

2. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	1
2.1 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИССЛЕДУЕМЫХ ОБРАЗЦОВ.....	1
2.1.1 Приготовление порошка Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$	1
2.1.2 Изготовление гранул из Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$	2
2.2 ДИАГНОСТИКА ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	3
2.2.1 Диагностика порошка.....	3
2.2.2 Диагностика гранул.....	4
2.2.2.1 Химический состав гранул литиевой керамики.....	4
2.2.2.2 Параметры гранул литиевой керамики.....	5
2.2.2.3 Размерный спектр гранул.....	5
2.2.2.4. Плотность образцов.....	5
2.2.2.5. Кристаллическая структура образцов литиевой керамики.....	6
2.2.2.6. Текстура гранул литиевой керамики.....	6
2. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	8
2.1 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИССЛЕДУЕМЫХ ОБРАЗЦОВ.....	8
2.1.1 Приготовление порошка Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$	8
2.1.2 Изготовление гранул из Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$	8
2.2 ДИАГНОСТИКА ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	10
2.2.1 Диагностика порошка.....	10
2.2.2 Диагностика гранул.....	11
2.2.2.1 Химический состав гранул литиевой керамики.....	11
2.2.2.2 Параметры гранул литиевой керамики.....	11
2.2.2.3 Размерный спектр гранул.....	12
2.2.2.4. Плотность образцов.....	12
2.2.2.5. Кристаллическая структура образцов литиевой керамики.....	12
2.2.2.6. Текстура гранул литиевой керамики.....	13

2. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИССЛЕДУЕМЫХ ОБРАЗЦОВ

В настоящей работе изучали выделение трития из керамики Li_2TiO_3 как перспективного бридерного материала, характеризующегося хорошей химической стойкостью и высокой скоростью выхода из него трития при сравнительно низких температурах (300°C) [80, 91]. Керамика имела форму почти сферических гранул (диаметр $d \approx 1$ мм) Li_2TiO_3 и $\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\% \text{TiO}_2$ обогащенных по изотопу ${}^6\text{Li}$ (степень обогащения 96%). Введение TiO_2 использовали для повышения плотности материала (легирование предотвращает рост кристаллических зерен в ходе спекания и тем самым улучшает механические свойства гранул) и для достижения большей сферичности гранул. Общая пористость 6-8%.

Титанаты – соли титановых кислот, отвечающие 4-валентному титану. Изучаемые нами образцы были предоставлены институтом JAERI (НИИ Атомной энергетики, Токио, Япония) [40, 42]. Для лучшего понимания результатов работы, коротко остановимся на способах синтеза исследуемых в данной работе материалов.

2.1.1 Приготовление порошка Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$

Метатитанат лития изготавливали мокрым способом (wet process) с последующим обезвоживанием полученного материала. Способ пригоден для массового производства литиевой керамики и имеет ряд преимуществ с точки зрения рециклирования лития. На рисунках 24 и 25 представлены схемы операций, используемых при приготовлении исследуемых материалов на основе Li_2TiO_3 : как химически чистого, так и допированного 5мол% TiO_2 [27, 28].

Порошкообразный Li_2CO_3 обогащенный до 96 ат% ${}^6\text{Li}$ синтезировали твердофазной реакцией между порошками карбоната лития (${}^6\text{Li}_2\text{CO}_3$) и оксида титана (TiO_2).



Порошки смешивали, и смесь превращали в пыль в шаровой мельнице в присутствии этилового спирта. После высушивания, смесь порошков прогревали на воздухе при температуре 700-800°C в течение 24 часов. После окончания реакции, порошок снова перемалывали в этаноле, и прокаливали на воздухе при 900°C в течение 4 часов. Образовавшийся после реакции порошок ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ измельчали струйной мельницей.

2.1.2 Изготовление гранул из Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$

Гранулы нелегированного ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ и легированного ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ (чистого или с добавкой TiO_2) изготавливали мокрым процессом с последующим обезвоживанием. Методика включала стадию изготовления сфер геля, последующее капание, высушивание, прокаливание и спекание:

1) Изготовление сфер геля: приготавливали жидкую смесь, состоящую из порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$, порошка TiO_2 , поливинилового спирта и воды. Смесь прокапывали в воздушной атмосфере через сопло в ацетон. В этом процессе, жидкая смесь превращалась (благодаря поверхностному натяжению) в сферы, а сферы трансформировались в гель в ацетоне благодаря реакции обезвоживания. Сферы геля высушивали на воздухе.

2) Прокаливание сфер геля: высушенные сферы геля кальцинировали при 600°C на воздухе для удаления поливинилового спирта. При этом получались пэбблы – гранулы с формой, близкой к сферической - ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ низкой плотности.

3) Спекание: имеющие малую плотность гранулы Li_2TiO_3 спекали при температуре 1000-1300°C на воздухе с целью увеличения их плотности.

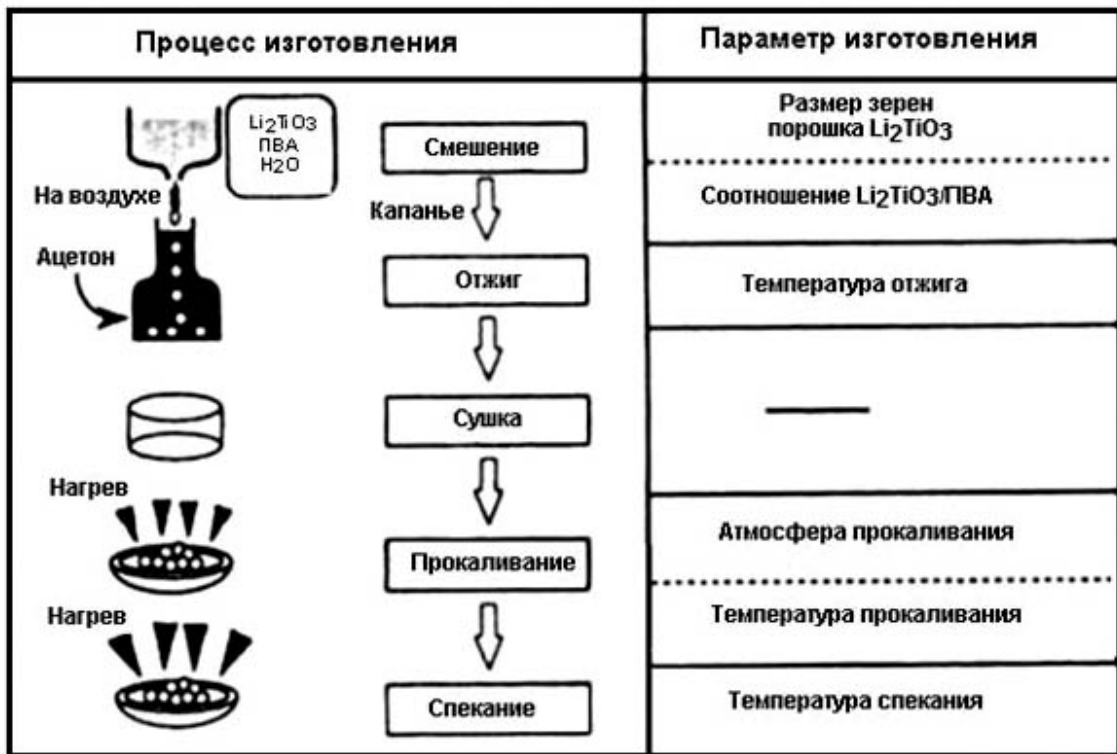


Рисунок 24 - Схема процесса приготовления гранул Li_2TiO_3

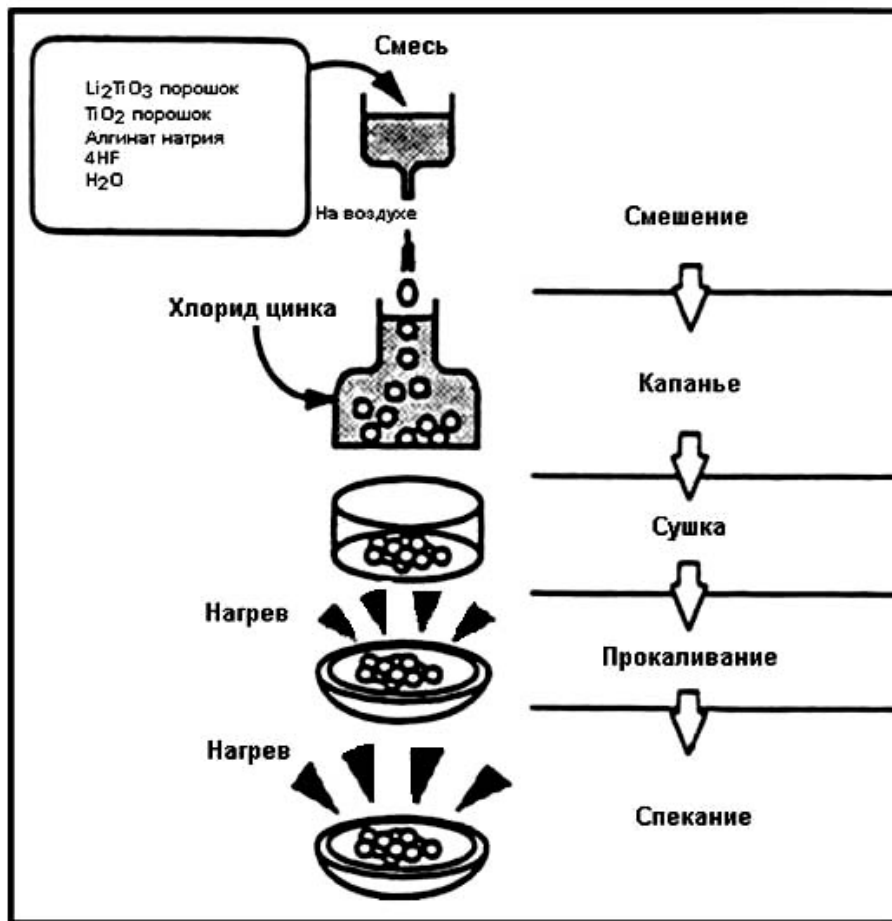


Рисунок 25 - Схема процесса получения гранул $\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\%\text{TiO}_2$

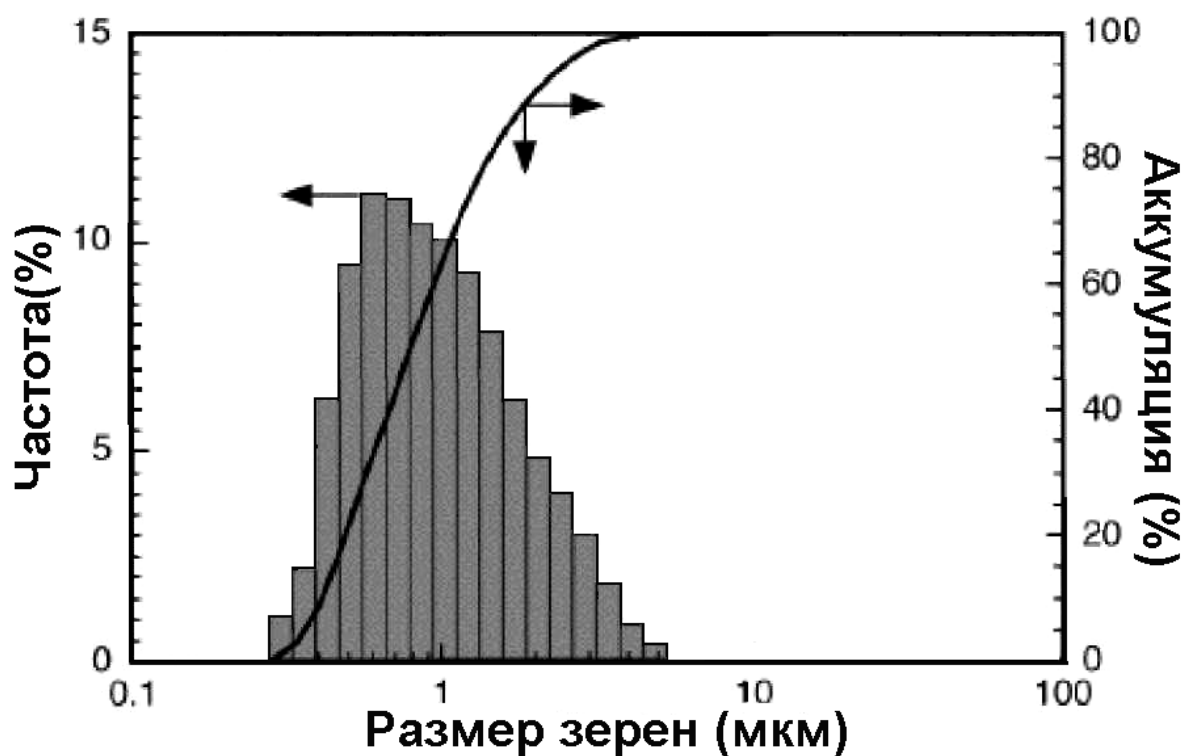


Рисунок 26 - Распределение зерен порошка ^6Li -обогащенного Li_2TiO_3

2.2 ДИАГНОСТИКА ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.2.1 Диагностика порошка

Распределение частиц по размерам порошка $^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ представлено на рисунке 26 [41, 42]. Средний размер частиц составил 0.72 мкм. Типичная рентгенограмма порошка $^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ показана на рисунке 27 [44].

Зарегистрированные дифракционные пики принадлежат к дифракционным пикам Li_2TiO_3 . Кристаллическая структура соответствует моноклинному типу.

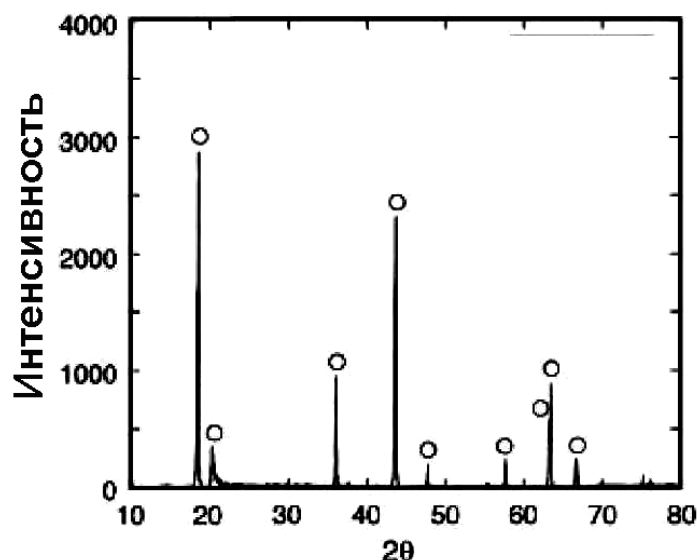


Рисунок 27 - Рентгенограмма порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$

Химический состав приготовленного порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ представлен в Таблице 6 [47, 48].

Таблица 6 - Химический состав и обогащение по ${}^6\text{Li}$ порошка Li_2TiO_3 .

Элемент	Ca	Na	K	Mg	B	Co
Количество (вес%)	<0.01	0.011	<0.0001		<0.01	0.002
Элемент	Al	Zr	Fe	U		
Количество (вес%)	0.0050	<0.0001	0.0061	<0.0001		
Обогащение по ${}^6\text{Li}$				96 ат%		

2.2.2 Диагностика гранул

Была проведена диагностика нелегированных и легированных TiO_2 гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$. Плотность гранул измеряли ртутной порометрией. Микроструктуру исследовали методами электронной микроскопии и металлографии. Кристаллическую структуру анализировали рентгено-структурным анализом. Примеси в гранулах Li_2TiO_3 измеряли методами химико-аналитическими методами и методом масс-спектрометрии. Обогащение по ${}^6\text{Li}$ в грануле также измеряли методом масс-спектрометрии. Нагрузку разрушения гранул Li_2TiO_3 измеряли на испытательном приборе неограниченного сжатия, снабженным вдавливателем, изготовленным из SiC [42, 45, 46].

2.2.2.1 Химический состав гранул литиевой керамики

Элементный состав гранул на основе титаната лития представлен в таблице 7 [44].

Таблица 7 - Химический состав обогащенных по ${}^6\text{Li}$ гранул Li_2TiO_3

Элементы	Состав (ω%)	
	Нелегированный ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$	${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\% \text{TiO}_2$
Li	11.5	10.9
Ti	44.5	44.0
Ca	<0.01	<0.01
Na	0.014	0.017
K	<0.0001	<0.0001
Mg	0.0005	0.0004
B	<0.01	<0.01

Co	0.0032	0.0028
Al	0.0085	0.0058
Zr	0.0003	0.0002
Fe	0.0066	0.0055
U	<0.0001	<0.0001

2.2.2.2 Параметры гранул литиевой керамики

Проведены расчеты истинных линейных размеров исследуемого гранула с использованием данных по замерам для трех различных поперечных сечений. Найден геометрический центр сечения, а также максимальный и минимальный диаметры. На основании полученных данных проведен поиск правильной геометрической фигуры в плоскости, которая наилучшим образом аппроксимировала бы площадь полученного поперечного сечения гранул. Такой фигурой оказался эллипс. Полученные значения больших полуосей аппроксимирующего эллипса представлены в таблице 8.

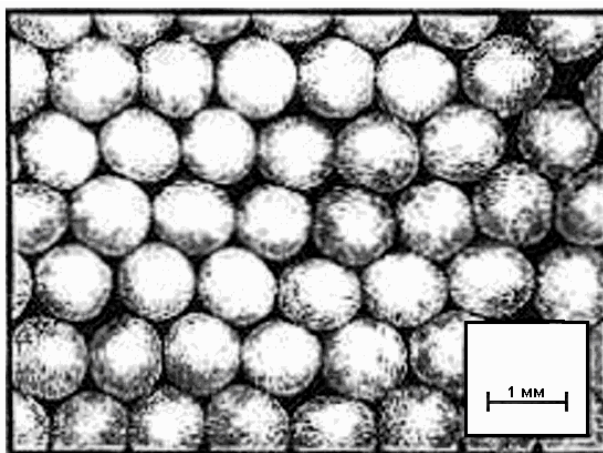


Рисунок 28 - Гранулы на базе титаната лития ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$

Таблица 8 - Параметры сферичности гранул

Сечение	Полуоси аппроксимирующего эллипса		Сферичность
	d_1 , мм	d_2 , мм	
1	0,916	1,057	1,15
2	0,987	1,076	1,09
3	0,989	1,082	1,09

2.2.2.3 Размерный спектр гранул

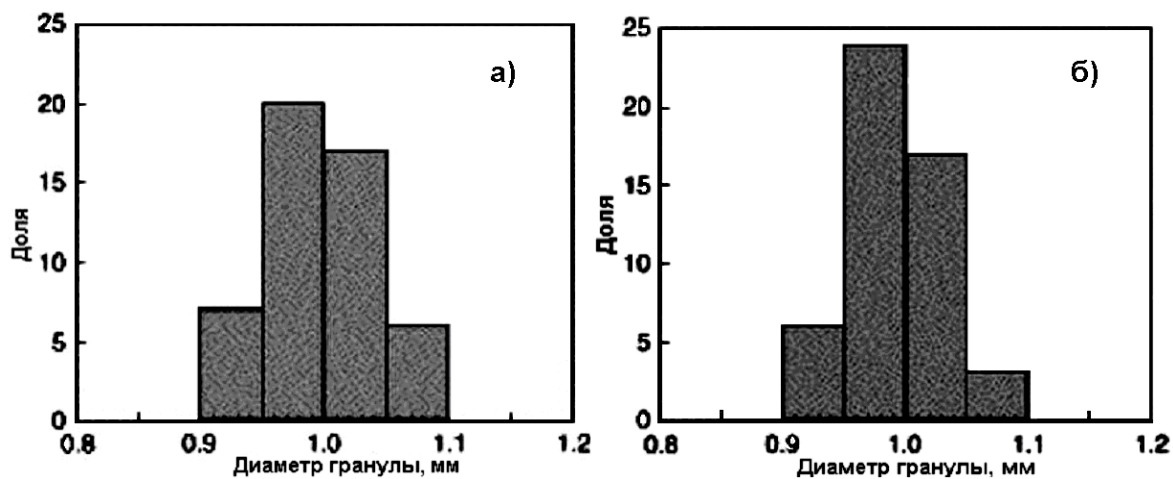
Распределения по диаметрам ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ и 5 моль % TiO_2 -легированных гранул Li_2TiO_3 представлены на рисунке 29 [41, 42, 44]. Видно, что введение TiO_2 привело к существенно более узкому распределению диаметров почти сферических гранул.

2.2.2.4. Плотность образцов

Пикнометрическим методом с использованием силиконового масла определена плотность гранул.

Удельные веса гранул Li_2TiO_3 и TiO_2 -легированных гранул Li_2TiO_3 равны 84.2 и 82.2% от теоретической плотности, соответственно; ими удастся хорошо управлять в пределах целевого диапазона, при использовании мокрого процесса с последующим обезвоживанием [42].

Отметим, что наблюдался заметный разброс в плотности гранул различных партий (интервал от 1,37 до 2,14 г/см³). Это связано с различной пористостью образцов. Плотности гранул в ампуле №1 (A1) 1,37 г/см³.



а) – нелегированный; б) - легированный оксидом титана.

Рисунок 29 - Распределение по размерам гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$. (всего измерено $n=50$ гранул)

2.2.2.5. Кристаллическая структура образцов литиевой керамики

На дифрактометре D8 ADVANCE с использованием медного излучения получена и проанализирована рентгенограмма необлученного образца литиевой керамики. Основной фазой керамики оказалось соединение Li_2TiO_3 с моноклинной решеткой:

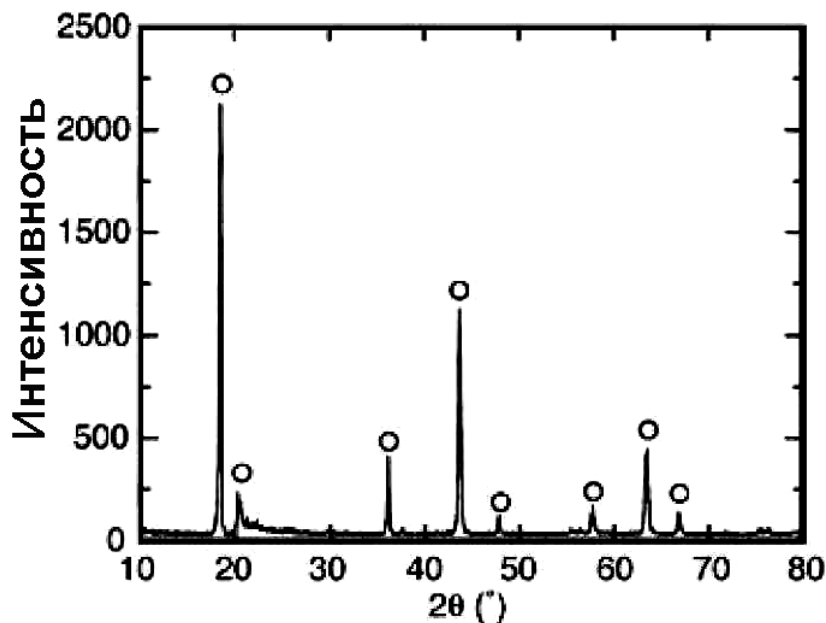


Рисунок 30 - Рентгенограмма гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$

$a_0 = 5.0810 \pm 0,004 \text{ \AA}$, $b_0 = 8.8460 \pm 0,004 \text{ \AA}$, $c_0 = 9.6790 \pm 0,001 \text{ \AA}$, $\beta = 100.197^\circ$.

Наряду с тем на рентгенограмме присутствуют три слабые, не идентифицированные линии 3.337 \AA (возможно SiO_2), 4.061 \AA и 4.73 \AA .

2.2.2.6. Текстура гранул литиевой керамики

В результате металлографического исследования нетравленных шлифов гранул обнаружено, что структура керамики неоднородна: характерным является наличие светлого поля и включений, различающихся по конфигурации, количеству, цвету и взаимному расположению.

При большом ($\times 1000$) увеличении исследуемой поверхности гранулы можно видеть, что на светлом фоне (предположительно основа Li_2TiO_3) выделяются: а) серые включения округлой формы со средним «диаметром» $\sim 1 \text{ мкм}$ приведены на рисунке 31а) светло-серые включения произвольной конфигурации размером $\sim 5 \div 10 \text{ мкм}$ приведены на рисунке 31б) практически черная структурная составляющая со средним размером $\sim 5 \text{ мкм}$. Если в одних образцах серые и черные включения занимают до $\sim 20\%$ поверхности исследуемого шлифа, то в других до $\sim 40\%$ площади поверхности гранул (рисунок 31в). Кроме того, метод

микроскопии обнаруживает поры со средним диаметром >1 мкм, занимающие площадь >1% шлифа. При увеличении $\times 400$ раз хорошо видны границы спеченных конгломератов, размер которых составляет от ~1 мкм до 20 мкм, представлены на рисунке 32.

Полученные данные позволяют сделать вывод, что литиевые сферические гранулы изготовлены из материала, характеризующегося плотно спекшейся структурой поликристаллического строения.

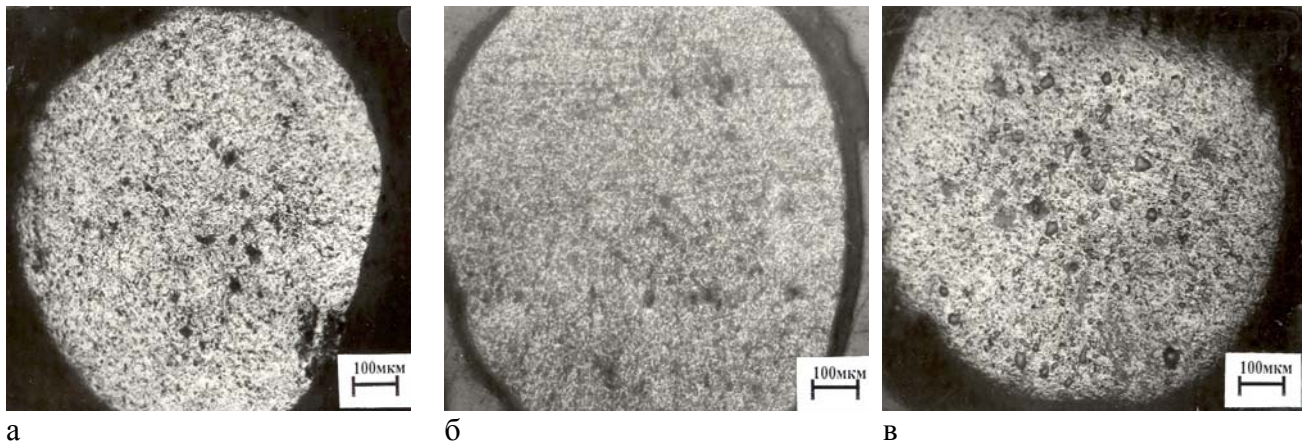


Рисунок 31 - Общий вид поверхности металлографических шлифов на 3-х различных образцах литиевой керамики

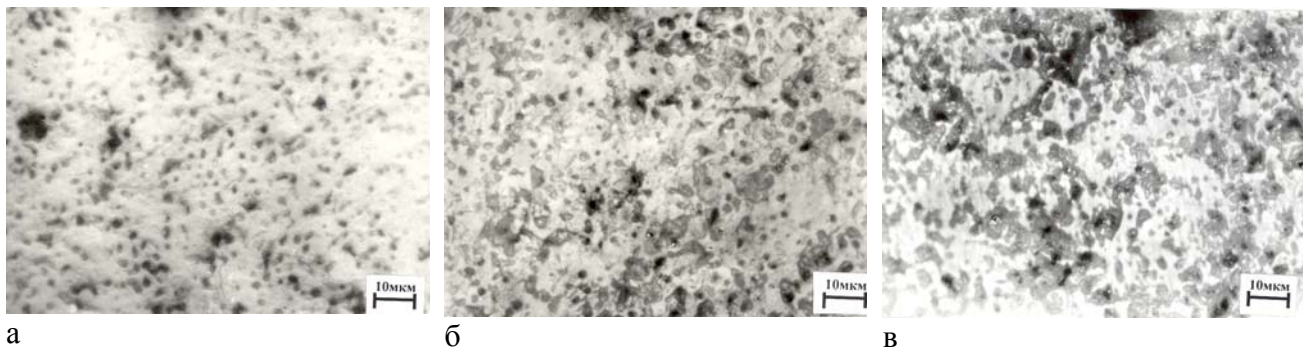


Рисунок 32 - Структура нетравленных шлифов поверхностей гранул из литиевой керамики

Основные характеристики гранул на основе высокообогащённого по изотопу литий-6 метатитаната лития, используемых в настоящей работе, собраны в таблице 9.

Таблица 9 - Основные характеристики гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ и ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\%\text{TiO}_2$

Свойства	${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+0$ мол% TiO_2	${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+5$ мол% TiO_2	Метод измерения
Плотность	84% от теоретической	82% от теоретической	Ртутная порометрия
Обогащение по ${}^6\text{Li}$	96 ат%	96 ат%	Масс-спектрометрия
Диаметр гранул	$d \approx 0.85-1.18$ мм ($d_{cp} \approx 1.00$ мм)	$d \approx 0.85-1.18$ мм ($d_{cp} \approx 0.99$ мм)	Ситевой анализ
Кристаллическая структура	Li_2TiO_3 Моноклинная $\beta = 100,197^\circ$	Li_2TiO_3	Рентгенофазовый анализ
Размер зерна кристалла	4 мкм среднее	2.8 мкм среднее	Сканирующая электронная микроскопия
Сферичность	1,05	1,05	Фотография
Нагрузка разрушения	$6.5 \cdot 10^3$ МПа	$6.2 \cdot 10^3$ МПа	Тест на механические свойства

2. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИССЛЕДУЕМЫХ ОБРАЗЦОВ

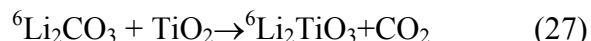
В настоящей работе изучали выделение трития из керамики Li_2TiO_3 как перспективного бридерного материала, характеризующегося хорошей химической стойкостью и высокой скоростью выхода из него трития при сравнительно низких температурах (300°C) [80, 91]. Керамика имела форму почти сферических гранул (диаметр $d \approx 1$ мм) Li_2TiO_3 и $\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\% \text{TiO}_2$ обогащенных по изотопу ${}^6\text{Li}$ (степень обогащения 96%). Введение TiO_2 использовали для повышения плотности материала (легирование предотвращает рост кристаллических зерен в ходе спекания и тем самым улучшает механические свойства гранул) и для достижения большей сферичности гранул. Общая пористость 6-8%.

Титанаты – соли титановых кислот, отвечающие 4-валентному титану. Изучаемые нами образцы были предоставлены институтом JAERI (НИИ Атомной энергетики, Токио, Япония) [40, 42]. Для лучшего понимания результатов работы, кратко остановимся на способах синтеза исследуемых в данной работе материалов.

2.1.1 Приготовление порошка Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$

Метатитанат лития изготавливали мокрым способом (wet process) с последующим обезвоживанием полученного материала. Способ пригоден для массового производства литиевой керамики и имеет ряд преимуществ с точки зрения рециклирования лития. На рисунках 24 и 25 представлены схемы операций, используемых при приготовлении исследуемых материалов на основе Li_2TiO_3 : как химически чистого, так и допированного 5мол% TiO_2 [27, 28].

Порошкообразный Li_2CO_3 обогащенный до 96 ат% ${}^6\text{Li}$ синтезировали твердофазной реакцией между порошками карбоната лития (${}^6\text{Li}_2\text{CO}_3$) и оксида титана (TiO_2).



Порошки смешивали, и смесь превращали в пыль в шаровой мельнице в присутствии этилового спирта. После высушивания, смесь порошков прогревали на воздухе при температуре $700-800^\circ\text{C}$ в течение 24 часов. После окончания реакции, порошок снова перемалывали в этаноле, и прокаливали на воздухе при 900°C в течение 4 часов. Образовавшийся после реакции порошок ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ измельчали струйной мельницей.

2.1.2 Изготовление гранул из Li_2TiO_3 , обогащенного ${}^6\text{Li}$

Гранулы нелегированного ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ и легированного ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ (чистого или с добавкой TiO_2) изготавливали мокрым процессом с последующим обезвоживанием. Методика включала стадию изготовления сфер геля, последующее капание, высушивание, прокаливание и спекание:

1. Изготовление сфер геля: приготавливали жидкую смесь, состоящую из порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$, порошка TiO_2 , поливинилового спирта и воды. Смесь прокапывали в воздушной атмосфере через сопло в ацетон. В этом процессе, жидкая смесь превращалась (благодаря поверхностному натяжению) в сферы, а сферы трансформировались в гель в ацетоне благодаря реакции обезвоживания. Сферы геля высушивали на воздухе.
2. Прокаливание сфер геля: высушенные сферы геля кальцинировали при 600°C на воздухе для удаления поливинилового спирта. При этом получались пэбблы – гранулы с формой, близкой к сферической - ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ низкой плотности.
3. Спекание: имеющие малую плотность гранулы Li_2TiO_3 спекали при температуре $1000-1300^\circ\text{C}$ на воздухе с целью увеличения их плотности.

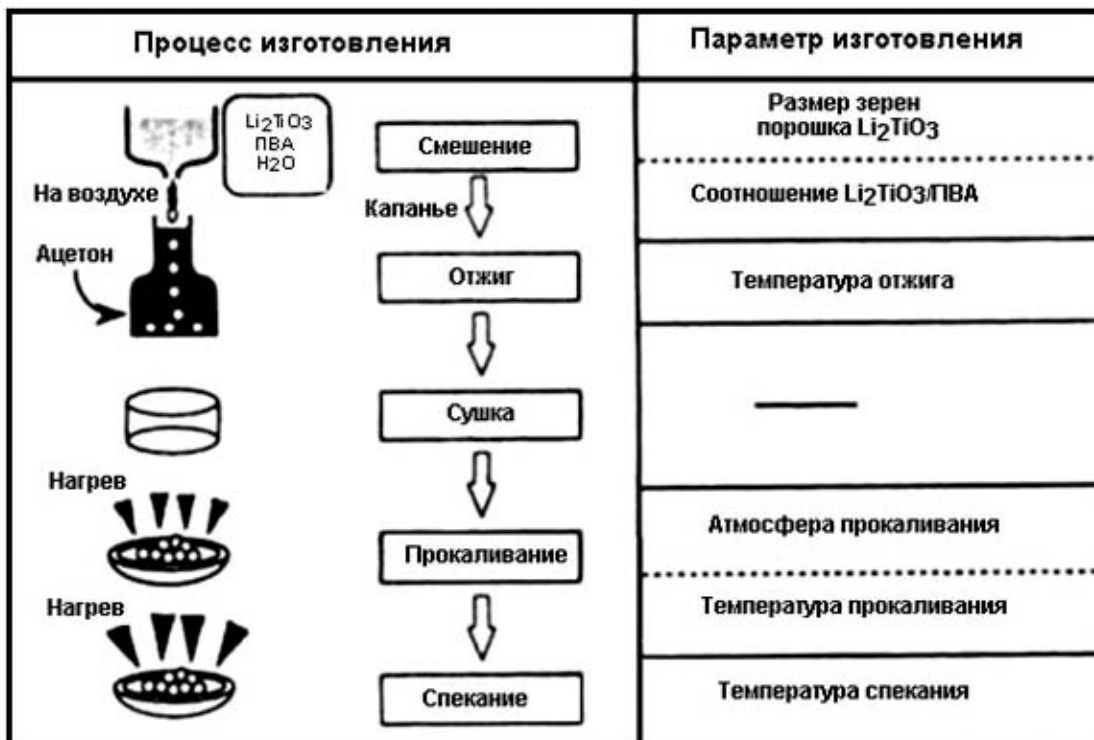


Рисунок 24 - Схема процесса приготовления гранул Li_2TiO_3

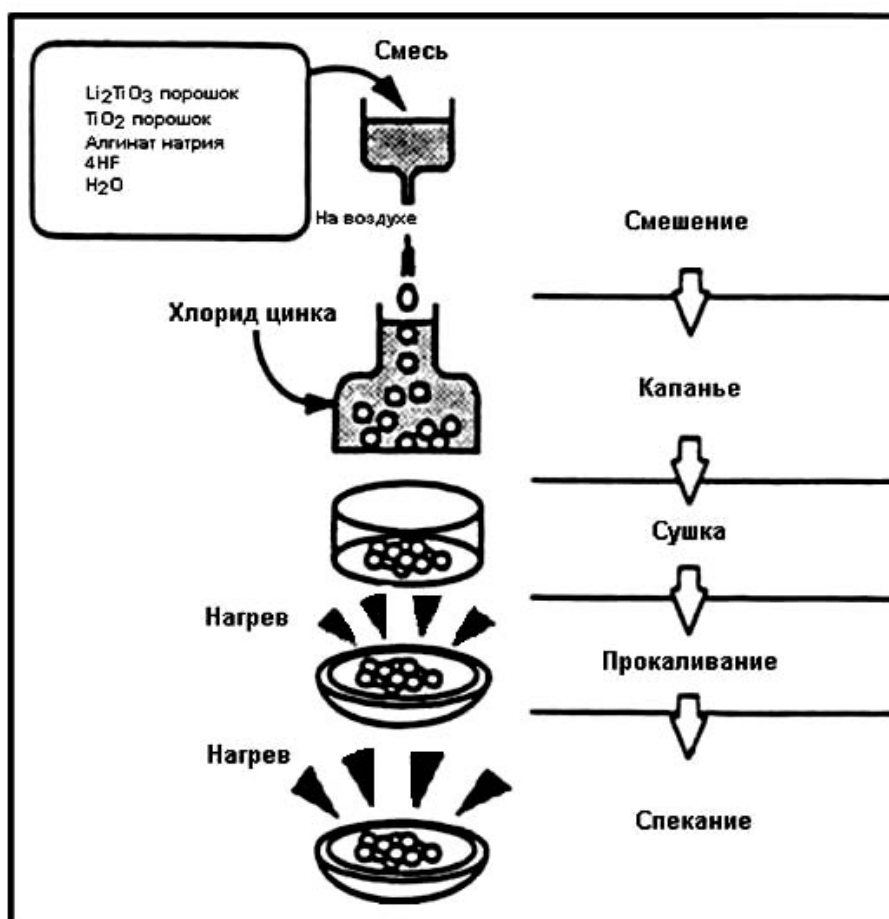


Рисунок 25 - Схема процесса получения гранул $\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\%\text{TiO}_2$

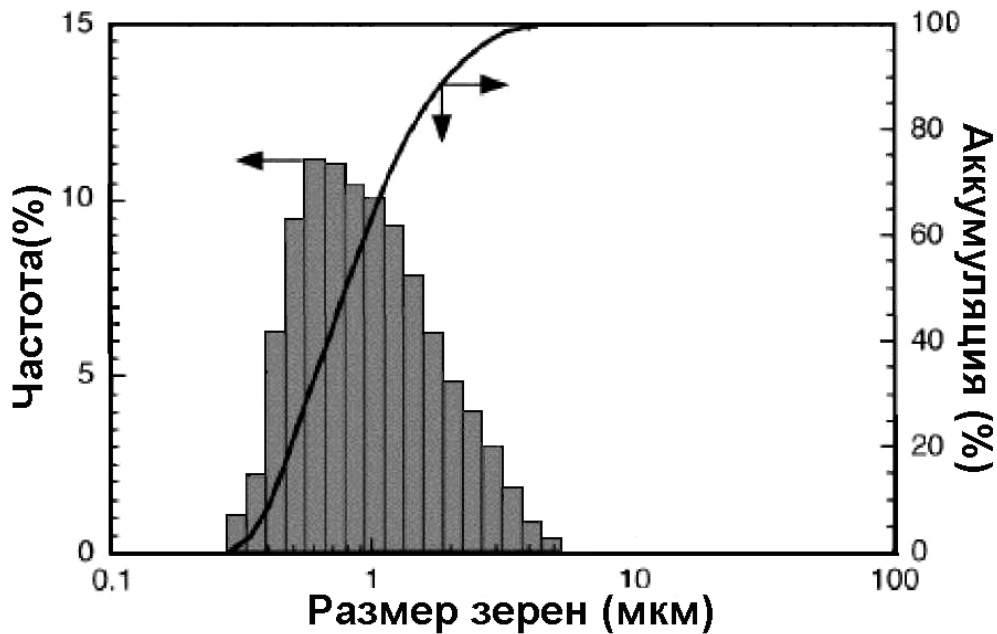


Рисунок 26 - Распределение зерен порошка ${}^6\text{Li}$ -обогащенного Li_2TiO_3

2.2 ДИАГНОСТИКА ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.2.1 Диагностика порошка

Распределение частиц по размерам порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ представлено на рисунке 26 [41, 42]. Средний размер частиц составил 0.72 мкм. Типичная рентгенограмма порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ показана на рисунке 27 [44]. Зарегистрированные дифракционные пики принадлежат к дифракционным пикам Li_2TiO_3 . Кристаллическая структура соответствует моноклинному типу.

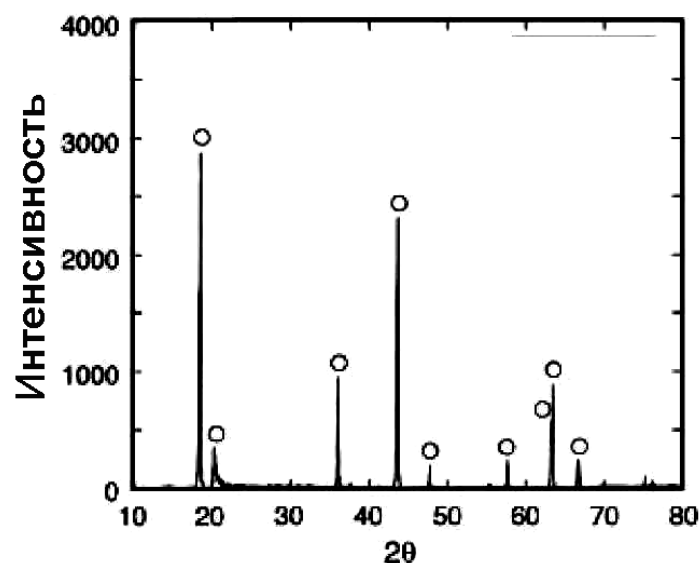


Рисунок 27 - Рентгенограмма порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$

Химический состав приготовленного порошка ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ представлен в Таблице 6 [47, 48].

Таблица 6 - Химический состав и обогащение по ${}^6\text{Li}$ порошка Li_2TiO_3 .

Элемент	Ca	Na	K	Mg	B	Co
Количество (вес%)	<0.01	0.011	<0.0001		<0.01	0.002
Элемент	Al	Zr	Fe	U		
Количество (вес%)	0.0050	<0.0001	0.0061	<0.0001		
Обогащение по ${}^6\text{Li}$				96 ат%		

2.2.2 Диагностика гранул

Была проведена диагностика нелегированных и легированных TiO_2 гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$. Плотность гранул измеряли ртутной порометрией. Микроструктуру исследовали методами электронной микроскопии и металлографии. Кристаллическую структуру анализировали рентгено-структурным анализом. Примеси в гранулах Li_2TiO_3 измеряли методами химико-аналитическими методами и методом масс-спектрометрии. Обогащение по ${}^6\text{Li}$ в грануле также измеряли методом масс-спектрометрии. Нагрузку разрушения гранул Li_2TiO_3 измеряли на испытательном приборе неограниченного сжатия, снабженным вдавливателем, изготовленным из SiC [42, 45, 46].

2.2.2.1 Химический состав гранул литиевой керамики

Элементный состав гранул на основе титаната лития представлен в таблице 7 [44].

Таблица 7 - Химический состав обогащенных по ${}^6\text{Li}$ гранул Li_2TiO_3

Элементы	Состав (ω%)	
	Нелегированный ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$	${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\% \text{TiO}_2$
Li	11.5	10.9
Ti	44.5	44.0
Ca	<0.01	<0.01
Na	0.014	0.017
K	<0.0001	<0.0001
Mg	0.0005	0.0004
B	<0.01	<0.01
Co	0.0032	0.0028
Al	0.0085	0.0058
Zr	0.0003	0.0002
Fe	0.0066	0.0055
U	<0.0001	<0.0001

2.2.2.2 Параметры гранул литиевой керамики

Проведены расчеты истинных линейных размеров исследуемого гранула с использованием данных по замерам для трех различных поперечных сечений. Найден геометрический центр сечения, а также максимальный и минимальный диаметры. На основании полученных данных проведен поиск правильной геометрической фигуры в плоскости, которая наилучшим образом аппроксимировала бы площадь полученного поперечного сечения гранул. Такой фигурой оказался эллипс. Полученные значения больших полуосей аппроксимирующего эллипса представлены в таблице 8.

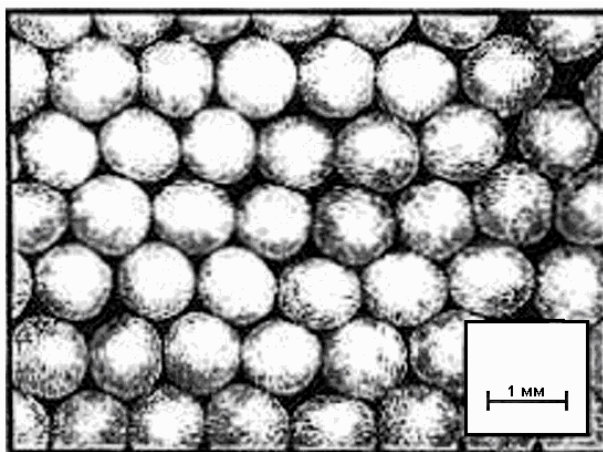


Рисунок 28 - Гранулы на базе титаната лития ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$

Таблица 8 - Параметры сферичности гранул

Сечение	Полуоси аппроксимирующего эллипса		Сферичность
	d_1 , мм	d_2 , мм	d_2/d_1
1	0,916	1,057	1,15
2	0,987	1,076	1,09
3	0,989	1,082	1,09

2.2.2.3 Размерный спектр гранул

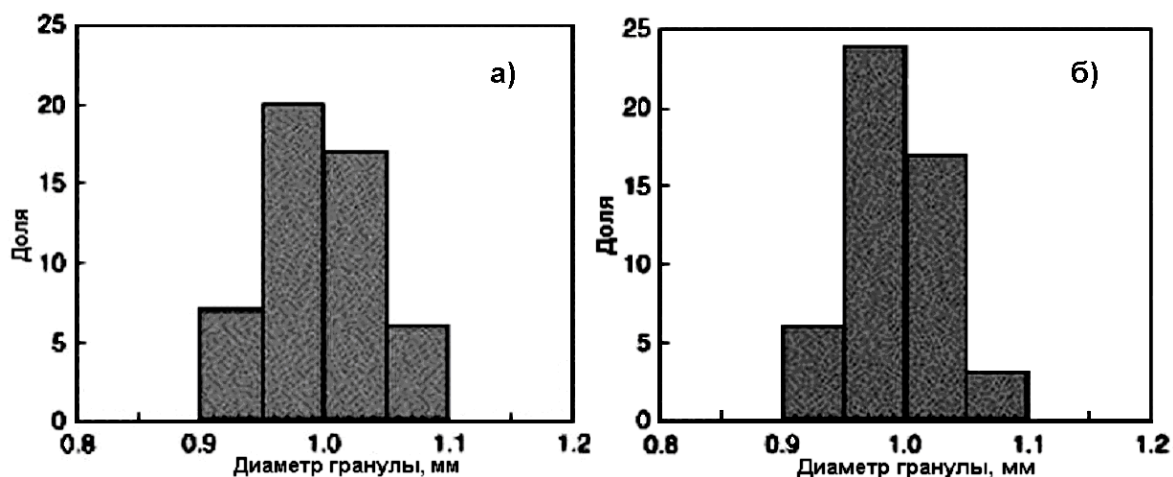
Распределения по диаметрам ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ и 5 моль % TiO_2 -легированных гранул Li_2TiO_3 представлены на рисунке 29 [41, 42, 44]. Видно, что введение TiO_2 привело к существенно более узкому распределению диаметров почти сферических гранул.

2.2.2.4. Плотность образцов

Пикнометрическим методом с использованием силиконового масла определена плотность гранул.

Удельные веса гранул Li_2TiO_3 и TiO_2 -легированных гранул Li_2TiO_3 равны 84.2 и 82.2% от теоретической плотности, соответственно; ими удается хорошо управлять в пределах целевого диапазона, при использовании мокрого процесса с последующим обезвоживанием [42].

Отметим, что наблюдался заметный разброс в плотности гранул различных партий (интервал от 1,37 до 2,14 г/см³). Это связано с различной пористостью образцов. Плотности гранул в ампуле №1 (А1) 1,37 г/см³.



а) – нелегированный; б) - легированный оксидом титана.

Рисунок 29 - Распределение по размерам гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$. (всего измерено n=50 гранул)

2.2.2.5. Кристаллическая структура образцов литиевой керамики

На дифрактометре D8 ADVANCE с использованием медного излучения получена и проанализирована рентгенограмма необлученного образца литиевой керамики. Основной фазой керамики оказалось соединение Li_2TiO_3 с моноклинной решеткой:

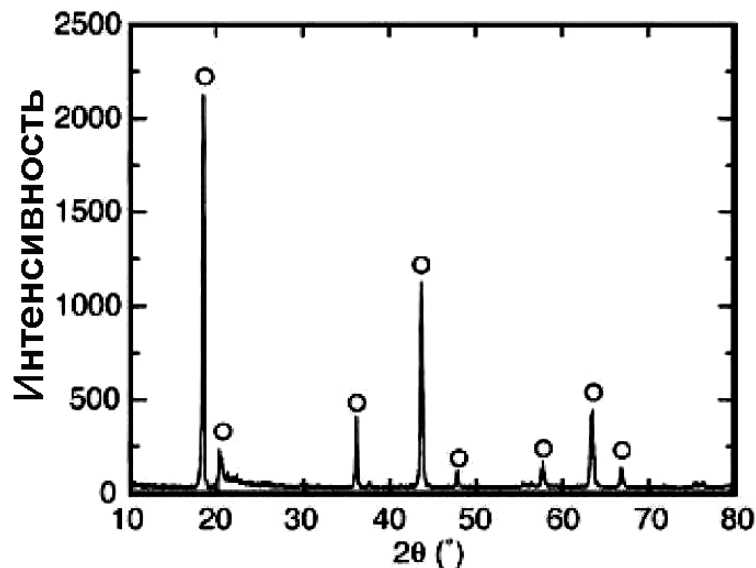


Рисунок 30 - Рентгенограмма гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$

$a_0 = 5.0810 \pm 0,004 \text{ \AA}$, $b_0 = 8.8460 \pm 0,004 \text{ \AA}$, $c_0 = 9.6790 \pm 0,001 \text{ \AA}$, $\beta = 100.197^\circ$.

Наряду с тем на рентгенограмме присутствуют три слабые, не идентифицированные линии 3.337 \AA (возможно SiO_2), 4.061 \AA и 4.73 \AA .

2.2.2.6. Текстура гранул литиевой керамики

В результате металлографического исследования нетравленных шлифов гранул обнаружено, что структура керамики неоднородна: характерным является наличие светлого поля и включений, различающихся по конфигурации, количеству, цвету и взаимному расположению.

При большом ($\times 1000$) увеличении исследуемой поверхности гранулы можно видеть, что на светлом фоне (предположительно основа Li_2TiO_3) выделяются: а) серые включения округлой формы со средним «диаметром» $\sim 1 \text{ мкм}$ приведены на рисунке 31а) светло-серые включения произвольной конфигурации размером $\sim 5 \div 10 \text{ мкм}$ приведены на рисунке 31б) практически черная структурная составляющая со средним размером $\sim 5 \text{ мкм}$. Если в одних образцах серые и черные включения занимают до $\sim 20\%$ поверхности исследуемого шлифа, то в других до $\sim 40\%$ площади поверхности гранул (рисунок 31в). Кроме того, метод микроскопии обнаруживает поры со средним диаметром $> 1 \text{ мкм}$, занимающие площадь $> 1\%$ шлифа. При увеличении $\times 400$ раз хорошо видны границы спеченных конгломератов, размер которых составляет от $\sim 1 \text{ мкм}$ до 20 мкм , представлены на рисунке 32.

Полученные данные позволяют сделать вывод, что литиевые сферические гранулы изготовлены из материала, характеризующегося плотно спекшейся структурой поликристаллического строения.

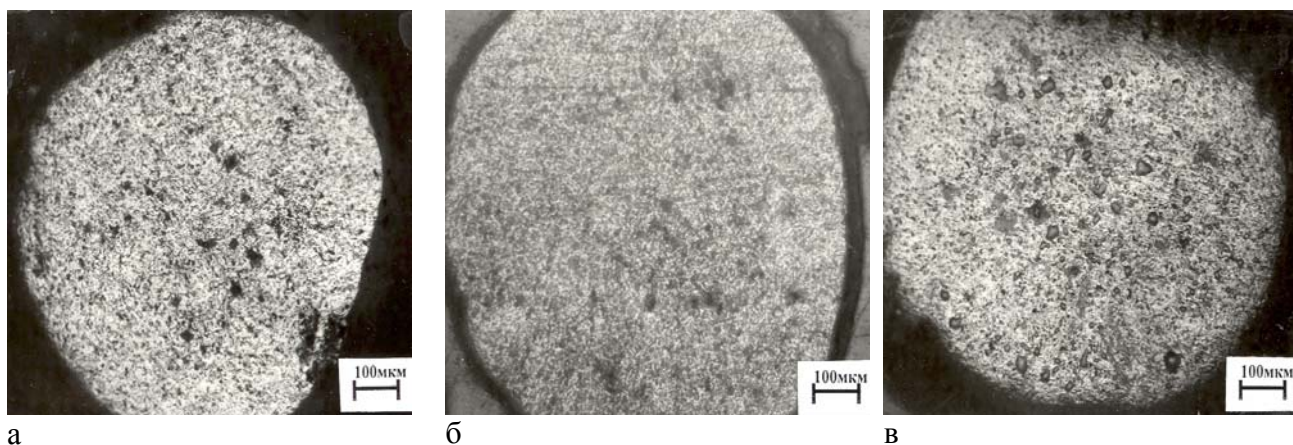


Рисунок 31 - Общий вид поверхности металлографических шлифов на 3-х различных образцах литиевой керамики

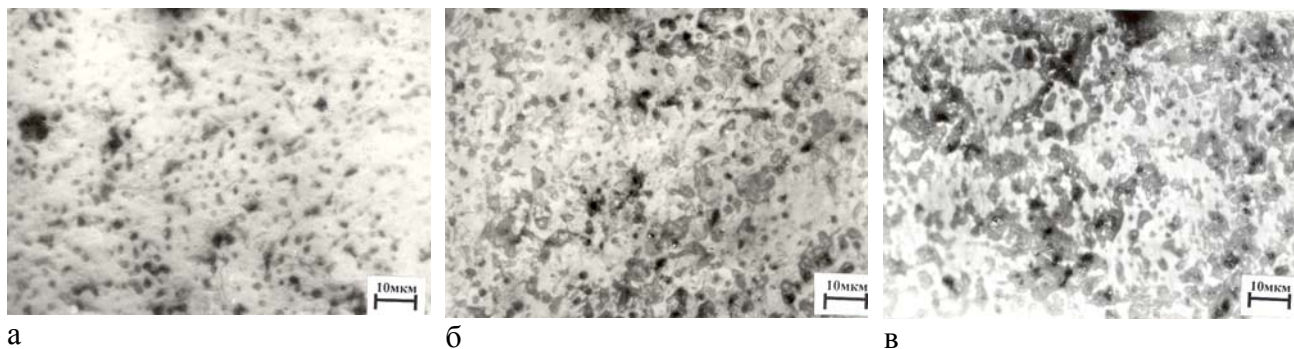


Рисунок 32 - Структура нетравленных шлифов поверхностей гранул из литиевой керамики

Основные характеристики гранул на основе высокообогащённого по изотопу литий-6 метатитаната лития, используемых в настоящей работе, собраны в таблице 9.

Таблица 9 - Основные характеристики гранул ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3$ и ${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+5\text{мол}\%\text{TiO}_2$

Свойства	${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+0$ мол% TiO_2	${}^6\text{Li}_2\text{TiO}_3+5$ мол% TiO_2	Метод измерения
Плотность	84% от теоретической	82% от теоретической	Ртутная порометрия
Обогащение по ${}^6\text{Li}$	96 ат%	96 ат%	Масс-спектрометрия
Диаметр гранул	$d \approx 0.85-1.18$ мм ($d_{cp} \approx 1.00$ мм)	$d \approx 0.85-1.18$ мм ($d_{cp} \approx 0.99$ мм)	Ситевой анализ
Кристаллическая структура	Li_2TiO_3 Моноклинная $\beta = 100,197^\circ$	Li_2TiO_3	Рентгенофазовый анализ
Размер зерна кристалла	4 мкм среднее	2.8 мкм среднее	Сканирующая электронная микроскопия
Сферичность	1,05	1,05	Фотография
Нагрузка разрушения	$6.5 \cdot 10^3$ МПа	$6.2 \cdot 10^3$ МПа	Тест на механические свойства