

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第3部門第1区分  
 【発行日】平成24年7月19日(2012.7.19)

【公開番号】特開2012-91953(P2012-91953A)  
 【公開日】平成24年5月17日(2012.5.17)  
 【年通号数】公開・登録公報2012-019  
 【出願番号】特願2010-239442(P2010-239442)  
 【国際特許分類】

C 0 1 G 15/00 (2006.01)  
 C 0 1 G 19/00 (2006.01)  
 H 0 1 B 1/08 (2006.01)  
 H 0 1 B 1/20 (2006.01)  
 H 0 1 B 13/00 (2006.01)  
 H 0 1 B 5/14 (2006.01)

【 F I 】

C 0 1 G 15/00 B  
 C 0 1 G 19/00 A  
 H 0 1 B 1/08  
 H 0 1 B 1/20 Z  
 H 0 1 B 13/00 Z  
 H 0 1 B 5/14 A

【手続補正書】  
 【提出日】平成24年5月31日(2012.5.31)

【手続補正1】  
 【補正対象書類名】特許請求の範囲  
 【補正対象項目名】全文  
 【補正方法】変更  
 【補正の内容】  
 【特許請求の範囲】

【請求項1】

比表面積が  $40 \text{ m}^2 / \text{g}$  以上であって、L a b 表色系において  $L = 30$  以下の濃青色の色調を有し、粒度分布のメジアン径が  $30 \sim 45 \text{ nm}$  であり、 $D_{90}$  が  $60 \text{ nm}$  以下であることを特徴とする、インジウム錫酸化物粉末。

【請求項2】

請求項1記載のインジウム錫酸化物粉末と、溶媒を含有する、分散液または塗料。

【請求項3】

インジウムと錫の共沈水酸化物を焼成してインジウム錫酸化物粉末を製造する方法において、

(A) 2価の錫化合物を用い、 $\text{pH} 4.0 \sim 9.3$ 、液温  $5$  以上で、乾燥後の色が山吹色から柿色のインジウム錫水酸化物を共沈させる工程、

(B) インジウム錫水酸化物を乾燥し、焼成する工程、

(C) 得られたインジウム錫酸化物を乾式粉碎をする工程、をこの順で含み、

(B)工程は、乾燥と同時、焼成と同時、または焼成後に、窒素雰囲気下、または水蒸気、アルコールもしくはアンモニアを含有した窒素雰囲気下、で加熱することによって、比表面積が  $40 \text{ m}^2 / \text{g}$  以上で濃青色の色調を有するインジウム錫酸化物粉末に表面改質する表面改質工程を含み、

前記表面改質工程は、雰囲気ガスの流量を、線速度  $8 \times 10^{-6} \text{ m} / \text{s}$  以上にして、インジウム錫酸化物粉末に表面改質する

ことを特徴とするインジウム錫酸化物粉末の製造方法。

【請求項 4】

(A) 工程で、三塩化インジウムと二塩化錫の混合水溶液と、アルカリ水溶液と、を同時に水に滴下し、インジウム錫水酸化物を共沈させる、または、アルカリ水溶液に、前記混合水溶液を滴下し、インジウム錫水酸化物を共沈させる、請求項 3 記載のインジウム錫酸化物粉末の製造方法。

【請求項 5】

請求項 1 記載のインジウム錫酸化物粉末を含有する、導電性膜または熱線遮蔽用膜。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0055

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0055】

〔実施例 6〕

実施例 1 の表面改質まで、同一工程で実施し、ハンマー式微粉碎機（装置名：ダルトン製ラボミル LM05）を用いて大気中で乾式粉碎を実施し、上記実施例 1 と同様に、導電性評価並びに、熱線遮蔽評価等を実施した。表 1 に、これらの結果を示す。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0062

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0062】

【表 1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
In原料	InCl <sub>3</sub>	InCl <sub>3</sub>	InCl <sub>3</sub>	InCl <sub>3</sub>	InCl <sub>3</sub>	InCl <sub>3</sub>						
Sn原料	SnCl <sub>2</sub>	SnCl <sub>4</sub>	SnCl <sub>4</sub>	SnCl <sub>2</sub>	SnCl <sub>2</sub>	SnCl <sub>2</sub>	SnCl <sub>2</sub>					
アルカリ水溶液	NH <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>					
混合液 pH	7	7	4.5	8.5	7.0	7	8	8	9.5	7	7	7
液温	30℃	20℃	30℃	30℃	40℃	30℃	30℃	30℃	25℃	30℃	30℃	30℃
共沈物の色調	柿色	柿色	山吹色	柿色	山吹色	柿色	白色	白色	薄黄白色	柿色	柿色	柿色
L	75.1	73.1	66.0	65.0	64.3	75.1	100	100	90	75.1	75.1	75.1
a	-1.5	-1.2	-2.3	4.2	-1.0	-1.5	0.1	0.1	-0.2	-1.5	-1.5	-1.5
b	30.7	31.1	32.2	21.9	28.9	30.7	-0.2	-0.2	4.5	30.7	30.7	30.7
ITO粉の色調	山吹色	山吹色	山吹色	山吹色	山吹色	山吹色	鶯色	鶯色	鶯色	山吹色	山吹色	山吹色
L	60.1	61.3	62.3	67.1	65.0	60.1	77.8	77.8	70.2	60.1	60.1	60.1
a	0.4	0.5	-1.2	1.2	0.6	0.4	-8.7	-8.7	-7.5	0.4	0.4	0.4
b	30.8	31.1	31.2	30.8	30.1	30.8	27.9	27.9	28.9	30.8	30.8	30.8
ITO粉のBET値 (m <sup>2</sup> /g)	71	80	72	72	65	71	45	45	50	71	71	71
改質処理後の ITO粉の色調	濃青色	濃青色	濃青色	濃青色	濃青色	濃青色	水色	水色	水色	水色	水色	水色
L	21.3	26.5	29.6	26.5	25.9	21.3	44.5	44.5	36.5	36.0	38.2	40.0
a	-2.8	-4.3	-4.2	-3.8	-3.3	-2.8	-3.4	-3.4	-2.3	-1.5	-2.1	-2.2
b	-2.3	-4.9	-7.2	-6.1	-8.8	-2.3	-1.0	-1.0	-14.3	-8.1	-10.1	-11.5
N <sub>2</sub> 流量 <sup>※)</sup>	50	50	50	50	50	50	50	50	50	5	2	1
改質処理後の ITO粉のBET値 (m <sup>2</sup> /g)	55	62	55	56	50	55	35	35	45	30	28	25
乾式粉碎	窒素中	窒素中	窒素中	窒素中	窒素中	大気中	大気中	窒素中	大気中	窒素中	窒素中	窒素中
分散滞留時間	80%	80%	80%	80%	80%	80%	100%	100%	100%	100%	100%	100%
メジアン径(nm)	39	35	41	39	45	40	65	63	48	90	110	121
D <sub>90</sub> (nm)	54	49	58	57	60	57	87	84	65	130	152	169
硝子材を含む 導電性膜の 全光線透過率	89.5%	89.6%	89.5%	89.5%	89.2%	89.6%	88.0%	88.2%	88.9	-	-	-
	Δ+0.5	Δ+0.6	Δ+0.5	Δ+0.5	Δ+0.2	Δ+0.6	-1.0	-0.8	0	-	-	-
導電性膜の 表面抵抗値 (Ω/cm <sup>2</sup> )	8000	8200	8500	9000	7500	9400	15000	16000	30000	-	-	-
分散液の%Tv	90.5%	89.9%	90.2%	90.3%	89.4%	90.9%	84.0%	85.0%	89.0%	-	-	-
分散液の%Ts	59.5%	59.2%	59.8%	59.8%	59.0%	60.0%	64.4%	64.9%	62.9%	-	-	-
分散液の [(%Tv)/(%Ts)]	1.521	1.519	1.508	1.510	1.515	1.515	1.304	1.310	1.415	-	-	-
ヘーズ	0.40	-	-	-	-	-	0.89	-	-	-	-	-
粉末成形試験	良	-	-	-	-	-	悪い	-	-	-	-	-

※) N<sub>2</sub>流量の単位は、μm/s

## 【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0064

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0064】

表 1 に示すように、実施例 1 ~ 6 の全てで、評価項目全てが良好であった。これに対して、比較例 1 ~ 6 は、いずれも ITO 粉末の L 値が高く、メジアン径、D<sub>90</sub> が大きく、比表面積が低く、分散滞留時間が長かった。4 価の錫化合物を原料に用いた比較例 1、2、および (A) 工程で、溶液の pH が 9.5 の比較例 3 は、いずれも全光線透過率、表面抵抗値、分散液の %Tv と %Ts の全てで悪かった。比較例 1 は、ヘーズ値が高く、粉末成形試験の結果も悪かった。比較例 4 ~ 6 は、N<sub>2</sub> 流量が少なかったためである、と考えられる。