

## SiO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub>复合氧化物的制备及抛光性能

柴明霞<sup>1,2</sup> 胡建东<sup>1</sup> 冯晓平<sup>1</sup> 周雪珍<sup>1</sup> 罗军明<sup>1</sup> 李永绣<sup>\*1</sup>

(<sup>1</sup> 南昌大学稀土与微纳功能材料研究中心,南昌 330047)

(<sup>2</sup> 青海大学应用化学系,西宁 810016)

**摘要:**采用正硅酸乙酯溶胶-凝胶法制备纳米 SiO<sub>2</sub>,并与氯化铈溶液混合,用氨水沉淀法制备了 SiO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub> 复合氧化物。利用 XRD、SEM 等手段对其物相类型、外观形貌、颗粒大小、表面电位等物理性能进行了表征,测定了它们对 3 种光学玻璃的抛光速率。结果表明:合成复合氧化物具有立方萤石型结构,由 Sherrer 方程计算的晶粒  $D_{XRD(200)}$  小于 100 nm 甚至 10 nm。随着 SiO<sub>2</sub> 复配量的增加和煅烧温度的降低,晶粒度减小,比表面增大;激光粒度分析仪测定的中位粒径  $D_{50}$  在 2~3 μm 之间,且随 SiO<sub>2</sub> 复配量的增加呈增大趋势,但随煅烧温度的变化在 800 ℃时出现极小值,而此时的  $\zeta$  电位的负值最大,对 3 种玻璃的抛光速率也最大。证明抛光速率与表面电位及相应的悬浮性、颗粒大小有直接关系。随着 SiO<sub>2</sub> 复配量的增加,复合氧化物的  $\zeta$  电位负值及对 3 种玻璃的抛光速率均增大。因此,在 CeO<sub>2</sub> 中复配 SiO<sub>2</sub> 是提高抛光速率的有效方法,此时,最佳的煅烧温度为 800 ℃。

**关键词:**二氧化硅-氧化铈复合氧化物;制备;抛光

中图分类号: O614.33; TF123.72 文献标识码: A 文章编号: 1001-4861(2007)04-0623-07

## Preparation and Polishing Properties of SiO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub> Mixed Oxides

CHAI Ming-Xia<sup>1,2</sup> HU Jian-Dong<sup>1</sup> FENG Xiao-Ping<sup>1</sup> ZHOU Xue-Zhen<sup>1</sup>

LUO Jun-Ming<sup>1</sup> LI Yong-Xiu<sup>\*1</sup>

(<sup>1</sup> Research Center for Rare Earths & Nano/Micro Functional Materials, Nanchang University, Nanchang 330047)

(<sup>2</sup> Department of Applied Chemistry, Qinghai University, Xining 810016)

**Abstract:** SiO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub> mixed oxides were prepared by precipitating cerium ion with ammonia from solution containing cerium chloride and nano-silica, which was prepared by means of sol-gel method using ethyl-orthosilicate as raw material. Their crystalline phase type, morphology, crystalline size, particle size and  $\zeta$  potential were characterized, and the polishing rate was determined. The synthesized mixed oxides were nanocrystalline ceria with cubic fluorite structure, the calculated average crystalline sizes based on the half peak width and Sherrer formula were less than 100 nm, even lower than 10 nm. With the increase of mass ratio of SiO<sub>2</sub> to CeO<sub>2</sub> and the decrease of calcination temperature, the crystalline size decreased, however, the specific surface area and the particle sizes determined by laser scattering method, which ranged from 2 000 to 3 000 nm, increased. The dependence of calcination temperature on the zeta potential, particle size and polishing rate for three glasses all showed peak value at around 800 ℃. These facts demonstrate that there exists a direct relation between polishing rate and particle zeta potential as well as the corresponding physical properties such as particle size and suspension stability. On the other hand, the negative zeta potential and the polishing rate for three glasses were all increased with the increase in the addition amount of SiO<sub>2</sub> in the mixed oxide. Therefore, doping SiO<sub>2</sub> with CeO<sub>2</sub> is an effective route to enhance polishing rate, and the best calcining temperature lies around 800 ℃.

**Key words:** SiO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub> mixed oxide; preparation; polishing

收稿日期:2006-12-18。收修改稿日期:2007-02-05。

国家自然科学基金(No.59764001,201610002)和江西省自然科学基金(No.0220007,Q97001)资助项目。

\*通讯联系人。E-mail:yxli@ncu.edu.cn

第一作者:柴明霞,女,28岁,硕士研究生;研究方向:稀土抛光材料。

传统铈系稀土抛光粉由于性能优良而在各种光学镜头和其他特种玻璃表面的加工上得到广泛的应用<sup>[1-4]</sup>。普遍认为:抛光粉的抛光能力(或速度)一般都与其颗粒大小相关。从纯粹的机械切削作用的抛光观点来看,颗粒越大,表面菱角越明显,其切削作用越强,抛光速度越快,但同时工件表面产生的划伤也往往会增多<sup>[1-2,5]</sup>。因此,高精度的抛光不宜采用大的有菱角的抛光粉。

随着加工表面质量要求的不断提高,对抛光技术和抛光粉的质量要求也越来越高。新型抛光材料研究的主要任务是如何在不产生表面划伤的前提下提高抛光能力,这是以表面化学相互作用为主的化学机械抛光(CMP)最为关心的问题。为此,提出了一些制备新型抛光粉的思路和方法<sup>[5-16]</sup>。在大多数的这些研究报道中,人们更为重视合成粒子的物理性质及合成方法对抛光能力的影响。如:Wang 等<sup>[5]</sup>采用火焰燃烧法制备的  $TiO_2$  摊杂球形  $CeO_2$  的抛光能力提高 50%以上,而表面缺陷下降 80%;我们利用机械活化作用下的化学摊杂方法制备出了性能优良的细颗粒球形抛光粉<sup>[1,15]</sup>,工业化生产的产品在几十家企业得到应用。同时也报道了  $CeO_2$ - $ZrO_2$  复合氧化物的制备及协同抛光性能<sup>[7]</sup>。这些结果都证明提高抛光粉抛光能力的一个重要方法是通过添加第二元素来调控颗粒形貌、大小以及相对应的表面化学物理性质。 $SiO_2$  与  $CeO_2$  均可用于化学机械抛光<sup>[1,2]</sup>,本工作以正硅酸乙酯为原料,先制备出细颗粒氧化硅,然后将这些氧化硅分散于氯化铈溶液中,用氨水沉淀铈,目的在于使沉淀的铈能包裹在氧化硅的外围,经煅烧后制备出颗粒内部以氧化硅为主,外部以氧化铈为主的  $SiO_2$ - $CeO_2$  复合抛光粉。利用 XRD、SEM 等手段测定了合成抛光粉粒子的粒度、比表面积和表面  $\zeta$  电位等性质。分别将不同条件下合成的抛光粉用于 3 种不同光学玻璃的抛光,确定了氧化硅对氧化铈抛光能力的促进作用及其相应的途径。

## 1 实验部分

### 1.1 $SiO_2$ - $CeO_2$ 复合氧化物的制备

以无水乙醇(A.R.)为溶剂,正硅酸乙酯(A.R.)和去离子水为反应物,它们的物质的量之比为 20:1:4。在烧杯中先加入一定量的无水乙醇,再加入正硅酸乙酯和少量表面活性剂十六烷基三甲基溴化铵(CTAB,A.R.),在磁力搅拌器上搅拌均匀,缓慢滴入

去离子水,再慢慢滴入氨水,直至溶液的 pH 达到 9 时停止(此时烧杯中溶液变为胶状物),继续搅拌 2 h 后置于室温下陈化 1 周,在 110 ℃ 干燥 12 h 后置于 600 ℃ 下煅烧,得到平均团聚粒度为 1~2  $\mu m$  的  $SiO_2$  粉体。称取一定量的这种二氧化硅粉体,配制成体积分数为 0.5% 的稀悬浮液,并加入分散剂 CTAB(1%),超声波分散 15 min。根据不同硅铈比 ( $m_{SiO_2}:m_{CeO_2}=2:1, 1:1, 1:2$ ) 加入 0.6 mol·L<sup>-1</sup> 氯化铈溶液(将碳酸铈粉末溶于 1:1(V/V)盐酸溶液中制成),在搅拌下缓慢滴加 1:1(V/V)氨水,生成氢氧化铈沉淀,经微孔膜(0.5  $\mu m$ )过滤,洗涤,干燥,煅烧,制得  $SiO_2$ - $CeO_2$  复合粉体。

### 1.2 测试与抛光性能评价

样品物相用 D8 ANDVANCE (德国 BLUKER-axs 公司)X-射线衍射仪,以铜靶( $\lambda=0.154\ 06\ nm$ )作辐射源测定;粉体粒度和粒度分布用珠海欧美克 LS-601 激光粒度仪测量;煅烧产物形貌观察则采用 Hitachi JEOL JSM-6330F 扫描电镜;粉体表面电荷用纳米粒度及  $\zeta$  电位分析仪 (Zetasizer Nano ZS90) 或微电泳仪(上海中晨)测定,测定温度为 25 ℃,悬浮液 pH=7;用 ST-08 比表面积测定仪(北分仪器)测定比表面积;悬浮性测试采用简单的分光光度法,即在一定条件下测定悬浮液(0.1%)的吸光度随沉降时间的变化。

取复合氧化铈抛光粉 50 g,加入 1 700 mL 去离子水,再加入 10 g 六偏磷酸钠(分析纯)作分散剂,调配成中性抛光浆液,经超声分散 15 min 后用 UNIPOL802 自动精密研磨抛光机(沈阳科晶)对光学玻璃(K9,F1,ZF7)进行抛光。具体方法是<sup>[7]</sup>:将已准确称量的 3 块已平整化的圆形平面玻璃用胶粘合在载料块上,并倒扣在贴有聚氨酯抛光垫的铸铁研磨抛光盘上,采用搅拌循环泵将抛光浆液给料于抛光盘上进行抛光,抛光机轴转速 100 r·min<sup>-1</sup>,压力为 6.60 MPa,室温约为 15 ℃,抛光时间为 1 h。抛光结束后,将载料块加热到粘胶熔化,取出玻璃,用丙酮清洗玻璃表面残存的粘胶,干燥后称重,用差减法测定抛蚀量,计算单位玻璃表面的抛蚀量,并将其换算成单位时间的切削厚度,以此来表征氧化铈抛光粉的抛光速率。

## 2 结果与讨论

### 2.1 XRD 分析

图 1 为经 900 ℃ 煅烧所得的  $SiO_2$  与  $CeO_2$  质量

比分别为1:2、1:1和2:1的复合氧化物以及纯SiO<sub>2</sub>的X-射线衍射图。可以看出,所有样品均只出现立方萤石型结构氧化铈的特征衍射峰,并且随着复合物中二氧化硅含量的增加,衍射峰的强度依次降低,半峰宽依次增大。表明复合氧化物为SiO<sub>2</sub>掺入CeO<sub>2</sub>中形成的固溶体,氧化硅掺入量越多,氧化铈的分散程度越大。图2为SiO<sub>2</sub>与CeO<sub>2</sub>质量比m<sub>SiO<sub>2</sub></sub>:m<sub>CeO<sub>2</sub></sub>=2:1,在不同煅烧温度下制得的复合氧化物的X-射线衍射图。从图中可以看出在高于700℃煅烧所得复合氧化物均具有立方萤石型结构。而且随着煅烧温度的升高,衍射峰强度逐渐增强,半峰宽β减小,峰形变得更加尖锐。

表1中的平均晶粒度是以(200)晶面的衍射半高宽根据Sherrer公式D=Kλ/βcosθ计算而得到的。其中K为常数,等于0.89,λ为X射线的波长(λ=0.154 056 nm),β为(200)晶面衍射峰的有效半高宽。结果表明:在同一煅烧温度下制备的复合氧化物的平均晶粒度D<sub>XRD</sub>随氧化硅含量的增大而减小,由1:2时的77.94 nm降低到2:1时的8.26 nm。在硅铈比为2:1时,随煅烧温度的升高,晶粒度增大,由700℃时的5.77 nm增大到1000℃时的11.52 nm。表1同时还列出了由XRD图计算的复合粉体的晶胞参数。所制备的复合氧化物的晶胞参数比氧化铈的标准晶胞参数(a=b=c=0.541 090 nm)要小,说明Si的掺入使晶胞参数发生了改变。Si<sup>4+</sup>在CeO<sub>2</sub>晶格中有2种可能的掺杂形式:一种是以间隙离子的形式填充在晶格中,这必然会导致晶胞体积的增大;另一种是以置换的形式取代晶格中的铈离子,由于Si<sup>4+</sup>的半径比Ce<sup>4+</sup>的半径小,将导致晶格的收缩。同时,晶体的结晶度也会影响晶胞参数。晶胞参数的减小说明在复合氧化物中Si<sup>4+</sup>以取代Ce<sup>4+</sup>的格位为主。但随着SiO<sub>2</sub>比

例和煅烧温度的不同,晶胞参数并不是单调变化的,例如:随煅烧温度的升高,晶胞参数先增大后减小。证明两种掺杂形式的比例不仅与掺入量相关,而且还与煅烧温度有关。

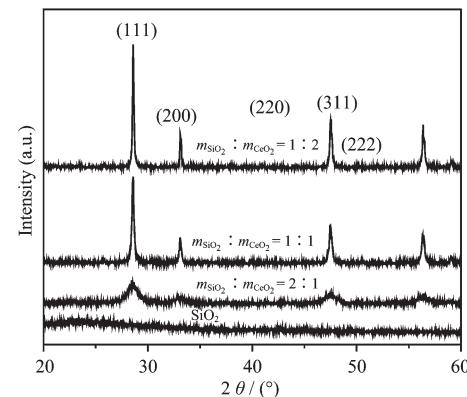


图1 SiO<sub>2</sub>和SiO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub>复合氧化物的XRD图

Fig.1 XRD patterns of SiO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub>mixed oxides and silica (calcined at 900 ℃ for 1.5 h)

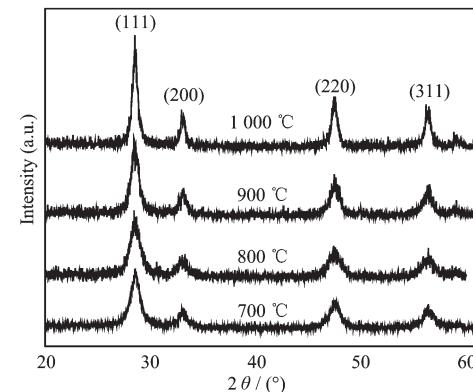


图2 不同温度下煅烧所得复合氧化物(m<sub>SiO<sub>2</sub></sub>:m<sub>CeO<sub>2</sub></sub>=2:1)的XRD图

Fig.2 XRD patterns of mixed oxides (m<sub>SiO<sub>2</sub></sub>:m<sub>CeO<sub>2</sub></sub>=2:1) calcined at different temperatures

表1 不同硅铈比和煅烧温度下制备的复合氧化物的平均晶粒度和晶胞参数

Table 1 Crystalline size and lattice parameter of mixed oxides with different mass ratio of silica to ceria and calcined at different temperature

m <sub>SiO<sub>2</sub></sub> :m <sub>CeO<sub>2</sub></sub>	Calcining temperature / °C	Average crystal size D <sub>XRD(200)</sub> calculated from Sherrer Formula / nm	Lattice parameter / nm
2:1	700	5.77	0.538 920
	800	7.14	0.540 994
	900	8.26	0.541 058
	1 000	11.52	0.540 542
1:1	900	37.98	0.540 806
1:2	900	77.94	0.540 236

## 2.2 粒度和比表面积

表2给出不同比例的复合氧化物煅烧后的粒度及其与煅烧温度的关系。可以看出,在硅铈比不变的情况下,随着温度的升高,粒度先降低而后再增大,在800℃下煅烧产物的粒度最小。而在温度一致的条件下,粒度随硅含量的增大而相对变大。粒径最小的是硅铈比为1:2,800℃下煅烧产物的中位粒径为2.23μm。表中所列复合氧化物的粒径是用激光散射法测定的粒度,对应于二次粒子(或团聚体粒子)的粒径。而表1中由Sherrer公式根据XRD数据计算出来的晶粒度则对应于一次粒子的粒径,这二者是

有区别的。由于在较低温度煅烧过程中氧化铈晶化不完全,晶粒度小(一次粒子粒径小),比表面能高,容易团聚,使得氧化铈粉体的团聚体粒度(激光散射粒度)反而较大;随着煅烧温度升高,氧化铈晶体的晶化程度提高,晶粒度增大,团聚作用减弱,因而二次粒子粒度变小。而且,随着掺硅量的增加,一次粒径减小,二次粒径则增大。800℃后煅烧产物的中位粒径增大是由于在更高温度下粒子之间的烧结现象导致的。所以根据XRD图用Sherrer公式估算的氧化铈晶粒度随煅烧温度的变化趋势,与用激光粒度仪测量的粒度的变化趋势并不矛盾。

表2 不同比例的复合氧化物经不同温度煅烧后的粒度和比表面积

Table 2 Particle size and BET specific surface area of mixed oxides with different mass ratio of silica to ceria after calcination at different temperatures

$m_{\text{SiO}_2} : m_{\text{CeO}_2}$	Calcining Temperature / °C	Particle size / μm			Specific surface area / ( $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ )
		$D_{10}$	$D_{50}$	$D_{90}$	
2:1	700	1.56	2.85	4.85	119.30
	800	1.29	2.68	4.27	84.20
	900	1.41	2.77	5.14	71.63
	1000	1.00	3.98	10.22	61.99
1:1	700	1.13	2.72	4.77	85.88
	800	1.12	2.39	3.90	65.98
	900	0.93	2.55	4.89	54.65
	1000	0.94	3.95	10.13	44.90
1:2	700	1.80	2.33	3.84	67.65
	800	0.95	2.23	3.87	43.07
	900	1.20	2.36	4.40	32.56
	1000	0.93	3.17	7.10	29.94

用氮气吸附法测定的不同硅铈比和不同煅烧温度下所得产品的比表面积见表2。可以看出,当比例不变时,比表面积随煅烧温度的升高而减小,与XRD分析的结果一致;而当煅烧温度一定时,硅含量的增多有助于制备比表面积大、一次粒径小而团聚粒径大的复合氧化物。

## 2.3 SEM分析

图3是 $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}$ 为2:1,煅烧温度分别为800℃(A)、1000℃(B)煅烧条件下所得复合氧化物的SEM照片。可以看出,800℃煅烧的复合氧化物的团聚颗粒要比1000℃下煅烧产物的要小。它们都是由纳米级的颗粒聚集而成的,但前者的连接较为松散,后者则较为紧密些。从800℃煅烧复合氧化物的外观形貌来看,外围的颗粒具有次生颗粒的特性,这与我们的制备过程有直接关系。即,氧化铈是在氧化硅之后经沉淀包裹和煅烧而形成的。表明外围粒子主要

是氧化铈,而中心部位是氧化硅。这种粒子有助于保持较高的抛光速率,因为在抛光过程中,起始团聚颗粒虽然较大,但这种软团聚颗粒易于解离为更多个更小的颗粒,使之有更高的表面与玻璃接触而达到高效抛光的目的。

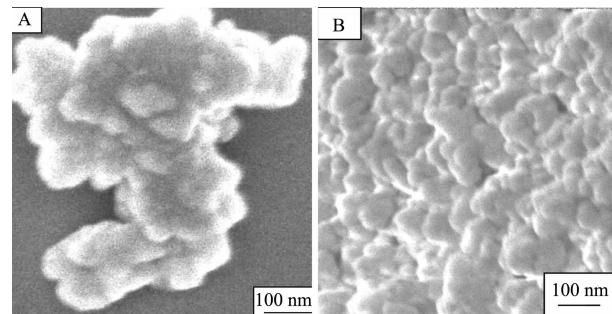


图3 在800℃(A)和1000℃(B)煅烧所得复合氧化物的SEM照片( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2:1$ )

Fig.3 SEM images of mixed oxides ( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2:1$ ) calcined at 800 °C (A) and 1000 °C (B)

## 2.4 抛光性能评价

将 $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}$ 为2:1且在不同温度下煅烧所得复合氧化物分别用于冕玻璃(K9)、重火石玻璃(ZF7)、火石玻璃(F1)3种光学玻璃的抛光。由单位时间的切削厚度与煅烧温度的关系(图4)可见:在同一温度下煅烧制得的抛光粉对软质重火石玻璃(ZF7)的抛蚀量最大,而对硬质冕玻璃(K9)的抛蚀量最小,这与被抛玻璃本身的材质有关。对于同一种玻璃,抛光速率在800℃呈最大值,经过900℃时的最低值后到1000℃有所回升。800℃煅烧制得的复合氧化物( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2:1$ )的中位粒径 $D_{50}$ 为2.68 μm,对3种玻璃的抛蚀率分别达到了396 nm·min<sup>-1</sup>(ZF7)、287 nm·min<sup>-1</sup>(F1)、167 nm·min<sup>-1</sup>(K9)。对ZF7和F1两种玻璃的切削力为最大值。对K9玻璃,经1000℃煅

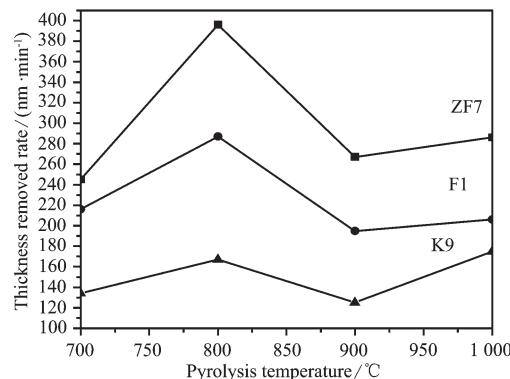


图4 煅烧温度与复合氧化物( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2:1$ )对3种光学玻璃抛蚀速率的关系

Fig.4 Removal rate of three optical glasses polished by mixed oxides calcining at different temperatures ( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2:1$ )

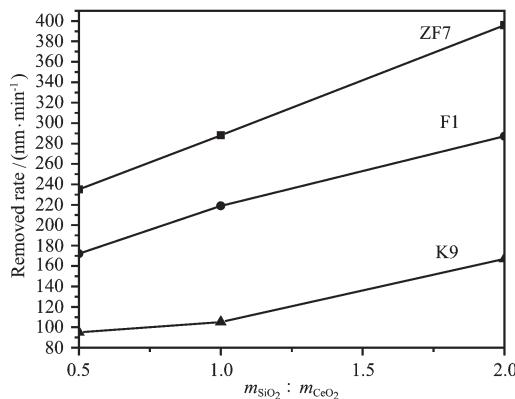


图5 经800℃煅烧所得不同硅铈质量比的复合物对3种玻璃的抛蚀速率

Fig.5 Removal rate of three optical glasses polished by mixed oxides with different mass ratio of SiO<sub>2</sub> to CeO<sub>2</sub> (calcining temperature:800 °C)

烧的氧化物具有最高的抛蚀速率,为175 nm·min<sup>-1</sup>。

图5为不同硅铈质量比的复合物经800℃煅烧后对3种玻璃的抛蚀速率比较。随着复合氧化物中硅含量的逐渐升高,对3种光学玻璃的抛蚀率均呈上升趋势,其中 $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}$ 为2时对3种玻璃具有较大的抛蚀速率。表明二氧化硅的掺入有利于提高氧化铈的抛光速率。

## 2.5 表面电性与悬浮分散性

图6是经700℃、800℃、900℃、1000℃煅烧所得复合氧化物( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}$ 为2)的 $\zeta$ 电位值(pH=7,温度为25℃,未加分散剂)。由图可见:所有复合氧化物粒子均带负电。随着煅烧温度的提高, $\zeta$ 电位的负值先增大,而后逐渐变小,在800℃呈极大值,与抛光速率的极大值相对应,说明表面电性对抛光有直接的影响。图7为不同比例的复合氧化物经

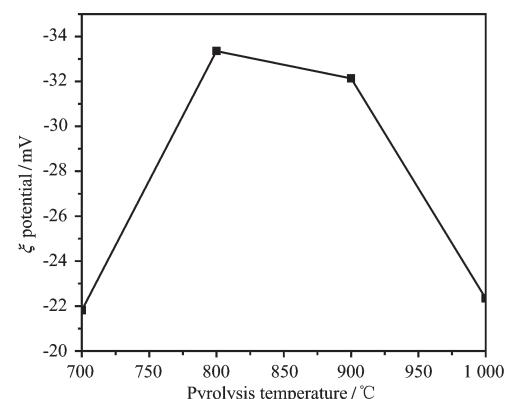


图6 不同温度下煅烧所得复合氧化物( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2$ )的 $\zeta$ 电位值

Fig.6  $\zeta$  Potential value of mixed oxides ( $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2$ ) calcined at different temperatures

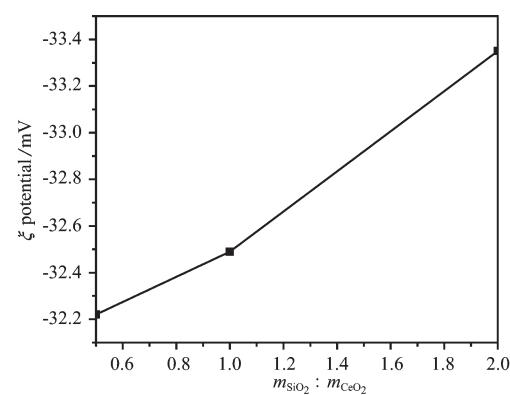


图7 硅铈质量比对复合氧化物 $\zeta$ 电位的影响  
(煅烧温度 800 °C)

Fig.7 Effect of mass ratio of silica to ceria on the  $\zeta$  potential of mixed oxides calcined at 800 °C

800 ℃煅烧后的 $\zeta$ 电位值。由图可知,硅含量的增多有助于提高固溶体表面的 $\zeta$ 电位值。由于氧化物颗粒表面电荷的主要来源是晶体的内部缺陷, $\text{SiO}_2$ 的掺入最直接的贡献是增加缺陷,提高 $\text{CeO}_2$ 的分散度和表面电性。随着煅烧温度的升高,氧化物晶格趋于完整,表面电荷减少,导致抛光速率的降低。

图 8 的结果表明: $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2$  经不同温度(800 ℃、900 ℃、1 000 ℃)煅烧后的复合物的 0.1%水悬浮液的吸光度值下降趋势以 800 ℃煅烧的粉体最小,说明其悬浮稳定性最好。随着温度升高,复合粉体的悬浮稳定性依次降低,这与 $\zeta$ 电位的变化相一致,表明较低温度煅烧制备的复合粉由于其 $\zeta$ 电位较大,颗粒间存在较强的静电斥力,因而具有较好的悬浮稳定性。因为 $\zeta$ 负值的增大必然导致悬浮稳定性提高、团聚颗粒度的减小,有利于抛光粒子与被

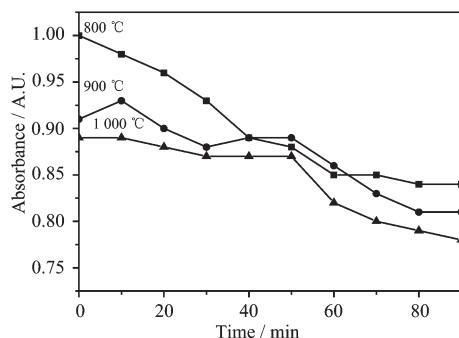


图 8 800、900 和 1 000 ℃下煅烧产物的 0.1% 水悬浮液在静置过程中的吸光度变化

Fig.8 Absorbancy variation during aging process of suspend solution containing 0.1% mixed oxides calcined at 800,900 and 1 000 ℃

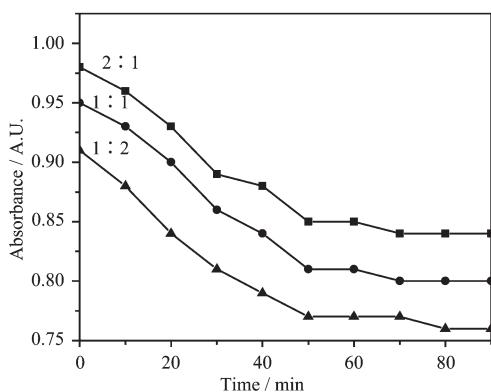


图 9 不同硅铈比的复合氧化物(800 ℃煅烧)的 0.1% 水悬浮液在静置过程中的吸光度变化

Fig.9 Absorbancy variation during aging process of suspend solution containing 0.1% mixed oxides with  $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}=2:1;1:1;1:2$ (calcined at 800 ℃)

抛光件表面的相互接触,进而依靠它们之间的电性和化学相互作用来实现表面物质的去除,促进抛光速率的提高。

图 9 示出了 $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}$  分别为 2:1、1:1 和 1:2 时的复合氧化物的悬浮液吸光度在静置过程中的变化。可以看出,3 种粉体达到沉降平衡的时间大致相同,但是相同时间内的吸光度值不同,当 $m_{\text{SiO}_2}:m_{\text{CeO}_2}$  比为 2 时吸光度值最大,表明二氧化硅的掺入有助于提高氧化铈粉体的悬浮性。

### 3 结 论

以碳酸铈、正硅酸乙酯和氨水为原料,采用沉淀法制备出了 $\text{SiO}_2\text{-CeO}_2$ 复合氧化物,并用于光学玻璃的化学机械抛光。结果表明:随着 $\text{SiO}_2$ 掺入量的增加,合成复合氧化物的比表面和团聚颗粒粒度增大,一次晶粒的 $D_{\text{XRD}}$ 值降低、分散度增大,表面电荷( $\zeta$ 电位)的负值增加,悬浮稳定性更好。不同煅烧温度下所得复合氧化物的团聚颗粒度( $D_{\text{LS}}$ )、晶粒度( $D_{\text{XRD}}$ )、 $\zeta$ 电位和悬浮稳定性变化都与其抛光速率有相关,而其中最基本的性能是合成颗粒的表面电性。抛光速率的最大值与复合氧化物的最小团聚颗粒度( $D_{\text{LS}}$ )、最负 $\zeta$ 电位值和最好的悬浮稳定性相对应。当硅铈质量比为 2:1,煅烧温度为 800 ℃时,所得复合氧化物具有最好的抛光效果。该复合物是由氧化硅与氧化铈形成的具有立方萤石型结构的固溶体,其原生粒径 $D_{\text{XRD}}$ 在 10 nm 以内,而团聚颗粒的中位粒径 $D_{50}$ 在 2 500~2 800 nm 之间。氧化硅的掺入对抛光速率的提高可认为是通过改变颗粒内部的分散性来增大颗粒的表面负电性,进而改变抛光粉颗粒与玻璃表面之间的电性和化学相互作用。

### 参 考 文 献:

- [1] LI Yong-Xiu(李永绣),ZHOU Xin-Mu(周新木),GU Zi-Ying (辜子英). et al. *Xitu(Chinese Rare Earths)*, **2002**,**23**(5):71~74
- [2] Zantye P B, Kumar A, Sikder A K. *Mater. Sci. Eng. R*, **2004**, **45**(3~6):89~220
- [3] Lim D S, Ahn J W, Park H S, et al. *J. Surface & Coatings Technology*, **2005**,**200**:1751~1754
- [4] Rajendran A, Takahashi Y, Koyama M, et al. *J. Appl. Surface Sci.*, **2005**,**244**:34~38
- [5] Feng X D, Sayle D C, Wang Z L, et al. *Science*, **2006**,**312**:1504~1508
- [6] Tsai M S, *Mater. Sci Eng. B*, **2004**,**110**:132~134

- [7] HU Jian-Dong(胡建东), LI Yong-Xiu(李永绣), CHENG Chang-Ming(程昌明), et al. *Wuji Huaxue Xuebao(Chinese J. Inorg. Chem.)*, **2006**,**22**(7):1354~1358
- [8] Kim S K, Paik U, Park J G. *J. Ceramic Processing Res.*, **2006**, **7**(1):53~57
- [9] LI Yong-Xiu(李永绣), CHENG Chang-Ming(程昌明), CHEN Wei-Fan(陈伟凡), et al. *Wuji Huaxue Xuebao(Chinese J. Inorg. Chem.)*, **2006**,**22**(4):733~737
- [10]Kim D H, Kim S K, Kang H G. et al. *Jap. J. Appl. Phys. Part 1*, **2005**,**44**(12):8422~8426
- [11]Hegdea S, Babu S V, Hegdea S. et al. *Electrochem. & Solid State Lett.*, **2004**,**7**(12):G316~G318,
- [12]Katoh T, Kang H G, Paik U. et al. *Jap. J.Appl. Phys. Part 1*, **2003**,**42**(3):1150~1153
- [13]Li Y X, Zhou X Z, Wang Z Q, et al. *Mater. Lett.*, **2004**,**58**(1~2):245~248
- [14]Li Y X, Zhou X Z, Wang Y. *J. Rare Earths*, **2002**,**(5)**:141~145
- [15]GU Zi-Ying(辜子英), HU Ping-Gui(胡平贵), LI Yong-Xiu(李永绣), et al. *Zhongguo Youse Jinshu Xuebao(Chinese J. Nonferrous Metals)*, **2003**,**13**(3):787~791
- [16]Li Y X, Chen W F, Cheng C M, et al. *Mater. Lett.*, **2005**,**59**(1):48~52