

Phase transition of indium hydroxide to indium oxide at low temperatures

Eun-Kyoung Choi^{*,**}, Won-Jun Lee^{*,***}, Kyu-Sung Han^{*}, Ung-Soo Kim^{*}, Jin-Ho Kim^{*}, Kwang-Teak Hwang^{*}, Hae-Jin Hwang^{*,***}, Kwang-Bo Shim^{**} and Woo-Seok Cho^{*,†}

^{*}Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Icheon 17303, Korea

^{**}Department of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 04763, Korea

^{***}School of Material Science and Engineering, Inha University, Incheon 22201, Korea

(Received March 19, 2018)

(Revised April 3, 2018)

(Accepted April 15, 2018)

Abstract Indium hydroxide powder was prepared by precipitation method. The reaction temperature (150~250°C) and the holding time at each reaction temperature (1~72 h) were used as experimental variables. The particle size, microstructure and crystal phase of each prepared powder were observed through X-ray diffraction (XRD), Transmission electron microscope (FE-TEM) and BET. In this study, we investigated the phase and microstructural change induced by heat treatment of indium hydroxide nanoparticles at various temperatures for different holding times.

Key words ITO, Indium hydroxide, Precipitation method, Phase transition, Raw material

저온에서의 indium hydroxide에서 indium oxide로의 상전이

최은경^{*,**}, 이원준^{*,***}, 한규성^{*}, 김응수^{*}, 김진호^{*}, 황광택^{*}, 황해진^{*,***}, 심광보^{**}, 조우석^{*,†}

^{*}한국세라믹기술원 이천분원, 이천, 17303

^{**}한양대학교 신소재공학부, 서울, 04763

^{***}인하대학교 신소재공학부, 인천, 22201

(2018년 3월 19일 접수)

(2018년 4월 3일 심사완료)

(2018년 4월 15일 게재확정)

요약 Indium hydroxide 분말이 침전법으로 제조되었다. 반응온도(150~250°C)와 각 반응온도에서의 유지시간(1~72 h)이 실험 변수로 사용되었다. 각각의 제조된 분말을 X-선 회절 분석기(XRD)와 투과전자현미경(FE-TEM), BET를 통해 입자 크기, 미세구조 및 결정상을 관찰하였다. 본 연구에서는 침전법에 의해 제조된 Indium hydroxide가 열처리 시 반응온도와 각 반응온도에서의 유지시간에 따라 어떻게 Indium oxide로 상전이 거동을 하는 지를 고찰하였다.

1. 서론

투명 산화물 전도막(TCO-transparent conductive oxides)은 일반적으로 전기전도도와 가시광선 영역에서의 투과성이 비교적 높아서 광학적, 전기적 재료로 관심을 받아왔다[1-5]. LCD, OLED 등 모든 평판디스플레이 디바이스에는 반드시 투명전도성 재료(투명전극)가 사용되고 있다. 이러한 투명전도성 재료는 디스플레이뿐만 아니라 태양전지, 광학센서, 기능성 건축유리 등에도 필요하다[6, 7]. Indium tin oxide(ITO)는 대표적인 TCO 소재로

써 밴드 갭 에너지(3.55~3.75 eV)가 크기 때문에 가시광 영역 파장에 대한 광투과율(85~90%)이 높으며 동시에 비화학적 조성(In_2O_3-x)에 의한 산소공공 및 Sn^{4+} 이온 첨가에 의해 생성되는 자유전자에 의해 높은 전기전도도($\sim 10^4 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$)를 나타내어 가장 많이 사용되고 있다[8-10]. ITO의 주원료인 Indium oxide 같은 미세분말의 합성방법으로는 기상법과 액상법이 주로 이용되고 있으며, 기상법은 기상화학 반응에 의한 입자생성법(CVD)과 고온증기의 냉각에 의한 물리적 응집법(PVD)이 있다. 기상법에서는 불순물이 적고 고순도 이면서도 작은 입자 크기로 제조되므로 나노입자의 합성에 유용하지만 고가의 장비가 요구되는 단점이 있다. 액상법은 반응을 제어하기가 쉽고 에너지의 투입이 적게 요구된다는 장점 때

[†]Corresponding author

E-mail: wscho@kicet.re.kr

문에 나노입자 세라믹 제조에 가장 널리 사용되고 있다. 액상법의 종류에는 공침법(co-precipitation), 졸겔(sol-gel), 열분해법(thermal decomposition), 수열법(hydrothermal method), 착체중합법, 침전법(precipitation) 등이 있다. 이 중 침전제를 사용하여 용액 중의 금속수화물 이온을 침전시켜서 분말을 얻는 침전법이 ITO 분말을 합성하는 가장 일반적인 방법으로 적용되고 있다[11, 12].

우리는 이전 연구에서 침전법에 의해 Indium hydroxide를 합성하고, pH, 농도, 온도의 인자가 침전물에 미치는 영향을 분석하였다[13, 14]. $\text{In}(\text{OH})_3$ 분말의 합성 시 가장 큰 영향을 주는 변수는 $\text{In}(\text{NO}_3)_3$ 의 농도와 침전 시의 온도였으며, pH는 그다지 영향을 미치지 않는다는 것을 알 수 있었다.

본 연구에서는 Indium hydroxide를 열처리 시 저온에서의 유지시간에 따른 비표면적과 미세구조가 어떻게 변화하는지를 조사하는데 목적을 두었다.

2. 실험 방법

2.1. Indium hydroxide 합성

본 연구에서는 ITO의 원료분말인 Indium oxide의 제조 과정 중 Indium oxide의 전구체인 Indium hydroxide를 합성하기 위해 출발원료로 인듐금속(Indium, 99.999 %, Top material)을 사용하였다. 이러한 인듐금속을 질산(HNO_3 , 60 %, 동우화인켄)에 용해시켜 $\text{In}(\text{NO}_3)_3$ 용액을 제조하고 침전제로는 수산화암모늄(NH_4OH , 25.0~28.0 %, DAEJUNG)을 사용하여 침전법으로 수산화물을 얻었다. 이전 연구에서 최적화 된 것처럼 0.2 M의 $\text{In}(\text{NO}_3)_3$ 용액에 대해 침전조건은 pH 7을 채택하였다[13]. 0.2 M 용액에 NH_4OH 를 천천히 적하하였고, magnetic bar를 이용해 일정한 속도(200 rpm)로 교반시키면서 전구체 Indium hydroxide 석출을 유도하였다. 석출된 입자를 원심분리기를 이용하여 3600 rpm으로 15분 동안 원심분리한 후 증류수를 첨가하여 다시 분산시키는 과정을 5회 실시하여 침전물을 수세하는 과정을 거쳤다. 건조온도에 따른 결정상의 변화를 방지하기 위하여 60°C에서 evaporator를 이용하여 건조시켜 Indium hydroxide 분말을 얻었다. 제조된 Indium hydroxide 분말을 150~250°C의 온도에서 1~72 h의 유지시간을 주어 열처리하였다. 열처리하여 제조한 Indium oxide의 결정성과 비표면적 및 미세구조의 변화를 관찰하였다.

2.2. 침전물 분석

다양한 온도와 유지시간의 조건으로 얻어진 분말의 결

정상 분석과 Crystallite size를 계산하기 위해 X-선 회절 분석기(XRD, Rigaku, D/2500VL/PC, $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.5402$ nm))를 사용하여 측정하였다. 이 때 결정자크기는 식(1)의 Scherrer equation으로 계산하였다. 여기서 t 는 결정자의 크기(nm), λ 는 $\text{CuK}\alpha_1$ 의 파장(nm), B 는 X-ray Diffraction(XRD) peak의 반폭치(FWHM: Full width at half maximum[radian]), 0.9는 Scherrer constant, θ 는 회절각을 나타낸다.

$$t = \frac{0.9\lambda}{B\cos\theta} \quad (1)$$

합성된 powder의 입자 크기와 형상을 확인하기 위해 투과전자현미경(FE-TEM, JEOL, JEM-2100F)을 이용하였다. 그리고 시료표면의 비표면적을 측정하기 위해 BET(Brunauer-Emmett-Teller, Micromerics tristar II, Instrument Co., Norcross, GA, USA)를 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

저온(150~250°C)에서 유지시간(1~72 h)에 따른 합성된 powder를 XRD로 분석하였다. Fig. 1은 건조한 침전물

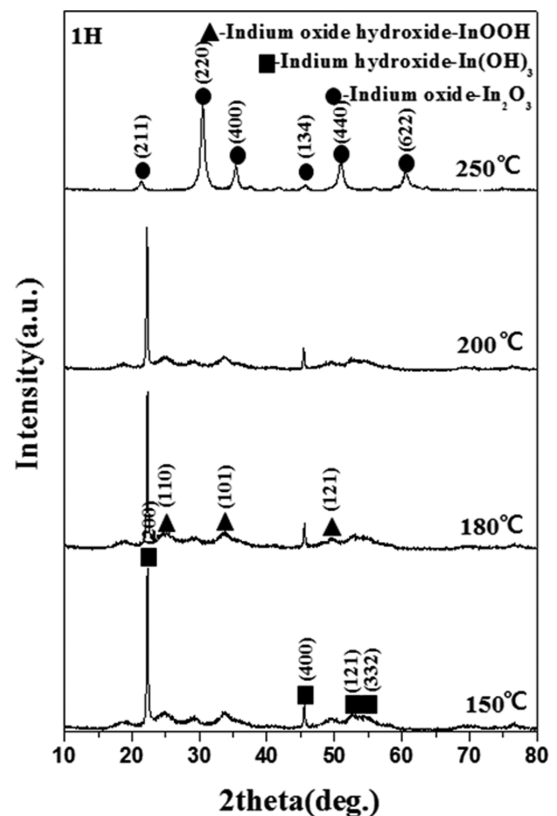


Fig. 1. X-ray diffraction pattern of the obtained powder calcined for 1 hour hold time at 150~250°C.

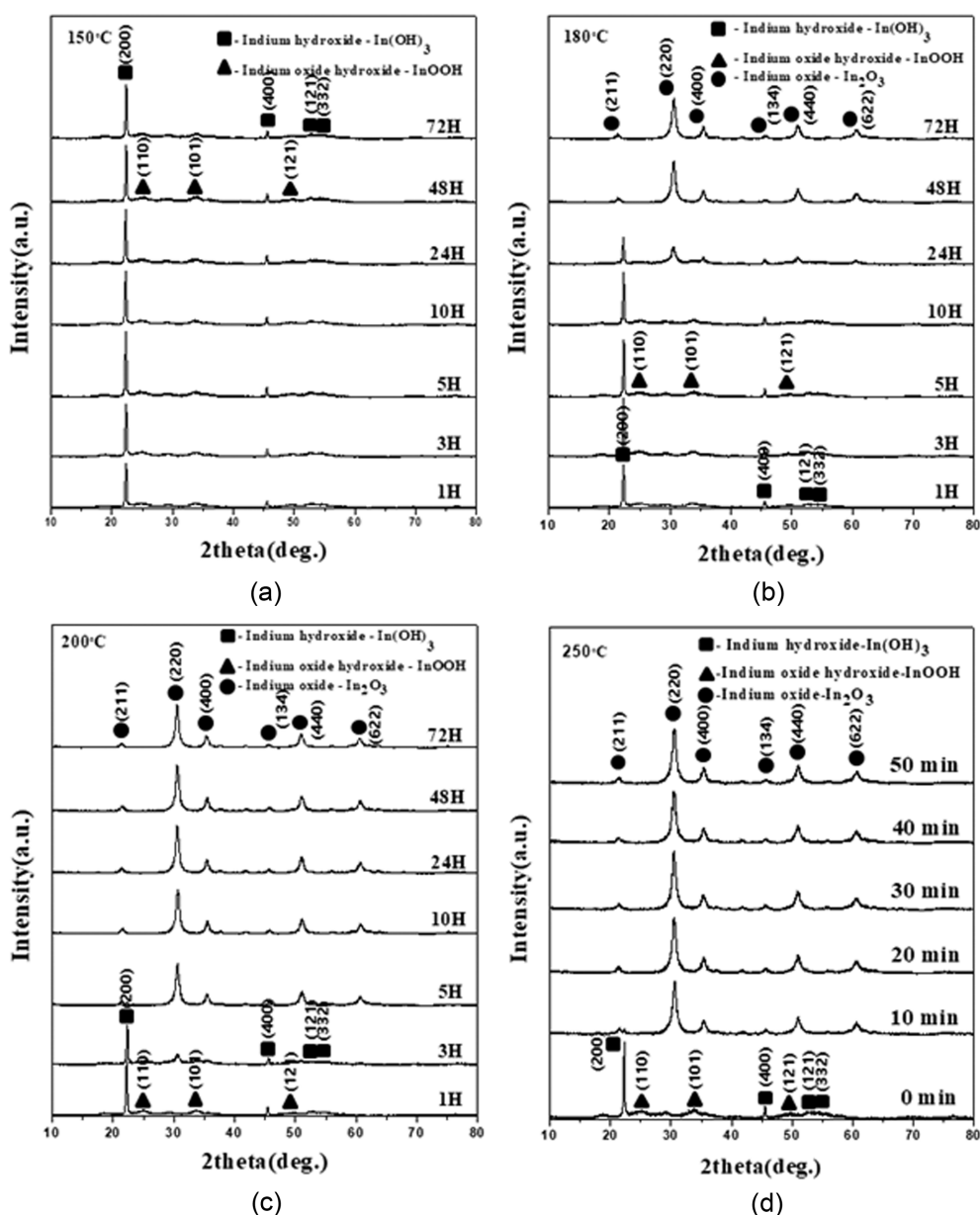


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of the powders calcined for various holding time at various temperatures (a) 150°C, (b) 180°C, (c) 200°C, (d) 250°C.

을 150~250°C 온도 범위에서 1 h 동안 열처리하여 얻어진 분말들의 XRD 패턴을 보여준다. 결과적으로 나타난 결정상들은 처리온도에 따라 분명한 차이를 보이고 있다. 150°C, 180°C, 200°C에서 열처리한 분말에서는 In(OH)₃와 InOOH phase가 공존하는 것이 확인되었으며, 250°C에서 열처리한 분말에서는 XRD 상으로 In(OH)₃와 InOOH phase가 In₂O₃ phase으로 완전히 상전이(phase transition)가 일어났다는 것을 알 수 있었다. 이러한 상전이는 결정수(water of crystallization)가 물질로부터 분해되어 나오는 현상과 깊은 관련이 있을 것으로 추측된다. 이러한 분해 반응이 온도에 얼마만큼 민감하고 유지시간에 따라 어떤 결과를 보여주는지를 상세하게 조사하였다. 이러한

결과는 우리가 Indium Oxide Nano-sized Powders를 합성할 때 중요한 정보를 제공할 수 있다.

Fig. 2는 150~250°C 온도 범위 내에서 다양한 유지시간으로 열처리하여 얻어진 분말들의 XRD 패턴을 보여준다. 150°C에서 1~72 h 열처리 시 모든 샘플이 In(OH)₃ phase와 InOOH phase로 유지시간에 따른 상변화는 관찰되지 않았다. 이러한 결과로부터 150°C에서는 주어진 열처리 시간에서는 결정수의 열분해 반응이 일어나기 어려운 것으로 생각된다. 180°C, 200°C에서 열처리 시 180°C에서는 10~48 h의 유지시간 사이에 Indium oxide로의 상전이가 일어났고, 200°C에서는 1~5 h 사이에 상전이가 발생했다. 250°C의 모든 샘플은 Indium oxide 상임

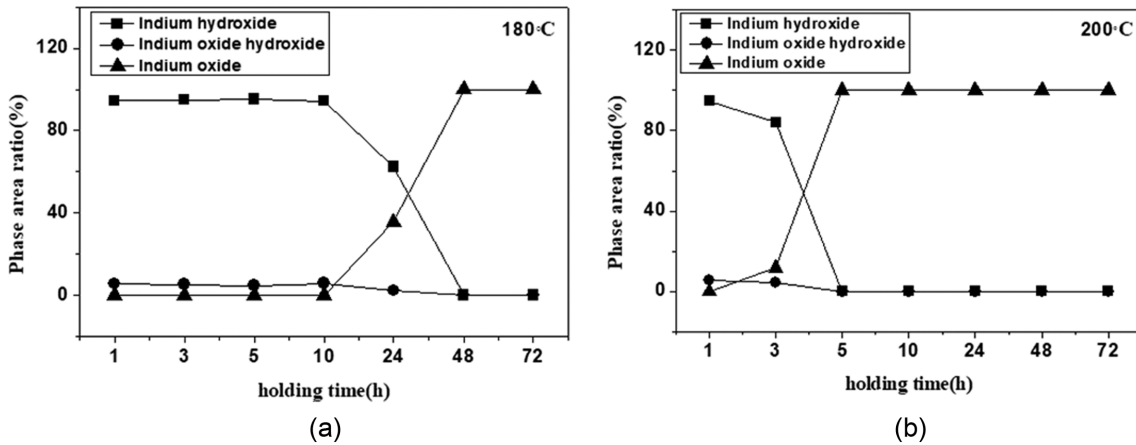


Fig. 3. Integral area ratio of $\text{In}(\text{OH})_3$, InOOH and In_2O_3 in the XRD patterns of the samples obtained for various holding time at two temperatures (a) 180°C and (b) 200°C.

을 알 수 있었다. 각 결정상이 각 온도에서 유지시간이라는 변수에 어떻게 체계적으로 상전이에 영향을 미치는지 여부를 확인하고자 하였다.

이러한 $\text{In}(\text{OH})_3$, InOOH , In_2O_3 에 대응하는 XRD peak의 적분면적 비를 Fig. 3에 나타내었다. 상변화가 관찰된 180°C, 200°C의 적분면적 비를 계산하였다. 180°C에서 열처리 온도 10 h까지 유지한 분말의 경우 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase는 약 95%로 나타나며 InOOH phase는 약 5%로 열처리 유지시간 증가에 따른 변화가 거의 관찰되지 않았다. 반면 10 h 이후부터 급격히 감소하여 24 h 열처리할 경우 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase, InOOH phase의 상 비율이 감소함과 동시에 In_2O_3 phase가 새롭게 생성되었다(Fig. 3(a)). 200°C에서 열처리한 경우, 유지시간이 1 h인 경우 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase와 InOOH phase는 각각 95%, 5%로 나타났으며, 유지시간이 3 h인 경우 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase, InOOH phase, In_2O_3 phase가 공존하는 것을 확인하였다. 5 h 이상 열처리한 분말의 경우 결정상은 완전히 In_2O_3 phase로 상전이 되었다(Fig. 3(b)).

이들 결정상들 간의 비의 변화는 3 단계로 구분될 수 있다. $\text{In}(\text{OH})_3$ phase에서 In_2O_3 phase로의 상전이는 매우 뚜렷하게 이러한 경향을 잘 보여준다. 1 단계는 유지시간에 따라 거의 변화하지 않는 구간이다. Fig. 3에서 보여 지는 것처럼, 180°C, 200°C, 250°C 각각 Indium hydroxide에서 Indium oxide로 상이 바뀌는 시간이 48 h, 5 h, 1 h으로 점점 빨라짐을 알 수 있다. 이로 인해 열처리 온도가 증가함에 따라 상이 바뀌는 시간이 빨라지는 것을 알 수 있다. 2 단계는 급격으로 상전이가 일어나는 구간이다. 이러한 급격한 변화는 유지온도의 증가에 따라 더욱 더 가속화되는 것으로 생각된다. 3 단계는 상전이가 종결되어 안정화된 영역이다. 이러한 3 단계 역시 유지온도의 증가와 더불어 더 빨리 시작되는 것으로 생각된다. InOOH phase에서 In_2O_3 phase로의 상전이 거

동도 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase의 상전이 거동과 유사한 경향을 보여주었다. 다만 InOOH phase의 생성량이 매우 작아서 그 변화가 뚜렷하게 관찰되지 않았을 뿐이다. 상기의 결과는 논의 중인 상전이가 결정수의 열분해와 매우 밀접한 관계가 있음을 보여주고 있다.

일반적으로 반응의 활성화 에너지는 온도 의존성을 갖고 있으며, 상전이 속도는 온도를 증가시킴으로써 극단적으로 증가시킬 수 있다. 온도와 시간의 변화는 일반적으로 단지 상전이 속도의 변화만을 이끌지는 않는다. 결정성의 변화와 입자크기의 변화와 같은 추가적인 특성변화를 동반하는 경우가 많다. 따라서 상전이 속도만을 조절하기 위해서 우리가 온도를 변화시킬 경우 분말의 특성에 변화를 일으킬 수 있으므로 우리는 추가적인 변화에 주목할 필요가 있다. 우리는 X-Ray patterns으로부터 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase에 대응하는 메인피크인 $2\theta = 22.2^\circ$ 와 InOOH phase에 대응하는 메인피크인 $2\theta = 25.8^\circ$, In_2O_3 phase에 대응하는 메인피크인 $2\theta = 30.5^\circ$ 를 사용하여 Scherrer equation을 사용하여 각각의 상의 결정자 크기를 계산하여 Fig. 4에 나타내었다. 150°C에서 열처리한 분말들은 유지시간에 따른 crystallite size의 변화는 보이지 않았다. $\text{In}(\text{OH})_3$ phase의 crystallite size는 약 34~38 nm의 크기를 가지며 InOOH 상은 4~6 nm 범위의 크기로 확인되었다(Fig. 4(a)). 180°C에서 열처리한 분말의 경우 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase는 36~38 nm의 크기를, InOOH phase는 5~6 nm의 크기를 가지며, 24 h 유지시간 이후 생성된 In_2O_3 phase의 결정자 크기는 12~14 nm 범위에서 생성되었다(Fig. 4(b)).

200°C와 250°C에서 열처리하여 얻어진 분말에서 In_2O_3 의 결정자 크기는 13~16 nm였다(Fig. 4(c)과 4(d)). 이러한 결과로부터 우리는 상기에 주어진 온도와 유지시간에서는 온도와 유지시간의 증가와 상전이 속도만을 제어하며, 결정자 크기의 변화는 일으키지 않는다는 것을 알

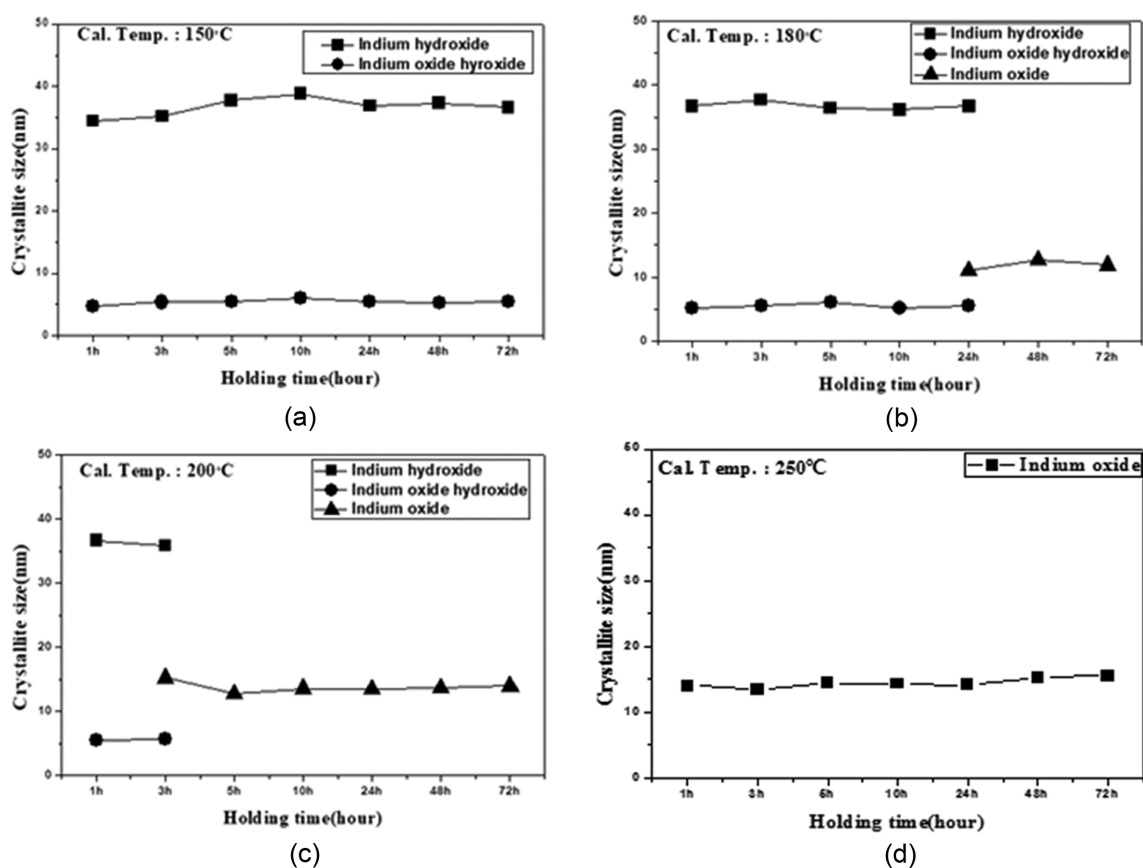


Fig. 4. Change of crystallite sizes of indium hydroxide, indium oxide hydroxide and indium oxide calculated using a Scherrer equation for the powders obtained by heat-treating at various temperatures.

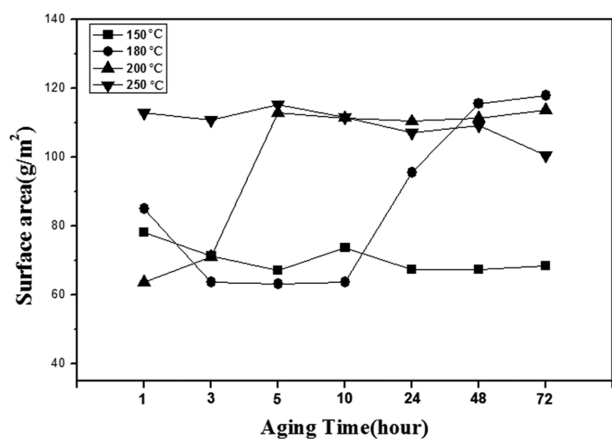


Fig. 5. BET specific surface area results for powders obtained by heat-treating with various temperatures and various holding time.

수 있다.

Fig. 5는 열처리 온도와 유지시간을 변화시켜 얻어진 분말의 비표면적(Specific surface area)을 분석한 결과이다. 150°C에서 1 h 유지할 경우 78.03 m²/g으로 나타났으며 3 h 유지 후 71.12 m²/g으로 다소 감소하였고, 5 h 유지 이후부터는 68 m²/g로 거의 일정한 값을 보인다는

결과를 확인하였다. 그러나 180°C에서는 1 h 유지할 경우 84.9 m²/g으로 나타났다가 3 h 유지하게 되면 63.6 m²/g으로 감소하는 것이 관찰되며, 그 후 증가하여 24 h 유지시간에서는 114 m²/g으로 오히려 50 m²/g 가량 증가하였고, 200°C에서는 1 h 유지할 경우 63.6 m²/g으로 나타났다가 그 후 증가하여 5 h 유지시간에서는 112.8 m²/g로 오히려 49 m²/g 가량 증가하였다. 이러한 비표면적이 증가하는 시작 시간과 최대치에 도달하는 시간에 대한 경향은 XRD에서의 상전이 경향과 비슷한 모습을 보인다. 따라서 우리는 비표면적의 변화가 상전이와 연관이 있을 것이라는 추측을 해 볼 수 있다. 그러나 결정자 크기의 변화가 온도와 유지시간의 증가에도 불구하고 그다지 변하지 않았다는 결과와는 대조적으로 비표면적이 변화하고 있다는 결과는 열처리 조건에 따라 결정자 크기와 입자 크기의 변화가 서로 다른 경향을 따른다는 것을 보여준다. 이러한 현상을 확인하기 위해 Fig. 6에 180°C 10 h 유지한 분말과 72 h 유지한 분말의 TEM 결과 및 이들을 도식적으로 보여주는 개략도(approximate picture)를 나타내었다. 이 두 시료는 Fig. 3와 Fig. 5에서 알 수 있는 것처럼 열처리 시간의 증가에 따라서 In(OH)₃ phase가 In₂O₃ phase로 상전이를 한 전후와 비표면적 변

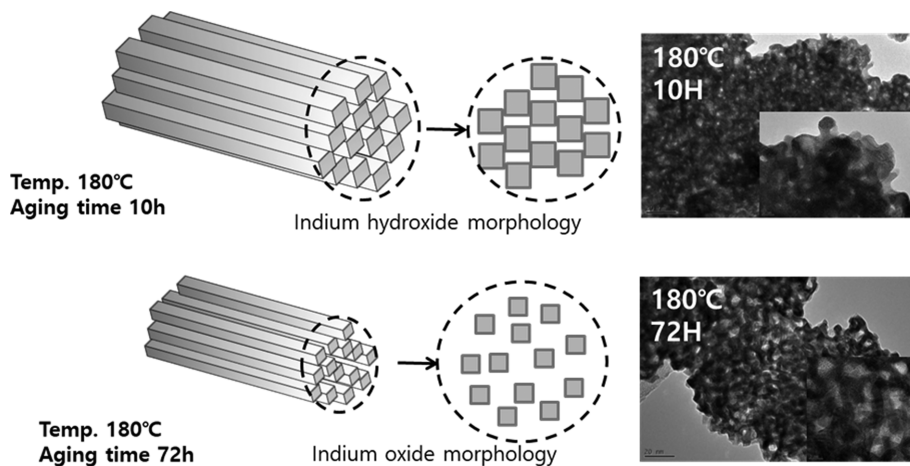


Fig. 6. TEM photographs and schematic illustration of Indium hydroxide powders heat treated at 180°C for 10 h and 72 h, respectively.

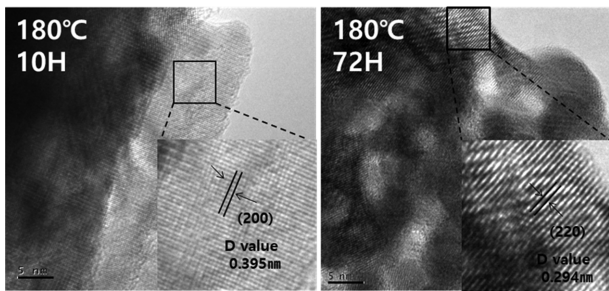


Fig. 7. TEM photographs of indium hydroxide powders calcined at 180°C for 10 hours and 72 hours, respectively.

화의 상관관계를 잘 보여줄 수 있는 시료이다. 이전 연구에서 우리는 $\text{In}(\text{OH})_3$ 가 막대형상의 입자들의 다발로 응집되어 있음을 확인한 바 있다. 이러한 다발 형태의 2차 입자는 열처리 과정을 거치면서 입자 내의 결정수가 열에 의해 분해되어 분리되어 나간다는 것을 알 수 있다. 이러한 현상은 막대 형상의 입자를 수축하게 만들고 부피를 감소시켜 다발 내에 차지하는 빈 공간을 늘려나갈 수 있다. 이러한 빈 공간의 비율이 증가하면서 TEM 이미지에서는 좀 더 밝은 부분이 증가하는 것으로 생각된다. 또한 유지시간의 증가와 더불어 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase와 In_2O_3 phase의 결정자 크기의 증가는 발견되지 않았다. 그러나 Fig. 7에 보여지는 것처럼, 유지시간이 10 h이었던 시료에서는 Indium hydroxide에 특징적인 d 값에 대응하는 3.95 Å의 면간거리가 관찰되었으며 유지시간이 72 h이었던 시료에서는 Indium oxide에 특징적인 d 값에 대응하는 2.94 Å의 면간거리가 관찰되었다. 이러한 결과를 통해 우리는 결정수의 분해 반응에 의해 $\text{In}(\text{OH})_3$ phase로부터 In_2O_3 phase로의 상전이가 일어나고 이 때 결정자 크기의 변화는 일어나지 않지만 수축으로 인해 다발 형태 내에 공극이 더욱 넓어지고 비표면적은 증가하는 것으로 추측된다.

4. 결 론

본 연구에서는 침전법으로 합성한 Indium hydroxide 분말을 열처리 시 저온(150~250°C)에서의 유지시간(1~72 h)이 미치는 영향을 조사하였다. 인듐 Metal을 질산 용액에 용해시켜 암모니아수를 사용하여 pH 7에서 침전물을 얻었고 얻어진 침전물을 다양한 온도와 유지시간으로 열처리하였다. 이들의 결정상의 변화와 미세구조적인 변화(Microstructure evolution)를 관찰하였다. 침전물은 막대형상의 다발로 구성된 Indium hydroxide의 형태로 대부분 얻어진다. 150°C에서는 유지시간이 길어져도 얻어진 Indium hydroxide가 Indium oxide로 상전이가 일어나지 않았다. 180°C, 200°C에서는 유지시간에 따라 Indium hydroxide에서 Indium oxide로의 상전이 거동을 볼 수 있었다. 온도 증가와 더불어 점차 결정수의 열분해 반응이 일어나고 Indium hydroxide에서 Indium oxide로의 상전이가 일어난다. 또한 상전이 과정에서 결정수의 열분해에 의해 부피는 수축하고 일시적으로 막대형상의 다발 내에 빈 공간이 생성되어 비표면적이 증가하였다.

감사의 글

본 연구는 산업통상자원부에서 지원하는 신가치도자산업기반구축 사업(18-BUS010025000)으로 수행하였습니다.

References

[1] H. Kim, A. Piqué, J.S. Horwitz, H. Mattoussi, H. Murata, Z.H. Kafafi and D.B. Chrisey, "Indium tin oxide thin films for organic light-emitting devices", Appl. Phys. 3444 (1999) 74.

- [2] H. Schmidt, H. Flügge, T. Winkler, T. Bülow, T. Riedl, and W. Kowalsky, "Efficient semitransparent inverted organic solar cells with indium tin oxide top electrode", *Appl. Phys.* 243302 (2009) 94.
- [3] S.K. Park, J.I. Han, W.K. Kim and M.G. Kwak, "Deposition of indium-tin-oxide films on polymer substrates for application in plastic-based flat panel displays", *Thin Solid Films* 397 (2001) 49.
- [4] B.H. Lee, I.G. Kim, S.W. Cho and S.H. Lee, "Effect of process parameters on the characteristics of indium tin oxide thin film for flat panel display application", *Thin Solid Films* 302 (1997) 25.
- [5] H.D. Jang, C.M. Seong, H.K. Chang and H.C. Kim, "Synthesis and characterization of indium-tin oxide (ITO) nanoparticles", *Curr. Appl. Phys.* 6 (2006) 1044.
- [6] M.Y. Ryu, J.H. Choi and H.T. Kim, "Formation of the indium tin oxide (ITO) powder using homogeneous precipitation method", *J. Korean Ind. Eng. Chem.* 12 (2001) 249.
- [7] H.L. Ma, D.H. Zhang, P. Ma, S.Z. Win and S.Y. Li, "Preparation and properties of transparent conducting indium tin oxide films deposited by reactive evaporation", *Thin Solid Films* 263 (1995) 105.
- [8] E.F. Keshenler and G. Turgut, "Synthesis and properties of sol-gel derived transparent ZnO thin films: Effect of indium doping", *Ceram. Proc. Res.* 17 (2016) 1254.
- [9] N. Manavizadeh, F.A. Broumand, E.A. Soleimani, F. Raissi, S. Bagherzadeh, A. Khodayari and M.A. Rasouli, "Influence of substrates on the structural and morphological properties of RF sputtered ITO thin films for photovoltaic application", *Thin Solid Films* 517 (2009) 2324.
- [10] H. Kim, J.S. Horwitz, G.P. Kushto, Z.H. Kafafi and D.B. Chrisey, "Indium tin oxide thin films grown on flexible plastic substrates by pulsed-laser deposition for organic light-emitting diodes", *Appl. Phys.* 79 (2001) 281.
- [11] K.H. Song, S.C. Park and J.G. Nam, "Tin oxide powder, manufacturing method thereof, and manufacturing method of high density indium tin oxide target using the same", *Patents of Korea* 0075991 (2002) 44.
- [12] J.Y. Jung, S.H. Kim, E.T. Kang, K.S. Han, J.H. Kim, K.T. Hwang and W.S. Cho, "Synthesis of Ga₂O₃ powders by precipitation method", *J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol.* 24 (2014) 8.
- [13] E.K. Choi, W.J. Lee, K.S. Han, U.S. Kim, J.H. Kim, K.T. Hwang, J.Y. Kim, H.J. Hwang, K.B. Shim and W.S. Cho, "Synthesis of indium hydroxide powders by a precipitation method", *J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol.* 27 (2017) 122.
- [14] W.J. Lee, E.K. Choi, U.S. Kim, J.Y. Kim, K.B. Shim, H.J. Hwang and W.S. Cho, "Characterization of indium hydroxide powders synthesized by a precipitation method", *J. Ceram. Proc. Res.* 11 (2017) 805.