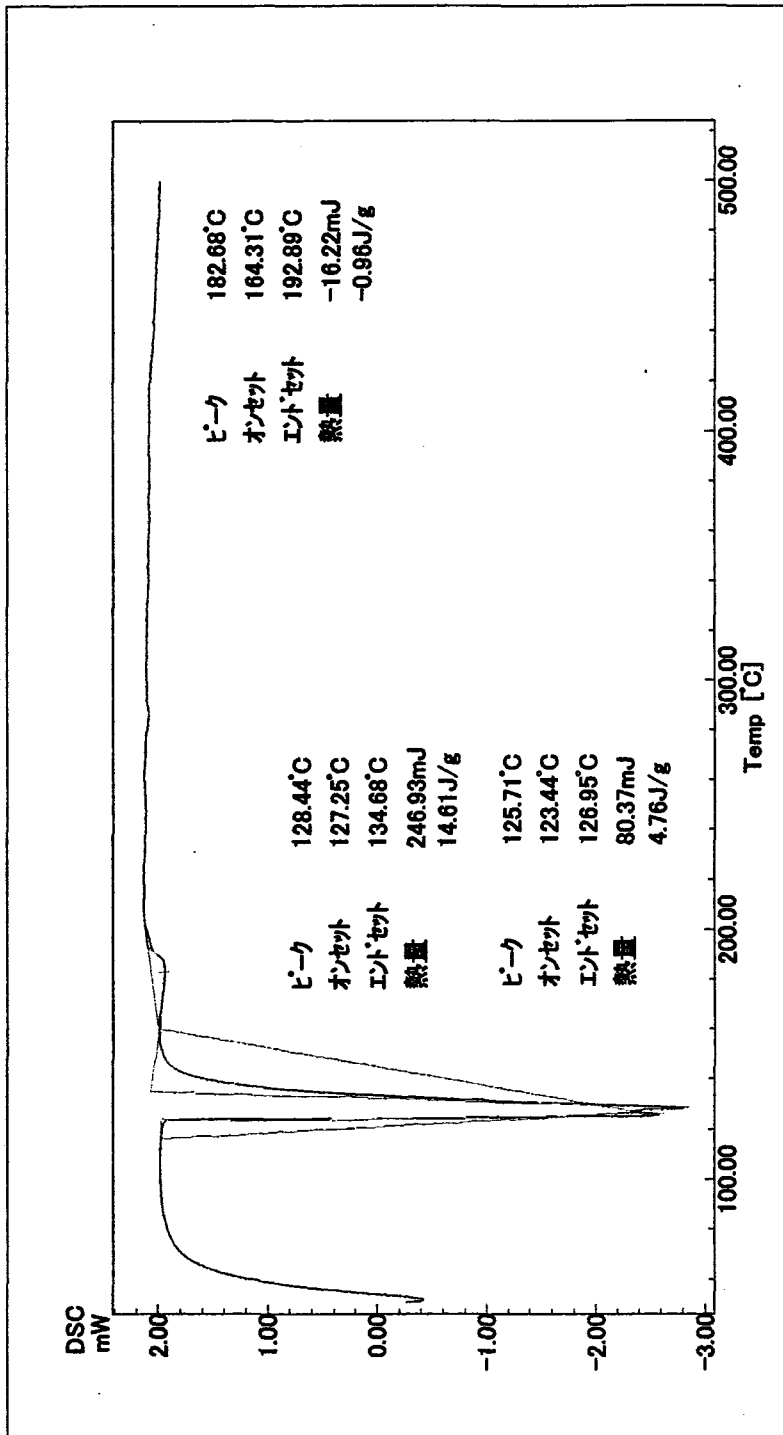


図3-27 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:1.7at.%)

ファイル名: Na 3.5at%本試験.tad
 収集日: 03/03/07
 試料番号: 03030704
 試料名: PbBiNa Na5at%(目標)
 試料量: 34.500[mg]
 コメント: Na:0.2mg LBE:34.3mg O:10ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

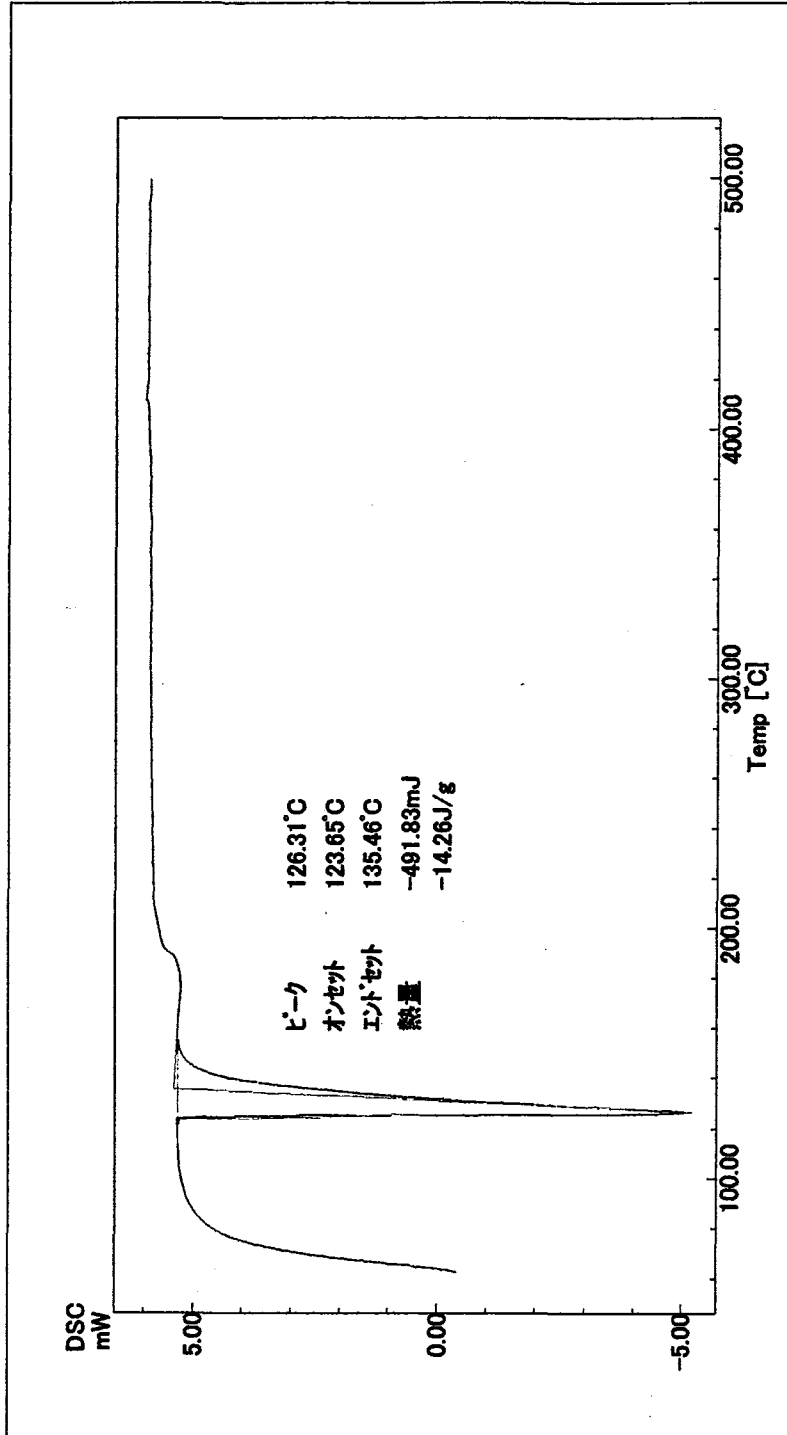


図3-28 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:3.5at.%)

ファイル名: Na 7.2at%本試験.tad
 収集日: 03/04/03
 炉番号: 0304032
 試料名: PbBiNa Na7at%(目標)
 試料量: 85.400[mg]
 コメント: Na:0.7mg LBE:84.7mg O2:7ppm H2O:2ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

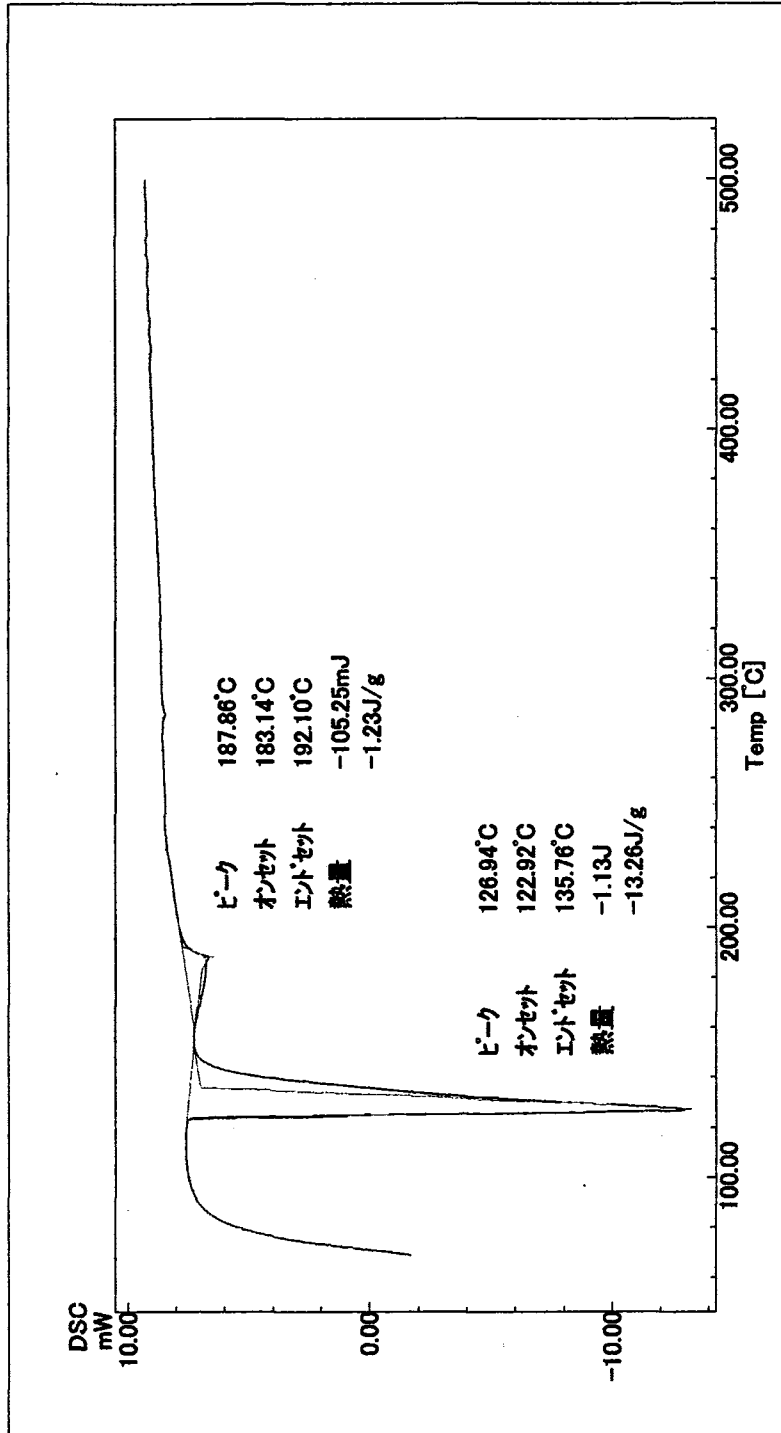


図3-29 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:7.2at.%)

ファイル名: Na 13.5at%本試験.tad
 収集日: 03/02/19
 試料番号: 03021902
 試料名: PbBiNa Na20at%(目標)
 試料量: 29.800[mg]
 コメント: Na:0.8mgLBE:29.0mg O:9ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

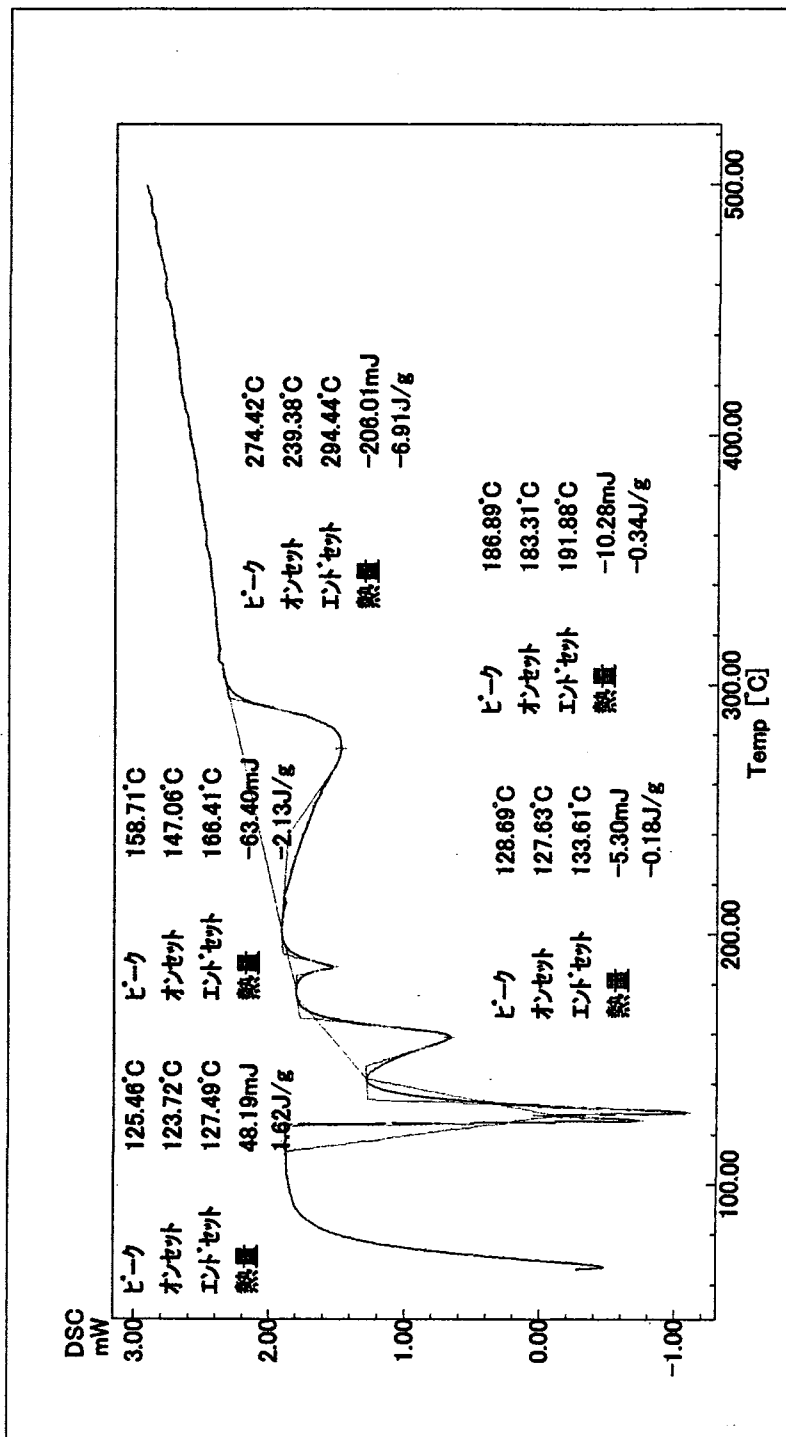


図3-30 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:13.5at.%)

ファイル名: Na 20.4at%本試験.tad
 収集日: 03/02/20
 印字番号: 03022002
 試料名: PbBiNa Na35at%(目標)
 試料量: 8.700[mg]
 コメント: Na:0.5mg LBE:8.2mg O:8ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

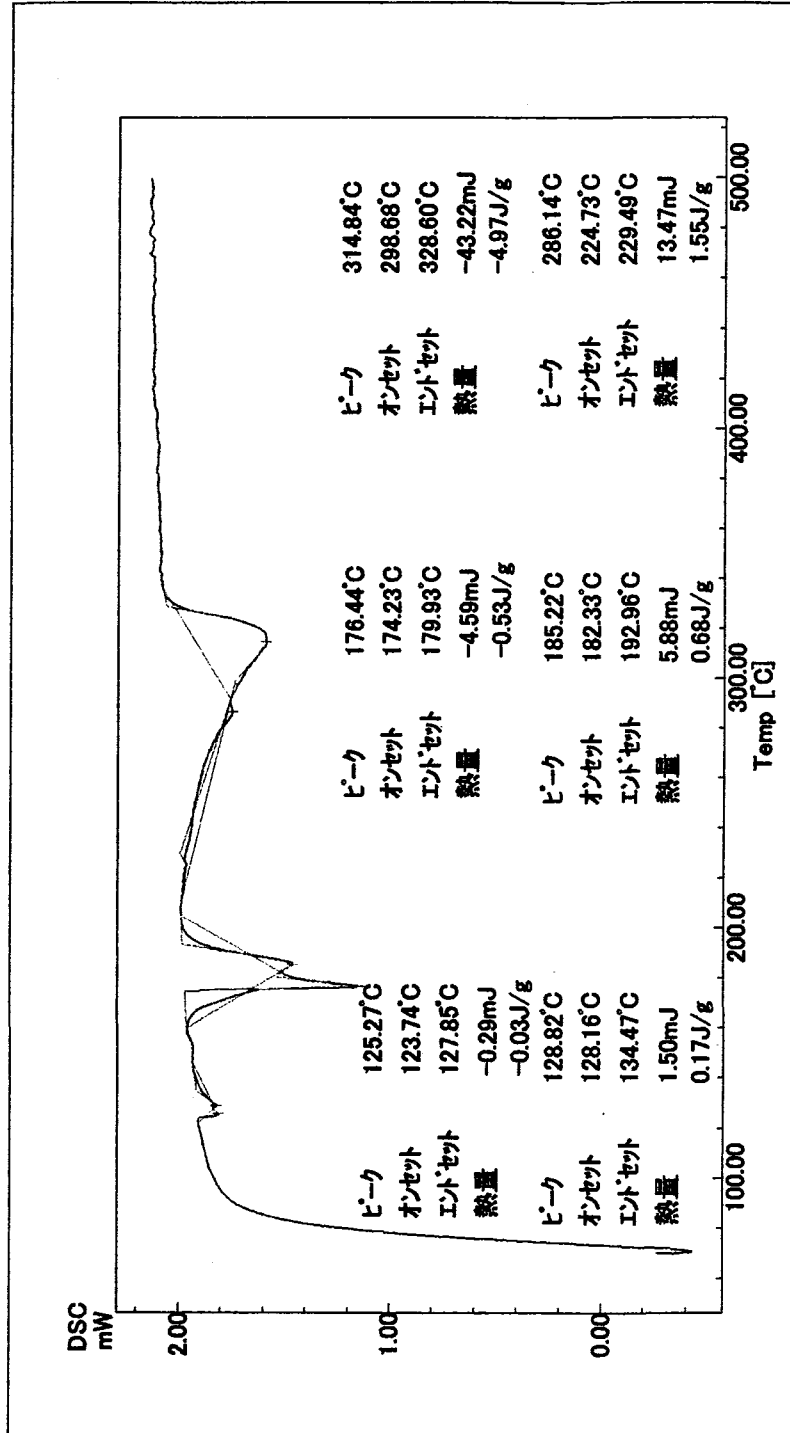


図3-32 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:20.4at.%)

ファイル名: Na_25.0at%本試験.tad
 収集日: 03/04/04
 試料番号: 0304042
 試料名: PbBiNa_Na27at%(目標)
 試料量: 25.800[mg]
 コメント: Na:1.0mg LBE:24.8mg O2:9ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホット温度 [C] 500.0
 ホット時間 [min] 0

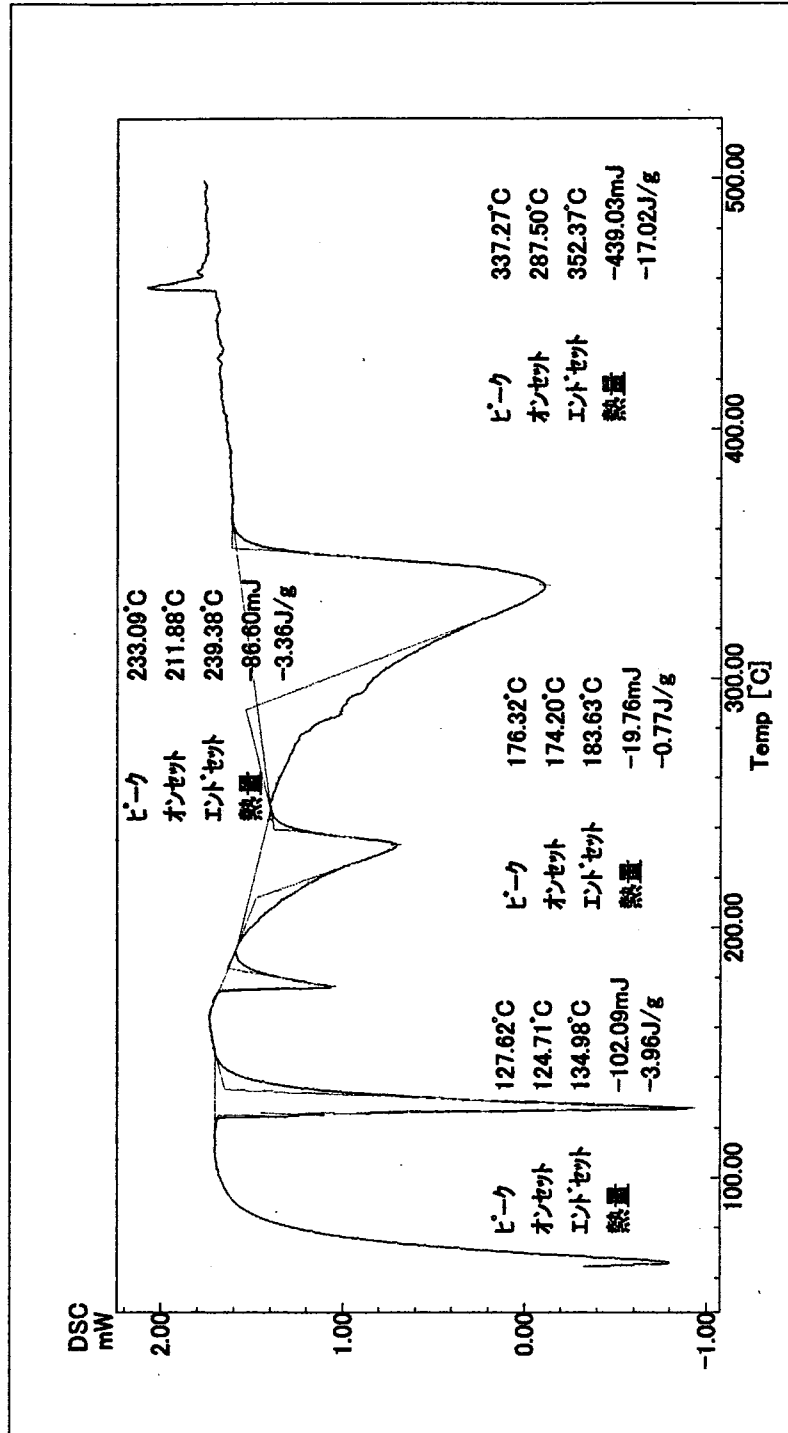


図 3-3-3 本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:25.0at.%)

ファイル名: Na 25.5at%本試験.tad
 収集日: 03/03/10
 プリ番号: 03031002
 試料名: PbBiNa Na25at%(目標)
 試料量: 39.500[mg]
 コメント: Na:1.4mg LBE:38.1mg O:7ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホット: 10.00 [C/min]
 ホット: 500.0 [C]
 ホット: 0 [min]
 ホット: 0 [min]

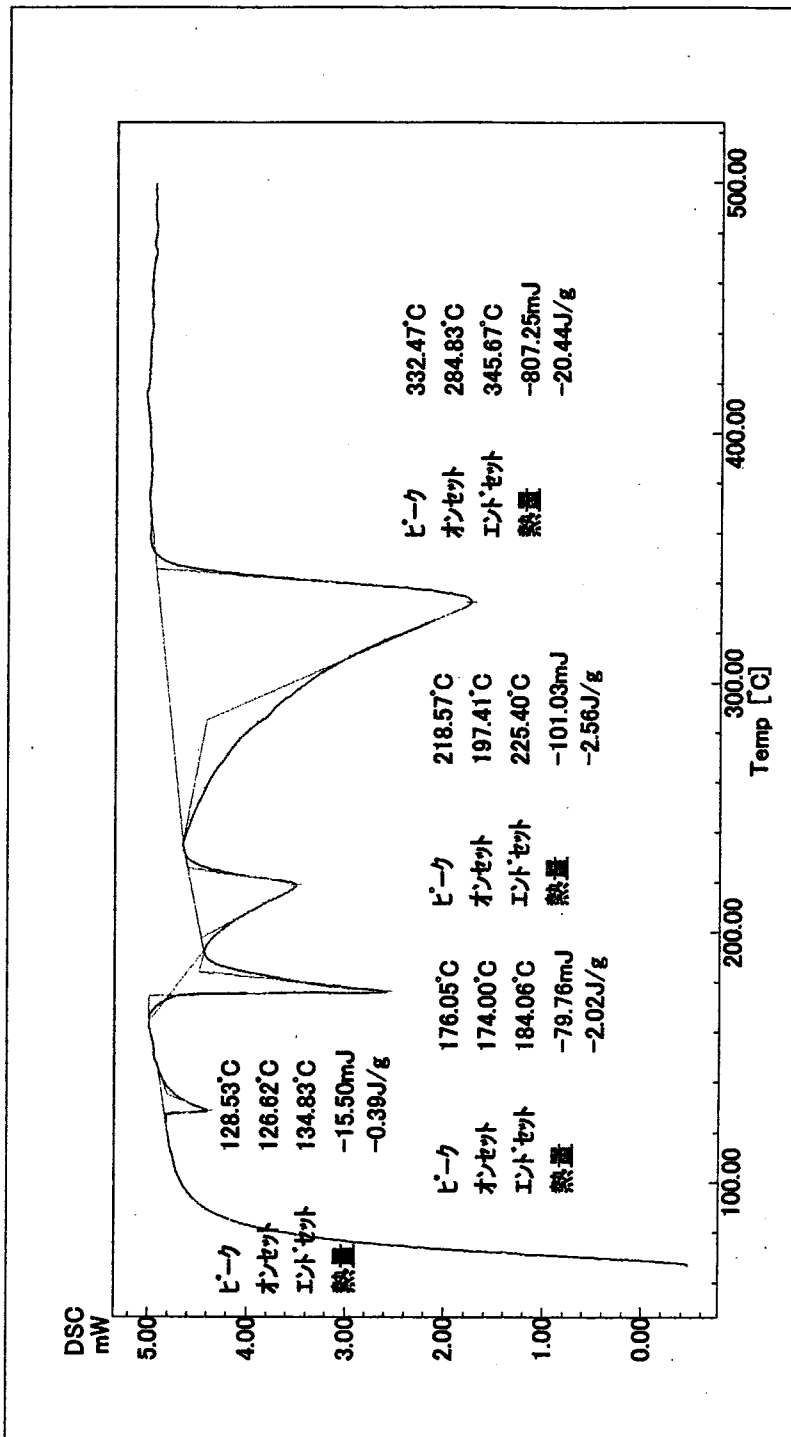


図3-34 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:25.5at.%)

ファイル名: Na 31.4at%本試験.tad
 収集日: 03/02/25
 炉番号: 03022504
 試料名: PbBiNa Na25at%(目標)
 試料量: 28.800[mg]
 コメント: Na:1.6mg LBE:27.2mg O:8ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

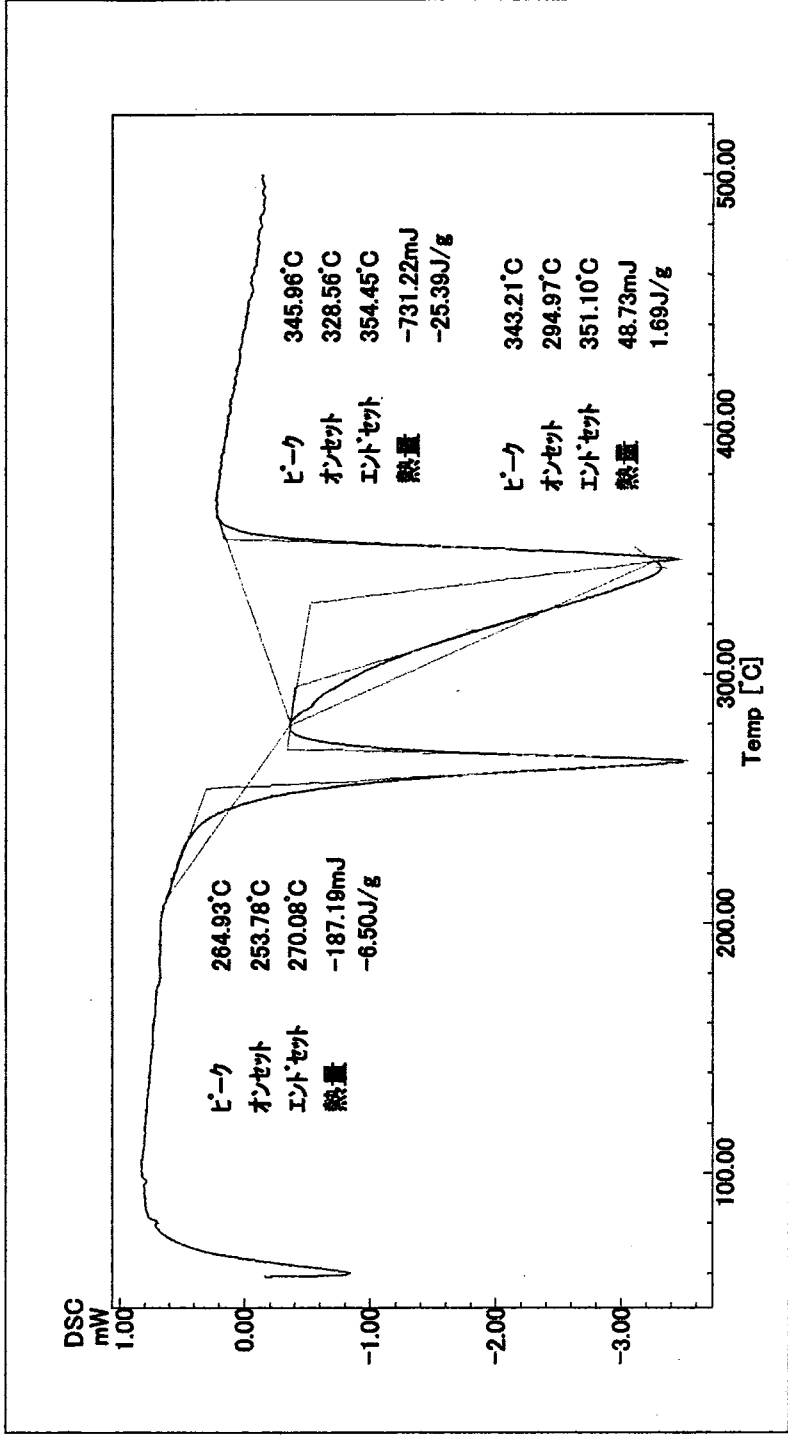


図3-35 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:31.4at.%)

ファイル名: Na_31.6at%本試験.tad
 収集日: 03/03/06
 プリント番号: 03030602
 試料名: PbBiNa_Na35at%(目標)
 試料量: 33.800[mg]
 コメント: Na:1.9mg LBE:31.9mg O:8ppm H2O:2ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 10.00 [C/min]
 ホールド温度 500.0 [C]
 ホールド時間 0 [min]

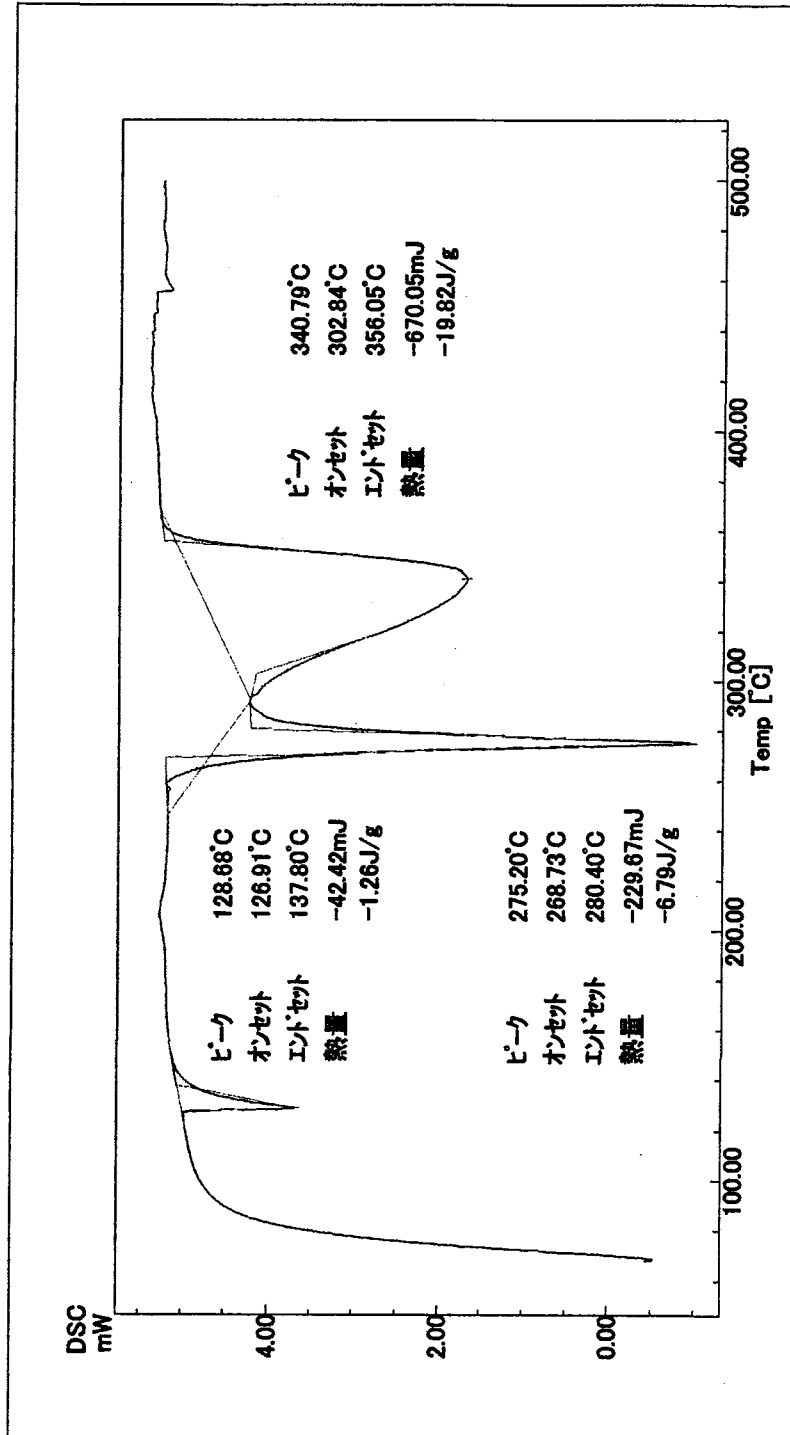


図3-36 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:31.6at.%)

ファイル名: Na 32.3at%本試験.tad
 収集日: 03/02/19
 ロット番号: 03021904
 試料名: PbBiNa Na32at%(目標)
 試料量: 14.300[mg]
 コメント: Na:0.7mgLiBE:13.6mg O:10ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホット: 10.00 [C/min]
 ホット温度 ホット: 500.0 [C]
 ホット時間 0 [min]

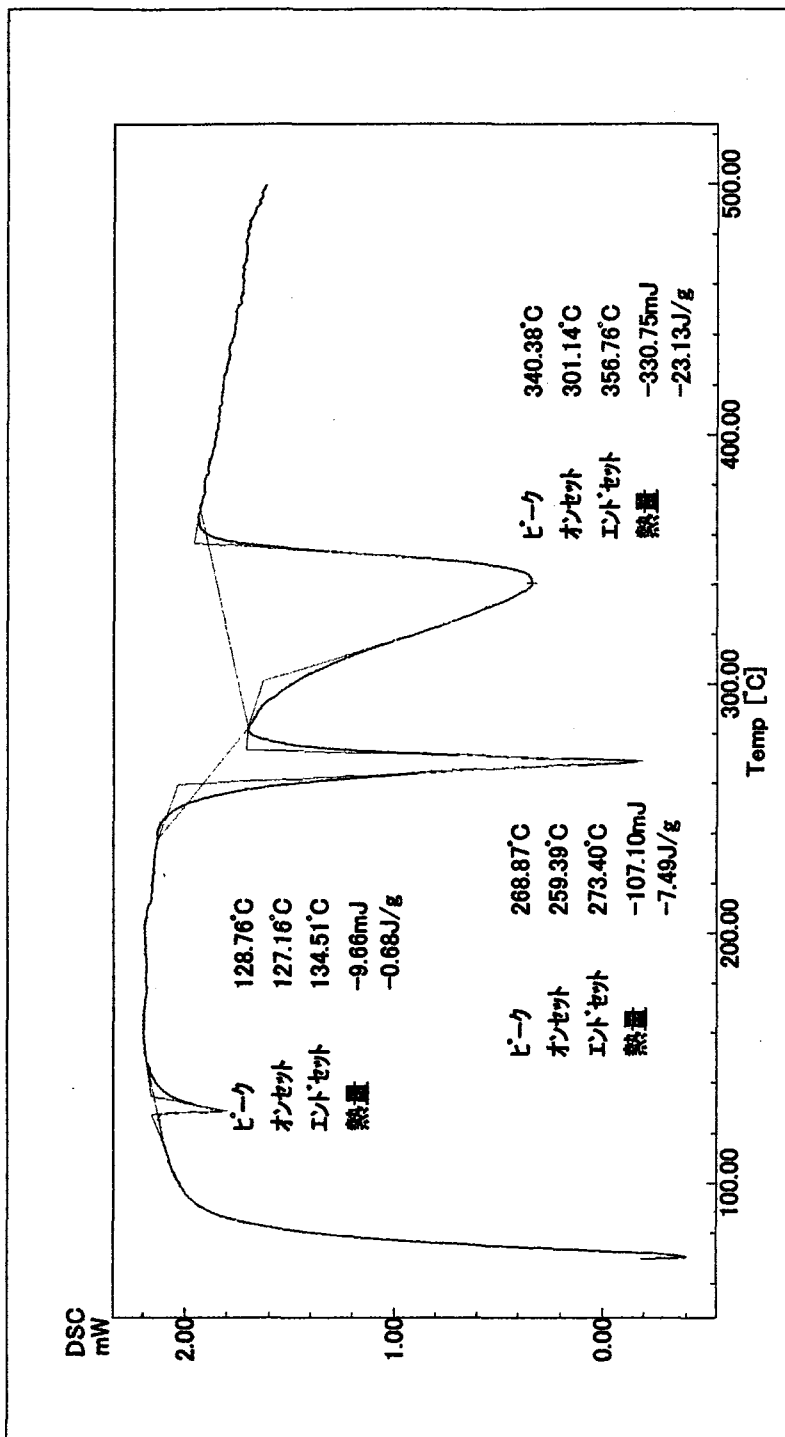


図 3-37 本試験によって得られた DSC 曲線 (Na:32.3at.%)

ファイル名: Na 34.8at%本試験.tad
 収集日: 03/04/08
 試料番号: 0304082
 試料名: PbBiNa Na35at%(目標)
 試料量: 32.000[mg]
 コメント: Na:1.8mg LBE:30.2mg O2:8ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

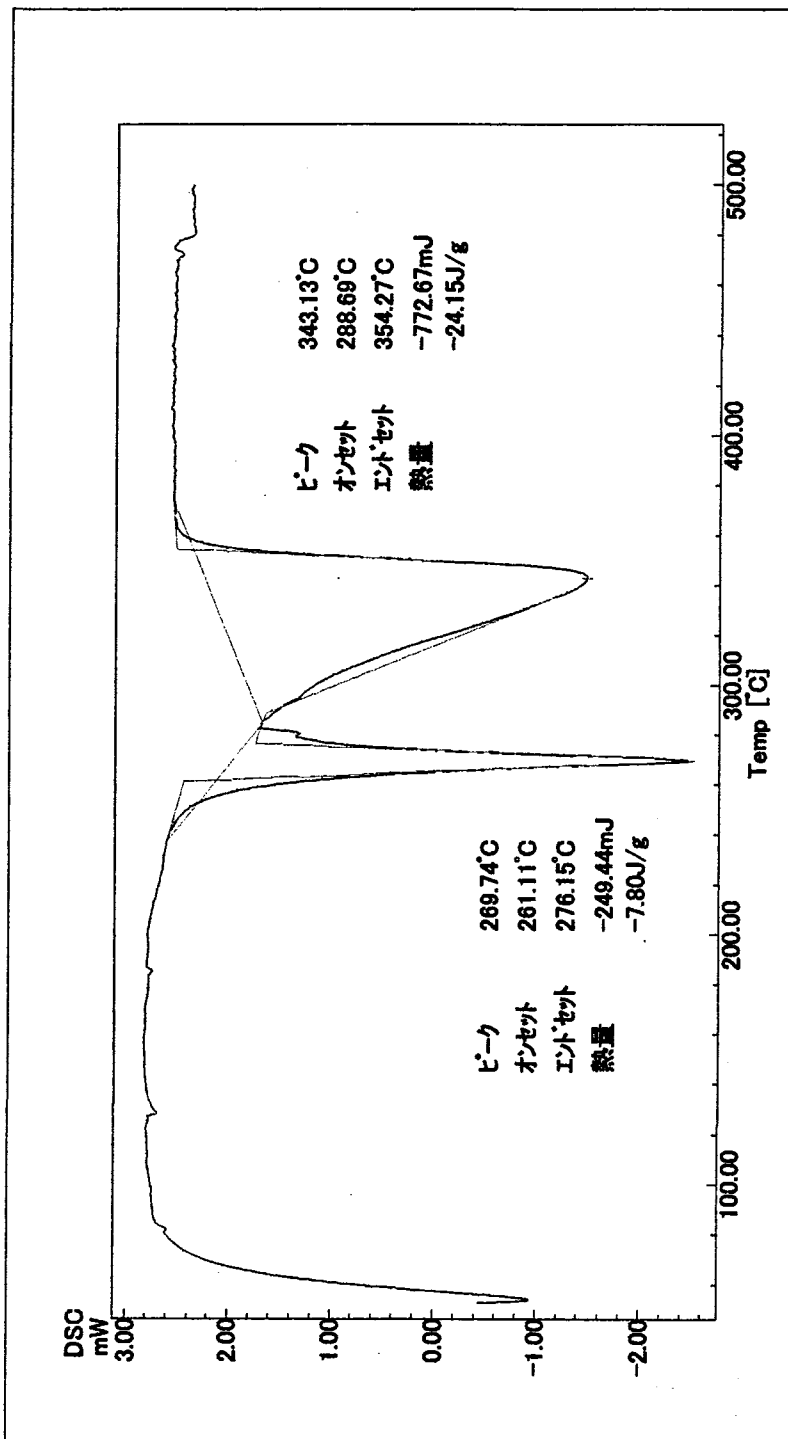


図3-38 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:34.8at.%)

ファイル名: Na_38.6at%本試験.tad
 収集日: 03/02/20
 印字番号: 03022004
 試料名: PbBiNa_Na37at%(目録)
 試料量: 18.500[mg]
 コメント: Na:1.1mg LBE:17.4mg O:9ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

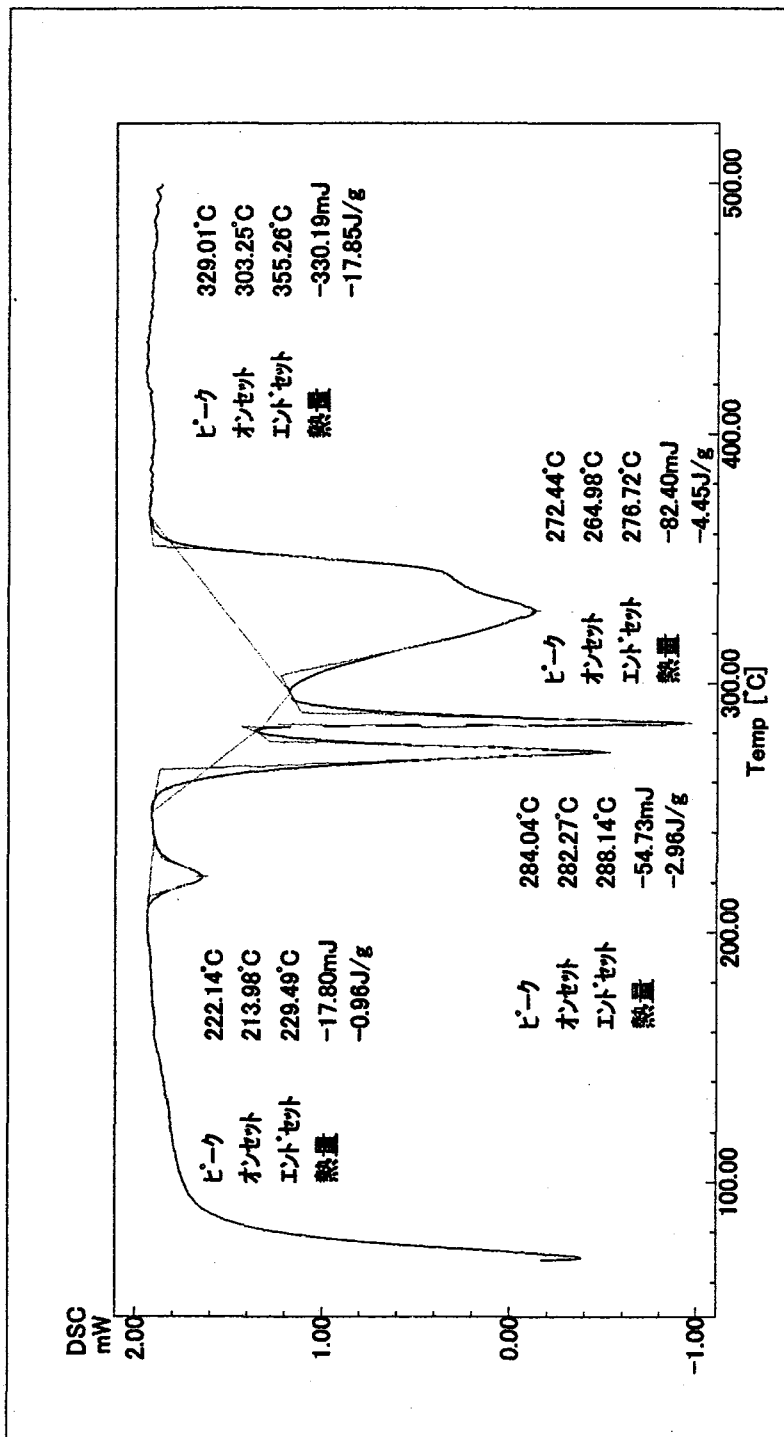


図 3-39 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:38.6at.%)

ファイル名: Na_43.9at%本試験.tad
 収集日: 03/03/10
 DWT番号: 03031004
 試料名: PbBiNa_Na45at%(目標)
 試料量: 21.700[mg]
 コメント: Na:1.8mg LBE:19.9mg O:10ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

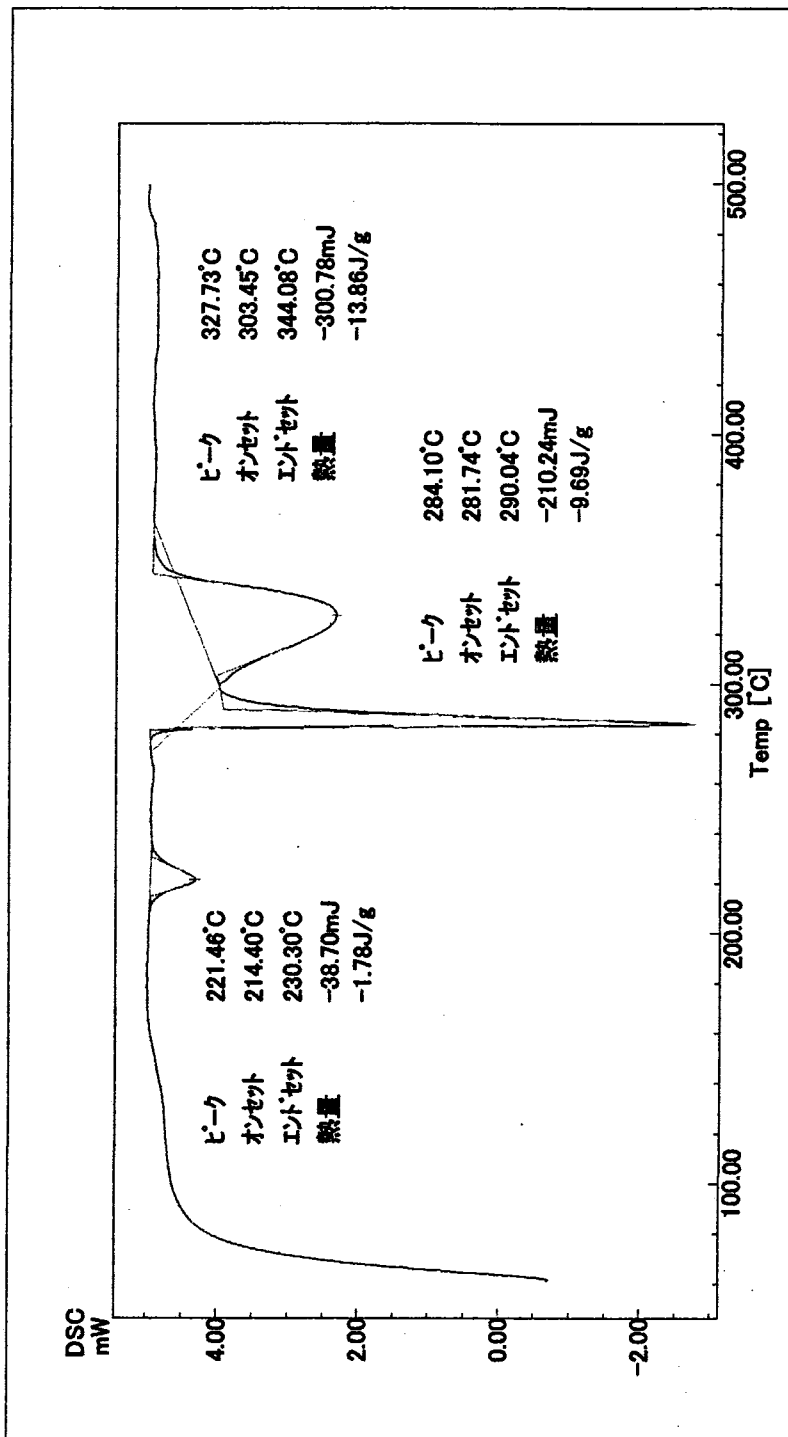


図3-40 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:43.9 at.%)

ファイル名: Na 48.5at%本試験.tad
 収集日: 03/02/21
 印字番号: 03022102
 試料名: PbBiNa Na54at%(目標)
 試料量: 14.900[mg]
 コメント: Na:1.7mg LBE:13.2mg O:8ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

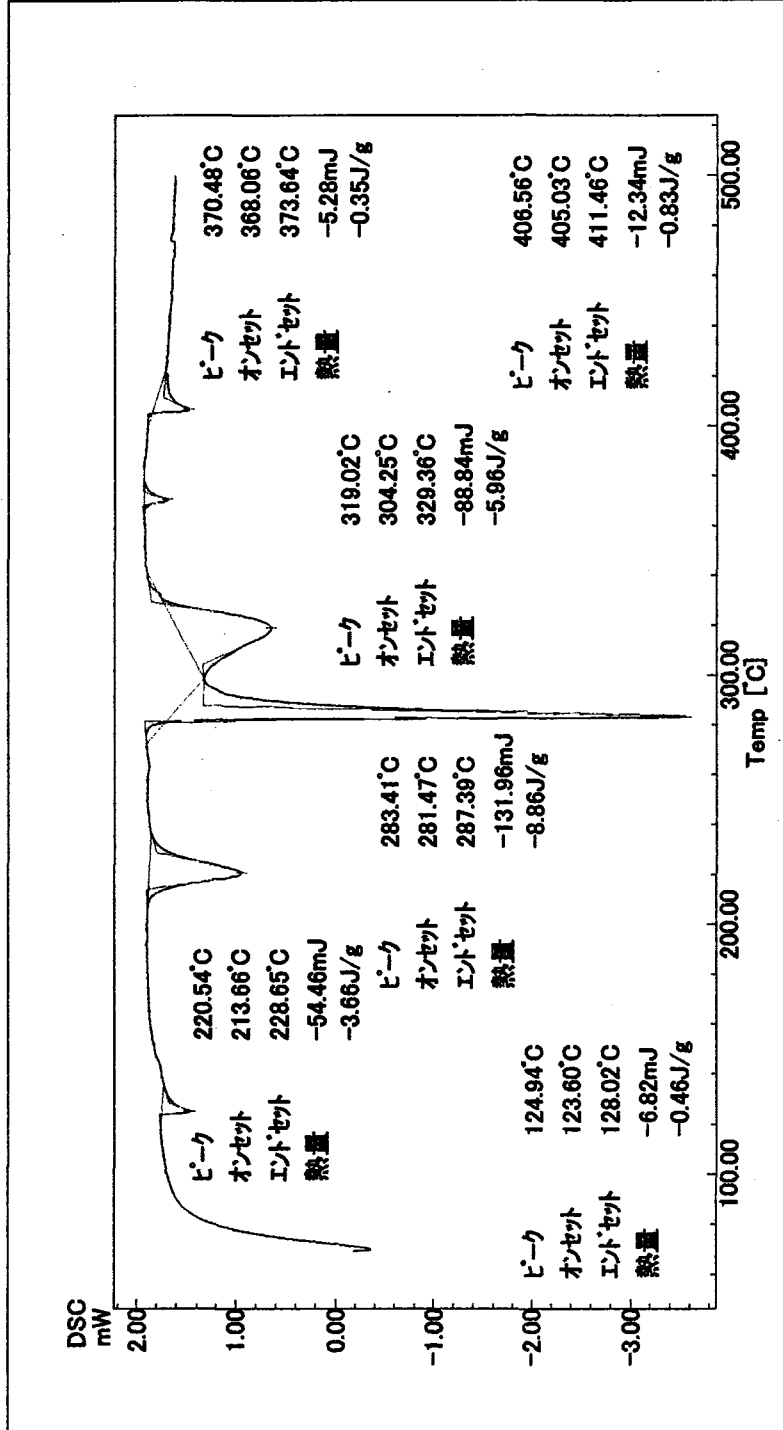


図3-4-1 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:48.5 at.%)

ファイル名: Na 54.8at%本試験.tad
 収集日: 03/02/21
 炉番号: 03022104
 試料名: PbBiNa Na56at%(目標)
 試料量: 18.700[mg]
 コメント: Na:2.3mg LBE:16.4mg O:10ppm H2O:<1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

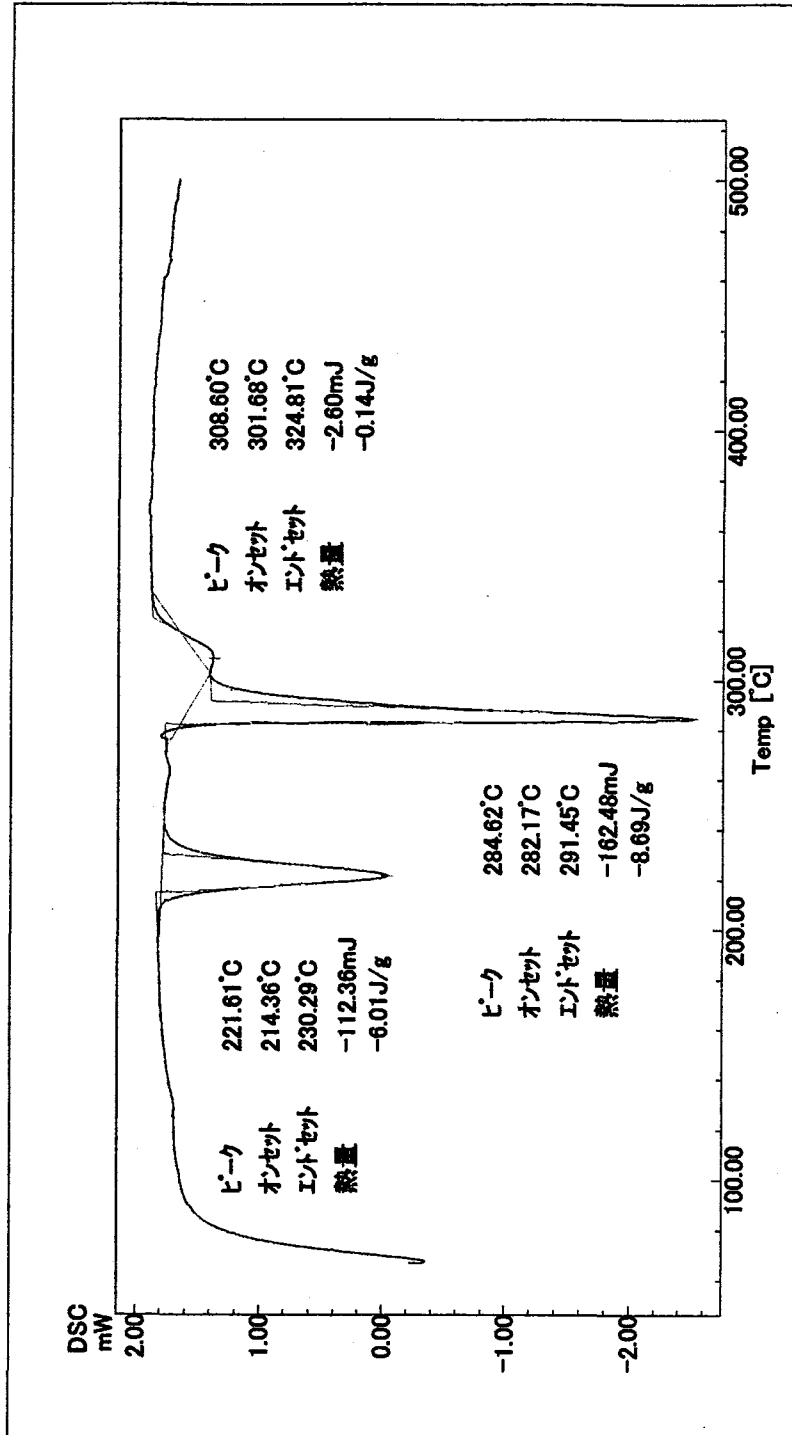


図3-42 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:54.8 at.%)

ファイル名: Na 55.3at%本試験.tad
 収集日: 03/03/07
 印字番号: 03030702
 試料名: PbBiNa Na58at%(目標)
 試料量: 19.700[mg]
 コメント: Na:2.6mg LBE:17.1mg O:9ppm H2O:2ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

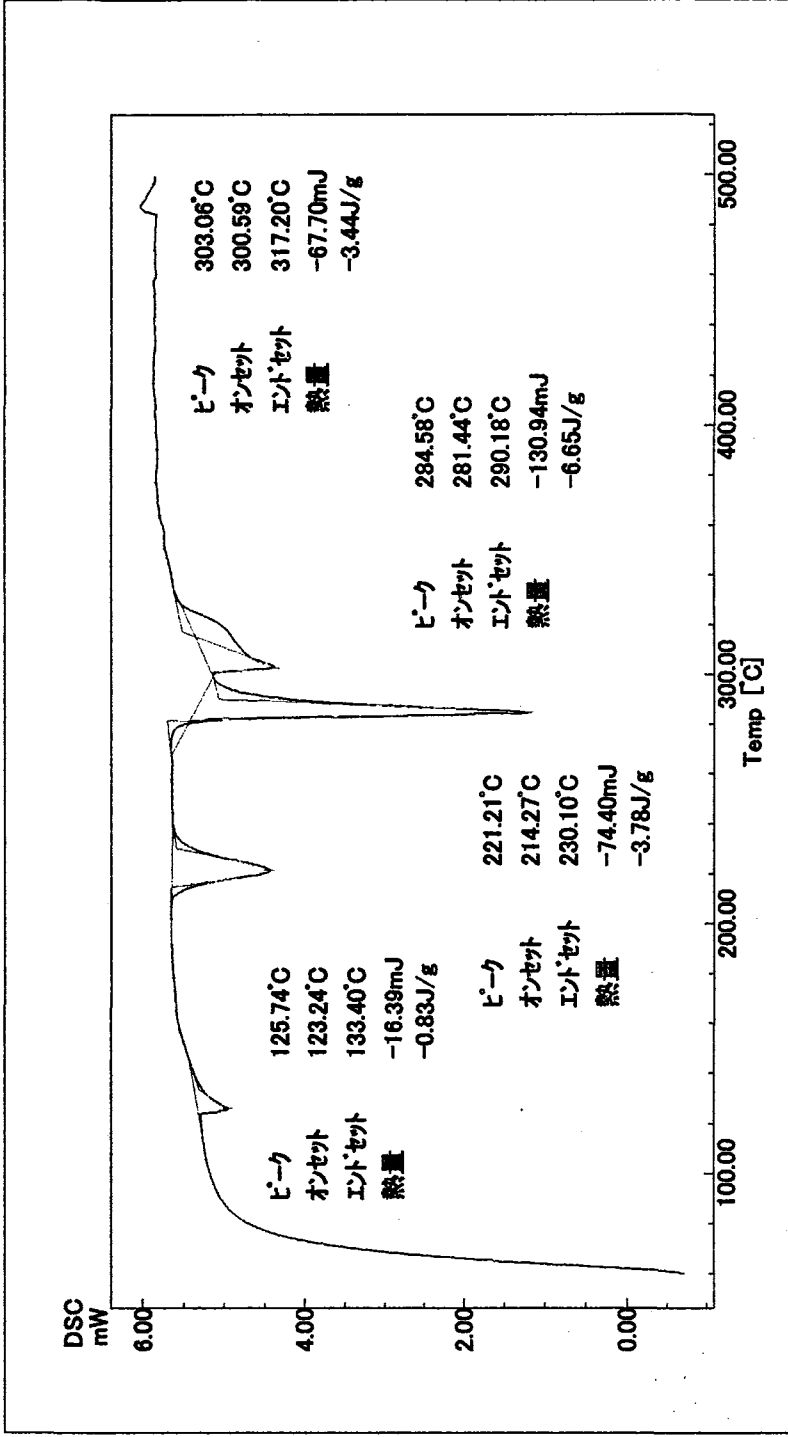


図3-43 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:55.3 at.%)

ファイル名: Na 55.7at%本試験.tad
 収集日: 03/02/24
 サンプル番号: 03022402
 試料名: PbBiNa Na58at%(目標)
 試料量: 15.600[mg]
 コメント: Ne:2.1mg LBE:13.5mg O:5ppm H2O<:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 10.00 [C/min]
 ホールド温度 500.0 [C]
 ホールド時間 0 [min]

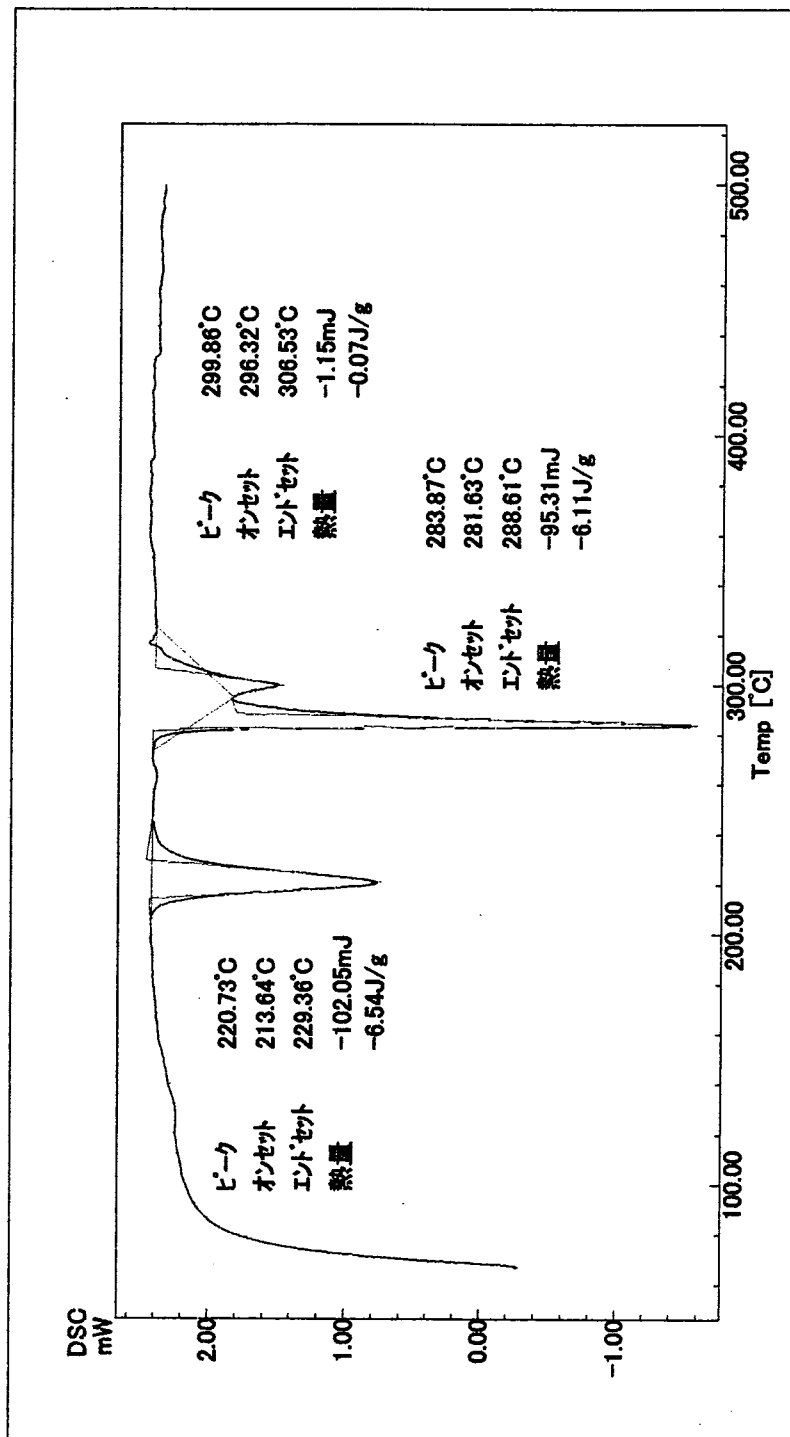


図3-4-4 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:55.7at.%)

ファイル名: Na 60.8at%本試験.tad
 収集日: 02/11/12
 DTA番号: 02111202
 試料名: NaPbBi Na 60at%(目標)
 試料量: 9.400[mg]
 コント: Na: 1.3mg LBE: 8.1mg
 O: 1 ppm H2O: 2ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 600.0
 ホールド時間 [min] 0

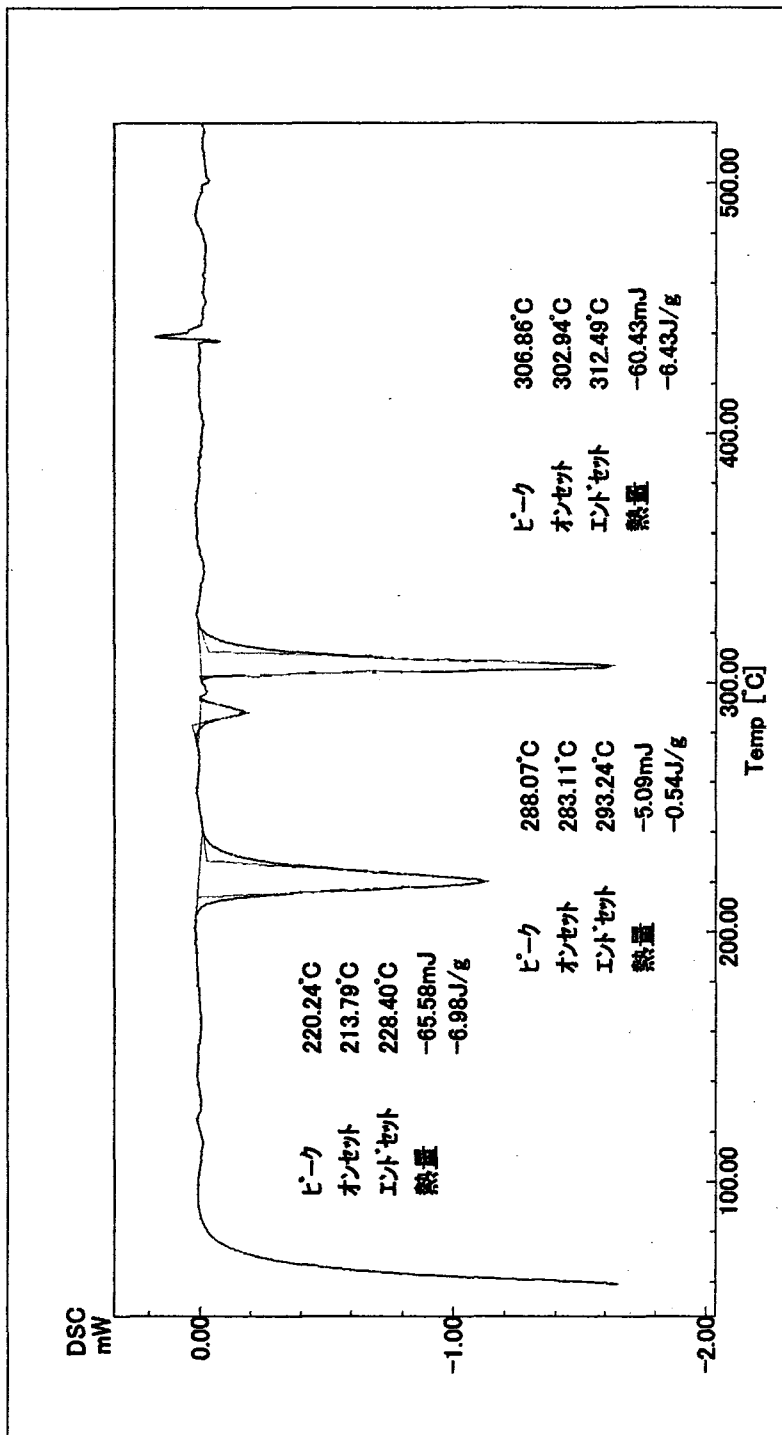


図3-45 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:60.8at.%)

ファイル名: Na 63.9at%本試験.tad
 収集日: 03/02/24
 ロット番号: 03022404
 試料名: PbBiNa Na65at%(目標)
 試料量: 11.400[mg]
 コメント: Na:1.9mg LBE:9.5mg O:7ppm H2O<:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホット温度 ホット時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 500.0 0

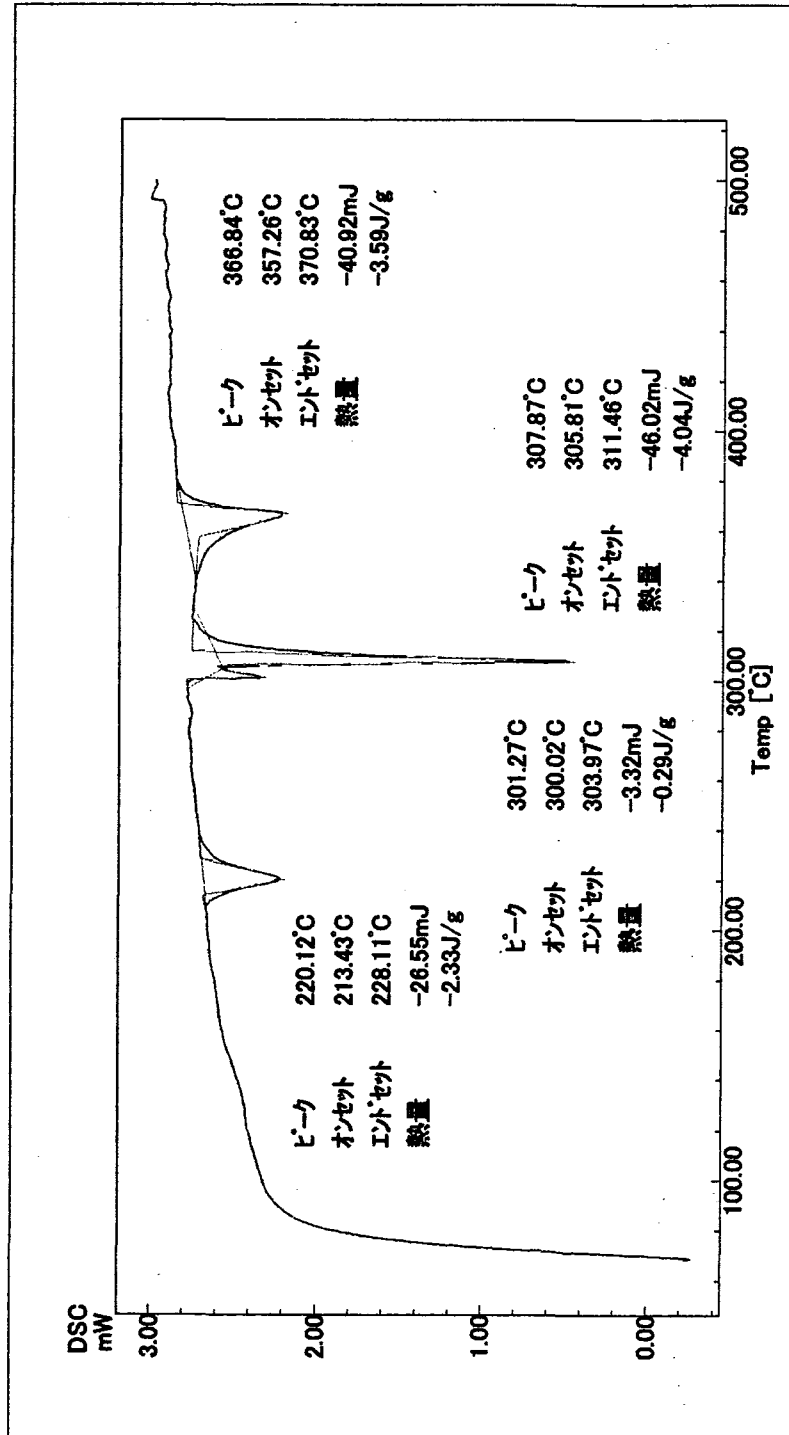


図3-46 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:63.9at.%)

ファイル名: Na 69.6at%本試験.tad
 収集日: 02/11/14
 印外番号: 02111402
 試料名: PbBiNa Na70at%
 試料量: 9.200[mg]
 コメント:
 Na: 1.8mg LBE: 7.4mg
 O: 3ppm H2O:1mg
 再加熱

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 600.0
 ホールド時間 [min] 0

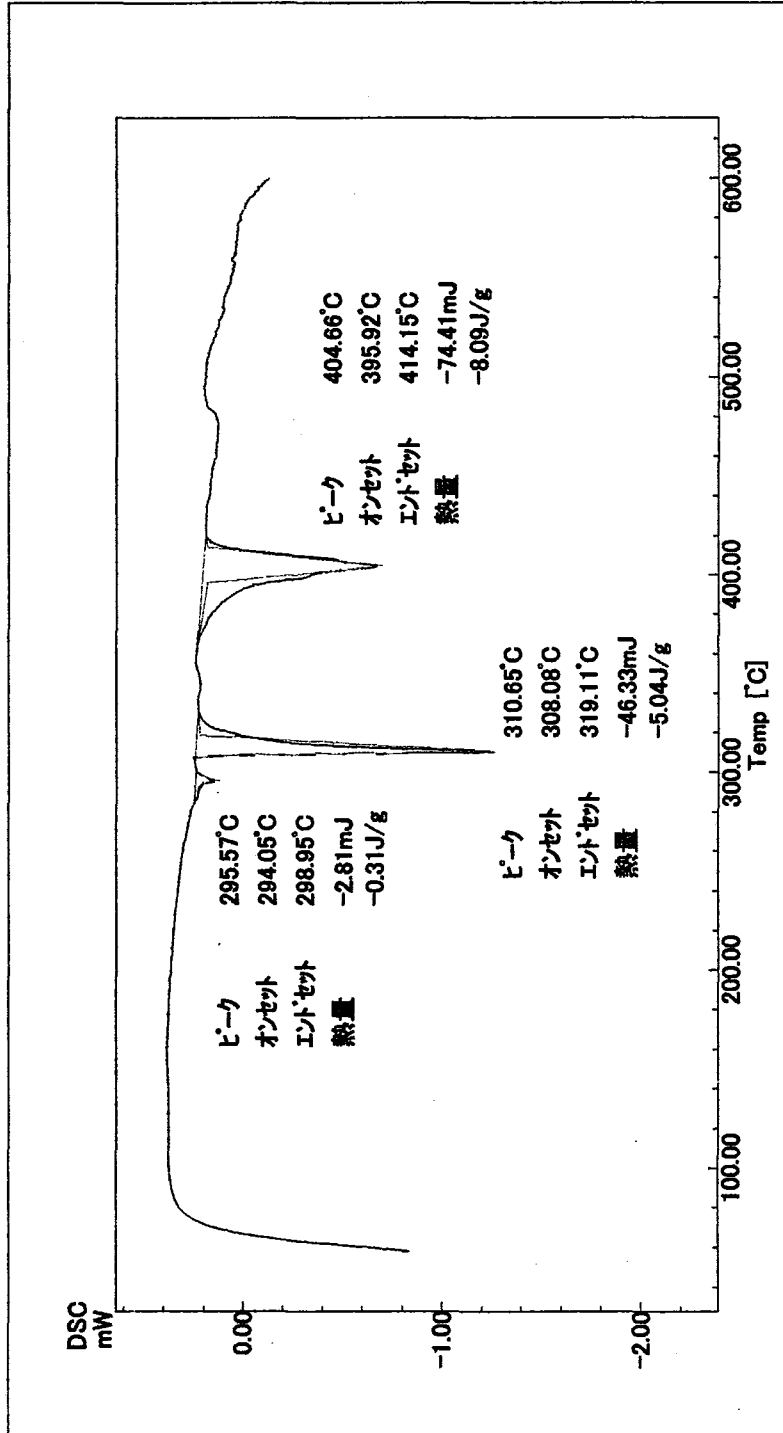


図3-47 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:69.6at.%)

ファイル名: Na 78.4at%本試験.tad
 取集日: 03/03/11
 印外番号: 03031102
 試料名: PbBNa Na80at%(目標)
 試料量: 15.700[mg]
 コメント: Na:4.8mg LBE:10.9mg O:8ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [C/min] [C] [min]
 10.00 5000.0 0

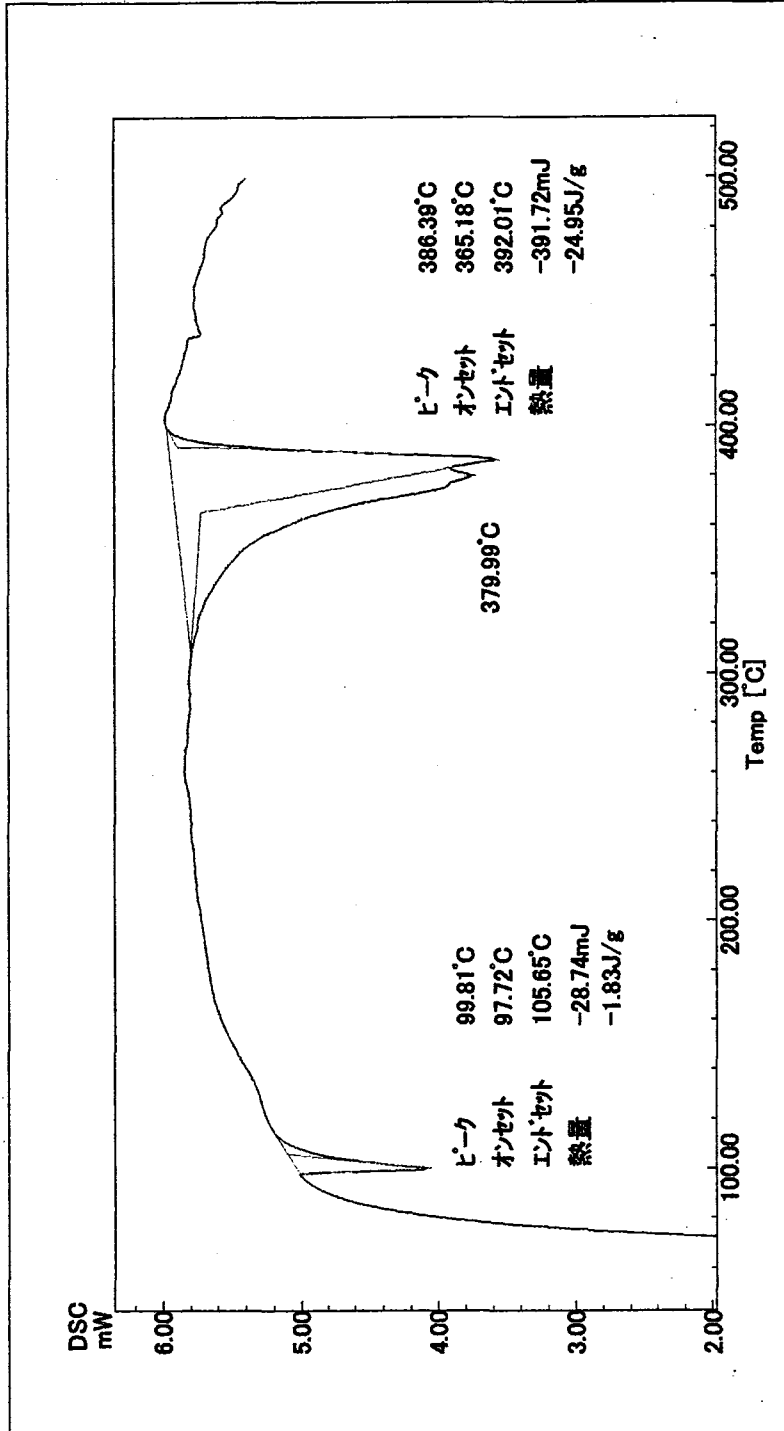


図3-49 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:78.4at.%)

ファイル名: Na 78.4at%本試験.tad
 収算日: 03/03/11
 印番号: 03031102
 試料名: PbBiNa Na80at%(目標)
 試料量: 15.700[mg]
 コメント: Na:4.8mg LBE:10.9mg O:8ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

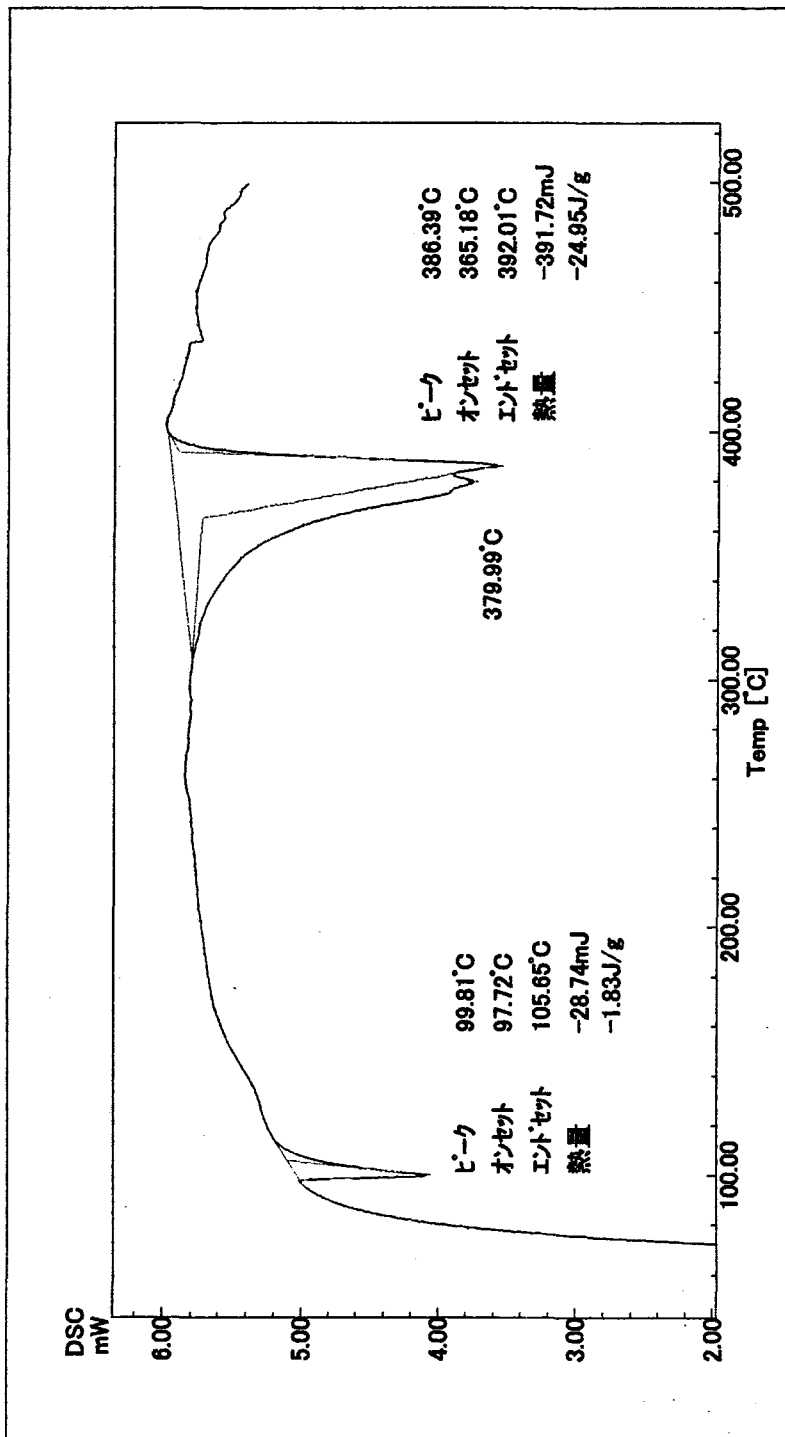


図3-50 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:80.3at.%)

ファイル名: Na 82.6at%本試験.tad
 収集日: 03/03/11
 炉番号: 03031104
 試料名: PbBiNa Na95at%
 試料量: 15.900[mg]
 コント: Na:5.4mg LBE:10.4mg O:9ppm H2O:1ppm

熱分析データ解析

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

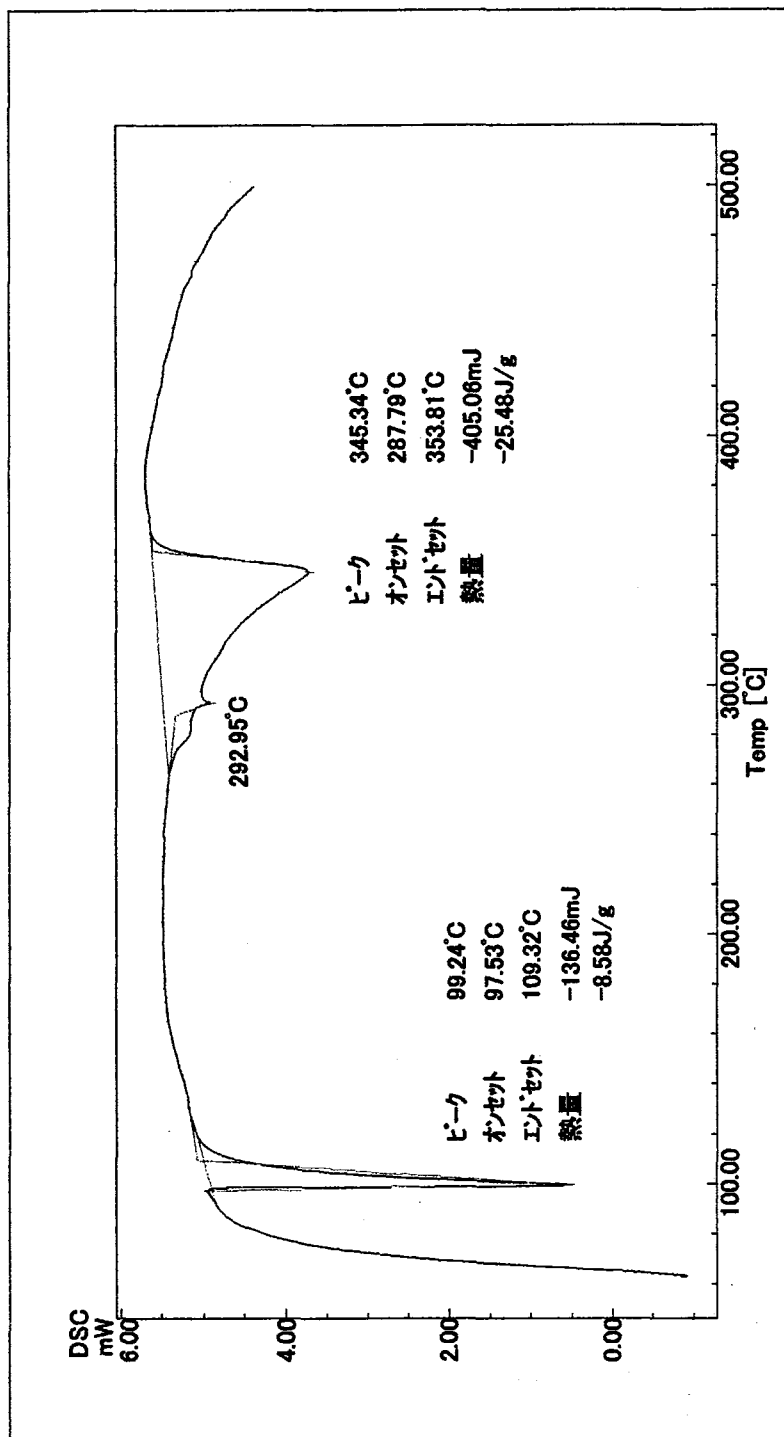


図3-5 1 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:82.6at.%)

ファイル名: Na 86.0at%本試験.tad
 収集日: 02/11/21
 印外番号: 02112102
 試料名: PbBiNa Na90at%(目標)
 試料量: 1.300[mg]
 コメント: Na: 0.6mg LBE:0.7mg
 O:2ppm H2O: 1ppm
 再加熱

[温度プログラム]
 加熱速度 [C/min] 10.00
 ホールド温度 [C] 500.0
 ホールド時間 [min] 0

熱分析データ解析

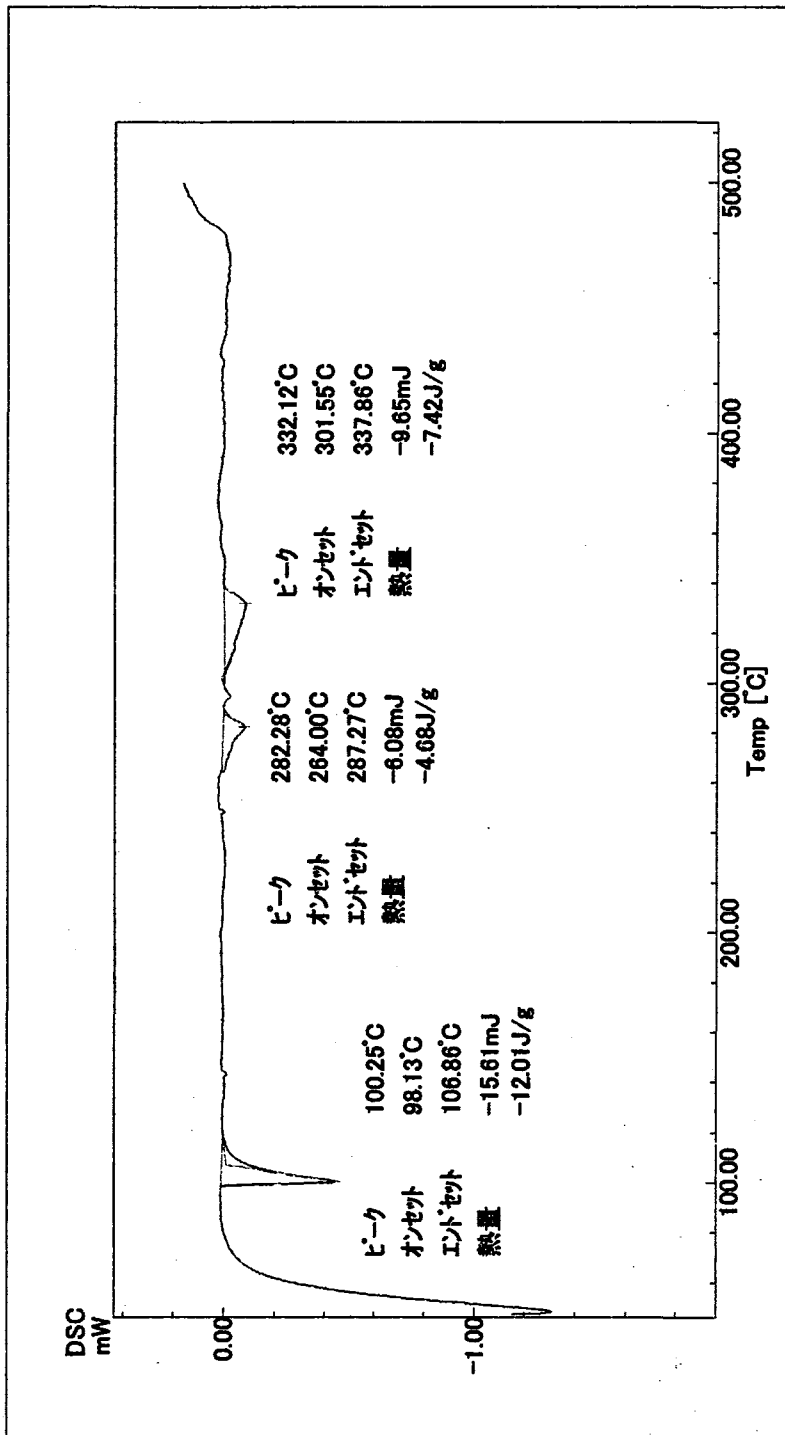


図3-52 本試験によって得られたDSC曲線 (Na:86.0at.%)

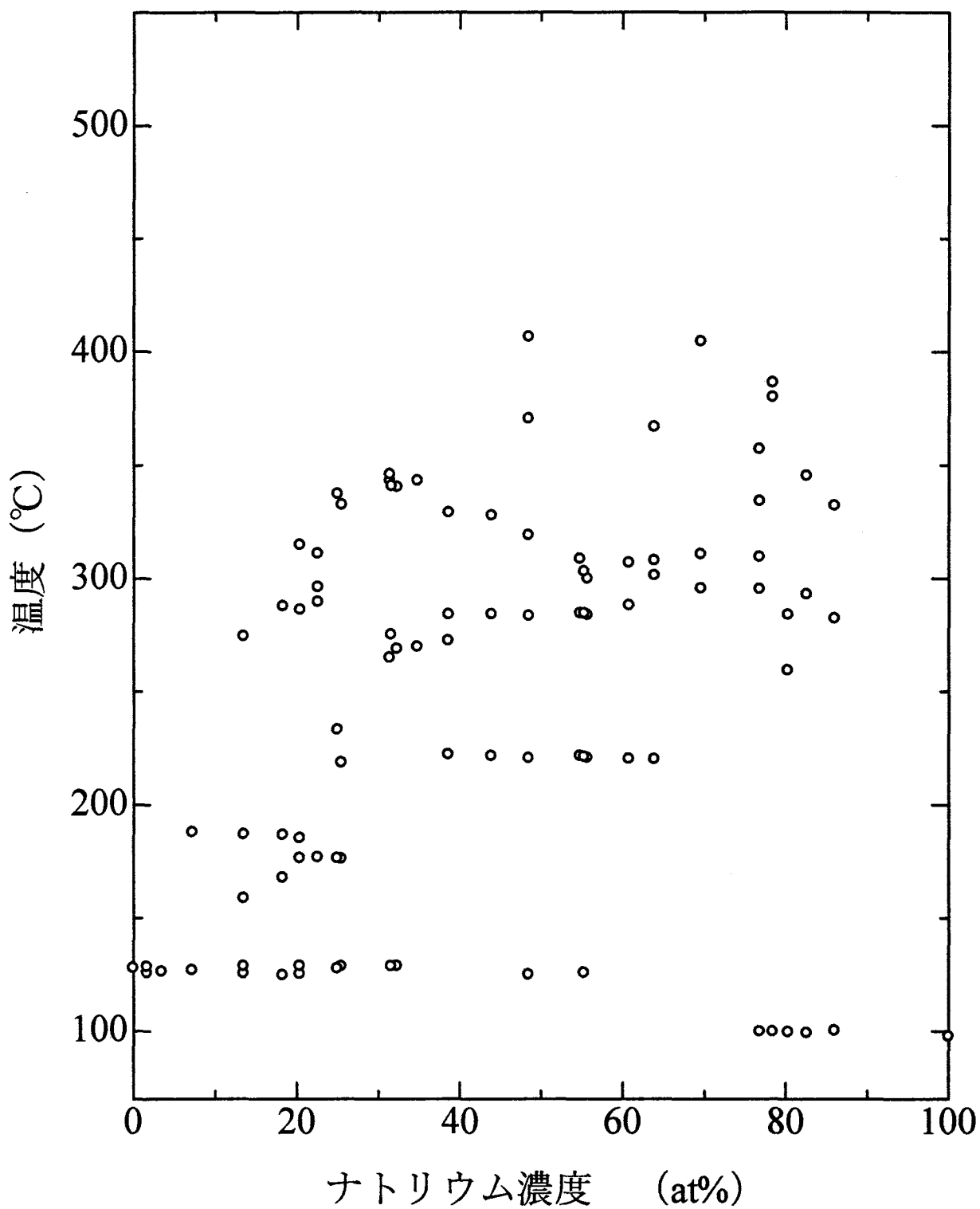


図 3 - 5 3 ナトリウム濃度と本試験で得られた DSC 曲線上の吸熱ピーク温度の関係

表 4 - 1 前処理試験時の総発熱量とナトリウム濃度の関係

	Na 分析値 at%	総反応熱量 J/g
#1	1.7	9.59
#2	3.5	10.25
#3	7.2	9.21
#4	13.5	36.59
#5	18.3	44.93
#6	20.4	54.66
#7	25.0	39.81
#8	25.5	79.48
#9	31.4	75.49
#10	31.6	87.7
#11	32.3	71.13
#12	34.8	87.32
#13	38.6	60.94
#14	43.9	112.64
#15	48.5	169.59
#16	54.8	217.82
#17	55.3	187.34
#18	55.7	204.96
#19	60.8	277.32
#20	63.9	177.21
#21	69.6	174.01
#22	76.8	157.39
#23	78.4	254.1
#24	80.3	166.19
#25	82.6	284.28
#26	86.0	312.76

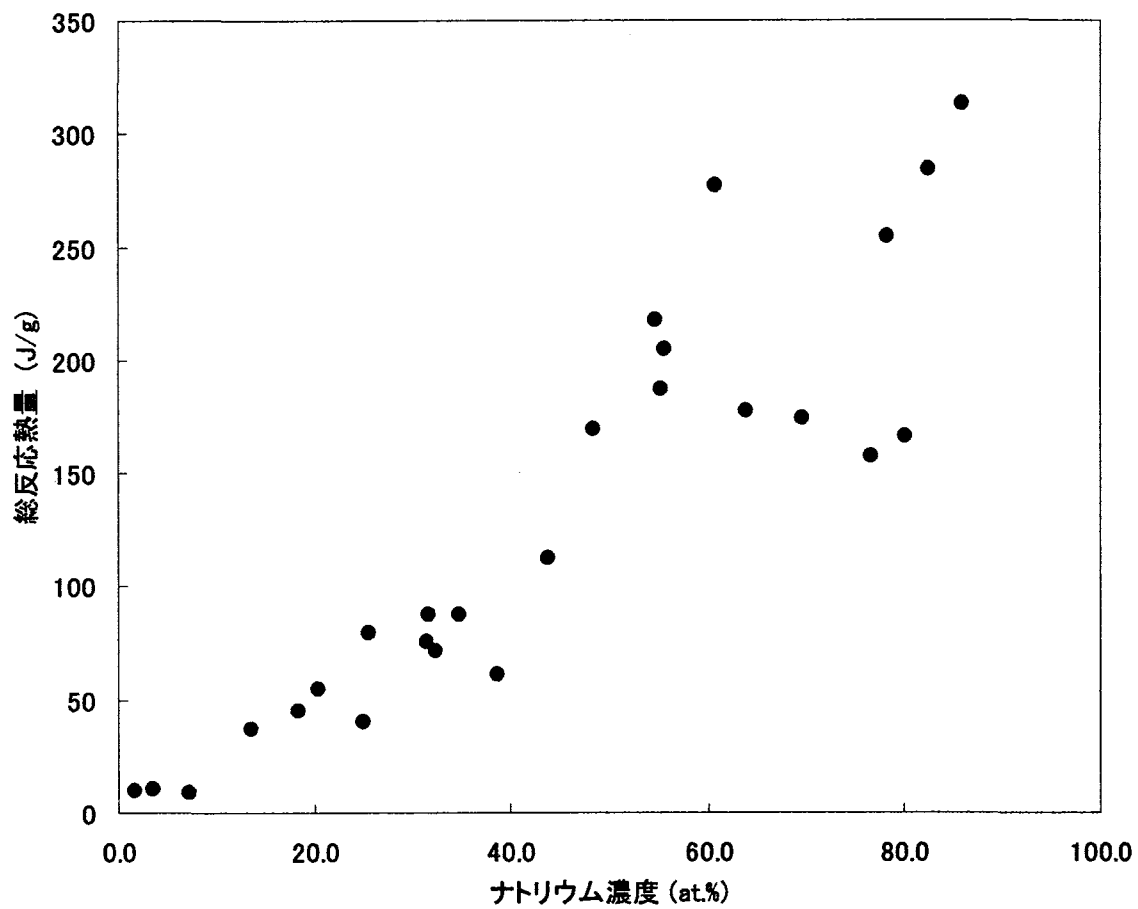


図 4 - 1 前処理試験時の総発熱量とナトリウム濃度の関係

Pb-Na Phase Diagram

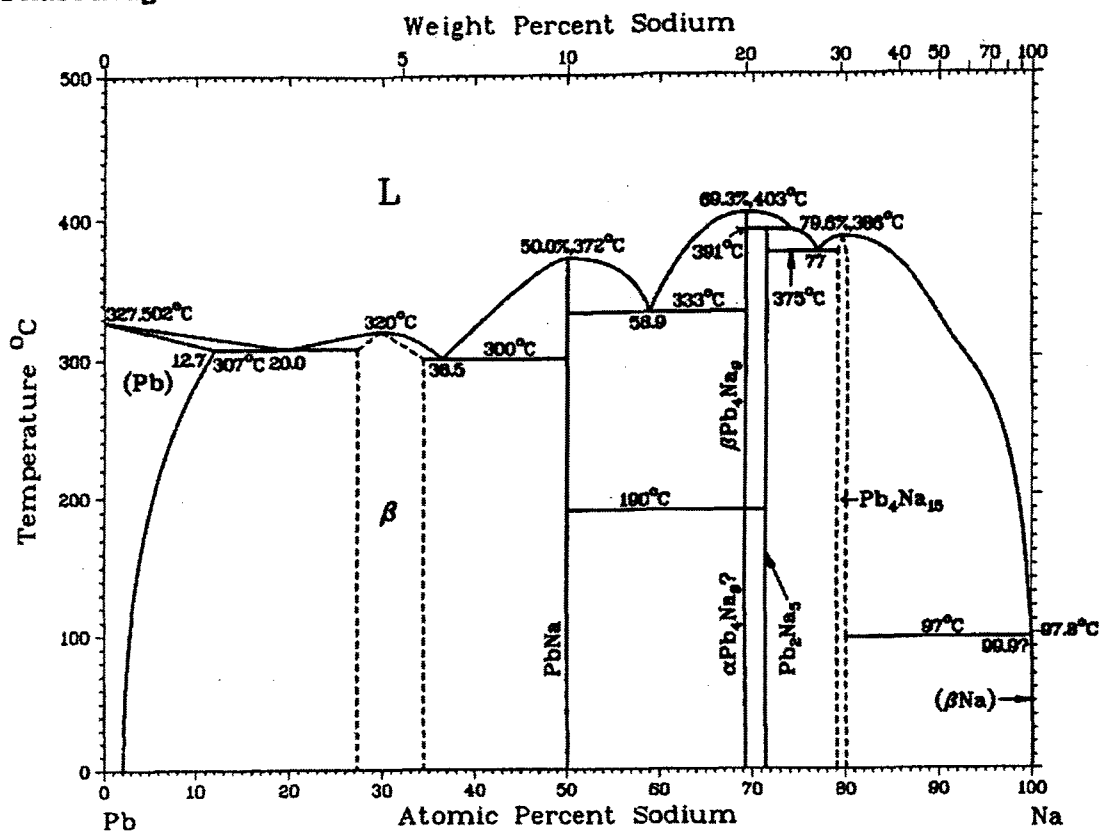


図 4 - 2 鉛-ナトリウム 2 元系状態図

Bi-Na Phase Diagram

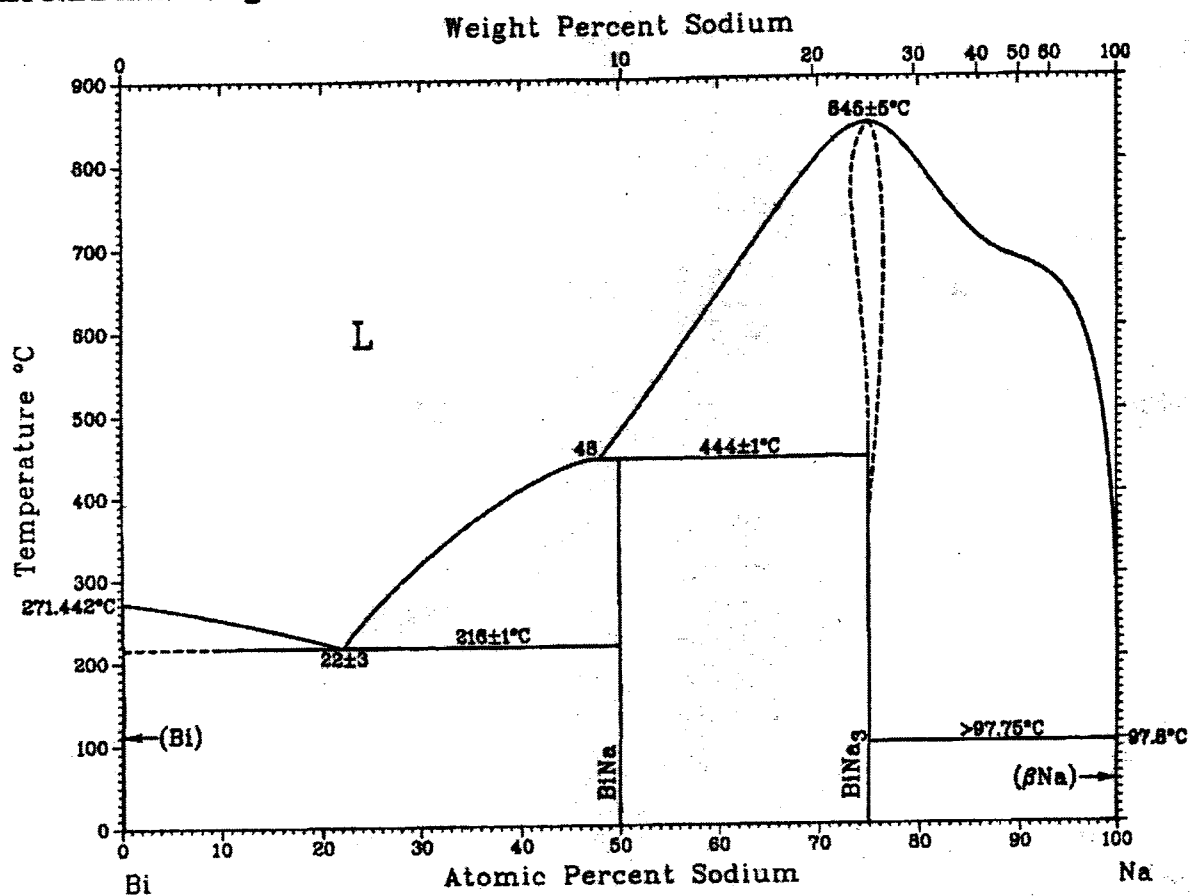


図 4 - 3 ビスマス-ナトリウム 2 元系状態図

Pb-Bi Phase Diagram

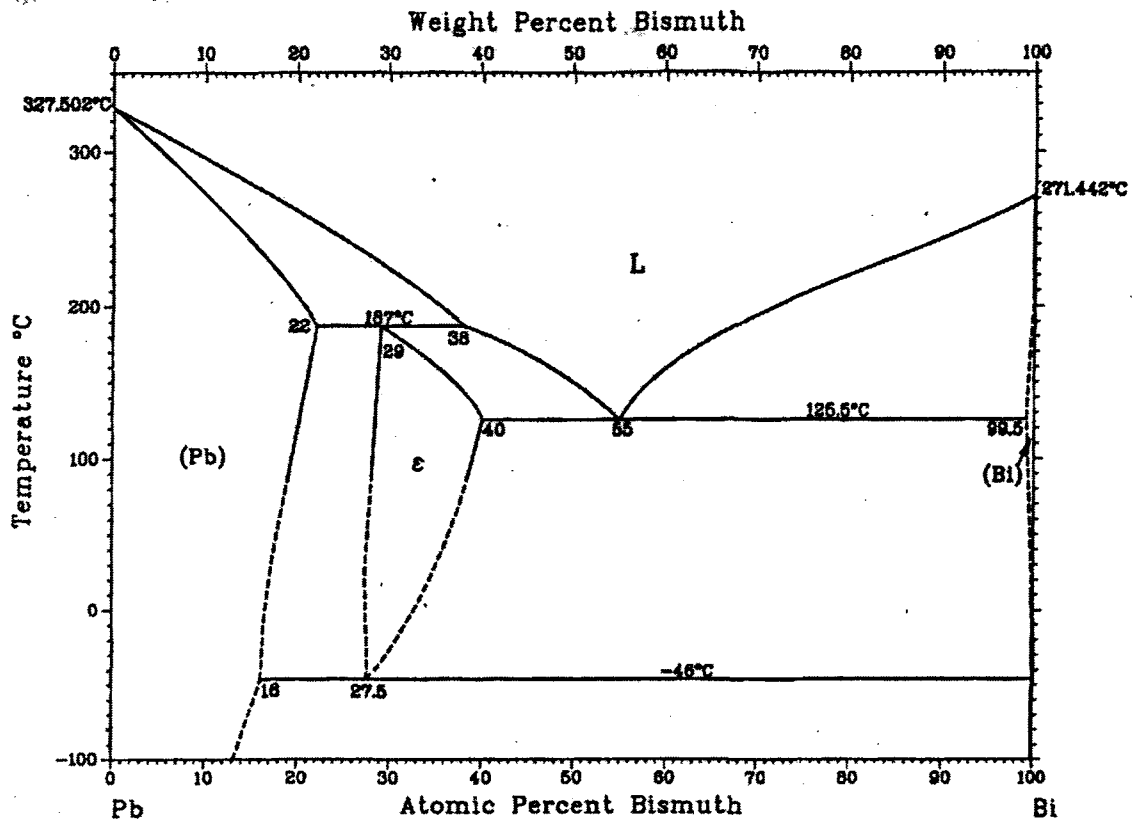


図 4 - 4 鉛-ビスマス 2 元系状態図

表 4-2 ナトリウム、鉛、ビスマスの融点および各二元化合物の
融点および相転移温度

相	融点および相転移点 (°C)	成分
BiNa ₃	8 4 5	73.5~77.5 at.%Na
BiNa	4 4 4	50 at.%Na
Pb ₄ Na ₉	4 0 3	~69.2 at.%Na
Pb ₂ Na ₅	3 9 1	~71.4 at.%Na
Pb ₄ Na ₁₅	3 8 6	~79~80at.%Na
PbNa	3 7 2	50 at.%Na
Pb	3 2 7 . 5 0	100at.%Pb
β -Pb ₃ Na	3 2 0	27~34 at.%Na
Bi	2 7 1 . 4 4	100at.%Bi
ϵ -PbBi	1 8 7	Pb 27-41.6at%Bi
Na	9 7 . 8	100 at.%Na

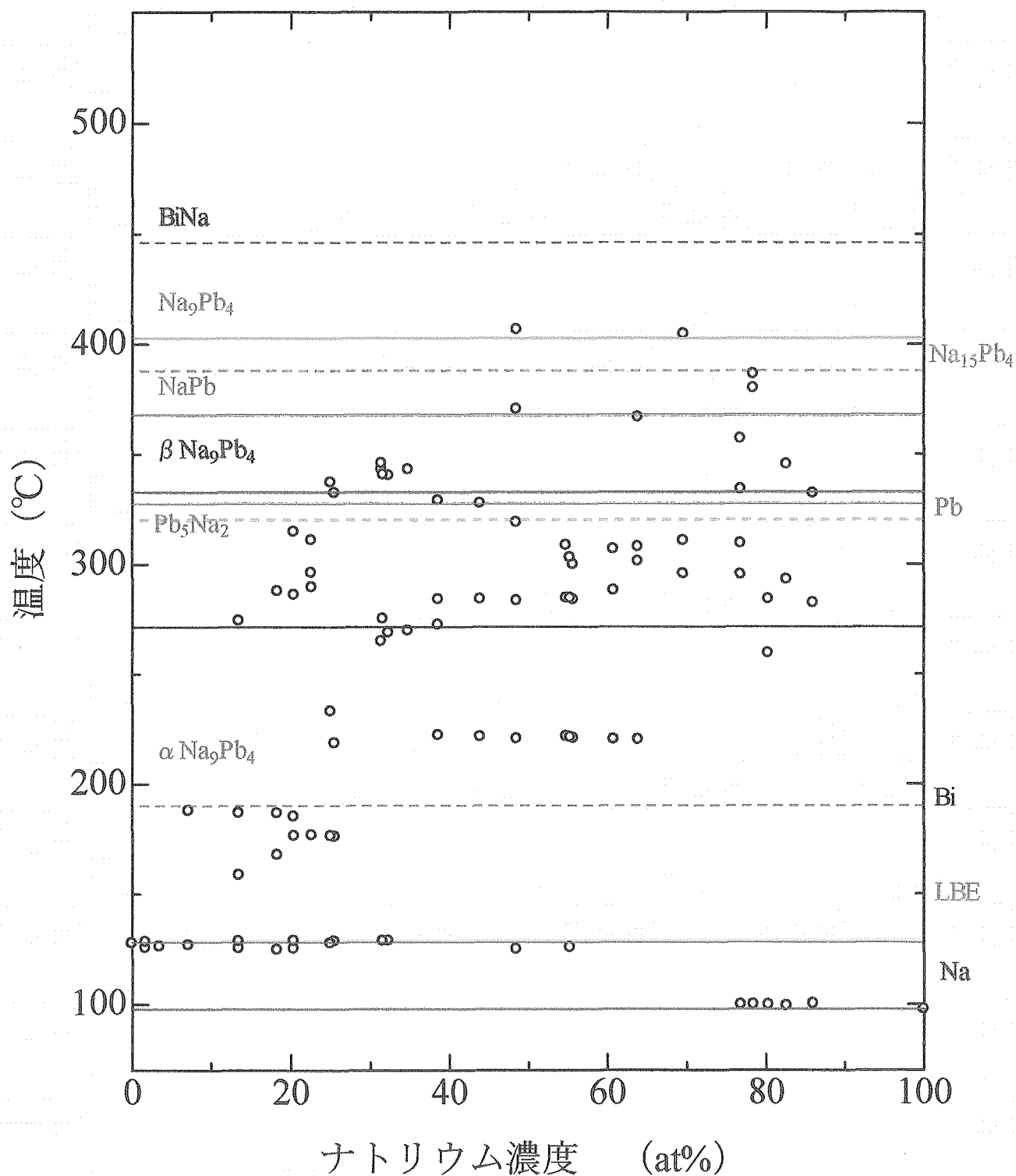


図 4 - 5 ナトリウム濃度と本試験で得られた DSC 曲線上の吸熱ピーク温度の関係と二元化合物の転移温度