



(51) МПК
C01D 15/02 (2006.01)
B22F 9/20 (2006.01)
H01M 10/052 (2010.01)
H01M 4/48 (2010.01)
C03C 10/00 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C01D 15/02 (2021.01); B22F 9/20 (2021.01); B22F 2201/02 (2021.01); B22F 2201/11 (2021.01); B22F 2201/20 (2021.01); B22F 2302/25 (2021.01); B22F 2304/10 (2021.01); H01M 10/052 (2021.01); H01M 4/483 (2021.01); C01P 2004/51 (2021.01); C01P 2004/61 (2021.01); C03C 10/00 (2021.01)

(21)(22) Заявка: 2019120011, 18.12.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.12.2017

Дата регистрации:
22.11.2021

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
21.12.2016 DE 102016225882.6

(43) Дата публикации заявки: 22.01.2021 Бюл. № 3

(45) Опубликовано: 22.11.2021 Бюл. № 33

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 22.07.2019

(86) Заявка РСТ:
EP 2017/083246 (18.12.2017)

(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2018/114760 (28.06.2018)

Адрес для переписки:
129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр. 3, ООО
"Юридическая фирма Городисский и
Партнеры"

(72) Автор(ы):

ДИТЦ, Райнер (DE),
ВИЛЛЕМС, Йоханнес (CH),
ХАУК, Дитер (DE),
ВИТЕЛЬМАНН, Ульрих (DE)

(73) Патентообладатель(и):

АЛЬБЕМАРЛ ДЖЕРМАНИ ГМБХ (DE)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: JP2012121780 A, 28.06.2012. ЛИДИН
Р.А. и др., Неорганическая химия в реакциях,
Справочник, 2007, стр.279. RU 2604601 C2,
10.12.2016.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОКСИДА ЛИТИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии производства оксида лития для получения чистых растворов гидроксида лития, либо для получения стекол, стеклокерамики или кристаллической керамики, например литиево-ионной проводящей керамики. Оксид лития получают из карбоната лития и элементарного углерода или углеродного источника, который дает элементарный углерод, при температуре в диапазоне от 720°C до 1200°C, при этом реакцию осуществляют при практически

полном исключении кислорода в одном или более резервуарах, имеющих контактирующие с продуктом поверхности, выбранные из группы, состоящей из стеклоуглерода, алюмината лития, покрытой углеродом керамики, С-покрытого кварцевого стекла и тантала. Изобретение обеспечивает получение порошкового оксида лития высокой чистоты экономичной технологией. 3 н. и 20 з.п. ф-лы, 4 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

C01D 15/02 (2006.01)*B22F 9/20* (2006.01)*H01M 10/052* (2010.01)*H01M 4/48* (2010.01)*C03C 10/00* (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C01D 15/02 (2021.01); B22F 9/20 (2021.01); B22F 2201/02 (2021.01); B22F 2201/11 (2021.01); B22F 2201/20 (2021.01); B22F 2302/25 (2021.01); B22F 2304/10 (2021.01); H01M 10/052 (2021.01); H01M 4/483 (2021.01); C01P 2004/51 (2021.01); C01P 2004/61 (2021.01); C03C 10/00 (2021.01)

(21)(22) Application: **2019120011, 18.12.2017**(24) Effective date for property rights:
18.12.2017Registration date:
22.11.2021

Priority:

(30) Convention priority:
21.12.2016 DE 102016225882.6(43) Application published: **22.01.2021** Bull. № 3(45) Date of publication: **22.11.2021** Bull. № 33(85) Commencement of national phase: **22.07.2019**(86) PCT application:
EP 2017/083246 (18.12.2017)(87) PCT publication:
WO 2018/114760 (28.06.2018)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaya, 25, str. 3, OOO
"Yuridicheskaya firma Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**DIETZ, Rainer (DE),
WILLEMS, Johannes (CH),
HAUK, Dieter (DE),
WIETELMANN, Ulrich (DE)**

(73) Proprietor(s):

ALBEMARLE GERMANY GMBH (DE)(54) **METHOD FOR PRODUCING LITHIUM OXIDE**

(57) Abstract:

FIELD: glass production; ceramics production.

SUBSTANCE: invention relates to a technology for producing lithium oxide to obtain pure solutions of lithium hydroxide or to obtain glass, glass ceramics or crystal ceramics, for example lithium-ion conducting ceramics. Lithium oxide is obtained from lithium carbonate and elementary carbon or a carbon source that gives elementary carbon at a temperature in the range from 720°C to 1200°C, while the reaction is

carried out at almost complete oxygen exclusion in one or more tanks having surfaces contacting with a product selected from a group consisting of glass carbon, lithium aluminate, ceramics coated with carbon, C-coated quartz glass and tantalum.

EFFECT: invention provides for obtaining powder lithium oxide of high purity by an economical technology.

23 cl, 4 ex

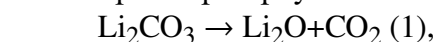
Изобретение относится к экономичному способу получения порошкового оксида лития и его применению.

В настоящее время оксид лития применяется в качестве сырьевого материала для производства стекол, стеклокерамики, керамики и положительных электродов в литиевых батарейках. Дополнительно, он применяется для производства гидроксида лития.

Оксид лития получают путем горения металлического лития в атмосфере, содержащей кислород. Данный способ является неэкономичным, поскольку он начинается с металлического лития, который получают посредством энергозатратного электролиза расплавленных солей.

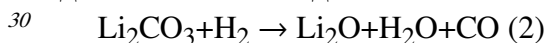
Li_2O дополнительно получают путем термического разложения пероксида лития, Li_2O_2 , при 300-400°C. Также данный способ является экономически невыгодным, поскольку это двухэтапный способ, для которого требуется гидроксид лития и вредный окислительный агент - пероксид водорода - в качестве исходных материалов.

Наконец известны способы, которые начинаются с химического реагента на основе лития - карбоната лития. Путем термического разложения при около 1000°C, т.е. из расплавленного карбоната лития, в платиновых тиглях при давлении максимум 2000 микрометров ртутного столба получают оксид в форме комочков по



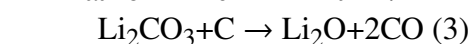
которые необходимо помолоть перед дальнейшим применением (D. S. Applegate, R. B. Poppel in: *Advances in Ceramics*, Vol. 25, "Fabrication and properties of lithium ceramics", ed. I. J. Hastings and G. W. Hollenberg, 1989, 111-116). При очень низком давлении $<10^{-5}$ Тор термическое разложение также происходит при температуре ниже температуры плавления Li_2CO_3 в 720°C (T. Takahashi, H. Watanabe, *Fusion Eng. Design* 8 (1989) 399-405). Однако таких низких давлений нельзя достичь в технических аппаратах экономичным путем.

Дополнительно, известно восстановление карбоната лития в температурном диапазоне от 400 до 725°C с помощью газообразного водорода по



(JP 2014047117 A). Данный способ имеет связанные с безопасностью недостатки в связи с применением взрывоопасного газообразного водорода при высоких температурах.

Наконец, в качестве восстановительного агента для карбоната лития применяют технический углерод (J.-W. Kim, H.-G. Lee, *Metallurgical Mat. Trans. B*, 32B (2001) 17-24). Углетермическое разложение не требует вакуума, но происходит в потоке газообразного аргона и происходит быстро при температурах выше около 720°C по следующей реакции в алюминиевых тиглях:



Недостатком в данном случае является сильный коррозионный эффект карбонатного расплава по отношению к алюминию, применяемому в качестве материала резервуара, что было обнаружено в собственных экспериментах авторов (см. Сравнительные примеры). Масса тигля уменьшается в связи с образованием LiAlO_2 . Не имеет место пассивирование стенок тигля. Оксид лития регулярно загрязняется LiAlO_2 . По этой причине алюминиевые тигли не могут применяться для получения высокочистого оксида лития. Углетермическое разложение с применением кокса, древесного угля, активированного угля, сахара, синтетического графита и тому подобного также

происходит при температурах выше 500°C, но ниже 720°C, т.е. избегая при этом плавления карбоната лития (JP 2012121780 A). В данном случае ожидается относительно большая длительность реакции. Аналогично, карбонат лития, запечатанный в полимерную смолу, восстанавливают до зернистого оксида лития в температурном диапазоне от 600 до 700°C (JP 11209122 A). Недостатками являются большая длительность реакции, по меньшей мере 6 часов, и факт, что оксид получают в зернистой форме. Для дальнейшего применения, например для получения материала для электродов литиевых батареек, продукт необходимо заранее помолоть.

Целью изобретения является предложить простой и одноэтапный способ с применением основного сырьевого материала - карбоната лития, с помощью которого можно получить порошковый оксид лития высокой чистоты при экономичных и простых условиях реакции.

Согласно изобретению цель достигается с помощью способа, при котором карбонат лития реагирует с элементарным углеродом или углеродным источником, который дает элементарный углерод, при условиях реакции, в интервале температур от 720 до 1200°C, причем реакция происходит при практически полном исключении кислорода, и реакция проводится в резервуарах, контактирующие с продуктом поверхности которых являются коррозионно-стойкими к реагентам и продуктам. Реакция проводится либо при пониженном давлении, например, «техническом вакууме» (т.е. в диапазоне давлений от 0,1 до 50 мбар), либо в атмосфере газа, инертного или практически инертного по отношению к углероду, при давлениях от около 0,5 до 2 бар. В качестве атмосферы инертного газа применяют предпочтительно азот или благородные газы (предпочтительно аргон), или смеси благородных газов.

В качестве источника элементарного углерода применяют органические материалы или смеси органических материалов, выбранные из группы, состоящей из сахара, метана, крахмала, целлюлозы, парафинового воска и бензина.

Для достижения удовлетворительной скорости реакции, также с коммерческой точки зрения, реакция происходит при температуре выше температуры плавления карбоната лития, т.е. выше около 720-730°C. Предпочтительно, температура реакции находится в диапазоне от 800 до 950°C. При данных условиях наблюдается, как правило, длительность реакции менее чем 5 ч, предпочтительно, менее чем 3 ч. При 900°C длительность реакции составляет около 30 минут согласно термогравиметрическим анализам. Элементарный углерод применяется в порошковой форме. Применяют предпочтительно коммерчески доступный технический углерод или активированный уголь, например, печную сажу (технический углерод для автомобильных шин), а именно Carbon Black N220 и N110, газовую сажу, а именно Timcal C45, проводящую сажу или термическую сажу, а именно N990 Thermal Carbon Black. Данные углероды содержат до 1 мас.% серы и до 2 мас.% кремния. Коммерчески доступный, недорогой технический углерод, полученный из бензина, для автомобильных шин, также особо пригоден при следующем примесном составе: 2300 м.д. Na, 1900 м.д. S, 200 м.д. Ca, 100 м.д. Fe, около 1 мас.% Si. Неожиданно было обнаружено, что упомянутые примеси можно в большой мере отделить во время приготовления водных растворов гидроксида лития по изобретению с помощью простых способов разделения жидких и твердых веществ, например, с помощью фильтрации или центрифугирования.

В качестве восстановительного агента вместо элементарного углерода применяют органический углеродсодержащий материал. Органические материалы полностью коксуются до элементарного углерода и летучих побочных продуктов при выше изложенных неокислительных (исключение кислорода) высокотемпературных условиях.

Элементарный углерод, применяющийся как таковой или образованный при условиях реакции в результате термического разложения органических материалов (коксование), применяется в стехиометрическом молярном соотношении карбоната лития к углероду от 1:0,5 до 1:1,5.

5 Неожиданно было обнаружено, что продукт реакции - оксид лития, хотя образованный из расплава карбоната лития, получают в виде текучего порошка. Следовательно, для дальнейшего применения не нужно переводить продукт реакции в удобоваримую форму с помощью дробления или помола.

10 Чтобы избежать загрязнений в продукте, а также с точки зрения затрат, необходимо проводить реакцию в реакционных сосудах, чьи контактирующие с продуктом поверхности в большой степени инертны по отношению к реагентам, а также продуктам реакции, и являются устойчивыми к длительной коррозии. Например, в качестве таких устойчивых конструкционных материалов применяют стеклоглерод, алюминат лития или керамику, покрытую углеродом, например, C@Quartz. Реакция может проводиться в реакционных сосудах, у которых контактирующие с продуктом стенки реакционного сосуда состоят из затвердевшей расплавленной соли. Дополнительно, тантал обладает умеренной стабильностью. Снова неожиданно было обнаружено, что тигли из стеклоглерода являются коррозионно-устойчивыми по отношению к расплаву карбоната лития и образованному оксиду лития. Это было неожиданным, поскольку известно, что углерод при высоких температурах восстанавливает карбонат лития с образованием оксида лития и, следовательно, расходуется по Ур. 3. В экспериментах авторов было обнаружено, что металлические материалы, как правило, непригодны. Например, титановые тигли крошатся уже после первого применения. Тантал, с другой стороны, обладает ограниченной устойчивостью.

25 В самом простом случае, реакцию проводят при статических условиях, т.е. без перемешивания или перемещения. Предпочтительно, реакцию проводят в реакторе с подвижным слоем катализатора. С этой целью, реакционную смесь доводят во вращающемся реакторе или реакторе с циркулирующим кипящим слоем до необходимой температуры и оставляют реагировать до, соответственно, продукта - оксида лития. При условиях гомогенизации возможно дополнительно увеличить скорость реакции.

30 Также, возможно смесь углерода и карбоната лития превратить в жидкость в охлаждаемом извне реакционном пространстве с помощью индукционного нагрева, и, следовательно, позволить прореагировать двум реагентам. В связи с внешним охлаждением образуется слой замороженного расплава, таким образом, расплавленная реакционная смесь, которая непрерывно прокачивается или проталкивается по реакционному сосуду, не контактирует с материалом резервуара (например, медью). Данная методика известна под термином «гарнисажный метод».

Реакционная смесь по изобретению, содержащая оксид лития, применяется, например, для получения раствора чистого гидроксида лития посредством растворения продукта реакции в воде. Количество воды выбирают так, чтобы продукт реакции - гидроксид лития (LiOH) - имел концентрацию по меньшей мере 8 мас.%. Предпочтительно, концентрация LiOH составляет по меньшей мере 9 мас.%. Любой избыточный углерод нерастворим в воде, поэтому его легко удаляют с помощью фильтрации или центрифугирования. Неожиданно было обнаружено, что больше примесей, а именно кремния, внесенного углеродным источником или серой, превращаются в водонерастворимые продукты, так что они также отделяются с помощью простых способов разделения жидких и твердых веществ. Таким образом получают раствор чистого гидроксида лития, из которого, с помощью известных способов, получают

чистый твердый гидроксид лития или моногидрат гидроксида лития. Чистота 10%-ного раствора LiOH, полученного по способу по изобретению, предпочтительно составляет по меньшей мере 99,8 мас.%. Концентрации примесных кремния и серы, внесенных главным образом углеродным источником, составляют предпочтительно не более чем 0,05 и 0,1 мас.%, соответственно, от содержания LiOH. Примеси дополнительно удаляют с помощью последующей кристаллизации LiOH·H₂O. Оксид лития по изобретению применяют для получения катодных материалов (материалов для положительного электрода) для литиевых батареек и для получения стекол, стеклокерамики или кристаллической керамики. Особенно предпочтительным является применение в литиевых проводящих стеклах, стеклокерамике или керамике. Такие материалы, например, LLZO (литий-лантан-цирконий оксид со структурой граната) обладают литиевой проводимостью по меньшей мере 10⁻⁵ См/см при комнатной температуре (КТ).

Пример 1. Получение оксида лития с помощью углетермического разложения карбоната лития в стеклоуглеродном тигле

8,6 г Li₂CO₃ (116 ммоль) вместе с 1,4 г С (Carbon Black N220, 116 ммоль С) помещают в бутылку с резьбой по стандарту ISO, перемешивают на валках и наполняют ею тигель, сделанный из стеклоуглерода; высота слоя составляет 0,75 см.

Тигель в трубе из кварцевого стекла непрерывно продувают 50 л N₂/час и нагревают до 900°C в трубчатой печи. Спустя 4 часа начинают охлаждение.

Полученный продукт представляет собой: 3,4 г (100% от теоритического) порошка светло-серого цвета. Общее содержание основных ионов (ацидиметрическое титрование) дает следующие результаты: 66,1 ммоль OH⁻/г, соответствующей 98,8% Li₂O. Следующие примеси обнаружены с помощью ИСП (индуктивно-связанной плазмы): 0,50% мас. Si; 0,35 мас.% S; 0,03 мас.% Na; 0,03 мас.% Ca; 0,005 мас.% Al.

Общий органический углерод (ТОС): 0,1 мас.% С, и РФА: пики только для Li₂O.

Распределение частиц по размерам (измерение с помощью Mastersizer 3000 из Malvern Instruments):

D₁₀=30 мкм

D₅₀=69 мкм

D₉₀=163 мкм

Никакого измеримого изменения массы тигля не наблюдается; разница в массе составляет <0,01 г. Тот же тигель применяли для следующих 10 экспериментов без какого-либо наблюдаемого разрушения микроструктуры или изменения массы.

Пример 2. Получение водного раствора чистого гидроксида лития из оксида лития

2,1 г продукта из Примера 1 растворяют в 31,0 г воды, а нерастворимый остаток отфильтровывают. Прозрачный бесцветный фильтрат анализируют:

Общее содержание основных ионов (ацидиметрическое титрование): 4,25 ммоль/г, соответствующее 10,2 мас.% LiOH (97% от теоритического).

Титрование карбоната: 0,15 мас.% Li₂CO₃.

Следующие примеси обнаружены с помощью ИСП анализа раствора:

8 м.д. Fe; Na, K < 10 м.д.; 60 м.д. S; 14 м.д. Si.

Чистота образованного гидроксида лития составляет около 99,9% (от содержащегося твердого LiOH).

Экстраполировав на используемый оксид лития, основные примеси, таким образом, были уменьшены на:

Si: 96%

S: 73%

Сравнительный пример 1: Получение оксида лития с помощью углетермического разложения карбоната лития в тигле Al₂O₃

5 Аналогично Примеру 1, смесь 8,6 г порошкового карбоната лития и 1,6 г технического углерода, типа N220, реагирует при 900°C с образованием оксида лития в тигле, сделанном из Al₂O₃.

10 Продукт реакции содержит 0,34 мас.% Al. Для сравнения, продукт, полученный в стеклоуглеродном тигле - только 0,005 мас.% Al. 0,05 мас.% массы тигля расходуется на коррозию. В последующих экспериментах наблюдаются аналогичные скорости расхода. Следовательно, не имеет место пассивирование поверхности.

Сравнительный пример 2. Получение оксида лития с помощью углетермического разложения карбоната лития в покрытом титаном тигле

15 Дно стеклоуглеродного тигля выстилают титановой фольгой, и сверху добавляют гомогенизированную смесь, состоящую из 8,6 г карбоната лития и 1,6 г технического углерода типа N 220. Реакционная смесь реагирует с образованием оксида лития при тех же условиях, которые описаны в Примере 1.

20 Фольга становится белой и хрупкой в ходе реакции. Она распадается уже при небольшом механическом напряжении и не может быть полностью отделена от образованного Li₂O.

(57) Формула изобретения

1. Способ получения порошкового оксида лития из карбоната лития и элементарного углерода или углеродного источника, который дает элементарный углерод, при условиях 25 реакции, содержащих температуру в диапазоне от 720°C до 1200°C, отличающийся тем, что реакция происходит при практически полном исключении кислорода, и реакция проводится в одном или более резервуарах, имеющих контактирующие с продуктом поверхности, выбранные из группы, состоящей из стеклоуглерода, алюмината лития, покрытой углеродом керамики, C-покрытого кварцевого стекла, и тантала.

30 2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что элементарный углерод реагирует с карбонатом лития при стехиометрическом соотношении карбоната лития к углероду от 1:0,5 до 1:1,5.

35 3. Способ по любому одному из пп. 1, 2, отличающийся тем, что элементарный углерод применяют в виде технического углерода или активированного угля, характеризующегося содержанием серы до 1 мас.% и содержанием кремния до 2 мас.%.

4. Способ по любому одному из пп. 1-3, отличающийся тем, что в качестве источника элементарного углерода применяют органические материалы или смеси органических материалов, выбранные из группы, состоящей из сахара, метана, крахмала, целлюлозы, парафинового воска и бензина.

40 5. Способ по любому одному из пп. 1-4, отличающийся тем, что температура находится в диапазоне от 800°C до 950°C.

6. Способ по любому одному из пп. 1-5, отличающийся тем, что реакция проводится при атмосфере инертного газа при давлении в диапазоне от около 0,01 бар до около 2 бар, причем атмосферу инертного газа выбирают из группы, состоящей из азота, 45 благородных газов, и любых смесей из двух или более из вышеупомянутых.

7. Способ по любому одному из пп. 1-6, отличающийся тем, что реакция проводится в реакторе с подвижным слоем катализатора.

8. Способ по любому одному из пп. 1-7, отличающийся тем, что реакция проводится

во вращающемся реакторе или реакторе с циркулирующим кипящим слоем.

9. Способ по любому одному из пп. 1-8, отличающийся тем, что порошковый оксид лития растворяют в воде для получения раствора гидроксида лития, причем количество воды выбирают так, чтобы гидроксид лития (LiOH) имел концентрацию по меньшей мере 8 мас.%, и чтобы нерастворимые примеси удалялись с помощью фильтрации или центрифугирования.

10. Способ по любому одному из пп. 1-9, отличающийся тем, что порошковый оксид лития получают в виде текучего порошка, без дробления или помола.

11. Способ по любому одному из пп. 1-5, отличающийся тем, что реакция происходит при условиях вакуума при давлении в диапазоне от 0,1 мбар до 50 мбар.

12. Способ получения порошкового оксида лития из карбоната лития и элементарного углерода или углеродного источника, который дает элементарный углерод, при условиях реакции, содержащих температуру в диапазоне от 720°C до 1200°C, отличающийся тем, что реакция происходит при практически полном исключении кислорода и что реакция проводится в реакторе с подвижным слоем катализатора, имеющем контактирующие с продуктом поверхности, которые являются коррозионно-стойкими к реагентам и продуктам.

13. Способ по п. 12, отличающийся тем, что элементарный углерод реагирует с карбонатом лития при стехиометрическом соотношении карбоната лития к углероду от 1:0,5 до 1:1,5.

14. Способ по любому одному из пп. 12, 13, отличающийся тем, что элементарный углерод применяют в виде технического углерода или активированного угля, характеризующегося содержанием серы до 1 мас.% и содержанием кремния до 2 мас.%.

15. Способ по любому одному из пп. 12-14, отличающийся тем, что в качестве источника элементарного углерода применяют органические материалы или смеси органических материалов, выбранные из группы, состоящей из сахара, метана, крахмала, целлюлозы, парафинового воска и бензина.

16. Способ по любому одному из пп. 12-15, отличающийся тем, что температура находится в диапазоне от 800°C до 950°C.

17. Способ по любому одному из пп. 12-16, отличающийся тем, что реакция проводится при атмосфере инертного газа при давлении в диапазоне от около 0,01 бар до около 2 бар, причем атмосферу инертного газа выбирают из группы, состоящей из азота, благородных газов, и любых смесей из двух или более из вышеупомянутых.

18. Способ по любому одному из пп. 12-17, отличающийся тем, что реакция проводится во вращающемся реакторе или реакторе с циркулирующим кипящим слоем.

19. Способ по любому одному из пп. 12-18, отличающийся тем, что порошковый оксид лития растворяют в воде для получения раствора гидроксида лития, причем количество воды выбирают так, чтобы гидроксид лития (LiOH) имел концентрацию по меньшей мере 8 мас.%, и чтобы нерастворимые примеси удалялись с помощью фильтрации или центрифугирования.

20. Способ по любому одному из пп. 12-19, отличающийся тем, что порошковый оксид лития получают в виде текучего порошка, без дробления или помола.

21. Способ по любому одному из пп. 12-16, отличающийся тем, что реакция происходит в условиях вакуума при давлении в диапазоне от 0,1 мбар до 50 мбар.

22. Способ по любому одному из пп. 12-21, отличающийся тем, что контактирующие с продуктом поверхности выбирают из группы, состоящей из стеклоуглерода, алюмината лития, покрытой углеродом керамики, C-покрытого кварцевого стекла, и тантала.

23. Порошковый оксид лития, полученный согласно способу по любому одному из

пп. 1-22, отличающийся тем, что порошковый оксид лития является текучим и имеет содержание углерода около 0,1 мас.%, измеренного как элементарный углерод.

5

10

15

20

25

30

35

40

45