

JAERI-M
7518

酸化リチウム (Li_2O) の焼結

1978年2月

高橋 正・菊池 武雄

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問い合わせは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

酸化リチウム (Li_2O) の焼結

日本原子力研究所 東海研究所 燃料工学部

高橋 正・菊地 武雄

(1976年7月受理)

市販の酸化リチウム Li_2O 粉末を出発原料として用い、粉末熱処理、圧粉成型、焼結などの各過程について種々の条件を選んで、その焼結性を調べた。

粉末熱処理に関しては、粉末中の水酸化リチウム LiOH や炭酸リチウム Li_2CO_3 を熱分解させるため、真空中で 700°C 以上に加熱した後、圧粉、焼結を行った。

圧粉は、 1 t/cm^2 から 5 t/cm^2 の成型圧で行い、焼結は、真空およびアルゴンガスの雰囲気中で、焼結温度 $900 \sim 1200^\circ\text{C}$ 、焼結時間 $1 \sim 4$ 時間で行い各々の条件における焼結性を調べた。

酸化リチウム Li_2O の圧粉体密度 (Green density) は、成型圧に強く依存し、 5 t/cm^2 の圧力で成型した圧粉体密度は、理論密度の 72% にも達した。焼結密度については、とくに焼結温度の効果が著しく、 1200°C で 4 時間焼結した焼結密度は、93% TD に達した。

焼結雰囲気に関しては、真空焼結の場合表面の焼成状態がよく、アルゴンガス中の焼結は、ペレットが着色し好ましい結果を示さなかった。また、酸化リチウム粉末のボールミル粉碎果に関しては、粉末の微細化による活性化が進むほど、水分や炭酸ガスとの反応も活性になるためか、逆に焼結密度が低下した。

Sintering of lithium oxide Li_2O

Tadashi TAKAHASHI and Takeo KIKUCHI
Division of Nuclear Fuel Research,
Tokai Research Establishment, JAERI

(Received July 1976)

Sintering characteristics of lithium oxide Li_2O were studied, with Li_2O powder as the starting material, including heat treatment of the powder, compaction and sintering.

Heat treatment was made higher than 700 °c in vacuum to thermally decompose lithium hydroxide and carbonate. Cold pressing was made at pressure 1~5 t/cm². The pressed pellets were sintered at temperature 900~1200 °c for 1~4 h in vacuum and argon gas respectively.

Green density of the Li_2O pressed depended on the compaction pressure ; 72 % of the theoretical density was attained at a pressure of 5 t/cm². Effect of the sintering temperature on the sintered density was large ; 93 % of the theoretical was attained at 1200 °c for 4 h. Effect of the sintering atmosphere and of the ball milling on the sintering characteristics were also examined.

Keywords: Lithium Oxides, Sintering, Sintered Density,
X-ray Diffraction, Temperature Dependence

目 次

1. まえがき	1
2. 実験方法	1
2.1 原料	1
2.2 焼結	1
3. 実験結果および考察	2
3.1 酸化リチウム Li_2O の焼結	2
3.1.1 原料酸化リチウムの真空熱処理	2
3.1.2 酸化リチウムの圧粉体密度および焼結密度に 対する粉末成型圧の効果	2
3.1.3 焼結密度に対する焼結温度の効果	2
3.1.4 焼結密度に対する焼結時間の効果	2
3.1.5 焼結密度に対する粉碎時間の効果	3
3.1.6 焼結の試料容器の焼結性に対する効果	3
3.1.7 ペレットの収縮率と成型圧, 焼結温度および 焼結時間との関係	3
3.2 酸化リチウムのキャラクタリゼーション	3
X線回折パターン, 焼結体の格子定数	
炭酸リチウムの熱分析, 不純物の分析	
4. まとめ	4

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental procedure	1
2.1 Materials	1
2.2 Sintering	1
3. Experimental results and discussion	2
3.1 Sintering of lithium oxide, Li_2O	2
3.1.1 Thermal treatment of as-received Li_2O in vacuum	2
3.1.2 Effects of compaction pressure on green density and sintered density of lithium oxide	2
3.1.3 Effect of sintering temperature on sintered density	2
3.1.4 Effect of sintering time on sintered density	2
3.1.5 Effect of milling time on sintered density	3
3.1.6 Effect of sample vessels on sinterability	3
3.1.7 Relationships between shrinkage rate and compaction pressure sintering temperature and sintering time of pellets	3
3.2 Characterization of Li_2O : x-ray diffraction pattern, lattice parameter of sintered pellets, thermal analysis of lithium carbonate and analysis of impurities	3
4. Summary	4

1. ま え が き

酸化リチウム Li_2O は、核融合炉のブランケット材として原研の設計概念に提案されているが¹⁾、現在のところ酸化リチウムに関する物性の報告は、予想外に数少なく、焼結体を作成したという報告は、みあたらない。そこで、酸化リチウムの諸特性を明らかにする必要から、まず、とりあえず、市販の酸化リチウム粉末を出発原料として使用し、その成型性および焼結性について研究を試みた。主に、焼結密度に対する焼結温度、焼結時間、成型圧、粉碎時間および焼結雰囲気の効果について調べた。

2. 実 験 方 法

2.1 原料

原料の酸化リチウム Li_2O は2種類で、Cerac/Pure Inc. (99%, アルゴンガス封入)およびMerck Co. が製造元であり、 $\frac{1}{4}$ " Pieceの白色顆粒状である。

2.2 焼結

原料の酸化リチウム Li_2O 粉末は、水酸化リチウム LiOH および炭酸リチウム Li_2CO_3 などによりかなり変化していると推測されたので、真空中で 340°C から 700°C の温度で熱分解により水および炭酸ガスなどの脱ガスを行った。

酸化リチウム粉末の圧粉成型は、不活性ガス雰囲気(アルゴンガス)中でバインダーを使わず、直径 12.9mm のタングステンカーバイドを内張りしたダイスを用いて、ペレット1個につき 1.0g および 2.3g を 0.5 t/cm^2 から 5.0 t/cm^2 の圧力で行った。

圧粉体重量と寸法とを測定して圧粉密度(Green density)を求め、焼結後の重量および寸法の測定から焼結前後の変化を検討した。

焼結は、真空およびアルゴンガス雰囲気中で、焼結温度 $900\sim 1200^\circ\text{C}$ 、焼結時間 $1\sim 4$ 時間で行い、ボールミル粉碎時間の効果も調べた。また、白金、タンタル、ニッケル、モリブデン、タングステンなどの坩堝を用いて、酸化リチウムと焼結坩堝の適合性を調べた。

1. ま え が き

酸化リチウム Li_2O は、核融合炉のブランケット材として原研の設計概念に提案されているが¹⁾、現在のところ酸化リチウムに関する物性の報告は、予想外に数少なく、焼結体を作成したという報告は、みあたらない。そこで、酸化リチウムの諸特性を明らかにする必要から、まず、とりあえず、市販の酸化リチウム粉末を出発原料として使用し、その成型性および焼結性について研究を試みた。主に、焼結密度に対する焼結温度、焼結時間、成型圧、粉碎時間および焼結雰囲気の効果について調べた。

2. 実 験 方 法

2.1 原料

原料の酸化リチウム Li_2O は2種類で、Cerac/Pure Inc. (99%, アルゴンガス封入)およびMerck Co. が製造元であり、 $\frac{1}{4}$ " Pieceの白色顆粒状である。

2.2 焼結

原料の酸化リチウム Li_2O 粉末は、水酸化リチウム LiOH および炭酸リチウム Li_2CO_3 などによりかなり変化していると推測されたので、真空中で 340°C から 700°C の温度で熱分解により水および炭酸ガスなどの脱ガスを行った。

酸化リチウム粉末の圧粉成型は、不活性ガス雰囲気(アルゴンガス)中でバインダーを使わず、直径12.9mmのタングステンカーバイドを内張りしたダイスを用いて、ペレット1個につき1.0gおよび2.3gを $0.5 \frac{\text{t}}{\text{cm}^2}$ から $5.0 \frac{\text{t}}{\text{cm}^2}$ の圧力で行った。

圧粉体重量と寸法とを測定して圧粉密度(Green density)を求め、焼結後の重量および寸法の測定から焼結前後の変化を検討した。

焼結は、真空およびアルゴンガス雰囲気中で、焼結温度 $900\sim 1200^\circ\text{C}$ 、焼結時間1~4時間で行い、ボールミル粉碎時間の効果も調べた。また、白金、タンタル、ニッケル、モリブデン、タングステンなどの坩堝を用いて、酸化リチウムと焼結坩堝の適合性を調べた。

3. 実験結果および考察

3.1 酸化リチウムの焼結

3.1.1 原料酸化リチウム粉末の焼結前真空熱処理

原料の酸化リチウム粉末は、真空熱処理後、Cerac社のものは、平均して6.6wt%，Merck社の方は、約9wt%の重量損失が認められた。熱処理温度と焼結後の重量損失との関係については、熱処理温度が340℃のとき平均3wt%，400℃のとき1.25wt%，700℃のとき0.6～0.8wt%，900℃のとき0.16～0.30wt%であった。これらの結果にもとづいて、熱処理温度は、700℃以上で行うのが適当と思われた。

3.1.2 酸化リチウムの圧粉体密度および焼結密度に対する粉末成型圧の効果

酸化リチウムの圧粉体密度および焼結密度と粉末成型圧との関係をFig. 1に示した。焼結時間は4時間で、ペレット1個あたり23gの試料を用いた。圧粉体密度は、成型圧 0.5 t/cm^2 のとき理論密度(2.023 g/cm^3)の55% (55%TD)から 5 t/cm^2 のとき72%TDへと、圧粉体密度は成型圧に対して強く依存する傾向を示している。焼結嵩密度(Sintered bulk density)は、焼結温度1100℃のとき、成型圧 0.5 t/cm^2 の場合の72%TDから 5 t/cm^2 の87%TDへと圧粉体密度(Green density)の曲線が平行移行して、圧粉体密度より約17%TD嵩密度が高くなっている。焼結温度1200℃のとき、成型圧 1 t/cm^2 の場合の約83%TDから 5 t/cm^2 の93%TDに達している。Fig. 2に、ペレット1個あたり1gの試料を使用した結果を示した。成型圧 1 t/cm^2 の場合の圧粉体密度約62%TDから 4 t/cm^2 の場合の約72%TDまで変化している。

焼結温度1100℃であるが、23gのペレットの圧粉体密度および焼結密度より、成型圧力が同じ場合で比較して、多少高い嵩密度を示している。

3.1.3 焼結密度に対する焼結温度の効果

焼結密度に及ぼす焼結温度の効果をFig. 3に示す。

成型圧は 4 t/cm^2 、焼結時間は4時間で、a図が真空中、b図がアルゴンガス雰囲気中で焼結した結果を示す。

真空焼結の場合、焼結温度が900℃のとき、焼結密度は、圧粉密度よりわずかに高くなったにすぎないが、1200℃では、93%TDに達し、焼結密度と焼結温度とは、ほぼ直線的関係を示している。アルゴンガス雰囲気中の焼結は、焼結温度との関連性などが明らかでなく、また、焼結ペレットは、着色していてあまり好ましくなかった。

3.1.4 焼結温度に対する焼結時間の効果

焼結温度と焼結時間との関係をFig. 4に示す。成型圧は 4 t/cm^2 で、圧粉密度は約72%TDである。a図は、真空焼結した結果で、焼結温度が1000℃のときに比べて焼結温度が高くなるほど、その焼結時間の効果は大きくなっているが、焼結温度の効果と比較すると小さい。

アルゴンガス雰囲気中の焼結では、はっきりした結果は得られなかった。

3.1.5 焼結密度に対する粉砕時間の効果

圧粉体密度および焼結密度に及ぼす粉砕時間の効果を Fig. 5 に示す。成型圧は 4 t/cm^2 で、末粉砕の場合の圧粉体密度は約 72%TD で、8 時間の粉砕で 75%TD となり、72 時間まで圧粉密度に変化がみとめられない。焼結密度も圧粉体密度と同様な傾向を示し、1000 °C の焼結では、粉砕時間が 16 時間まで比較的顕著な効果を示しているが、72 時間と粉砕時間を長くしても、それほど効果がみとめられなかった。1100 °C の焼結では、粉砕の効果はさらに小さく、高密度が数 %TD 高くなったにすぎない。このように、酸化リチウム粉末の粉砕による焼結性の向上の効果は小さいが、これは、微粉末になることに伴う逆効果として、水分や炭酸ガスとの反応が起り易くなるため、焼結密度が低い結果を示したものと考えられる。

3.1.6 焼結の試料容器の焼結性に対する効果

試料容器として白金坩堝が最も優れ、次いでタンタル、ニッケル坩堝の順に良好であった。モリブデン、タングステンは、焼結中に反応を起し適していなかった。

共存性の検討の立場から、Inconel 600, Hastelloy-X, SUS 304 の板上にグリーンペレットを置いて焼結温度 1000 °C で加熱したところ、Ni 含有率が高い合金ほど好ましく逆に鉄成分が多くなるほどペレット接触面に鉄の酸化物と思われる褐色の生成物が見られ、ペレットもクラックや変形を起した。

3.1.7 ペレットの収縮率と成型圧、焼結温度および焼結時間との関係

焼結後の寸法収縮率と焼結条件との関係を Fig. 6 の a, b, c に示す。ペレット 1 個あたり 1g の試料を用いた場合の結果である。焼結温度は、1100 °C であるが、成型圧が高くなると収縮率は小さく、直径方向の収縮より長さ方向の収縮の方が成型圧依存度が大きく、低い成型圧では、長さ方向（プレス方向）の収縮が大きく、圧力が増すに従い長さ方向よりも直径方向の方が収縮率が大きくなる傾向を示している。（Fig. 6-a）。収縮率と焼結温度との関係については、温度が高くなるとともに収縮率は大きく、直径方向と長さ方向とは、ほぼ同じような収縮を示し、900 °C で 2% から 1250 °C で約 10% の収縮率である。（Fig. 6-b, 成型圧 4 t/cm^2 ）。収縮率と焼結時間との関係は、短時間の焼結では、直径方向および長さ方向とも収縮率に大差はないが、長時間の焼結になるに従い長さ方向の方が直径方向の収縮率よりいくぶん大きく、焼結時間に対する依存度が強くなっている。（Fig. 6-c）。

3.2 酸化リチウムのキャラクタリゼーション

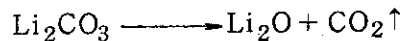
原料から焼結後の各過程の酸化リチウムの X 線パターンを Fig. 7 にまとめて示す。原料の Li_2O 粉末と 700 °C で真空熱処理した Li_2O 粉末と焼結した Li_2O を比較したものである。原料の酸化リチウム粉末パターンには、水酸化リチウム LiOH および炭酸リチウム Li_2CO_3 のピークが見られる。真空中、700 °C で熱処理した酸化リチウムは、 LiOH , Li_2CO_3 の痕跡が多少見られるが、X 線回析中に変化したものと推察される。1200 °C で焼結したペレットのパターンは、 Li_2O 単相であることを示している。

酸化リチウム焼結体の高角度回析パターンの例を Fig. 8 に示す。酸化リチウムの格子定数は、A. S. T. M. カードに記載されている値によると $a_0 = 4.6114 \text{ \AA}$ である²⁾。

焼結ペレット3個について測定した結果は $a_0 = 4.6117 \pm 0.0005 \text{ \AA}$, $4.6122 \pm 0.0008 \text{ \AA}$, そして $4.6128 \pm 0.0004 \text{ \AA}$ であった。原料の酸化リチウム粉末および 700°C で熱処理した酸化リチウム Li_2O の高角度回折パターンは、ブロードで、その上、 $K\alpha_1(\text{Cu})$ と $K\alpha_2(\text{Cu})$ とに明瞭に別れないので、格子定数の正確な評価は困難であった。原料の Li_2O 粉末は、かなり低温の熱分解により調製されたものと推定される。

炭酸リチウム Li_2CO_3 を真空中で熱分解した際の重量変化を熱天秤によって測定した予備的結果を Fig. 9 に示す。昇温速度は、 750°C まではほぼ一定である。 600°C で真空度が下がり始め、 670°C で重量減少がみられる。

分解反応が次の式



で起るものとした場合の CO_2 の計算値よりも重量減少が大きいことがみとめられる。この結果は、分解温度を知るために行った予備的なもので定量的な測定は、試料を充分吟味した上で、今後行っていく。

原料 Li_2O 粉末と種々の焼結条件下で焼結したペレットの不純物金属の予備的な分析値を Table. 1 に示す。^{*}原料の Li_2O 粉末は、Cerac社製およびMerck社製の不純物の値に大きな差はなく、主な不純物は、K, Caで、つぎにFe, Pb, などが比較的多い値を示している。焼結前後の分析値を比較すると、Naは、焼結後かなり減少し、Kも同様に減少している。Caは、それほど減少がないようである。Mo坩堝を用いた真空焼結ペレットから0.094wt%のMoが検出されたのが注目される。その他の不純物については、焼結体と原料粉末との間には分析値に差が認められない。

4. ま と め

核融合炉用ブランケット材として注目されている酸化リチウム Li_2O について、2つのメーカーで市販されている顆粒状の酸化リチウムを使い、焼結実験を試み、種々の密度の酸化リチウム焼結体の焼結条件を見出した。代表的なグリーンペレットおよび焼結ペレットの外観写真を Fig. 10 に示す。

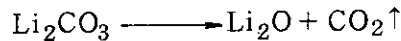
- (1) 原料の酸化リチウム Li_2O は、まず、 700°C 以上に真空加熱して脱ガスを行う。
- (2) 酸化リチウムの圧粉体密度は、成型圧の依存性が強く、 1 t/cm^2 で57%TDから 5 t/cm^2 で72%TDの範囲にあり、これは、そのまま焼結密度に影響を与える。
- (3) 焼結性に対する焼結温度の依存性は大きく、 900°C から 1200°C まではほぼ直線関係を示して密度が高くなり、その値は、72%TDから93%TDの範囲に及んだ。
- (4) 焼結温度が 1000°C の場合、焼結時間1時間から4時間に対応して、密度は、76%TDから80%TDにわたり、 1100°C の場合、80%TDから87%TDで、焼結温度が高いほど焼結時間の効果は大きい、焼結温度の依存性ほど顕著でない。

*この分析値は、原研分析センターで行われた予備的結果である。

焼結ペレット3個について測定した結果は $a_0 = 4.6117 \pm 0.0005 \text{ \AA}$, $4.6122 \pm 0.0008 \text{ \AA}$, そして $4.6128 \pm 0.0004 \text{ \AA}$ であった。原料の酸化リチウム粉末および 700°C で熱処理した酸化リチウム Li_2O の高角度回折パターンは、ブロードで、その上、 $K\alpha_1(\text{Cu})$ と $K\alpha_2(\text{Cu})$ とに明瞭に別れないので、格子定数の正確な評価は困難であった。原料の Li_2O 粉末は、かなり低温の熱分解により調製されたものと推定される。

炭酸リチウム Li_2CO_3 を真空中で熱分解した際の重量変化を熱天秤によって測定した予備的結果を Fig. 9 に示す。昇温速度は、 750°C まではほぼ一定である。 600°C で真空度が下がり始め、 670°C で重量減少がみられる。

分解反応が次の式



で起るものとした場合の CO_2 の計算値よりも重量減少が大きいことがみとめられる。この結果は、分解温度を知るために行った予備的なもので定量的な測定は、試料を充分吟味した上で、今後行っていく。

原料 Li_2O 粉末と種々の焼結条件下で焼結したペレットの不純物金属の予備的な分析値を Table. 1 に示す*。原料の Li_2O 粉末は、Cerac社製およびMerck社製の不純物の値に大きな差はなく、主な不純物は、K, Ca で、つぎに Fe, Pb, などが比較的多い値を示している。焼結前後の分析値を比較すると、Naは、焼結後かなり減少し、Kも同様に減少している。Caは、それほど減少がないようである。Mo坩堝を用いた真空焼結ペレットから $0.094\text{ wt}\%$ のMoが検出されたのが注目される。その他の不純物については、焼結体と原料粉末との間には分析値に差が認められない。

4. ま と め

核融合炉用ブランケット材として注目されている酸化リチウム Li_2O について、2つのメーカーで市販されている顆粒状の酸化リチウムを使い、焼結実験を試み、種々の密度の酸化リチウム焼結体の焼結条件を見出した。代表的なグリーンペレットおよび焼結ペレットの外観写真を Fig. 10 に示す。

- (1) 原料の酸化リチウム Li_2O は、まず、 700°C 以上に真空加熱して脱ガスを行う。
- (2) 酸化リチウムの圧粉体密度は、成型圧の依存性が強く、 1 t/cm^2 で 57% TD から 5 t/cm^2 で 72% TD の範囲にあり、これは、そのまま焼結密度に影響を与える。
- (3) 焼結性に対する焼結温度の依存性は大きく、 900°C から 1200°C まではほぼ直線的関係を示して密度が高くなり、その値は、 72% TD から 93% TD の範囲に及んだ。
- (4) 焼結温度が 1000°C の場合、焼結時間1時間から4時間に対応して、密度は、 76% TD から 80% TD にわたり、 1100°C の場合、 80% TD から 87% TD で、焼結温度が高いほど焼結時間の効果は大きい、焼結温度の依存性ほど顕著でない。

*この分析値は、原研分析センターで行われた予備的結果である。

- (5) 粉碎（ボールミル）効果については、粉碎時間 8 時間までは、圧粉体密度および焼結密度を高くするが、微粉化に伴ない粉末取扱い中の反応が大きいため、焼結前に焼結性が低下する傾向を示す。
- (6) 焼結に用いる容器は、白金、タンタル、そしてニッケルの坩堝の順に良好で、タングステン、モリブデン坩堝は好ましくなかった。Inconel 600, Hastelloy-X, SUS 304 などの耐熱材料との適合性は、合金中の Ni 成分が多いほど、また鉄成分が少ないほど適しているようである。
- (7) 市販の酸化リチウム Li_2O の粉末の X 線回折パターンには、 LiOH および Li_2CO_3 のパターンがみられるが、真空中 700°C 以上に加熱すると、ほぼ Li_2O 単相となる。格子定数は、A. S. T. M. カードに記載されている値 $a_0 = 4.6114 \text{ \AA}$ に、ほぼ一致した値を示した。
- (8) 以上、市販の酸化リチウム Li_2O 粉末の焼結性についての結果を述べたが、要約すると、酸化リチウム粉末の成型性は優れ、圧粉体密度は、成型圧に著しく依存し、その最高密度（Green density）は、72% TD に達した。焼結密度は、焼結温度に強く依存し、ほぼ直線関係を示し、 1200°C の焼結で、最高密度 93.4% TD に達した。このように焼結密度は、圧粉成型圧と焼結温度に強く依存しているので、より焼結密度を高くするには、成型圧をより高くするのが有効であることがわかった。このことから、より高密度の Li_2O 焼結体を作るには、ホットプレスが有効な手法と考えられる。

この研究においては、原料として市販の酸化リチウム粉末を用いて焼結性を検討したが、今後の課題として、酸化リチウム Li_2O の母塩である硝酸リチウム LiNO_3 、あるいは、炭酸リチウム Li_2CO_3 、水酸化リチウム LiOH 、または過酸化リチウム Li_2O_2 等を精製し、酸化リチウム粉末の製造条件とその粉末のキャラクタリゼーションおよび焼結性について研究を行い、核融合ブランケット材として最適な Li_2O 焼結体の製造技術を確立してゆく必要があると考えられる。

References

- 1) Sako, K., Ohta, M., Seki, Y., Yamato, H., Hiraoka, T., Tanaka, K., Asami, N. and Mori, S., JAERI-M 5502 (1973)
- 2) Swanson, H. E., et al., Natl. Bur. Std. Monograph 25 (1962)

Table 1. Li₂Oの不純物分析結果

元素	原料Li ₂ O粉末		焼結ペレットの焼結条件												分析方法			
	Merck	Cerac	真空雰囲気						アルゴンガス雰囲気									
			1000°C 4h			1000°C 4h			1000°C 4h			1000°C 3h						
			Pt坩埚	Ta坩埚	Ta,72 ^{mil} 坩埚	Mo坩埚	Ta,72 ^{mil} 坩埚	Pt坩埚	Ta坩埚	Mo坩埚	Mo坩埚	Ni坩埚						
Na	+	+	0.060	0.066	-	0.005	-	0.005	0.005	0.005	-	0.037	+	0.025	-	0.005	0.005	発光分光分析
K	-	-	0.108	0.111	-	-	0.003	0.047	0.037	-	-	-	-	-	-	-	-	発光分光光度
Ca	-	-	0.024	0.029	-	-	+	0.020	0.026	0.026	0.026	0.021	+	0.021	-	0.020	0.021	発光分光分析
Fe	-	-	0.006	0.006	+	0.010	+	0.010	0.015	0.015	0.015	0.010	+	0.010	+	0.010	0.010	発光分光分析
Pb	-	-	0.008	0.008	-	0.008	-	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	-	0.008	-	0.008	0.008	発光分光分析
Mn	-	-	0.002	0.002	-	0.002	+	0.002	0.003	0.003	0.003	0.002	+	0.002	-	0.002	0.002	発光分光分析
Ni	-	-	0.002	0.002	-	0.002	-	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	+	0.002	-	0.002	0.002	発光分光分析
Mo	-	-	-	-	-	-	+	0.094	-	-	-	-	-	-	-	-	-	原子吸光分光光度
Al	-	-	0.002	0.002	-	0.006	-	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	+	0.006	-	0.002	0.006	発光分光分析
Cu	-	-	0.0006	0.0006	+	0.0008	+	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008	+	0.0008	+	0.0008	0.0008	発光分光分析
Si	-	-	(0.001)	(0.001)	-	(0.001)	+	0.006	0.006	0.006	0.006	(0.001)	+	(0.001)	-	(0.001)	(0.001)	発光分光分析
Ti	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	発光分光分析
Mg	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	発光分光分析

※ Sn, B, In, Sb, Cd, Cr, V, La, Ta は、発光分光分析で検出されなかった。

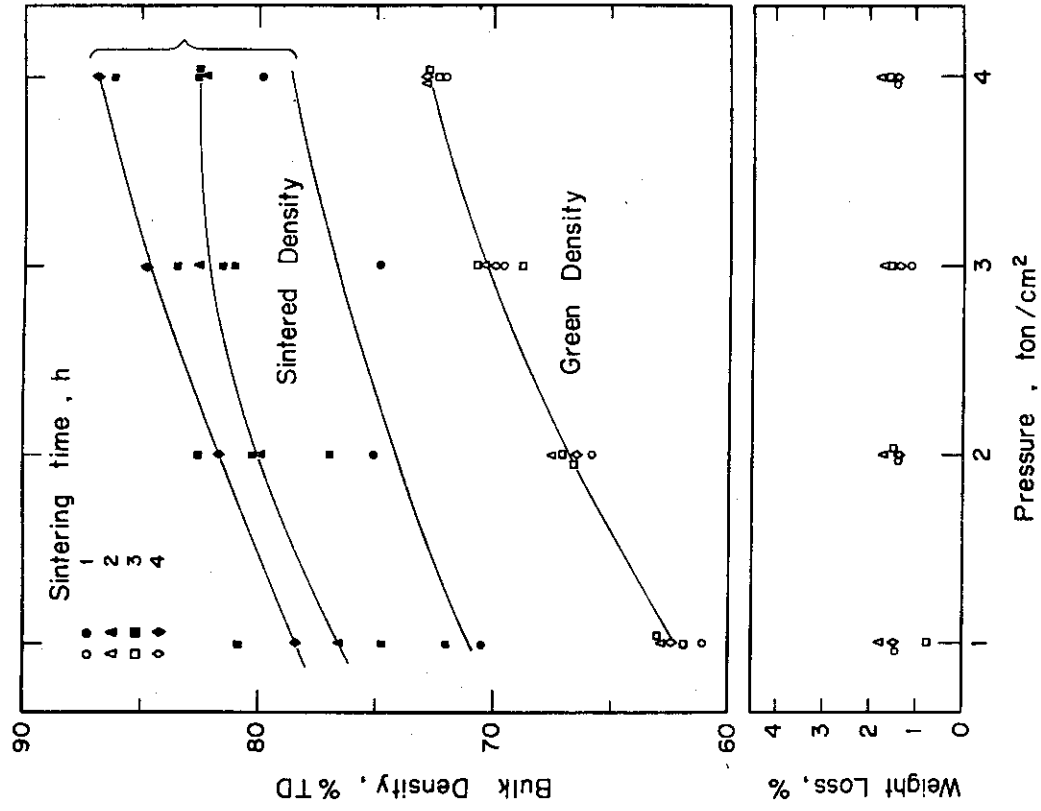


Fig.2 Relation between bulk density and pressure of Li₂O.
Sintering : 1100°C in Vacuum.

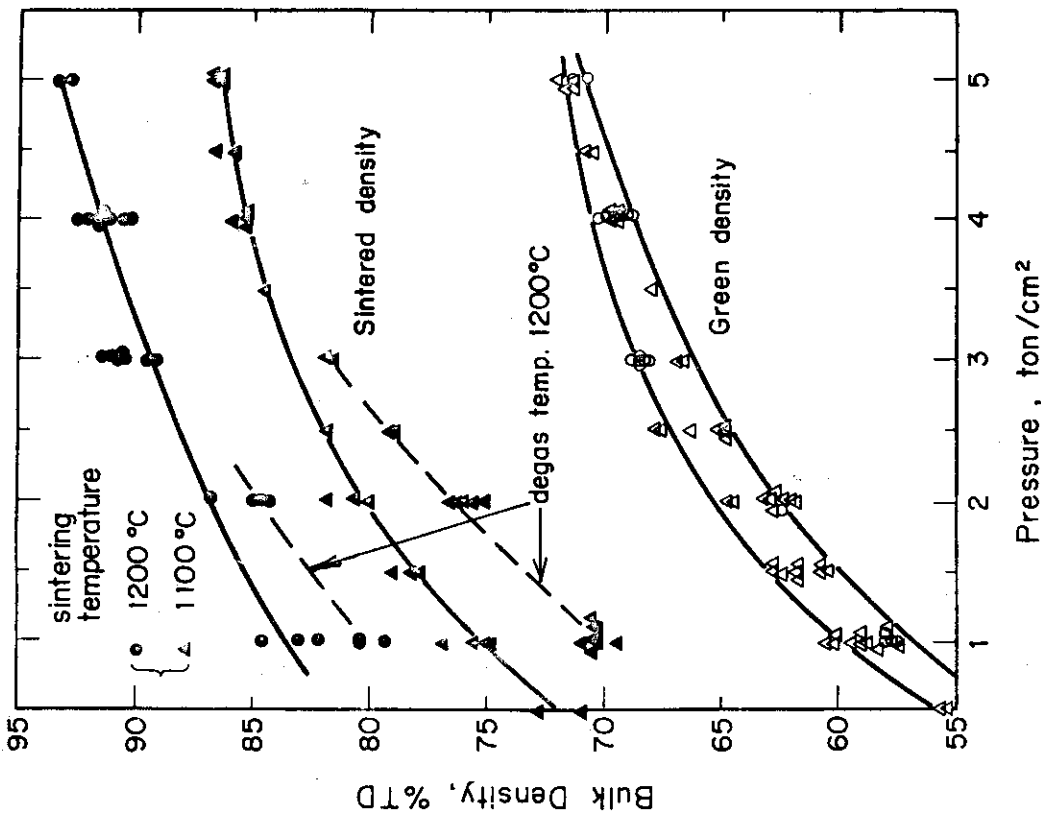
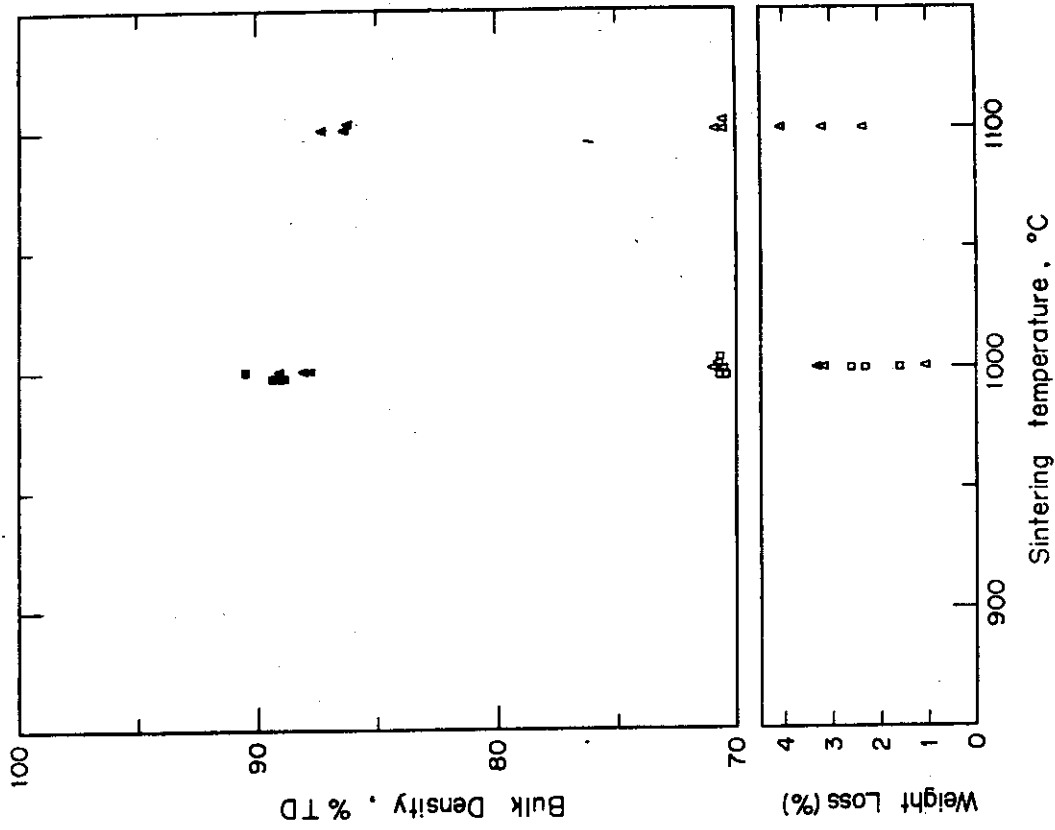


Fig.1. Relation between bulk density and pressure of Li₂O. sintering time : 4h



3b The effect of sintering temperature in Argon atmosphere on bulk density of Li_2O . Sintering time : 4 h.

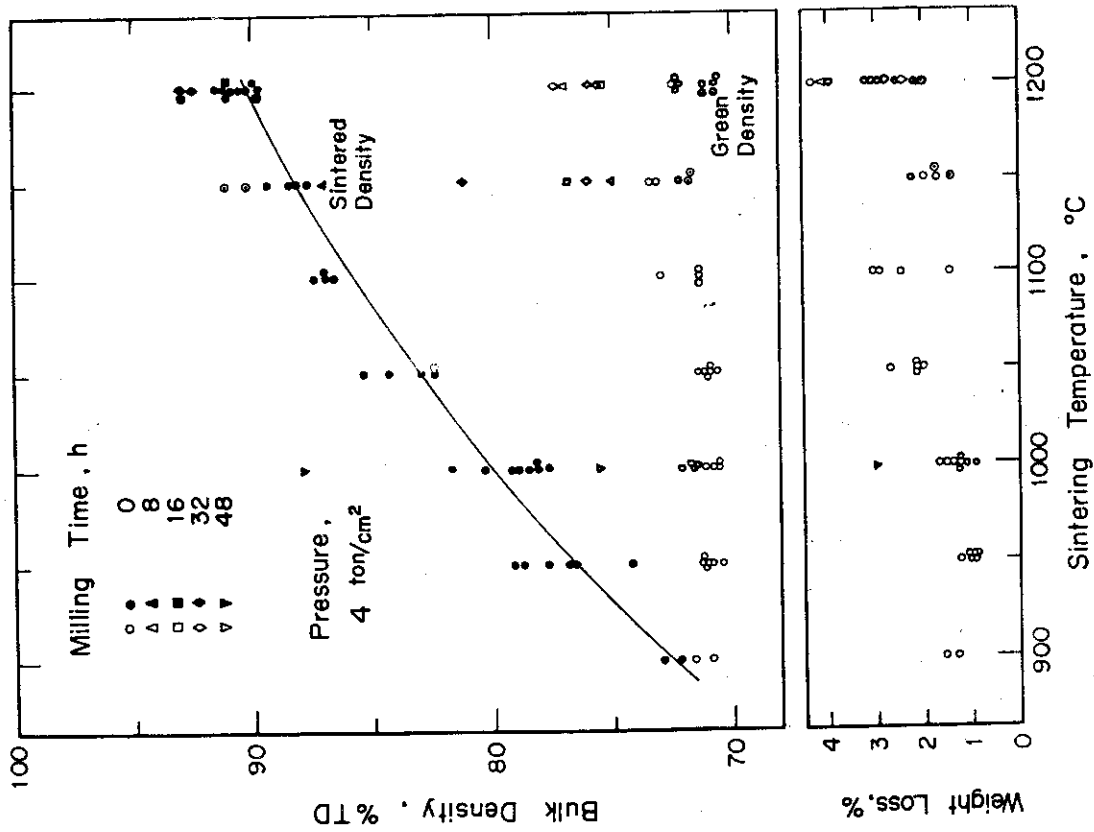
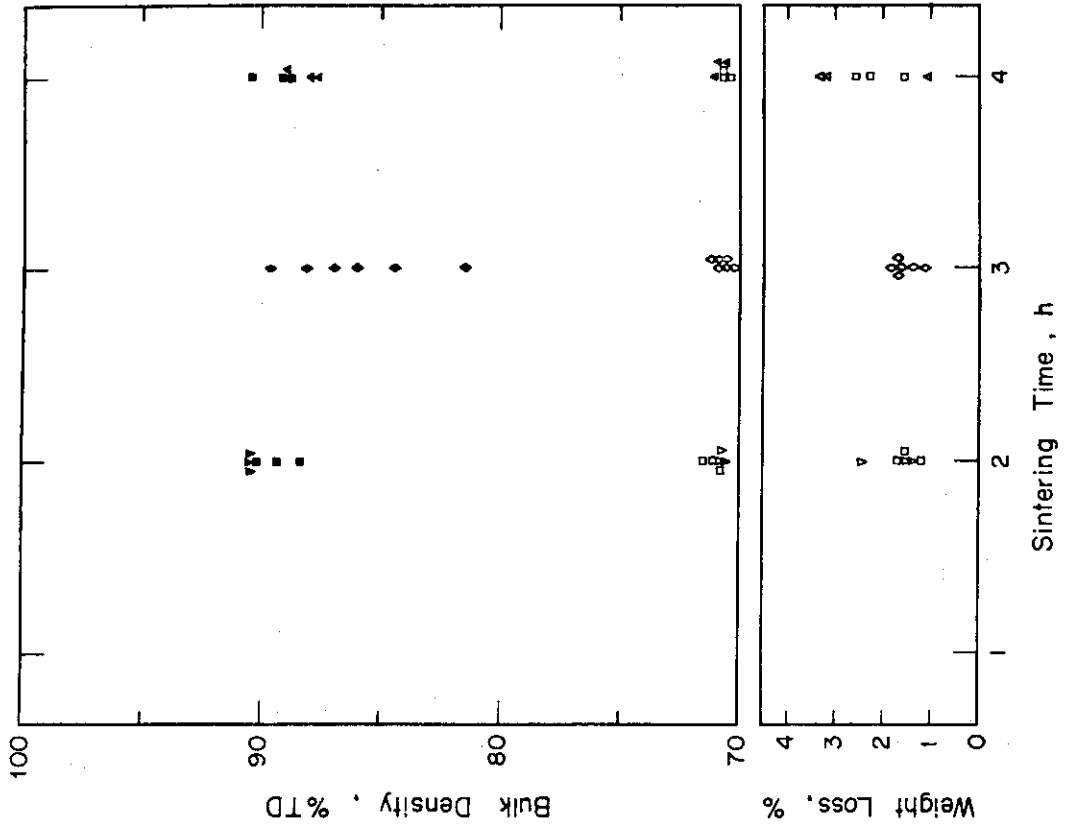


Fig.3a. The effect of sintering temperature in Vacuum on bulk density of Li_2O . Sintering time : 4 h



4b. The effect of sintering time at 1000°C in Argon atmosphere on bulk density of Li_2O . Pressure : 4 ton/cm².

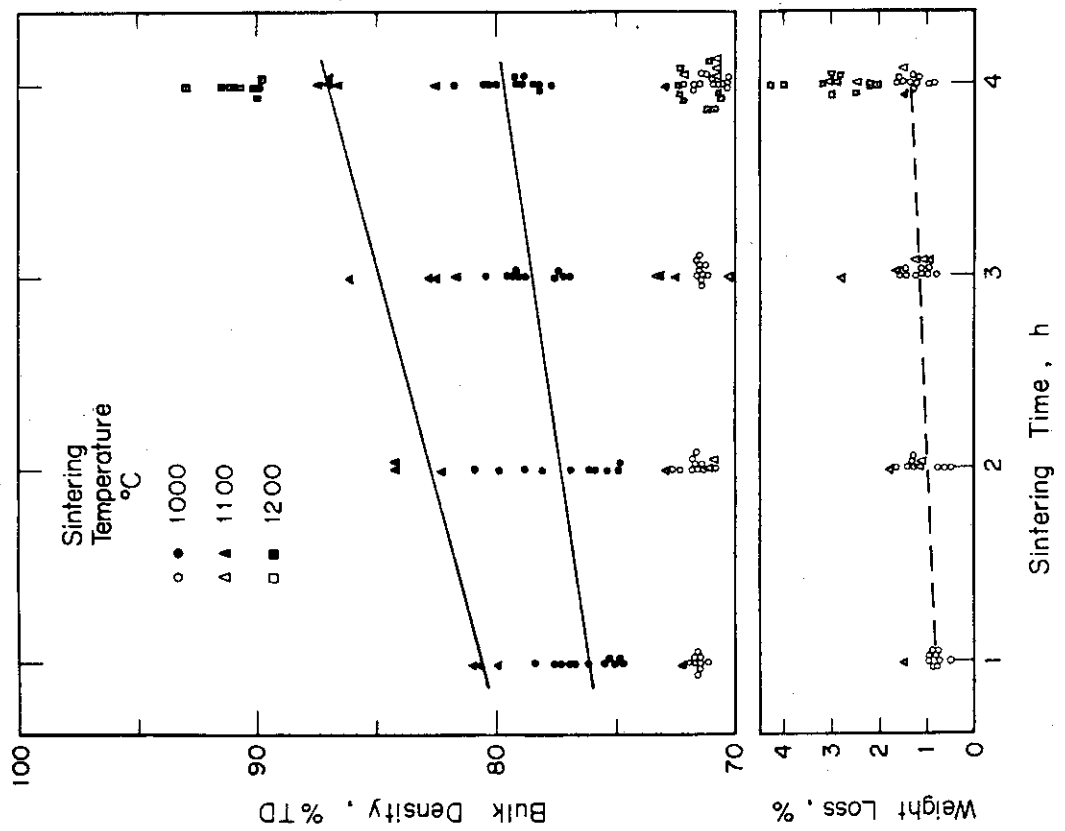
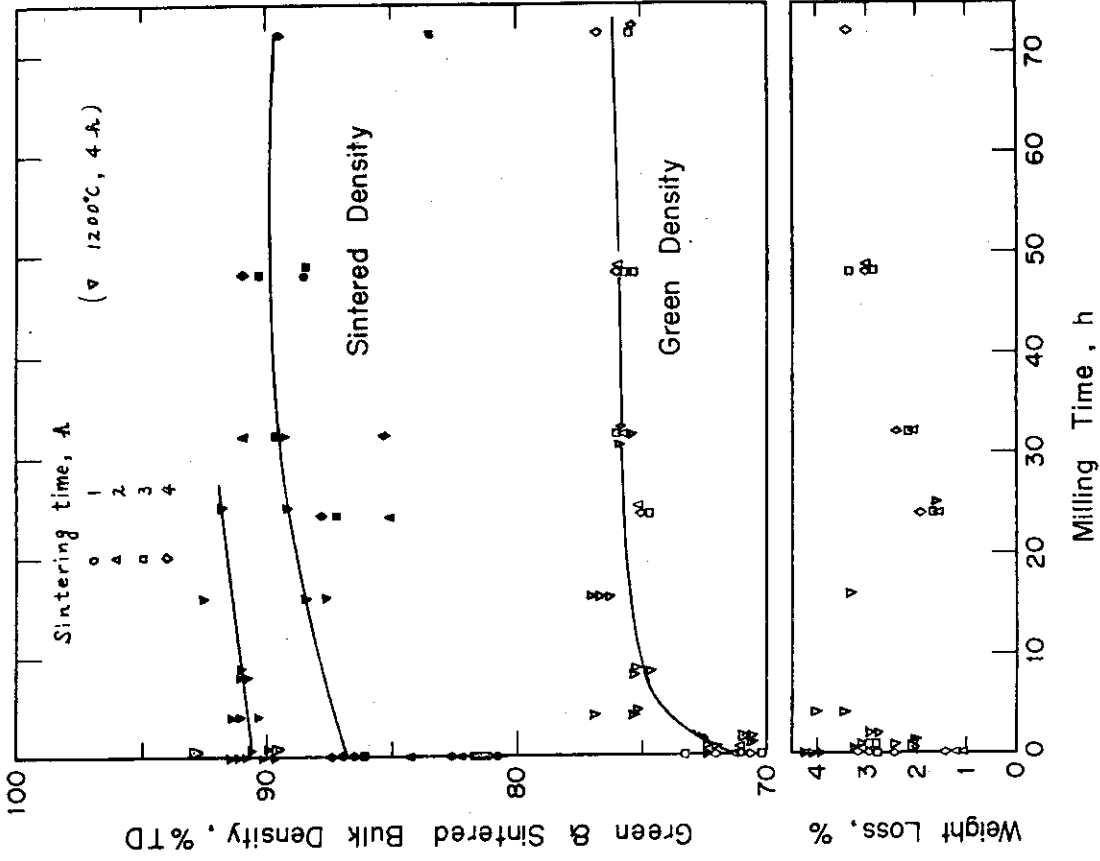


Fig.4 a. The effect of sintering time in Vacuum on bulk density of Li_2O . Pressure : 4 ton/cm².



5b. The effect of milling time on the sintered bulk density and green density of Li_2O .
Sintering : 1200°C in Vacuum.

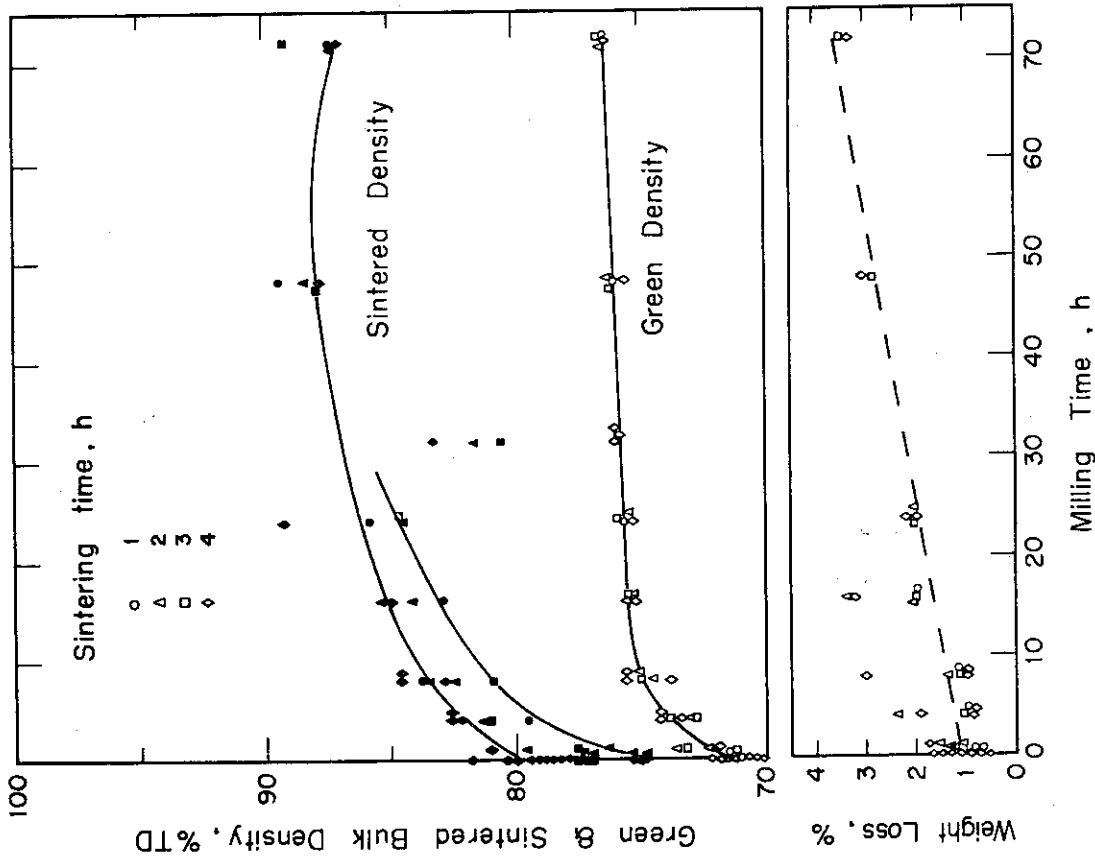


Fig.5a. The effect of milling time on the sintered bulk density and green density of Li_2O .
Sintering : 1000°C in Vacuum.

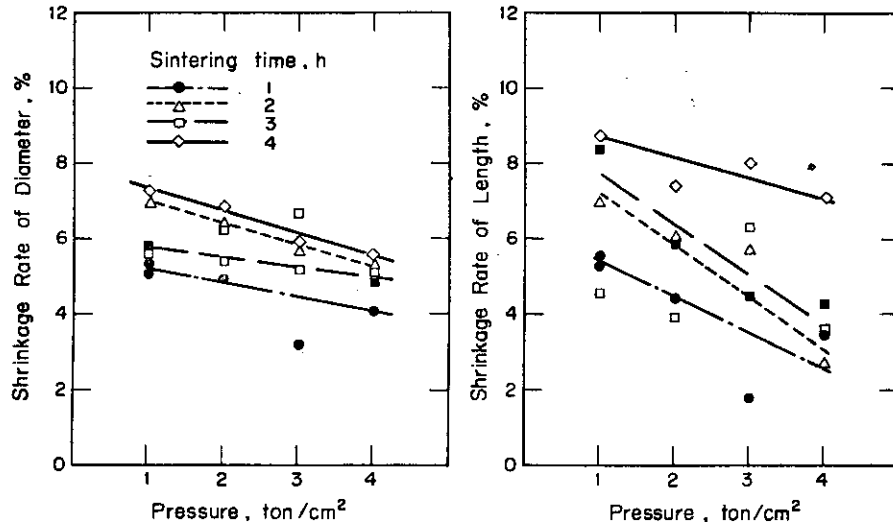


Fig.6 a. The effect of pressure on the shrinkage of diameter and length of Li_2O . sintering : 1100°C in vacuum.

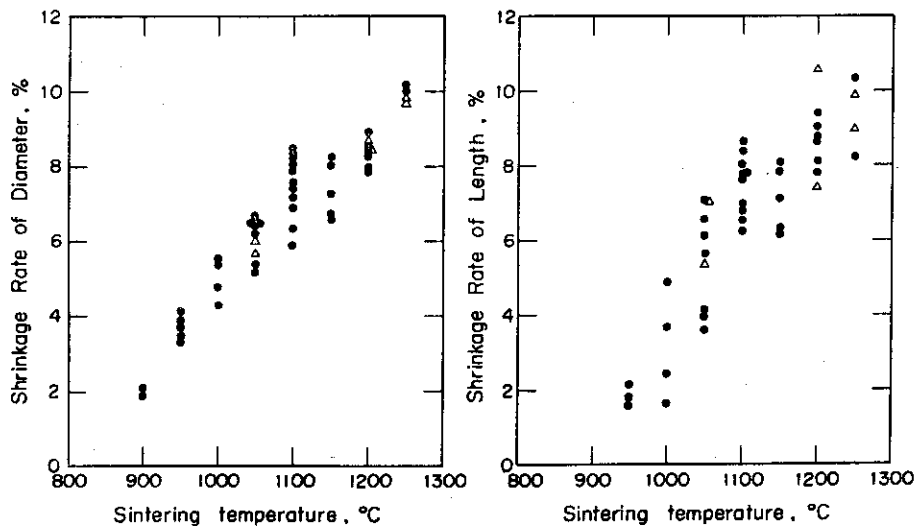


Fig.6 b. The effect of sintering temperature on the shrinkage of diameter and length of Li_2O . sintering time : 4 h

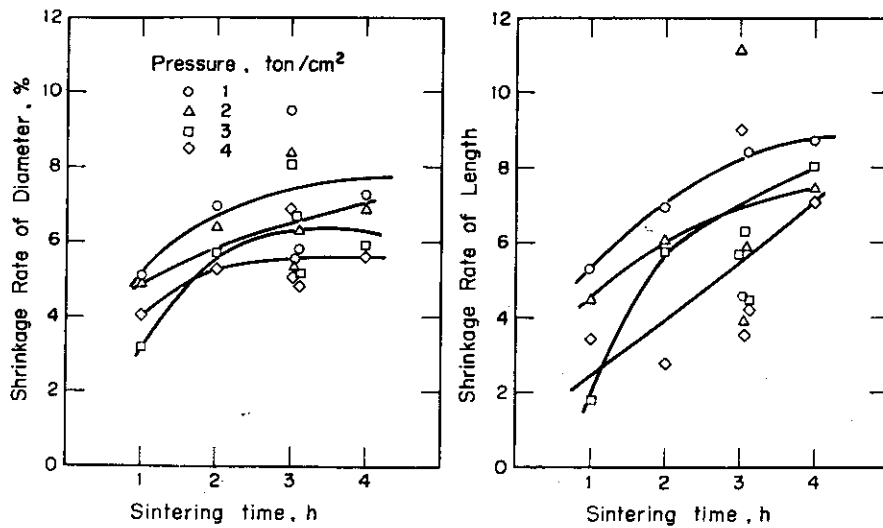


Fig.6 c. The effect of sintering time on the shrinkage of diameter and length of Li_2O . sintering : 1100°C in vacuum

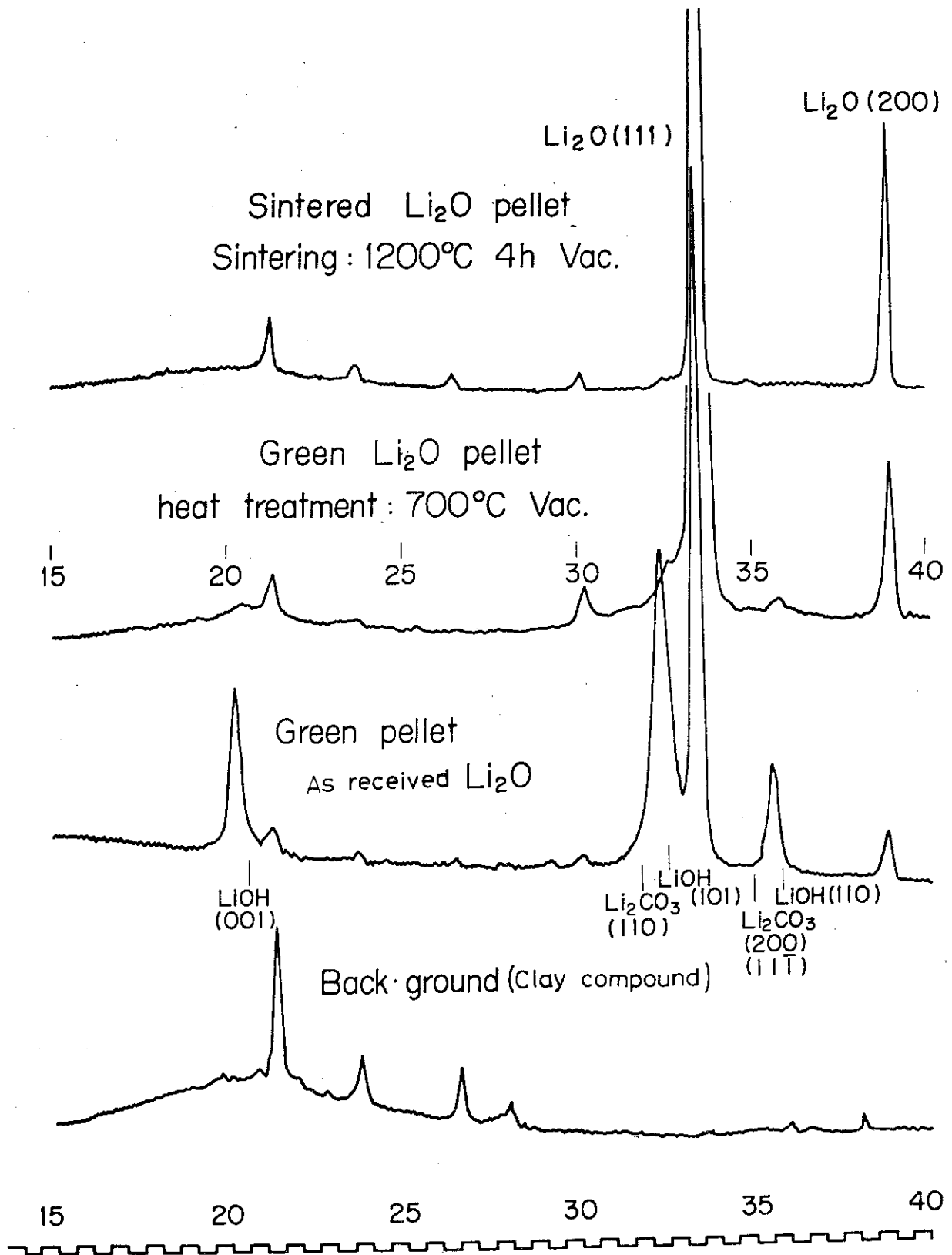


Fig. 7. X-ray diffraction pattern of Li_2O .

酸化リチウム (Li₂O)

$d_0 = 4.6114 \text{ \AA}$ (A.S.T.M)

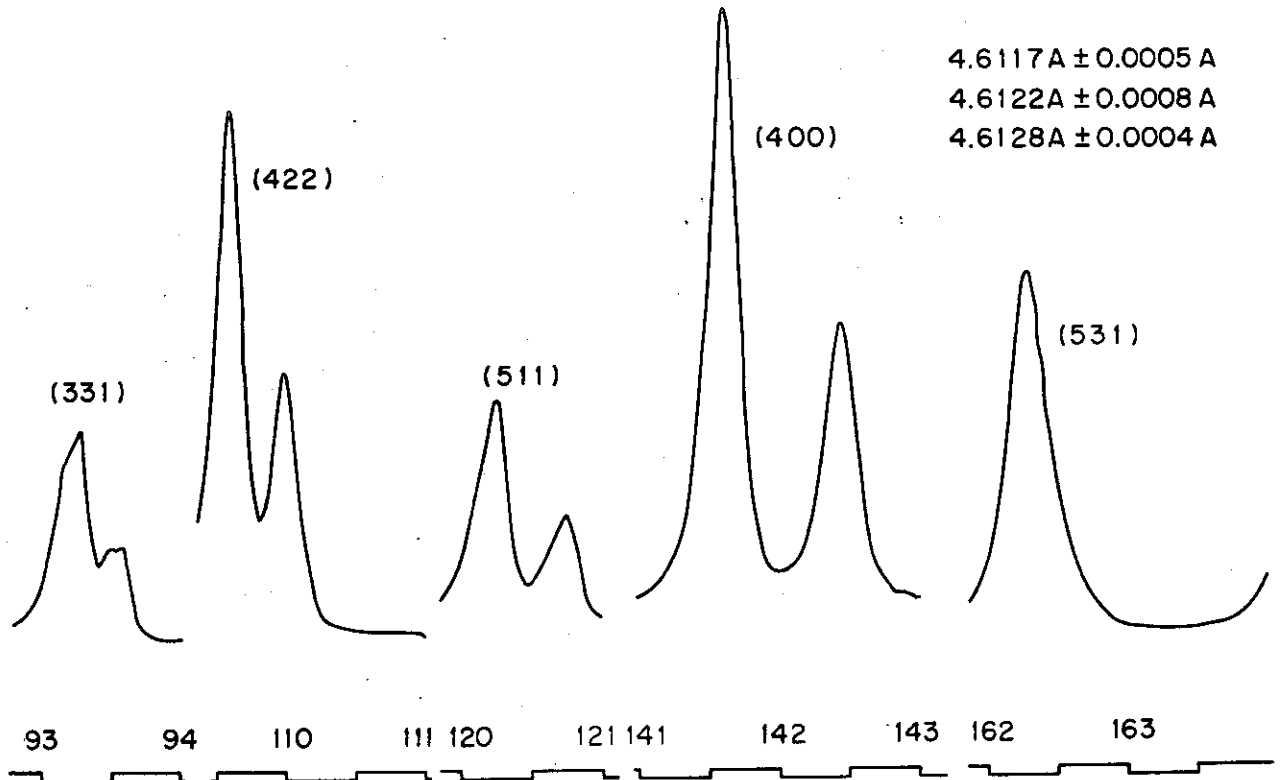


Fig.8. X-ray diffraction pattern of Li₂O.

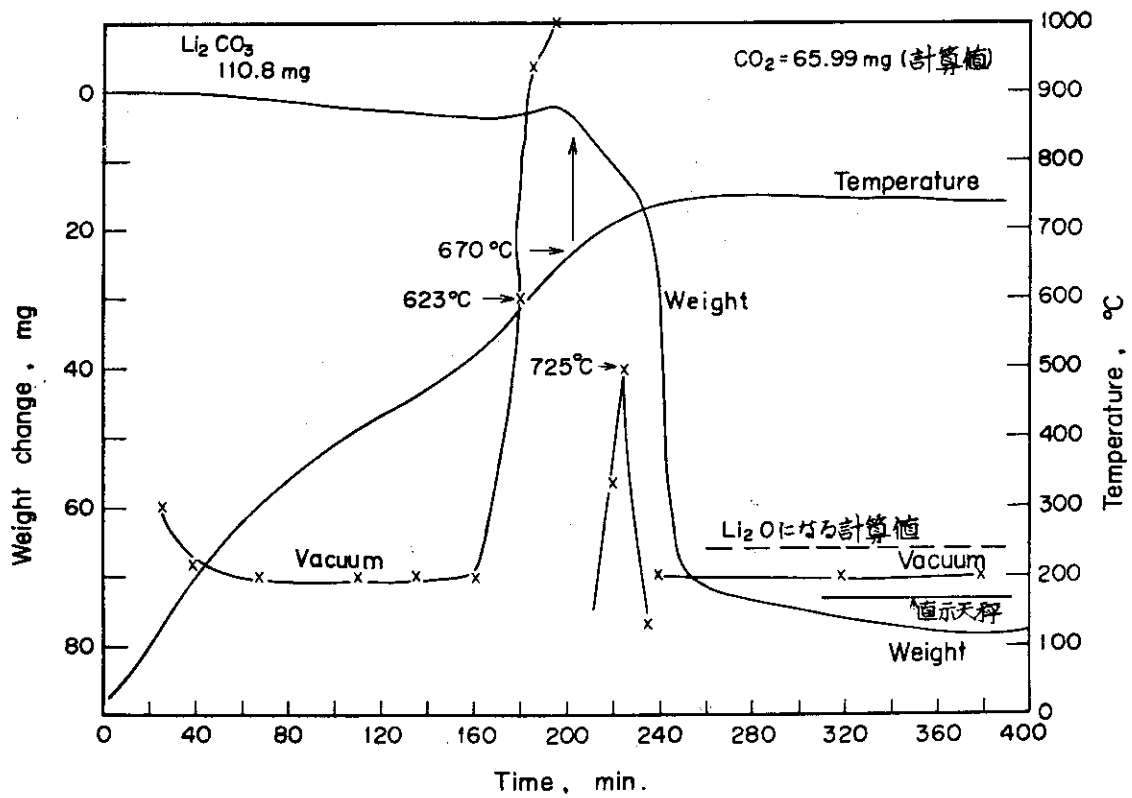


Fig.9. Li₂CO₃ の熱分解 (真空中)

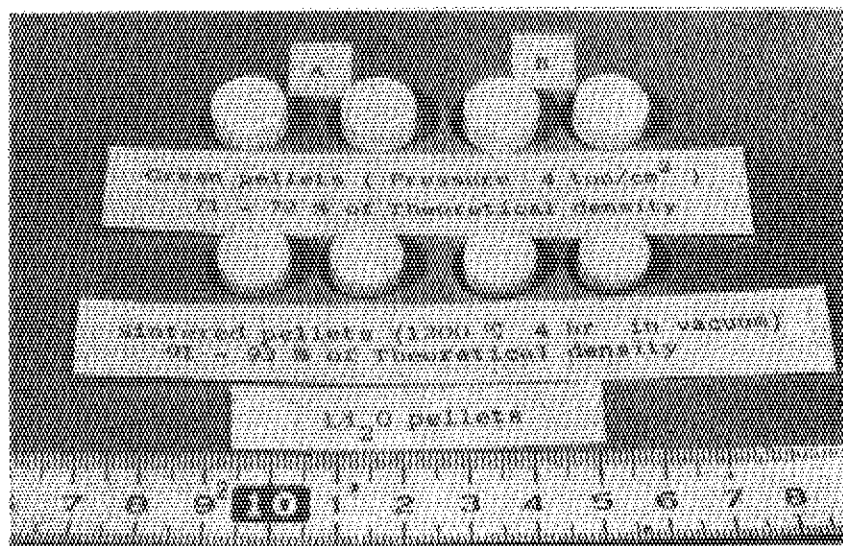


Fig.10 酸化リチウム (Li₂O) のグリーンペレットおよび
焼結ペレットの外観写真