

연소합성공정으로 제조된  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  삼중수소 증식재 분말의 소결특성  
Sintering Properties of  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  Tritium Breeder Powder by  
Combustion Synthesis Process

정충환, 김원주, 박지연, 류우석  
한국원자력연구소, 원자력재료기술개발팀  
대전광역시 유성구 덕진동 150

요 약

$\text{Li}_2\text{TiO}_3$ 는 삼중수소증식재료로 연구되는 세라믹스재료이다. 고순도, 초미립의  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  분말을 수용액으로부터 자발착화방법을 이용하는 연소합성공정으로 합성하였다. 연료를 글라이신으로 사용한 경우에 합성된 분말은 미세하고 활성과 순도가 높아서 소결소제나 윤활제가 없어도 고밀도의 성형체를 제조할 수 있으며, 비교적 낮은 소결온도인 1000도이하에서 4시간 소결시 이론밀도의 80%이상의 밀도를 갖는 소결체를 제조하였다. 소결체 제조공정변수 조절 및 미세조직분석을 통하여  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  소결체 제조에 관한 최적공정변수를 도출하였다.

Abstract

Lithium titanate ( $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ ) is known to be a low-activation ceramics for use in tritium breeding. A new approach has been developed to produce the high purity, fine-grained lithium titanate ( $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ ). This technique is based on a combustion synthesis process in which the components are mixed in aqueous solution, simultaneously auto-ignited, and finally synthesized to the desired fine-grained particles. The combustion synthesis using glycine as a fuel was studied in order to prepare a fine, active and high purity powder that could be cold compacted without binder or lubricant and sintered to a high density (>80% theoretical density) at relatively low temperature (< 1,000°C) and short sintering time (< 4 hours). Systematic studies and the microstructure and surface morphology of the powder and sintered pellet were carried out to optimize various parameters such as sintering temperature and time.

## 1. 서론

Titanate계 세라믹스는 방사선적 안전성과 제조의 용이성으로 인하여 원자력 관련 세라믹스 재료로 많은 연구의 대상이 되고 있다.<sup>1~2)</sup> Titanate계 세라믹스는 핵융합이 가능한 삼중수소를 만들 수 있는 증식재료로, 또한 고준위 방사성폐기물을 함유하여 지중 처분 시에 영구히 처분이 가능한 인공고화체(Synroc: Synthetic Rock)의 구성성분재료로 사용되는 원자력재료 분야에서 그 사용범위가 넓은 세라믹스이다.<sup>1~4)</sup>

핵융합 연료의 안정적인 생성과 취급, 지속적이고 안정적인 핵융합 반응을 위해 삼중수소 증식재료의 물리/화학적 특성은 중요하다. 삼중수소를 생산방법은 리튬(Li) 원소의 핵반응이다. 리튬원소가 중성자와 핵반응하면 헬륨과 삼중수소로 바뀌어 핵융합에 필요한 연료인 삼중수소를 핵융합반응에 공급하게 된다. 핵반응으로 형성되는 삼중수소의 양을 증가시키고 지속적으로 유지하기 위해서는 증식재내에 리튬 원자의 함량을 높여 삼중수소의 발생을 증가시켜야 하며, 삼중수소의 확산을 용이하게 하여 발생한 삼중수소가 증식재료 밖으로 쉽게 방출될 수 있어야 한다.<sup>3~5)</sup> 또한 고온의 작동 조건 때문에 온도에 따른 증식재의 삼중수소 방출거동과 구조적 안정성 및 반응성과 부식성도 중요한 요소이다.

핵융합로용 삼중수소 증식재료는 핵반응을 통해서 삼중수소를 만들 수 있는 물질인 Li계 화합물 중에서 삼중수소의 방출능력, 고온 열물리, 화학적 및 기계적인 성질과 조사거동 등으로 인하여  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{LiAlO}_2$ ,  $\text{Li}_2\text{ZrO}_3$ ,  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ 와 같은 산화물이 유망한 후보재로 연구되고 있다.<sup>3~7)</sup> 삼중수소의 방출능력이 우수하고, 다른 재료와의 반응이 적으며, 조사거동이 뛰어난  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ 가 titanate계 세라믹스의 하나로서 삼중수소 증식재료로 연구가 진행중이다.<sup>8~9)</sup> 삼중수소 증식재는 소결체의 미세구조가 조절되어야 삼중수소의 방출량이 증가될 수 있고 또한 방출량을 조절할 수 있다.

세라믹 재료는 소결전의 분말의 크기와 분포, 분말의 성분 등이 소결 후 재료의 특성에 중요한 영향을 미친다. 습식 화학법의 하나로서 자체 발열을 이용한 산화. 환원 반응으로 세라믹 분말을 제조하는 연구는 자발착화 연소합성법 (Self-ignited Combustion-Assisted Synthesis) 이라고 불리는 방법으로서 연료 및 금속염간의 자체 연소에 의한 열을 이용하여 반응을 유지시켜 비교적 고온에서 최종생성물을 합성하는 방법이다.<sup>10~15)</sup> 이 방법은 액상에서의 분자간의 혼합반응으로 생성분말의 균질성이 좋고, 분말 합성시 발생하는 많은 양의 가스에 의해 생성분말이 미세하고, 반응시간이 매우 짧으며, 결정질의 분말이 얻어지므로 별도의 하소공정 없이 결정질의 분말을 얻을 수 있다는 장점과 복잡하고 거대한 반응기를 사용할 필요가 없기 때문에 설비비의 감소 등의 부가적인 이점이 있다.

본 연구에서는 자발착화연소합성법을 이용하여  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  세라믹스 삼중수소 증식재 분말을 합성하고 분말특성과 소결특성을 고찰하였으며, 일반적인 분말합성법인 고상반응법과 비교하였다.

## 2. 실험방법

TiO(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 용액에 Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>와 연료를 첨가하여 연소합성에 필요한 수용액을 제조하였다. 그림 1에 연소합성에 관한 전체실험도를 도시하였다. 연료와 금속 질산염의 첨가량은 반응계의 반응식에 따른 계산법에 의해서 전체 반응물 중에서 즉, 연료와 금속 질산염의 산화될 수 있는 원자가 (oxidizing valence)와 환원될 수 있는 원자가 (reducing valence)를 계산하여 조절하였다. 자발착화연소합성법은 열판을 이용하여 비이커내의 수용액을 가열하여 합성하였으며, 합성된 분말의 특성은 X선 회절분석(Rigaku)에 의한 상분석, 주사전자현미경(Jeol)과 투과전자현미경(Jeol)에 의한 미세구조 분석, BET법에 의한 비표면적 측정, EDS에 의한 원소분석을 하였다. X선 회절분석은 2θ가 20~80° 범위에서 scan 속도가 4°/min으로 하였고, peak의 결과로 입자크기를 계산하였다. 일차 입자크기와 morphology는 200 KeV, 투과전자현미경을 통하여 image와 SAD (selected area diffraction) pattern을 관찰하여 확인하였다. DSC/TG 및 DTA/TG 분석을 통하여 연소반응의 반응경로를 알아보았고, 분말을 성형한 후 소결거동 분석을 위하여 Dilatometer를 이용하여 수축거동을 관찰하였으며, 소결은 700~1200°C 사이에서 2~10시간 동안 행하였다. 일반적인 상용분말과 자발착화연소법으로 합성된 분말의 특성을 비교하기 위하여 고상반응법으로 Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> 분말을 합성하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3-1 연소합성된 분말의 열처리에 따른 미세구조 변화

그림 2와 3은 고상반응법과 연소합성법으로 제조한 분말의 열처리온도에 따른 미세구조의 변화이다. 고상반응법으로 만든 분말은 소결온도의 증가에 따라서 약간의 입자성장과 입자간의 neck 형성이 일어났다. 입자간의 접촉면이 적어서 분말만으로 소결한 경우는 1000°C 까지 소결되어도 입자간의 neck형성만 되었을 뿐 입자의 성장도 거의 없음을 알 수 있다. 그러나 연소합성법으로 제조된 분말의 경우는 초기에 연소후 입자의 크기가 나노크기이며 이를 550°C에서 열처리한 경우에도 매우 미세한 입자들이 치밀하게 구성되어 있음을 알 수 있으며, 700°C에서 열처리한 경우는 약간의 입자성장을 보이며, 1000°C 이상의 온도에서는 과도한 입자성장이 일어남을 알 수 있다. 각 경우에 대한 입자크기를 측정하여 그림 4에 나타내었다. 연소합성된 분말의 경우는 초기의 입자크기가 나노크기이며 850°C 열처리하면 0.5μm 정도의 크기가 된다. 1000°C 이상에서 열처리하면 3μm 이상으로 입자성장이 일어나며 비정상입자성장도 관찰된다. 1000°C 이상의 경우는 매우 빠른 입자성장이 일어나게 된다. 이와 같은 현상은 1000°C 이상에서는 Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>의 매우 빠른 입자성장속도와 비정상 입자성장이 일어나기 때문에 낮은 온도에서 소결 하여야 균일한 미세구조 및 개기공도를 유지할 수 있을 것으로 생각된다. 반면에 고상반응법으로 합성된 분말은 초기의 입자크기가 0.5μm 정도이며 850°C까지 열처리하여도 입자성장은 크게 일

어나지 않는다. 이와같은 결과로 부터 고상반응법으로 제조된  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ 분말과 연소합성법으로 제조된  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ 분말은 분말자체의 미세 정도와 활성이 다르다는 것을 알 수 있었고, 이로 인해 연소합성법으로 제조된 분말은 낮은 온도에서 치밀화가 가능하리라고 보이며 오히려 고온의 소결온도에서는 입자성장이 크게 일어나게 됨을 알 수 있다. 따라서 소결온도와 시간을 제어하면 원하는 소결체의 미세구조를 얻을 수 있다.

### 3-2 소결거동 분석

그림 5는 본 연구에서 연소합성법으로 제조한 분말을 사용하여 성형체를 만들고 소결온도를  $800\sim 1200^\circ\text{C}$ 까지 변화하고 소결시간을  $2\sim 10$ 시간까지 변화하여 제조된 소결체의 소결밀도를 나타내었다. 또한 상용분말을 사용하여 고상소결 방법으로 제조된 소결체의 소결밀도 값과 다른 연구자들이 보고한 소결밀도를 함께 도시하였다. 고상반응법으로 합성된 분말을 사용하여 소결한 소결체의 밀도는 소결시간에 따라 상대밀도의 최대 70%가 최대값이며, 다른 연구자들이 보고한 소결밀도값은 소결온도가  $1200^\circ\text{C}$  이상일 경우에 80%의 상대밀도값을 갖는다고 보고하였다. 따라서 현재까지  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  소결시 상대밀도의 80% 이상의 밀도를 갖기 위해서는  $1200^\circ\text{C}$  이상에서 2~4시간동안 소결하여야 한다. 이때 사용된 분말은 대부분이 고상반응법으로 제조하여 상업적으로 판매하는 분말이다. 반면에 본 연구에서 연소합성법으로 제조된 분말을 성형하여 소결한 소결체의 소결밀도는 소결시간에 따라 다소 차이가 있지만  $1000\sim 1200^\circ\text{C}$ 에서 80%가 넘는 상대밀도를 나타내었다. 다른 보고자의 결과와 상용분말을 사용한 소결체에 비하여 동일온도에서 소결밀도값이 10~15% 정도 높은 값이며, 이는 연소합성법으로 합성된 분말의 소결특성은 동일한 소결밀도를 얻기 위해서 상용분말 보다도  $200^\circ\text{C}$  이상 소결온도를 낮출 수 있음을 알 수 있으며 동일 소결온도에서 소결시간도 단축할 수 있음을 알 수 있다. 이와같이 낮은 온도에서 소결이 이루어지면 소결성의 향상 뿐만 아니라 소결체의 입자크기도 작고 균일하게 유지될 수 있는 장점이 있다. 소결온도가  $1100^\circ\text{C}$  이상에서는 소결유지시간에 관계없이 상대밀도는 83~87%를 유지하였다. 이는 소결온도가 증가하여도 치밀화보다는 급격한 입자성장으로 말미암아 기공이 제거되지 못하고 입자내에 포획되는 현상이 발생하여 소결밀도의 증가가 없는 것으로 생각되며, 특히 연소합성법으로 합성된 분말을 사용한 경우는  $1100^\circ\text{C}$  이상에의 과도한 입자성장 및 비정상입자 성장이 관찰되었다.  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  는 소결온도의 증가에 따라서 과도한 입자성장 및 비정상 입자성장이 매우 잘 일어나는 재료이므로 특히 소결온도와 소결시간의 감소는 균일한 미세조직을 얻을 수 있기 때문에 매우 중요한 소결특성이 된다. 입자크기가 작고 균일하면 Li 핵반응에 의해서 발생하는 삼중수소가  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  입자내부에서 입자 밖으로 쉽게 확산되며 입계를 따라 표면이나 기공으로 방출하기 쉬우므로 15% 이상의 개기공도를 가진 소결체는 삼중수소의 방출효과를 높일 수 있으므로, 이는 삼중수소 증식재가 갖추어야 할 중요조건중의 하나가 된다. 본 연구에서는 소결온도가  $1050^\circ\text{C}$ 에서 2~4시간동안 소결된 시편의 경우, 상대밀도는 82% 이고 개기공도는 15% 정도이며 입자크기는  $3\sim 4\mu\text{m}$  이었다. 이는 삼중수소증식재로서 사용시 최적의 미

세구조를 얻을 수 있는 소결조건이라고 생각된다.

그림 6(A)와 (B)는 각각 850°C와 950°C에서 4시간동안 소결된 소결체의 미세구조사진이다. 소결밀도가 이론밀도의 64%와 75%이고 입자의 성장이나 비정상 입자성장은 이 온도에서는 보이지 않는다. 그림 7(A)와 (B)는 각각 1100°C와 1200°C에서 4시간동안 소결된 소결체의 표면과 파면의 미세조직이다. 처음 작은 크기의 입자가 소결온도 증가에 따라서 입자성장이 일어나고 있음을 입자내의 입계이동 모습으로 알 수 있으며, 1100°C에서는 초기에는 입자성장이 빠르게 일어나며 소결시간에 따라서 일정한 속도로 입자성장이 일어나고 있음을 알 수 있다. 그림 7(B)는 연소합성된 분말을 1200°C에서 4시간 동안 소결한 후 파단면을 관찰한 것이다. 주로 입내파괴현상을 보이며 입자 성장이 크게 일어나 입자의 크기는 40 $\mu\text{m}$  이상이며 입계의 이동속도가 빨라서 입계에 존재하던 기공이 미처 제거되지 못하고 입자내에 갇히는 현상이 일어났으며 기공의 크기는 2~3  $\mu\text{m}$  정도인 것으로 보아서 치밀화 보다는 입자성장이 크게 일어났음을 알 수 있다.  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  소결현상에 대한 연구가 미흡하여 입자성장이나 치밀화 거동등에 관한 연구는 거의 없으며 고온의 소결 온도에서는 입자성장이 매우 빠르게 일어남을 알 수 있었다. 이러한 빠른 입자성장은 입자 내부에 기공을 포획하게 됨으로서 핵반응으로 발생하는 삼중수소를 소결체 밖으로 방출하기에 부적합하므로 소결체가 중성자 조사에 따라 부풀어오르는 현상등이 발생할 수 있다. 따라서 소결조건 (시간, 온도 및 분위기) 조절은 치밀화 및 개기공 형성에 매우 중요함을 알 수 있다. 본 결과로부터  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  소결은 1000~1050°C에서 2~4시간의 소결유지 시간으로 소결이 되어야 상대밀도의 80%이상의 소결밀도와 3~4 $\mu\text{m}$ 의 입자크기를 가진 소결체를 얻을 수 있다. 이러한 소결체는 과대입자성장이나 비정상입자성장이 없는 균일한 미세조직을 가지므로 삼중수소 증식재가 가져야할 최적의 미세조직이다.

### 3-3. 소결수축률 분석

그림 8은 연소합성된 분말과 고상반응법으로 제조된 분말 및 상용분말(Aldrich Co.)을 사용하여 성형한 후 소결과정중의 선수축변화를 알아보기 위하여 Dilatometer 분석을 행한 것이다. 상용으로 제조된 분말과 본 연구에서 고상반응법으로 제조한 분말의 선수축 거동 변화는 800~850°C에서 수축이 시작하여 거의 비슷한 양상을 보이며, 선수축이 10~15% 정도이었으나, 연소합성법으로 제조된 분말의 성형체는 600°C 근처에서 수축이 시작되어 20%이상의 선수축을 나타내었다. 또한 수축이 시작되는 온도가 200°C 정도 낮은 것은 낮은온도에서 소결시작되는 것으로 생각된다. 이는 분말자체가 매우 미세하여 수축이 빨리 진행되며 또한 수축량이 많은 것으로 사료된다. 그림 9는 각 경우에 대한 선수축 속도를 나타낸 것이다. 상용분말을 사용한 경우는 (그림 C) 850°C에서 수축이 시작되어 수축속도가 계속 증가하다가 1100°C에서 가장 빠른 수축속도를 나타내었다. 또한 고상반응법으로 합성된 소결체는 (그림 B) 800°C 근처에서부터 수축속도가 증가하기 시작하여 1000°C에서 가장 빠른 속도를 나타내었다. 즉 고상반응법으로 합성된 분말성형체는 1000~1100°C에서 가장 빠른 수축속도를 나타내기 때문에 이 온도에서 소결이 가장 빠르

게 진행됨을 알 수 있다. 한편 연소합성법으로 합성된 분말의 (그림 A) 경우는 600°C에서 수축이 시작되어 일정한 속도로 증가하여 1075°C에서 가장 빠른 수축속도를 나타내었다. 이 결과로 부터도 동일 수축속도를 나타내는 온도영역은 연소합성법으로 합성된 성형체가 200°C정도 낮음을 알 수 있다. 동일수축 속도가 낮은 것은 연소합성된 분말이 미세하여 낮은 온도에서부터 먼저 소결이 진행되기 때문이다.

#### 4. 결 론

자발착화연소에 의한 분말을 제조하여  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  세라믹스 삼중수소 증식재의 소결특성을 고찰하고, 일반적인 분말합성법인 고상반응법과 특성을 비교하였다. 연소합성 분말의 소결체 밀도는 고상반응법 및 상용분말의 소결체 보다도 200°C 낮은 소결온도에서 동일 소결밀도를 보였으며, 연소합성된  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  최적소결조건은 1000~1050°C에서 2~4시간 소결되면 상대밀도의 80%이상의 소결밀도와 3~4 $\mu\text{m}$ 의 입자크기를 가진 소결체를 얻었다. 소결체는 과대입자성장이거나 비정상입자성장이 없으며, 균일한 미세조직을 형성하여 삼중수소 증식재로서 최적의 미세조직 보였다. 소결온도가 증가됨에 따라 입자성장이 크게 일어났으며, 입계이동속도가 치밀화속도보다 빨라 기공이 입자내에 포획되었다. 소결수축 시작온도와 수축속도는 고상반응법 보다도 낮은 온도에서 시작되었다.

#### 감사의글

본 연구는 과학기술부의 원자력연구개발사업의 일환으로 수행되었음.

#### 참고문헌

1. C.E. Johnson, K.R. Kummerer and E. Roth, "Ceramic Breeder Materials," J. Nucl. Mater., 155/157, 188-201 (1988)
2. A.E. Ringwood, S.E. Kesson, K.D. Reeve, D.M. Levins and E.J. Ramm, "Synroc," pp233-334, Radioactive waste forms for the future, Ed. by W.Lutze and R.C. Ewing, North-Holland Physics Pub., Amsterdam, 1988.
3. T. Kuroda et al., "Japanese contributions to blanket design for ITER," JAERI- M-91-133 (1991)
4. C.E. Johnson, "Ceramic Breeder Materials," in Ceramics Today - Tomorrow's Ceramics, edited by P.Vincenzini, pp 3029-3039, Elsevier Sci. Pub. (1991).
5. J.P. Kopasz, J.M. Miller and C.E. Johnson, "Tritium release from lithium titanate, a low activation tritium breeding material," J. Nucl. Mater., 212/215, 927-931 (1994)
6. O. Renoult, J.P. Boilot, J.P. Korb and M. Boncoeur, "Lithium sol-gel ceramics for tritium breeding application," J. Nucl. Mater., 223, 126-134 (1995).
7. M.A. Valenzuela, and V.H. Lara, "Sol-Gel Synthesis of Lithium Aluminates," J. Am. Ceram. Soc.,

79[2] 455-460 (1996).

8. J.M. Miller, H.B. Hamilton, J.D. Sullivan, "Testing of lithium titanate as an alternate blanket material," *J. Nucl. Mater.*, 212/215, 877-880 (1994).

9. J.D. Sullivan et al., *Fusion Eng. and Des.*, 17, 79 (1991).

10. L.A. Chick, L.R. Pederson, G.D. Maupin, and J.L. Bates, "Ultra-Fine Powders Using Glycine-Nitrate Combustion Synthesis"; pp. 117-126 in *Proc. of the 15th Annual Conference of Fossil Energy Materials* (1991).

11. J.J. Kingsley, K. Suresh, K.C. Patil, "Combustion Synthesis of Fine Particle Metal Aluminate," *J. Mater. Sci.*, 25, 1305-1312 (1990).

12. P.Ravindranathan and K.C.Patil, *J. Mater. Sci.*, 22, 3261-3264 (1987).

13. L.R.Pederson, L.A.Chick and G.J. Exarbo, US Patent 5114702 (1992)

14. J.J. Kingsley and L.R. Pederson, "Combustion Synthesis of Perovskite  $\text{LnCrO}_3$  Powders using Ammonium Dichromate," *Mater. Lett.*, 18, 89-96 (1993)

15. J.J. Kingsley and K.C. Patil, "A Novel Combustion Process for the Synthesis of Fine Particle Alpha-Alumina and Related Oxide Materials," *Mater. Lett.*, 6, 427-432 (1988)

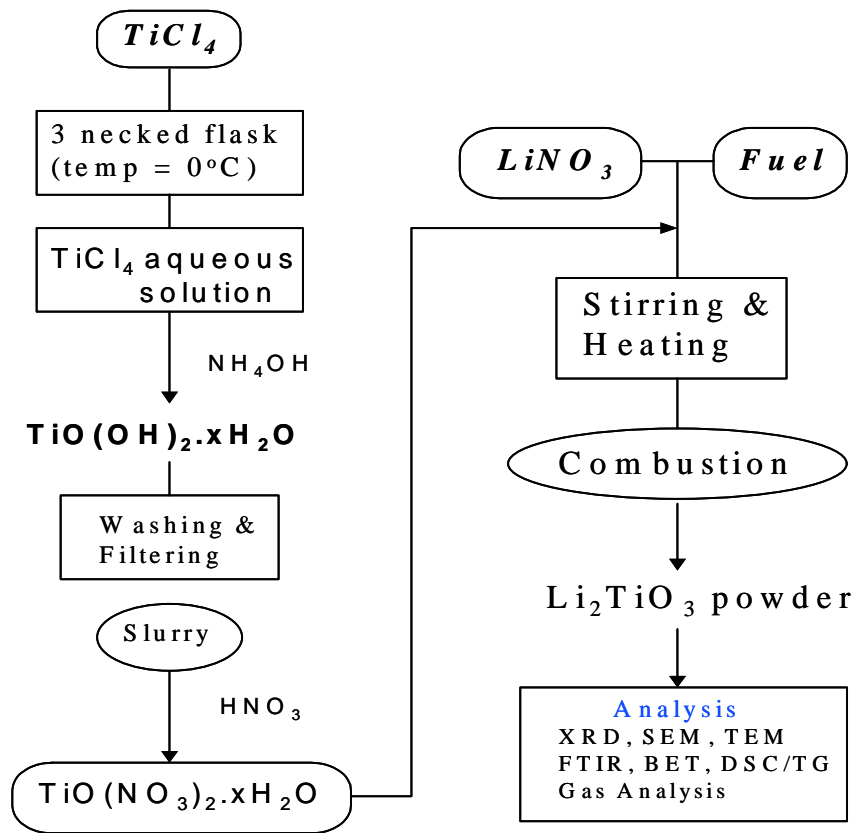


Fig. 1. Experimental procedure for combustion synthesis

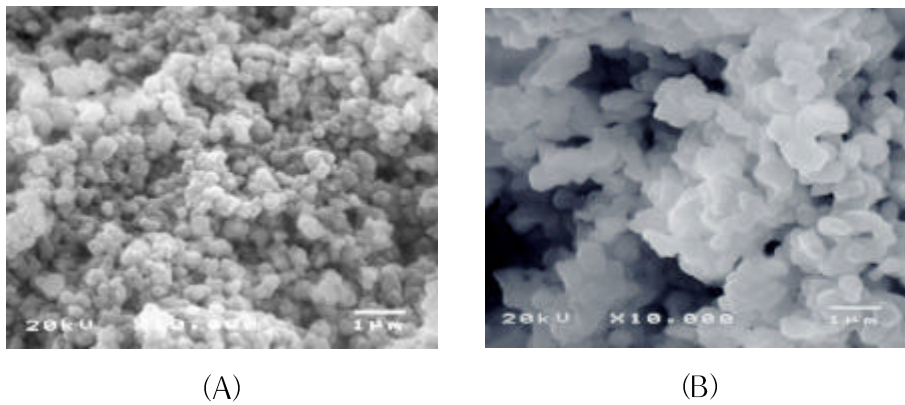


Fig. 2. SEM micrographs of the  $Li_2TiO_3$  powders made by solid state reaction sintered at ; (A)  $850^\circ C$  for 3h, and (B)  $1000^\circ C$  for 3h



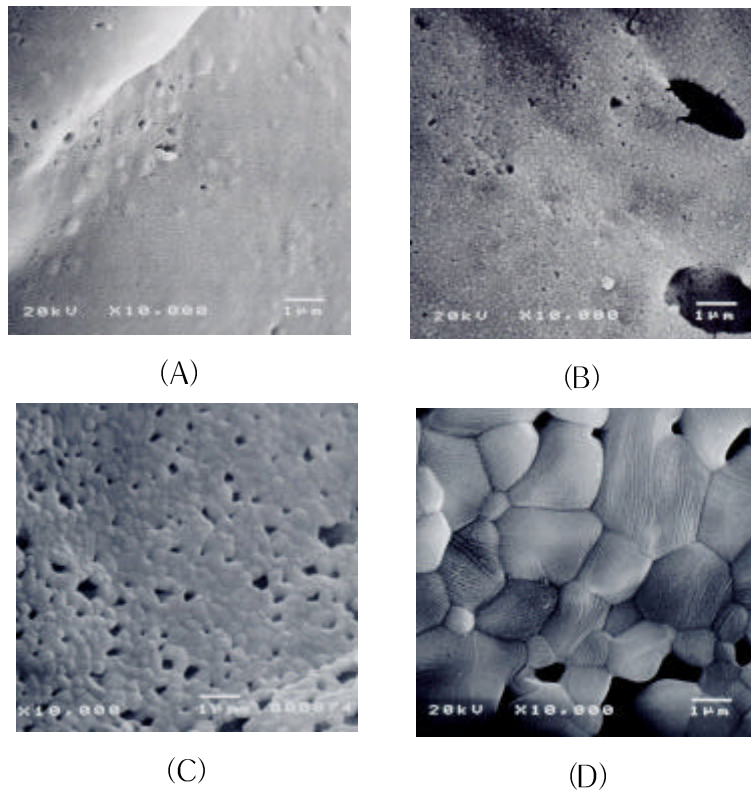


Fig. 3. SEM micrographs of the  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  powders synthesized by combustion reaction sintered at ; (A)  $550^\circ\text{C}$  for 3h, (B)  $700^\circ\text{C}$  for 3h, (C)  $850^\circ\text{C}$  for 3h, and (D)  $1000^\circ\text{C}$  for 3h

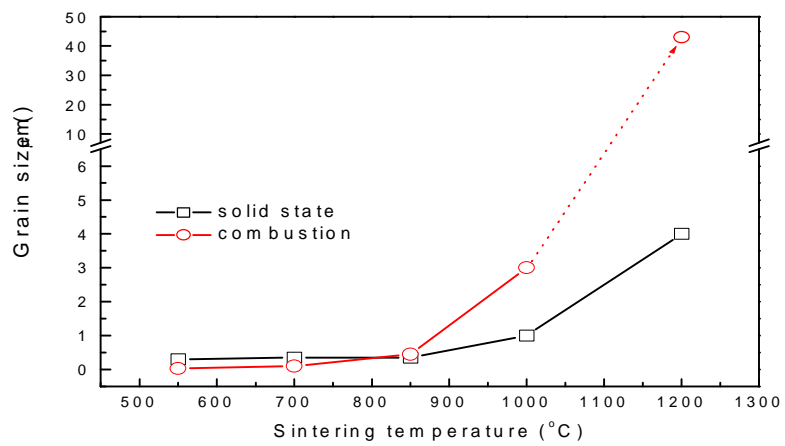


Fig. 4. Grain size values of synthesized powder with sintering temperature

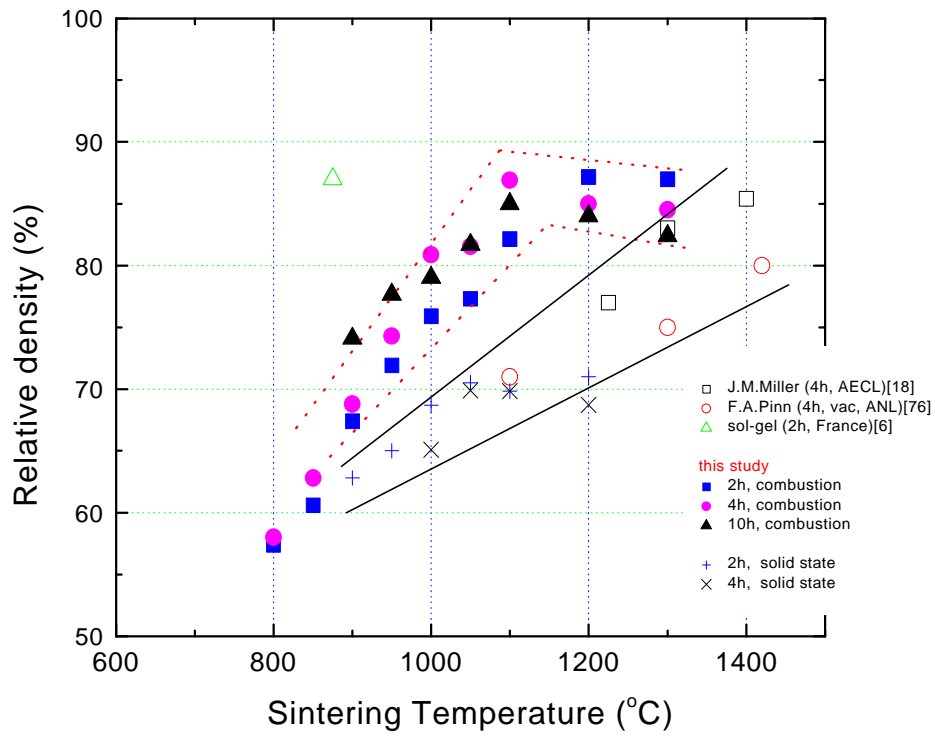


Fig. 5. Sintered densities of  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  pellets synthesized by the various process with sintering temperature

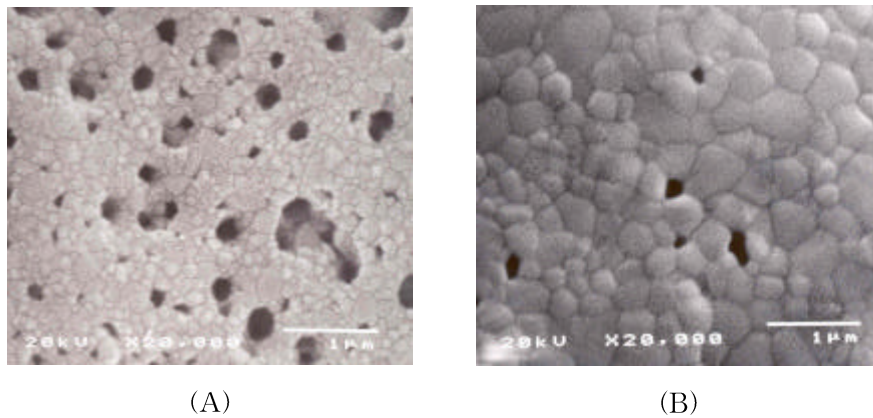
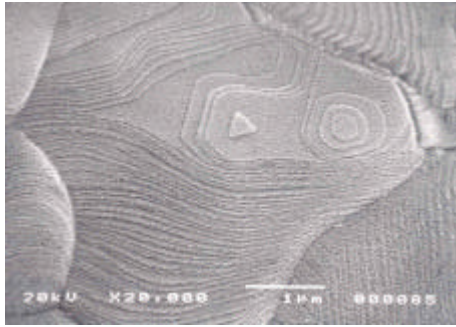
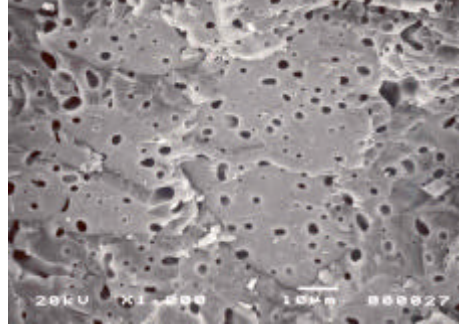


Fig. 6. SEM micrographs of the  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  pellet synthesized by combustion reaction sintered at ; (A)  $850^\circ\text{C}$ , and (B)  $950^\circ\text{C}$  for 4h



(A)



(B)

Fig. 7. SEM micrographs of the  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  pellets synthesized by combustion reaction; (A) surface morphology for pellet sintered at  $1100^\circ\text{C}$  for 4h, and (B) fracture morphology for pellet sintered at  $1200^\circ\text{C}$  for 4h

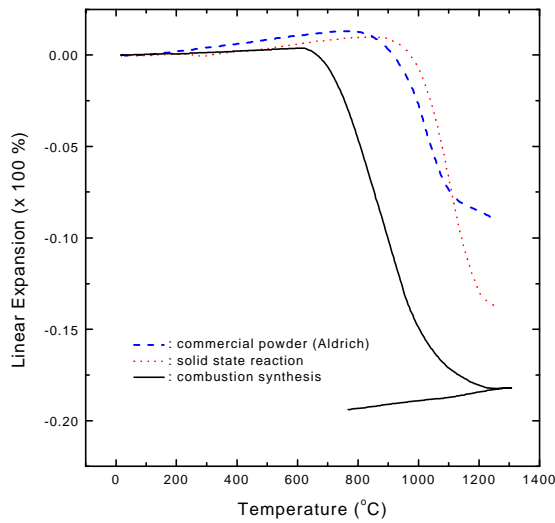


Fig. 8. Linear expansion curves of  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  pellets heat-treated up to  $1300^\circ\text{C}$

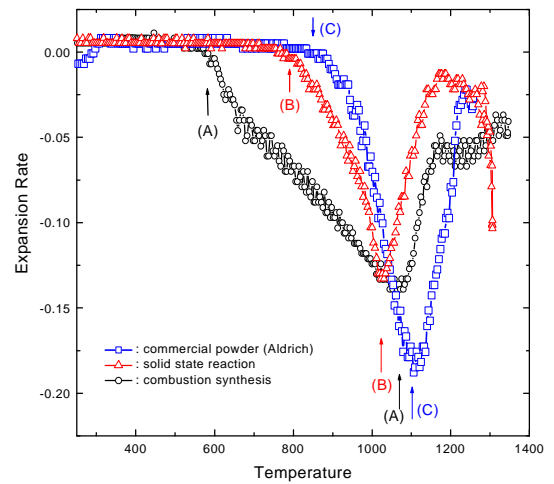


Fig. 9. Linear expansion rates curves of  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  pellets heat-treated up to  $1300^\circ\text{C}$