



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105683089 B

(45)授权公告日 2017. 11. 07

(21)申请号 201480058846.9

(22)申请日 2014.12.22

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105683089 A

(43)申请公布日 2016.06.15

(30)优先权数据
2014-047507 2014.03.11 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.04.26

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2014/083893 2014.12.22

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/136816 JA 2015.09.17

(73)专利权人 住友金属矿山株式会社
地址 日本东京都

(72)发明人 菅本宪明 木部龙夫 川上哲史
岩佐刚 加茂哲郎 水沼昌平

(74)专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事
务所(普通合伙) 11277
代理人 刘新宇 李茂家

(51)Int.Cl.
C01G 15/00(2006.01)

(56)对比文件
JP 特开平10-95615 A,1998.04.14,
JP 特开平10-204669 A,1998.08.04,
JP 特开平6-171937 A,1994.06.21,
JP 第2736498号 B2,1998.04.02,
TW 201406660 A,2014.02.16,
审查员 李欣玮

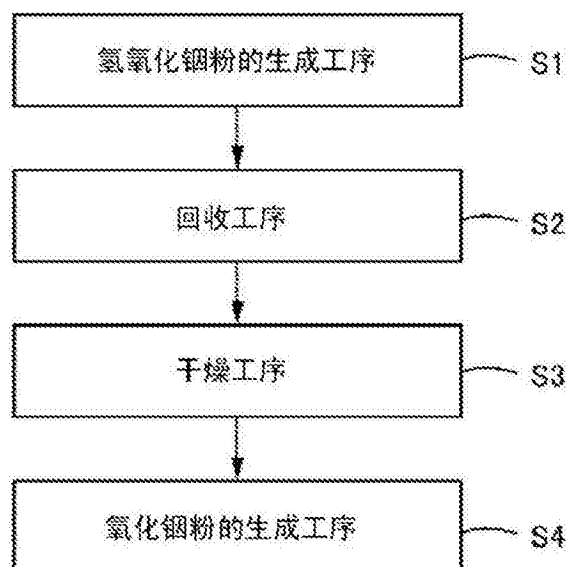
权利要求书1页 说明书8页 附图1页

(54)发明名称

氢氧化钡粉和氧化钡粉

(57)摘要

本发明得到高密度的烧结体。使用将氢氧化钡粉预烧得到的氧化钡粉,所述氢氧化钡粉通过Wilson式求得的(200)面和(400)面的取向指数分别为2.0以上、(442)面的取向指数为0.5以下、且(400)面的取向指数相对于(200)面的取向指数之比为1.5以上、并且不出现(220)面和(420)面的衍射峰。



1. 一种氢氧化铟粉, 其特征在于, 通过Wilson式求得的(200)面和(400)面的取向指数分别为2.0以上、(442)面的取向指数为0.5以下、且所述(400)面的取向指数相对于所述(200)面的取向指数之比为1.5以上、并且该氢氧化铟粉不具有(220)面和(420)面的衍射峰, 所述氢氧化铟粉是使用20~40℃的液温的电解液通过电解制备的氢氧化铟粉。

2. 一种通过将权利要求1所述的氢氧化铟粉进行预烧得到的氧化铟粉, 其特征在于, BET值为10~15m²/g、粒度分布的累积粒度为10%时的粒径即D10为0.2μm以上、累积粒度为90%时的粒径即D90为2.7μm以下。

氢氧化铟粉和氧化铟粉

技术领域

[0001] 本发明涉及能够制作高密度的氧化铟锡溅射靶材(ITO溅射靶材)的氢氧化铟粉和氧化铟粉。需要说明的是,本申请以日本国2014年3月11日申请的日本专利申请编号日本特愿2014-47507为基础主张优先权,参照该申请并援用于本申请。

背景技术

[0002] 近年,作为太阳能电池用途和触摸面板用途利用透明导电膜增加,伴随而来溅射靶材等透明导电膜形成用材料的需要增加。这些透明导电膜形成用材料中,主要使用氧化铟系烧结材料,作为其主要原料使用氧化铟粉。为了得到高密度靶材,期望溅射靶材使用的氧化铟粉尽量控制比表面积、分散性好。

[0003] 作为氧化铟粉的制造方法,主要通过所谓的中和法来制造:将硝酸铟水溶液、氯化铟水溶液等酸性水溶液用氨水等碱性水溶液中和产生的氢氧化铟的沉淀进行干燥、预烧,。

[0004] 中和法中提案有为了抑制氧化铟粉的聚集,在70~95℃这样的高温的硝酸铟水溶液中添加碱来得到针状的氢氧化铟粉的方法(例如,参照专利文献1。)。该方法将针状的氢氧化铟粉进行预烧由此可以得到聚集少的氧化铟粉。

[0005] 然而,用中和法制造的氧化铟粉,产生粒径、粒度分布容易变得不均匀,制造溅射靶材时靶材的密度不变高,产生密度不均这样的问题、溅射时容易产生异常放电这样的问题。另外,中和法由于氧化铟粉制造后产生大量的氮排水因此存在排水处理成本变大这样的问题。

[0006] 作为改善这样的问题的方法,提案有对金属铟进行电解处理由此产生氢氧化铟的沉淀,将其进行预烧来制造氧化铟粉的方法,即所谓的电解法(例如,参照专利文献2。)。电解法与中和法相比,能够格外减少氧化铟粉制造后的氮排水量,此外能使得到的氧化铟粉的粒径均匀化。

[0007] 然而,通过电解法得到的氢氧化铟粉由于电解液的pH接近中性因此存在非常微细、容易聚集这样的问题。将其预烧得到的氧化铟粉虽然一次粒径比较均匀,但这些颗粒容易变为强烈聚集的聚集粉。这样的氧化铟粉通过聚集,粒度分布的范围变广,因此存在阻碍靶材的高密度化这样的问题。

[0008] 现有专利文献

[0009] 专利文献

[0010] 专利文献1:日本专利第3314388号公报

[0011] 专利文献2:日本专利第2829556号公报

发明内容

[0012] 发明要解决的问题

[0013] 因此,本发明是鉴于这样情况而提出的,目的在于提供能够得到高密度的烧结体的氢氧化铟粉和将其预烧得到的氧化铟粉。

[0014] 用于解决问题的方案

[0015] 达成上述目的的本发明的氢氧化铟粉的特征在于,通过Wilson式求得的(200)面和(400)面的取向指数分别为2.0以上、(442)面的取向指数为0.5以下、且(400)面的取向指数相对于(200)面的取向指数之比为1.5以上、并且该氢氧化铟粉不具有(220)面和(420)面的衍射峰。

[0016] 达成上述目的的本发明的氧化铟粉的特征在于,BET值为 $10\sim 15\text{m}^2/\text{g}$ 、粒度分布的累积粒度为10%时的粒径(D10)为 $0.2\mu\text{m}$ 以上、累积粒度为90%时的粒径(D90)为 $2.7\mu\text{m}$ 以下。

[0017] 发明的效果

[0018] 本发明为在某特定的结晶面即(200)面、取向(400)面和(442)面取向,对具有特定的取向指数的结晶性高的氢氧化铟粉进行预烧得到的比表面积受到控制的分散性好的氧化铟粉。由此,本发明中通过使用该氧化铟粉可以得到相对密度高的烧结体。

附图说明

[0019] 图1为表示应用本发明的氧化铟粉的制造方法的流程图。

具体实施方式

[0020] 以下对应用本发明的氢氧化铟粉和氧化铟粉进行说明。需要说明的是,本发明没有特别的限定,并不限定关于以下的详细说明。对于应用本发明的氢氧化铟粉和氧化铟粉的实施方式,按照以下顺序进行详细说明。

[0021] 1.氧化铟粉的制造方法

[0022] 1-1.氢氧化铟粉的生成工序

[0023] 1-2.氢氧化铟粉的回收工序

[0024] 1-3.氢氧化铟粉的干燥工序

[0025] 1-4.氢氧化铟粉

[0026] 1-5.氧化铟粉的生成工序

[0027] 1-6.氧化铟粉

[0028] 2.溅射靶材的制造方法

[0029] 1.氧化铟粉的制造方法

[0030] 氧化铟粉的制造方法如图1所示,具有:通过电解法生成氢氧化铟粉的氢氧化铟粉的生成工序S1、将生成的氢氧化铟粉进行回收的回收工序S2、将回收的氢氧化铟粉进行干燥的干燥工序S3、和将干燥的氢氧化铟粉进行预烧而得到氧化铟粉的氧化铟粉的生成工序S4。

[0031] 氢氧化铟粉如后所述,是将包含铟的阳极、硝酸铵水溶液用于电解液、电解液的pH控制为2.5~4.0、液温控制为 $20\sim 60^\circ\text{C}$ 的范围而生成的通过X射线衍射得到的在晶面方位(200)面、(400)面以及(442)面取向的结晶性高的物质。氢氧化铟粉的特征在于,通过Wilson式求得的(200)面和(400)面的取向指数分别为2.0以上、优先(400)面取向、(400)面的取向指数相对于(200)面的取向指数之比为1.5以上、(442)面的取向指数为0.5以下、并且不具有(220)面和(420)面的衍射峰。将这样的氢氧化铟粉进行预烧得到的氧化铟粉的比

表面积受到控制、分散性良好。

[0032] (1-1) 氢氧化铟粉的生成工序

[0033] 氢氧化铟粉的生成工序S1中,使包含铟的阳极和阴极浸渍在电解液,通过电解反应生成氢氧化铟粉。

[0034] 对于阳极,例如可以使用金属铟等,为了抑制向氧化铟粉中混入杂质,尽量高纯度者是理想的。对于阴极,使用导电性的金属、碳电极等,例如可以使用将不溶性的钛用白金进行涂覆的物质等。

[0035] 对于电解液,可以使用水溶性的硝酸盐、硫酸盐、氯化物盐等一般的电解质盐的水溶液。其中,使用硝酸铵水溶液时,硝酸根离子、铵离子在氧化铟粉的生成工序S4中,通过预烧以氮化合物形式被去除,因此可以防止杂质成分的混入。另一方面,电解液中若使用氯化铵、硫酸铵则混入氯化物离子、硫酸根离子等杂质成分。因此,对于电解液,优选使用硝酸铵水溶液。

[0036] 电解液的浓度优选设定为 $0.1\sim 2.0\text{mol/L}$ 的范围。电解液的浓度低于 0.1mol/L ,则电解液的电导率降低、电解电压上升,因此产生通电部发热、或电力成本变高等问题,故不优选。另一方面,电解液的浓度高于 2.0mol/L ,则通过电解生成的氢氧化铟粉粗大化、并且粒径的不均变大,故不优选。因此,电解液的浓度优选设定为 $0.1\sim 2.0\text{mol/L}$ 的范围。

[0037] 电解液的pH优选设定为 $\text{pH}2.5\sim 4.0$ 的范围。电解液的pH高于4.0时,生成的氢氧化铟粉出现所期望的(200)面、(400)面以及(442)面以外的(220)面、(420)面的衍射峰。这样的氢氧化铟粉,结晶性产生混乱,一次粒径微细化,变为具有聚集性的粉末,结果粒度分布的范围变广。另外,电解液的pH低于2.5时,则阴极析出金属铟,氢氧化铟粉的生产效率降低。因此,电解液的pH优选设定为 $\text{pH}2.5\sim 4.0$ 的范围。

[0038] 电解液的液温优选处于 $20\sim 60^\circ\text{C}$ 的范围。电解液的温度低于 20°C 、或高于 60°C 时,则出现所期望的(200)面、(400)面以及(442)面以外的(220)面、(420)面的衍射峰。进而,电解液的温度低于 20°C 时,产生氢氧化铟粉的结晶性混乱、一次粒径微细化,变为具有聚集性的粉末,结果粒度分布的范围变广。另外,电解液的温度高于 60°C 时,粒生长受到促进,因此一次粒径变大。粒径的不同对聚集的程度产生影响,因此结果包含不同的粒径的氢氧化铟粉时,粒度分布的范围变广。因此,电解液的液温优选处于 $20\sim 60^\circ\text{C}$ 的范围。

[0039] 对电解条件没有特别的限定,优选在电流密度为 $3\sim 15\text{A/dm}^2$ 下进行。电流密度低于 3A/dm^2 时,氢氧化铟粉的生产效率降低。电流密度高于 15A/dm^2 时,电解电压上升,由此产生变得容易产生液温上升,金属铟的表面钝化而变得难以电解等问题。因此,优选将电流密度设定为 $3\sim 15\text{A/dm}^2$ 。

[0040] (1-2) 氢氧化铟粉的回收工序

[0041] 氢氧化铟粉的回收工序S2是将氢氧化铟粉的生成工序S1中生成的氢氧化铟粉从电解液中进行固液分离,将分离的氢氧化铟粉用纯水进行洗涤、再次进行固液分离并进行回收。对于固液分离方法,例如可列举出:通过旋转过滤、离心分离、压滤、加压过滤、减压过滤等进行的过滤。需要说明的是,对洗涤次数没有特别的限定,根据需要进行多次。

[0042] (1-3) 氢氧化铟粉的干燥工序

[0043] 氢氧化铟粉的干燥工序S3是对回收的氢氧化铟粉进行干燥。对干燥方法没有特别的限定,例如使用喷雾干燥器、空气对流型干燥炉、红外线干燥炉等干燥机进行。干燥条件

只要能去除氢氧化铟粉的水分就没有特别的限定,例如干燥温度优选为80~150℃的范围。干燥温度低于80℃时则干燥变得不充分。干燥温度高于150℃时,则从氢氧化铟变化为氧化铟,在接下来的工序中氧化铟粉的粒度分布的调节出现不良情况。另外,干燥时间根据温度而不同,约为10~24小时。

[0044] (1-4) 氢氧化铟粉

[0045] 氢氧化铟粉是通过上述电解条件生成的、且在晶面方位(200)面、(400)面以及(442)面取向的结晶性高的物质。对于氢氧化铟粉,通过Wilson式求得的(200)面和(400)面的取向指数分别为2.0以上、(442)面的取向指数为0.5以下、(400)面的取向指数相对于(200)面取向指数之比为1.5以上。得到的氢氧化铟粉不具有(220)面和(420)面的衍射峰。这样的氢氧化铟粉抑制聚集、粒度分布窄。结晶相的测定使用X射线衍射装置测定。取向指数是使用通过X射线衍射求出的各面指数的衍射强度,通过Wilson式算出。

[0046] (1-5) 氧化铟粉的生成工序

[0047] 氧化铟粉的生成工序S4中,将通过氢氧化铟粉的干燥工序S3的干燥后的氢氧化铟粉进行预烧,生成氧化铟粉。预烧条件适宜决定,例如优选在预烧温度600~800℃、预烧时间1~10小时下进行。

[0048] 预烧温度低于600℃,则氧化铟粉的BET值超过 $15\text{m}^2/\text{g}$,一次颗粒过小,因此变为具有聚集性的粉末。由此,得到的氧化铟粉不能得到高密度的烧结材料、例如氧化铟锡(ITO)烧结材料。预烧温度高于800℃,则氧化铟粉的BET值变为不足 $10\text{m}^2/\text{g}$,一次粒径变大、颗粒间产生的空孔也变大,因此烧结性降低。由此,得到的氧化铟粉不能得到高密度的烧结材料。因此,为了得到高密度的烧结材料,预烧温度优选设定为600℃~800℃的范围。

[0049] (1-6) 氧化铟粉

[0050] 对于得到的氧化铟粉,比表面积(BET值)控制在 $10\sim 15\text{m}^2/\text{g}$ 的范围内,粒度分布的累积粒度为10%时的粒径(D10)为 $0.2\mu\text{m}$ 以上、累积粒度为90%时的粒径(D90)为 $2.7\mu\text{m}$ 以下。对于这样的氧化铟粉,比表面积受到控制、分散性良好、聚集少,因此可以生成高密度的烧结材料。

[0051] 需要说明的是,氧化铟粉的生成工序S4中,为了使氢氧化铟粉为更期望的粒径,根据需要可以进行破碎或粉碎。另外,该氧化铟粉的生成工序S4中,在氢氧化铟粉的电解时,电解液使用硝酸铵的情况下,产生硝酸铵的分解,可以防止向氧化铟粉的混入。

[0052] 如上所述,氧化铟粉的制造方法中,通过使用包含铟的阳极的电解反应得到氢氧化铟粉时,作为电解液例如使用硝酸铵水溶液,将电解液的pH控制为2.5~4.0、液温控制为20~60℃的范围,由此可以得到在(200)面、(400)面以及(442)面取向的结晶性高的氢氧化铟粉。得到的氢氧化铟粉的聚集受到抑制,粒度分布窄。氧化铟粉的制造方法中,将得到的氢氧化铟粉进行预烧,由此可以制造比表面积处于 $10\sim 15\text{m}^2/\text{g}$ 的范围内、分散性良好、D10为 $0.2\mu\text{m}$ 以上、D90为 $2.7\mu\text{m}$ 以下的粒度分布窄的氧化铟粉。因此,使用得到的氧化铟粉制造溅射靶材时,可以得到高密度的烧结体。

[0053] 另外,该氧化铟粉的制造方法与中和法相比,可以抑制氧化铟粉的制造后的氮排水量。

[0054] 2. 溅射靶材的制造方法

[0055] 对于溅射靶材的制造方法,首先,将通过上述氧化铟粉的制造方法得到的氧化铟

粉与氧化锡粉等靶材的其它原料按照规定的比例进行混合,制作造粒粉。接着,使用造粒粉通过例如冷压法制作成型体。接着,将成型体在大气压下、例如1300~1600℃的温度范围内进行烧结。接着,根据需要,对烧结体的平面、侧面进行研磨等加工。接着,将烧结体连接在Cu制的背板(backing plate),由此可以得到氧化铟锡溅射靶材(ITO溅射靶材)。

[0056] 溅射靶材的制造方法中,作为原料的氧化铟粉的比表面积受到控制、为分散性良好的物质,因此可以得到高密度的烧结体,可以提高溅射靶材的密度。由此,溅射靶材在加工中不产生破裂缺陷、也可以抑制溅射时产生异常放电的情况。

[0057] 实施例

[0058] 以下,对于应用本发明的具体的实施例进行说明,但本发明并不限于这些实施例。

[0059] <实施例1>

[0060] 实施例1中,首先,将用作电解液的硝酸铵水溶液的浓度调节为0.5mol/L、pH调节为3.5、液温调节为40℃。pH通过加入电解液的硝酸量调节。电解液的液量设为100L。

[0061] 接着,使用调节后的电解液,进行氢氧化铟的电解。对于阳极,使用纯度99.99%的金属铟板,对于阴极使用不溶性Ti/Pt电极。电流密度设为10A/dm²。接着,对得到的氢氧化铟浆料反复进行过滤和洗涤之后,在100℃下进行15小时干燥,得到3.6kg的氢氧化铟粉。电解得到的氢氧化铟粉的晶析效率为100%。

[0062] 接着,对得到的氢氧化铟粉进行X射线衍射测定(PANalytical公司制造、X'Pert-PRO),由各结晶面的衍射峰强度评价取向指数。取向指数通过Wilson式求得。

[0063] 接着,将得到的氢氧化铟粉在700℃下进行5小时预烧,得到氧化铟粉。

[0064] 氧化铟粉的比表面积使用比表面积测定装置(Macsorb1210:Moun-tec.Co.,Ltd.制造)以BET值(气体吸附法)的形式测定。

[0065] 其后,在得到的氧化铟粉967g中混合氧化锡粉33g,然后通过冷压法得到成型体,在大气压下、1400℃下进行30小时烧结,制作氧化铟锡的烧结体。烧结体的相对密度通过阿基米德法测定。

[0066] <实施例2~7和比较例1~9>

[0067] 对于实施例2、3和比较例5、6,与实施例1同样制作氢氧化铟粉,将氢氧化铟粉的预烧温度按照表2所示进行调节,制作氧化铟粉和烧结体。

[0068] 对于实施例4~7和比较例1~4、7~9,电解液的硝酸铵浓度、pH、液温如表1所示,氢氧化铟粉的预烧温度如表2所示进行调节,除此以外,与实施例1同样制作氢氧化铟粉、氧化铟粉和烧结体。

[0069] 以下的表1中示出氢氧化铟粉的取向指数和晶析效率,表2示出氧化铟粉的BET值、烧结体的相对密度。

[0070] [表1]

[0071]

	硝酸铵 (mol/L)	pH	液温 (°C)	氢氧化铜的X射线取向指数						晶析 效率 (%)
				(200)	(220)	(400)	(442)	(400) /(200)	(420)	
实施例1	0.5	3.5	40	2.28	0.00	3.96	0.35	1.73	0.00	100
实施例2	0.5	3.5	40	2.28	0.00	3.96	0.35	1.73	0.00	100
实施例3	0.5	3.5	40	2.28	0.00	3.96	0.35	1.73	0.00	100
实施例4	0.5	2.5	20	2.05	0.00	3.74	0.27	1.82	0.00	100
实施例5	0.5	2.5	60	2.13	0.00	3.72	0.43	1.75	0.00	100
实施例6	0.5	4.0	20	2.20	0.00	3.69	0.31	1.68	0.00	100
实施例7	0.5	4.0	60	2.08	0.00	3.53	0.41	1.70	0.00	100
比较例1	0.5	2.0	40	电解工序中析出金属·铜						0
比较例2	0.5	4.5	40	2.17	0.00	4.08	0.63	1.88	0.20	100
比较例3	0.5	3.5	10	2.24	0.00	4.15	0.48	1.85	0.14	100
比较例4	0.5	3.5	70	1.74	0.00	2.80	0.65	1.60	0.52	100
比较例5	0.5	3.5	40	2.28	0.00	3.96	0.35	1.73	0.00	100
比较例6	0.5	3.5	40	2.28	0.00	3.96	0.35	1.73	0.00	100
比较例7	0.5	6.0	10	1.61	0.60	1.91	0.72	1.18	0.5	100
比较例8	1.0	6.0	50	1.72	0.54	2.42	0.69	1.40	0.35	100
比较例9	3.0	3.5	35	2.80	0.53	0.00	0.00	0.00	0.00	100

[0072] [表2]

[0073]

	硝酸铵 (mol/L)	pH	液温 (°C)	氢氧化铝粉 的粒度分布 (μm)	氢氧化铝粉 的预烧 温度(°C)	氧化铝粉 的BET值 (m^2/g)	氧化铝粉的 粒度分布 (μm)		烧结体的 相对密度 (%)
							D10	D90	
实施例1	0.5	3.5	40	0.4~1.4	700	12.3	0.3	2.4	99.4
实施例2	0.5	3.5	40	0.4~1.4	600	14.8	0.3	2.2	99.5
实施例3	0.5	3.5	40	0.4~1.4	700	11.5	0.4	2.5	99.3
实施例4	0.5	2.5	20	0.3~1.5	700	12.6	0.2	1.8	99.3
实施例5	0.5	2.5	60	0.3~1.5	700	13.1	0.4	2.4	99.2
实施例6	0.5	4.0	20	0.2~1.3	700	12.9	0.3	2.1	99.5
实施例7	0.5	4.0	60	0.3~1.4	700	13.4	0.4	2.6	99.4
比较例2	0.5	4.5	40	0.4~5.3	700	14.1	0.5	4.2	98.6
比较例3	0.5	3.5	10	0.6~11.2	700	13.2	0.5	10.8	98.7
比较例4	0.5	3.5	70	0.5~13.1	700	11.6	0.4	11.1	98.8
比较例5	0.5	3.5	40	0.4~1.4	500	17.8	0.4	6.7	98
比较例6	0.5	3.5	40	0.4~1.4	930	7.1	0.5	9.8	97.9
比较例7	0.5	8.0	10	0.5~16.0	1100	6.8	0.5	14.8	97.4
比较例8	1.0	6.0	50	0.4~12.5	1100	6.9	0.3	10.2	97.6
比较例9	3.0	3.5	35	0.5~13.4	700	12.8	0.4	12.6	98.8

[0074] 由表1、2所示结果可知,实施例1~7得到通过Wilson式求得的(200)面和(400)面的取向指数分别为2.0以上、(442)面的取向指数为0.5以下、且(400)面的取向指数相对于(200)面的取向指数之比为1.5以上的结晶性高的氢氧化铝粉。另外,实施例1~7中,未出现(220)面和(420)面的衍射峰。

[0075] 另外,实施例1~7中,使用生成的氢氧化铝粉,在600°C~800°C的温度范围内进行预烧,由此得到BET值为10~15 m^2/g 的范围、D10为0.2 μm 以上、D90为2.7 μm 以下的粒度分布窄的氧化铝粉。实施例1~7与比较例相比,烧结体的相对密度变为极高密度。

[0076] 另一方面,比较例1中,将电解液的pH设定为2.0,除此以外,与实施例1同样制作氢氧化铝粉。其结果,比较例1中,电解工序中在阳极析出金属·铝,不能得到氢氧化铝粉,晶析效率为0%。

[0077] 另一方面,比较例2~4中,氢氧化铝粉中出现所期望的(200)面、(400)面以及(442)面以外的(420)面的衍射峰,结晶性产生混乱,变为具有聚集性的粉末。比较例2~4中,在预烧温度700°C下制作的氧化铝粉的BET值为10~15 m^2/g 的范围内,D10为0.4 μm 以上、D90为4.2 μm 以上、粒度分布变广。因此,比较例2~4中烧结性降低、烧结体的相对密度变低。

[0078] 另外,如比较例5所示,氢氧化铝粉的预烧温度为500°C时,氧化铝粉的BET值增加,并且变为具有聚集性的粉末。另外,比较例5中,D10为0.4 μm 、D90为6.7 μm ,粒度分布变广。比较例6中,预烧温度930°C下制作的氧化铝粉的BET值变得过低,并且D10变为0.5 μm 、D90变为9.8 μm 、粒度分布变广。这样的比较例5、6中,烧结性降低、烧结体的相对密度变低。

[0079] 另外,比较例7、8中,氢氧化铝粉中出现所期望的(200)面、(400)面以及(442)面以

外的面的衍射峰,结晶性产生混乱、变为具有聚集性的粉末。同时,比较例7、8中,在预烧温度1100℃下制作的氧化铟粉的BET值变得过低,D10变为0.5μm、0.3μm、D90变为14.8μm、10.2μm、粒度分布变广。这样的比较例7、8中,烧结性降低、烧结体的相对密度变为非常低。

[0080] 另外,比较例9中,得到在(200)面取向,但不在(400)面和(422)面取向的氢氧化铟粉、变为具有聚集性的粉末。比较例9中,预烧温度700℃下制作的氧化铟粉的BET值为10~15m²/g的范围内,但D10为0.4μm、D90为12.6μm、粒度分布广、变为具有聚集性的粉末。这样的比较例9中,烧结性降低、烧结体的相对密度变低。

[0081] 由以上结果可知,通过使用包含铟的阳极、作为电解液使用硝酸铵水溶液、将电解液的pH控制为2.5~4.0、液温控制为20~60℃的范围来进行的电解反应生成氢氧化铟粉,由此得到在(200)面、(400)面以及(442)面取向、结晶性高、粒度分布窄的氢氧化铟粉。并且,可知通过使用该氢氧化铟粉,可以得到比表面积受到控制的分散性良好的氧化铟粉,通过使用该氧化铟粉,由此可得到高密度的烧结体。

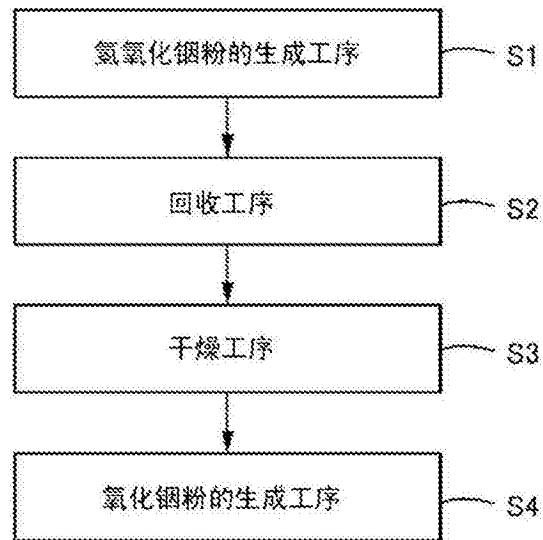


图1