

Synthesis of High Purity Spherical In_2O_3 Nanoparticles

Xiaohua Zhong*, Juan Huang, Peiyun Tong, Liu Zhu

Vital Materials Co., Limited, China National Rare Metals Engineering Research Center, Qingyuan Guangdong
Email: zxhpxy@126.com

Received: Jul. 4th, 2017; accepted: Jul. 23rd, 2017; published: Jul. 26th, 2017

Abstract

Using chemical precipitation method with the starting reagents of high purity indium, spherical indium oxide nanoparticles were synthesized. The morphology, microstructure and impurity were characterized by FESEM, X-ray diffraction (XRD), and ICP. The results show that the as-synthesized In_2O_3 was cubic structure of indium oxide, and it was spherical nanoparticle, and the purity is 99.995%.

Keywords

In_2O_3 , High Purity, Nanoparticle, Spherical Particle

高纯纳米氧化铟球形粉末的制备

钟小华*, 黄娟, 童培云, 朱刘

广东先导稀材股份有限公司国家稀散金属工程技术研究中心, 广东 清远
Email: zxhpxy@126.com

收稿日期: 2017年7月4日; 录用日期: 2017年7月23日; 发布日期: 2017年7月26日

摘要

以高纯铟为主要原料, 采用化学沉淀法制备了高纯 In_2O_3 纳米粉体。分别利用FESEM、XRD对粉体形貌、晶体结构进行表征, 用ICP进行杂质元素分析。结果表明: 所制备的 In_2O_3 为立方结构的纳米球形颗粒, 其纯度达99.995%。

*通讯作者。

关键词

In₂O₃, 高纯, 纳米级, 球形颗粒

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

氧化铟锡(ITO)薄膜是一种重掺杂、高简并 n 型半导体氧化物薄膜,由于其具有低电阻率、高可见光透光率、高红外线区反射率、与玻璃基体结合牢固、抗擦伤、良好的化学稳定性等优点,已经广泛应用于平板显示器、太阳能电池、汽车挡风玻璃以及电子屏蔽等诸多领域[1]。ITO 薄膜的主要成分之一就是 In₂O₃,此外,氧化铟可用于薄膜传感器和探测器价、电容器中的绝缘层、表面声波装置中的压电介质等[2] [3]。因此, In₂O₃ 材料的制备和性能的研究逐渐引起人们的重视,并成为气敏材料的研究热点。

纳米 In₂O₃ 材料的制备方法通常有低压物理气相沉积法、化学气相沉积(CVD)法[4]、直流磁控溅射(DC)法[5]、射频溅射法、电子束放射法、水热法[3] [6]、溶剂热法[7]、碳热还原法[8]、溶胶凝胶法[9]、脉冲激光沉积法、微乳液法[10]、固相合成法,共沸蒸馏法[11]等,但得到的产品存在颗粒的粒径分布较宽、分散性较差、设备昂贵投资大、操作要求高等缺点。而沉淀法则具有操作温度低,反应过程容易控制,制备的材料均一性好,产物纯度高,化学成分可以有选择的掺杂等特点,因而越来越受到人们的重视。

2. 实验部分

2.1. 纳米 In₂O₃ 球型粉体的制备

将高纯金属铟粒用 AR 级硝酸溶液溶解,加入纯水使 In(NO₃)₃ 的浓度为 0.5 mol/L,电动搅拌 30 分钟得到透明澄清溶液,再滴加一定量的 AR 级氨水调节 PH,滴定终点 PH = 9.0~9.5。陈放老化 24 h 后,经抽虑、洗涤、干燥、煅烧得到 In₂O₃ 粉体。

2.2. 结构和性能表征

采用 D/MAX-2400 型 X 射线衍射仪(XRD)进行样品物相分析;用 JSM-6701F 场发射扫描电子显微镜(FESEM)对样品形貌进行表征;用 ICP 测定粉末的杂质元素含量。

3. 结果与讨论

3.1. 物相分析

图 1 给出了所制得 In₂O₃ 的 XRD 谱图,可以看出:产品为立方结构氧化铟(76-0152)。

由 Debye-Scherrer 公式[12] $D = k\lambda/(\beta\cos\theta)$ 计算的产品的平均晶体粒径为 $D = 18.6 \text{ nm}$ 。

3.2. 形貌分析

图 2 给出了所得产品的 FESEM 图,可以看出,所得产品为球形颗粒,粒径 100 nm 左右,并有轻微的团聚现象。

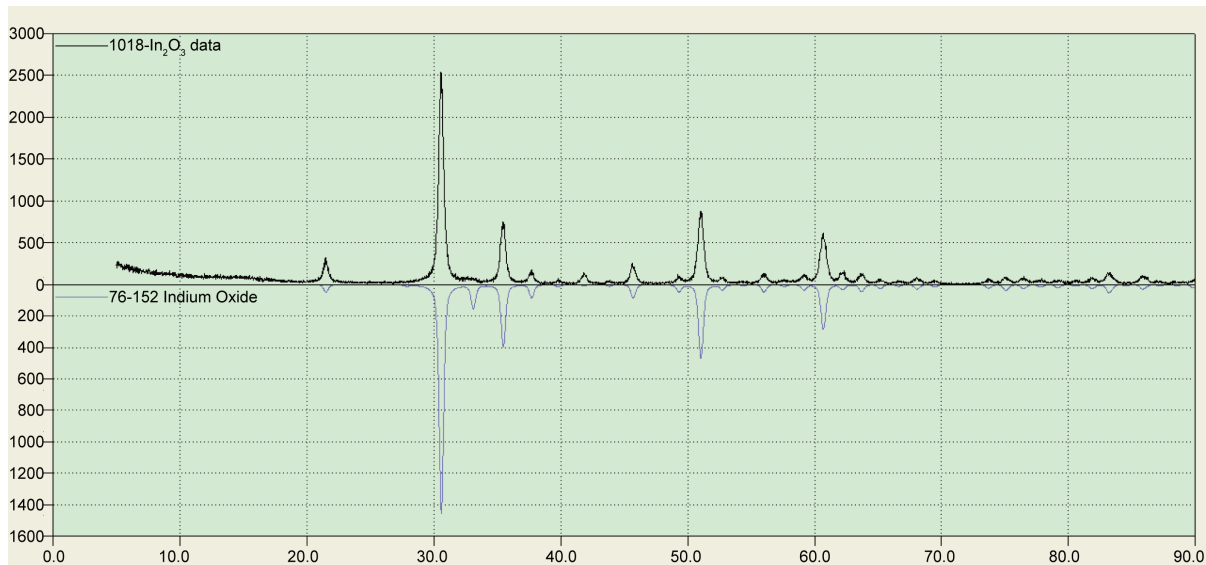


Figure 1. XRD pattern of product

图 1. 产品的 XRD 图

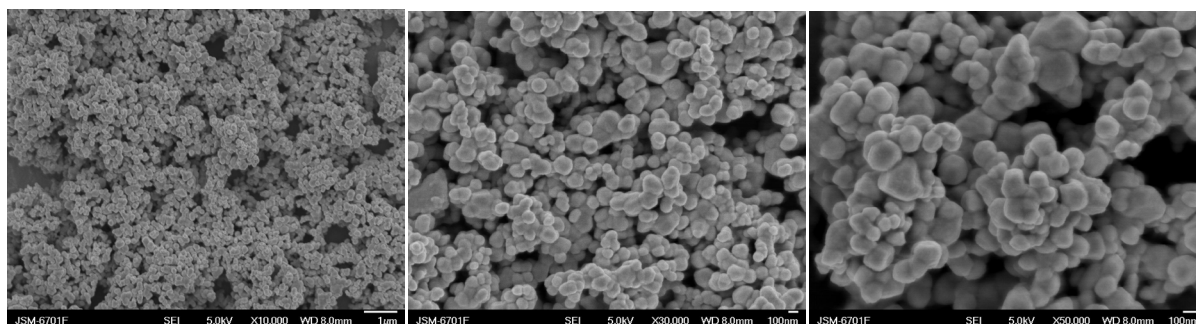


Figure 2. FESEM images of the product

图 2. 产品的 FESEM 图

Table 1. Impurity of product (unit: ppm)

表 1. 产品的杂质元素及含量(单位: ppm)

Al	As	Bi	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Mo	Ni	Pb	Sb	Si	Zn	Na	Zr	Total
2	<1	<1	2	<1	1.6	1.5	1.6	7	<1	<1	<1	<1	<1	<1	21	<1	<1	<1	36.7

3.3. 杂质元素含量分析

所得产品中的各杂质元素及其含量见表 1。由表 1 可知，所得产品纯度达到 99.995%。

4. 结论

本文采用化学沉淀法制备了高纯 In_2O_3 纳米粉体。所制备的 In_2O_3 的晶体结构为立方结构，平均晶体粒径为 18.6 nm；形貌为球形，粒径 100 nm 左右，并伴有轻微的团聚；产品的纯度达 99.995%。

参考文献 (References)

- [1] 董科研, 周明, 王静静, 等. ITO 薄膜的制备以及性能的研究[J]. 功能材料, 2011, 42(S2): 306-309.

- [2] 周合兵, 李伟善. 氧化铜的制备及制备条件对其结构与性质的影响[J]. 广东化工, 2003, 30(2): 15-18.
- [3] 刘钟馨, 施泽斌, 康雪. ITO 掺杂氟碳涂料的制备及耐腐蚀性研究[J]. 广东化工, 2012, 39(16): 5-6.
- [4] 黄雁君. In₂O₃ 纳米结构的生长与性能研究[D]: [硕士学位论文]. 上海: 华东师范大学, 2011.
- [5] 李喜峰, 缪维娜, 张群, 等. 高迁移率透明导电 In₂O₃:Mo 薄膜[J]. 真空科学与技术学报, 2005, 25(2): 142-145, 9.
- [6] 娄向东, 李培, 王晓兵, 等. 表面活性剂-水热法一步制备纳米 In₂O₃ 气敏材料[J]. 硅酸盐通报, 2009, 28(6): 1327-1331.
- [7] Zhu, G., Guo, L., Shen, X., *et al.* (2015) Monodispersed In₂O₃ Mesoporous Nanospheres: One-Step Facile Synthesis and the Improved Gas-Sensing Performance. *Sensors and Actuators B*, **220**, 977-985.
- [8] 吴萍, 李强, 邹兴权, 等. In₂O₃ 纳米材料的制备及其光学特性研究[J]. 汕头大学学报(自然科学版), 2007, 22(2): 33-37.
- [9] 程知萱, 董向兵, 潘庆谊, 等. In₂O₃ 纳米棒的制备与表征[J]. 功能材料, 2005, 36(9): 1409-1411.
- [10] 赵艳凝, 滕洪辉, 常立民. 纳米 In₂O₃ 的微乳液法合成及表征[J]. 信阳师范学院学报(自然科学版), 2009, 22(1): 95-97, 105.
- [11] 张永红, 陈明飞, 彭天剑. 纳米氧化铜粉体的制备及其在碱性锌锰电池中的应用[J]. 电池工业, 2002, 37(Z1): 193-195.
- [12] Li, L.L., Mao, L.M. and Duan, X.C. (2006) Solvothermal Synthesis and Characterization of Sb-Doped SnO₂ Nanoparticles Used as Transparent Conductive Films. *Materials Research Bulletin*, **41**, 541-546.

期刊投稿者将享受如下服务:

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: hjicet@hanspub.org