

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. Experiment No. 2010AM0008 実験課題名 Title of experiment チタン酸リチウムの中性子回折 実験責任者名 Name of principal investigator 蓼沼 克嘉 TATENUMA Katsuyoshi 所属 Affiliation (株)化研 Kaken Inc.	装置責任者 Name of responsible person 装置名 Name of Instrument/(BL No.) 茨城県材料構造解析装置 iMATERIA 実施日 Date of Experiment 2010年6月10日12時00分~2010年6月10日22時00分(10時間)

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.								
<p>リチウムセラミックス Li_2TiO_3 は核融合炉の燃料製造に必要なトリチウム増殖材料であるが、Li/Ti 比または各種雰囲気により結晶構造が変化することが考えられる。そこで Li/Ti 比を制御した始発原料を準備し、各種雰囲気中にて 1200°C で焼成する工程で測定サンプルの合成を行った。また、天然の Li には中性子吸収断面積の大きい ^6Li が約 7.6% 存在するため、中性子吸収断面積の小さい ^7Li を濃縮 (>99%) した粉末を用いた。</p> <table border="1" data-bbox="316 1070 1265 1256"> <thead> <tr> <th>サンプル No. (Li/Ti 比)</th> <th>焼成時の雰囲気</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>No.1(Li/Ti=2.0)、No.2(Li/Ti=2.2)、No.2(Li/Ti=2.3)</td> <td>アルゴン(Ar)</td> </tr> <tr> <td>No.4(Li/Ti=2.0)、No.5(Li/Ti=2.2)、No.6(Li/Ti=2.3)</td> <td>水素(H_2)</td> </tr> <tr> <td>No.7(Li/Ti=2.0)、No.8(Li/Ti=2.2)、No.9(Li/Ti=2.3)</td> <td>酸素(O_2)</td> </tr> </tbody> </table>	サンプル No. (Li/Ti 比)	焼成時の雰囲気	No.1(Li/Ti=2.0)、No.2(Li/Ti=2.2)、No.2(Li/Ti=2.3)	アルゴン(Ar)	No.4(Li/Ti=2.0)、No.5(Li/Ti=2.2)、No.6(Li/Ti=2.3)	水素(H_2)	No.7(Li/Ti=2.0)、No.8(Li/Ti=2.2)、No.9(Li/Ti=2.3)	酸素(O_2)
サンプル No. (Li/Ti 比)	焼成時の雰囲気							
No.1(Li/Ti=2.0)、No.2(Li/Ti=2.2)、No.2(Li/Ti=2.3)	アルゴン(Ar)							
No.4(Li/Ti=2.0)、No.5(Li/Ti=2.2)、No.6(Li/Ti=2.3)	水素(H_2)							
No.7(Li/Ti=2.0)、No.8(Li/Ti=2.2)、No.9(Li/Ti=2.3)	酸素(O_2)							

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p>標準バナジウムセル(内容積 1.3cc)中にサンプル粉末を充填し、茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)にて中性子回折測定を実施した。</p> <p>Ar 雰囲気にて焼成したサンプル(No.1~3)の中性子回折測定結果を図 1 に示す。定比で合成した Li_2TiO_3 サンプル(No.1)の Li/Ti 比は 2.0 である。Li/Ti 比 2.2 のサンプル(No.2)は定比組成より過剰に Li を添加しているが、Li_2TiO_3 以外の不純物ピークは検出されず、トリチウム増殖材料として化学的安定性が高いと考えられる単一相のサンプルであることが分かった。但し、サンプル No.1 と No.2 では最強線の位置やピークの強度に変化が観察されたことから、結晶配向性が異なる可能性が高いと思われる。また、より Li を添加したサンプル No.3 は不純物相のピークが検出され、核融合炉環境下において化学的に不安定とされる混合物状態であった。この結果より、Ar 雰囲気中における焼成サンプルでは、化学的安定性を考慮した際、Li/Ti 比を 2.2 まで過剰に Li を添加できることを明らかにした。</p> <p>他の雰囲気にて焼成したサンプル(No.4~9)についても Ar 雰囲気と同様の測定を行い、解析結果より分かった化学組成を表 1 に示す。H_2 雰囲気中にて焼成したサンプルは、Ar 雰囲気中と同様に Li/Ti 比が 2.2(No.5)までは単一相であるものの、Li/Ti 比が 2.3(No.6)になると不純物相が観察でき、Li 添加量の限界は Ar 雰囲気</p>

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

の時点で不純物相が検出され、そのピーク強度も高いため、不純物量も他の雰囲気より多いと推測できる。よって、 O_2 雰囲気中における焼成では酸化雰囲気中であるため、添加した Li が O_2 と容易に反応し、 Li_4TiO_4 が生じやすいと考えられる。

これらの結果より、化学的安定性の高いトリチウム増殖材料の合成としては、Li 添加量は Li/Ti 比が 2.2、焼成雰囲気は、Ar または H_2 等の酸素を含まない希ガスもしくは還元性ガス雰囲気中にて焼成することが最も適していることを明らかにした。

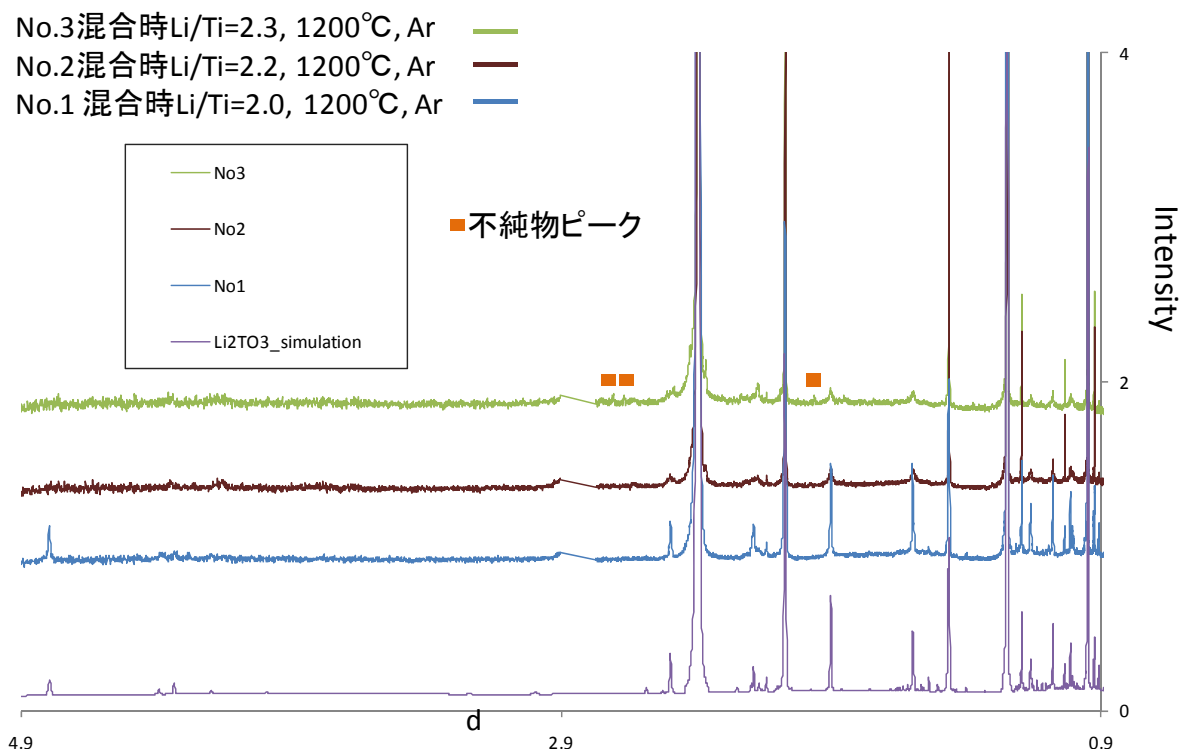


図 1 Ar 雰囲気中焼成サンプル(No.1~3)の中性子回折測定結果

表 1 中性子測定結果による各種サンプルの化学組成

サンプル No.	Li/Ti 比	焼成雰囲気	化学組成
1	2.0	Ar	単一相(Li_2TiO_3)
2	2.2		単一相(Li 添加型 Li_2TiO_3)
3	2.3		Li_2TiO_3 + 不純物
4	2.0	H_2	単一相(Li_2TiO_3)
5	2.2		単一相(Li 添加型 Li_2TiO_3)
6	2.3		Li_2TiO_3 + 不純物
7	2.0	O_2	単一相(Li_2TiO_3)
8	2.2		Li_2TiO_3 + 不純物
9	2.3		Li_2TiO_3 + 不純物