

PbO-SiO<sub>2</sub>系の固相研究  
(スラグ中イオンの状態研究-III)

大阪大学工学部 岩本信也 前山智 萩野和己 足立彰

1. 緒言

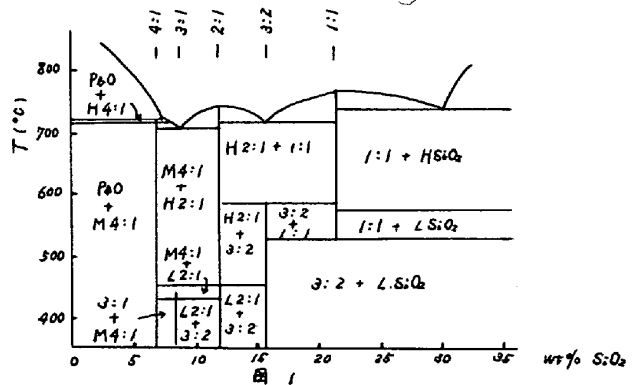
PbO-SiO<sub>2</sub>二元系溶融珪酸鉛において、諸物性値が化合物の存在する組成付近において変化することが、報告されている。我々は化合物直上の液体構造に関する知見を得るために、本系の液体状態と固体状態におけるPbのNMR(核磁気共鳴)化学シフトの研究を企画した。研究の第1段階として固体化合物(PbO-SiO<sub>2</sub>, 2PbO-SiO<sub>2</sub>, 4PbO-SiO<sub>2</sub>)の標準試料と、3PbO-2SiO<sub>2</sub>, 3PbO-SiO<sub>2</sub>化合物の存在に関する予備実験の結果を報告する。

2. 実験方法

Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>溶液とSiO<sub>2</sub>ゾル溶液を目的とする化合物組成になるように秤量し、マグネット攪拌器で約1昼夜攪拌した。次に水分を蒸発させ、そのまま加熱を続ける。さらに、水を加えてこの操作を二度繰り返してから熱処理する。(共沈法) PbOとSiO<sub>2</sub>均等試薬を所定量(PbOの揮発損失を考慮)混合して白金ルツボ内で、1000°C, 1.5時間溶融後急冷してガラス状珪酸鉛を得たのと同様に(固相法) 2つの方法を採用した。後者の方法では、NMRのシグナルを得やすくするために、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を0.5wt%添加して溶融した。3PbO-2SiO<sub>2</sub>, 3PbO-SiO<sub>2</sub>の熱処理温度はOttらの状態図に従った。熱処理温度、用いた処理時間を表1に、Ottらの提出した状態図を図1に示す。

表1

	No	共沈法(A)		固相法(B)			
		組成	熱処理	組成	熱処理		
		Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub> モル比	温度	時間	PbOwt%	温度	時間
PbO-SiO <sub>2</sub>	1	1	710	93	79.81	720	45
3PbO-2SiO <sub>2</sub>	1.5	1.5	560	115	85.79	550	92
2PbO-SiO <sub>2</sub>	2	2	680	95	89.14	720	45
3PbO-SiO <sub>2</sub>	3	3	415	115	92.77	410	92
4PbO-SiO <sub>2</sub>	4	4	710	93	94.71	720	45



熱処理後、試料をX線回折で同定した。現在、高温X線回折を続行中である。

3. 実験結果

- ① No. 1, 2, 4 については、AとBのX線回折のd値は一致し、Argyle<sup>2)</sup>らの提出しているPbO-SiO<sub>2</sub>, 2PbO-SiO<sub>2</sub>, 4PbO-SiO<sub>2</sub> d値とも少(違いはあるが、ほぼ一致している。
- ② A-No. 1.5は3PbO-2SiO<sub>2</sub>とPbO-SiO<sub>2</sub>の混合からなり、B-No. 1.5は3PbO-SiO<sub>2</sub>とPbO-SiO<sub>2</sub>, 2PbO-SiO<sub>2</sub>の混合からなっていることが、d値からわかる。
- ③ No. 3についてはAとBのd値は完全に一致することになる。B-No. 3はOttらが3PbO-SiO<sub>2</sub>化合物のd値として提出している値と一致一致するが、ピークの数は少し多い。

4. 参考文献

1. W. Richard Ott and Malcolm. B. McLaren J. Amer. Ceram. Soc. vol 53 (1970) p 374
2. J. F. Argyle and F. A. Hummel ibid., vol 43 (1960) p 452