



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103382369 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 29

(21) 申请号 201210441638. X

(22) 申请日 2012. 11. 07

(73) 专利权人 有研稀土新材料股份有限公司  
地址 100088 北京市西城区新街口外大街 2 号

(72) 发明人 黄小卫 于瀛 龙志奇 王良士  
崔大立 侯永可 崔梅生

(74) 专利代理机构 北京北新智诚知识产权代理有限公司 11100  
代理人 程凤儒

US 7431758 B2, 2008. 10. 07,  
CN 102559138 A, 2012. 07. 11,  
CN 101284952 A, 2008. 10. 15,  
CN 1810911 A, 2006. 08. 02,  
JP H11269455 A, 1999. 10. 05,  
JP H07286171 A, 1995. 10. 31,  
JP H03146585 A, 1991. 06. 21,  
CN 101284983 A, 2008. 10. 15,  
CN 1899966 A, 2007. 01. 24,

审查员 秦圆圆

(51) Int. Cl.

C09G 1/02(2006. 01)

(56) 对比文件

JP 4585991 B2, 2010. 11. 24,  
CN 102417352 A, 2012. 04. 18,  
CN 101735768 A, 2010. 06. 16,  
CN 101798627 A, 2010. 08. 11,

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种氧化铈基复合抛光粉及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种氧化铈基复合抛光粉及其制备方法,该氧化铈基复合抛光粉中含有镁元素,其含量以氧化镁计为 0.005wt%~5wt%。其制备方法为:(1)将含有抛光粉主体成分铈的盐溶液混合均匀;(2)以碳酸氢镁水溶液为沉淀剂,将沉淀剂与步骤(1)的混合溶液混合均匀得到浆液;(3)将步骤(2)的浆液在 30℃~90℃下保温陈化 0~48h;过滤得到抛光粉的前驱体粉体;(4)将前驱体粉体在 600℃~1000℃下灼烧,得到的粉体经过分散、分选后处理,得到氧化铈基复合抛光粉产品。本发明大大提高了抛光粉的抛光性能,改善了抛光粉的悬浮性能,避免抛光浆液中颗粒分布不均匀、产生团聚颗粒。其制备方法简单,降低了抛光粉的生产成本。

1. 一种氧化铈基复合抛光粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将含有抛光粉主体成分铈的盐溶液混合均匀;

(2) 以碳酸氢镁水溶液为沉淀剂,将沉淀剂与步骤(1)的混合溶液混合均匀得到浆液,沉淀剂的用量为理论用量的102~130%,碳酸氢镁水溶液的浓度以氧化镁计为5~25g/L,沉淀温度为15℃~30℃;

(3) 将步骤(2)的浆液在30℃~90℃下保温陈化2~48h;过滤得到抛光粉的前驱体粉体;

(4) 将前驱体粉体在600℃~1000℃下灼烧,得到的粉体经过分散、分选后处理,得到氧化镁含量为0.005wt%~5wt%的氧化铈基复合抛光粉产品。

2. 根据权利要求1所述的氧化铈基复合抛光粉的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中的盐溶液为硝酸盐、硫酸盐或氯化物溶液。

3. 根据权利要求1所述的氧化铈基复合抛光粉的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中搅拌时间为0.5~5h。

4. 根据权利要求1所述的氧化铈基复合抛光粉的制备方法,其特征在于,在所述步骤(2)的沉淀过程中向混合溶液中加入表面活性剂聚乙二醇或乙二醇,并混合均匀,该表面活性剂的加入量为抛光粉理论重量的0.1~5%。

5. 根据权利要求1所述的氧化铈基复合抛光粉的制备方法,其特征在于,在所述步骤(2)或步骤(3)中加入含有氟或磷的化合物;所述的含磷的化合物为磷酸或磷酸盐;所述的含氟的化合物为氟化铵、氢氟酸、氟硅酸钠和氟化钠中的至少一种。

6. 根据权利要求1所述的氧化铈基复合抛光粉的制备方法,其特征在于,在沉淀及焙烧过程产生的CO<sub>2</sub>捕集回收用于制备碳酸氢镁水溶液。

7. 一种采用权利要求1的制备方法得到的氧化铈基复合抛光粉,其中含有镁元素,其含量以氧化镁计为0.005wt%~5wt%。

8. 根据权利要求7所述的氧化铈基复合抛光粉,其特征在于,含有除铈以外的稀土元素中的至少一种。

9. 根据权利要求7所述的氧化铈基复合抛光粉,其特征在于,氧化铈的含量为40wt%~99.99wt%。

10. 根据权利要求7所述的氧化铈基复合抛光粉,其特征在于,所述氧化铈基抛光粉的中值粒径D<sub>50</sub>为0.02~5μm。

11. 根据权利要求10所述的氧化铈基复合抛光粉,其特征在于,所述氧化铈基抛光粉的中值粒径D<sub>50</sub>为0.5μm~3μm。

## 一种氧化铈基复合抛光粉及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种氧化铈基复合抛光粉及其制备方法,属于稀土材料领域。

### 背景技术

[0002] 上世纪四十年代起,高氧化铈含量的稀土抛光粉开始取代氧化铁用于玻璃抛光,成为玻璃抛光加工过程中的关键工艺材料之一。与传统抛光粉相比,稀土抛光粉具有抛光速度快、光洁度高和使用寿命长的优点,而且能改善抛光质量和操作环境。稀土抛光粉因其独特的化学机械作用原理所带来的高抛光效率,成为玻璃抛光材料的首选,被广泛用于镜片、光学元件(透镜、棱镜)、彩电玻壳、平板显示器用电子玻璃、硅片、磁盘玻璃基片等产品的抛光加工。

[0003] 氧化铈( $\text{CeO}_2$ )作为抛光磨料粒子的使用性能不仅与其化学组成、纯度有关,而且与 $\text{CeO}_2$ 的晶型及形貌、粒度分布、粒子大小等指标有关,这便对 $\text{CeO}_2$ 制备过程的控制提出了更高的要求,因此研制出形貌球化度高、粒度分布均匀、抛光能力强的 $\text{CeO}_2$ 磨料尤为重要。尽管目前 $\text{CeO}_2$ 的制备技术有不少的报道,但普遍存在着颗粒团聚严重、粒度不均匀、性能不稳定等问题,从而影响 $\text{CeO}_2$ 磨料的使用性能。

[0004] 在抛光过程中最有害的是个别过硬的粒子,其可以造成机械损伤,从而在抛光表面产生划痕,增加被抛工件表面的缺陷度和粗糙度,即使是软团聚的粒子也会影响被抛工件的表面质量。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种氧化铈基复合抛光粉,该抛光粉的抛光性能优异,采用该抛光粉进行抛光加工时,抛光液中的颗粒分布均匀,不会产生团聚颗粒。

[0006] 本发明的另一目的在于提供一种所述氧化铈基复合抛光粉的制备方法。

[0007] 为实现上述目的,本发明采用以下技术方案:

[0008] 一种氧化铈基复合抛光粉,其中含有镁元素,其含量以氧化镁计为 $0.005\text{wt}\% \sim 5\text{wt}\%$ 。

[0009] 所述氧化铈基复合抛光粉中引入了微量的镁元素,镁的存在可使抛光粉浆料中的Zeta 电位更负,从而降低抛光粉浆料的团聚性能,镁元素的添加可以消除过硬粒子的存在;且二价镁能够使四价铈的抛光粉更容易与工件物质进行物理吸附,而抛光粉性能强烈依赖于抛光粉与被抛工件的吸附,二者紧密接触,可以有效改善抛光效果;另外,部分铈离子被镁离子取代,导致其晶格发生部分畸变,使其化学活性增大;镁的掺杂可提高抛光粉表面球形化和无定形化,从而提高抛光粉的抛光性能;镁元素的添加可以改善抛光粉的悬浮性能,避免抛光浆液中颗粒分布不均匀、产生团聚颗粒。

[0010] 为了提高抛光粉形貌球化度,使抛光粉粒度分布均匀、抛光能力强,提高切削力,改善抛光粉的悬浮性能等,所述氧化铈基复合抛光粉中含有除铈以外的稀土元素中的至少一种。所述氧化铈基复合抛光粉中含有氟元素,含量为 $0.2\text{wt}\% \sim 8$

- [0011] wt%。所述氧化铈基复合抛光粉中含有磷元素,含量为 0.1wt%~5wt%。
- [0012] 所述氧化铈基复合抛光粉中氧化铈的含量为 40wt%~99.99wt%。
- [0013] 所述氧化铈基复合抛光粉的中值粒径  $D_{50}$  为 0.02~5 $\mu\text{m}$ ,优选为 0.5 $\mu\text{m}$ ~3 $\mu\text{m}$ 。
- [0014] 一种所述氧化铈基复合抛光粉的制备方法,包括以下步骤:
- [0015] (1) 将含有抛光粉主体成分铈的盐溶液混合均匀;
- [0016] (2) 以碳酸氢镁水溶液为沉淀剂,将沉淀剂与步骤(1)的混合溶液混合均匀得到浆液;
- [0017] (3) 将步骤(2)的浆液在 30℃~90℃下保温陈化 0~48h;过滤得到抛光粉的前驱体粉体;
- [0018] (4) 将前驱体粉体在 600℃~1000℃下灼烧,得到的粉体经过分散、分选后处理,得到氧化铈基复合抛光粉产品。
- [0019] 上述方法采用碳酸氢镁水溶液为沉淀剂制备氧化铈基抛光粉的前驱体(碳酸铈等),在沉淀铈的过程中加入过量的碳酸氢镁,通过加热使过量的碳酸氢镁分解为碳酸镁沉淀,使碳酸镁均匀分布在碳酸铈沉淀中,再经过焙烧得到含一定量氧化镁的氧化铈基复合抛光粉。
- [0020] 所述步骤(1)中的盐溶液为硝酸盐、盐酸盐或硫酸盐溶液。
- [0021] 所述步骤(2)中碳酸氢镁水溶液的浓度以氧化镁计为 5~25g/L。
- [0022] 所述步骤(2)中沉淀剂的用量为理论用量的 100~130%;沉淀温度为 15℃~30℃,搅拌时间为 0.5~5h。
- [0023] 在所述步骤(2)的沉淀过程中向混合溶液中加入聚乙二醇、乙二醇等表面活性剂作为添加剂并混合均匀,表面活性剂的加入量为抛光粉理论重量的 0.1~5%。
- [0024] 在所述步骤(2)或步骤(3)中加入一定量的含有氟或磷的化合物;所述的含磷的化合物为磷酸或磷酸盐;所述的含氟的化合物为氟化铵、氢氟酸、氟硅酸钠和氟化钠中的至少一种。
- [0025] 在沉淀及焙烧过程产生的  $\text{CO}_2$  捕集回收用于制备碳酸氢镁水溶液。
- [0026] 本发明的优点在于:
- [0027] 本发明在氧化铈基复合抛光粉中引入了微量的镁元素,大大提高了抛光粉的抛光性能,改善了抛光粉的悬浮性能,避免抛光浆液中颗粒分布不均匀、产生团聚颗粒。
- [0028] 本发明采用碳酸氢镁水溶液为沉淀剂制备氧化铈基抛光粉的前驱体(碳酸铈等),进而得到含有微量氧化镁的氧化铈基复合抛光粉,制备方法简单,降低了抛光粉的生产成本,并提高了氧化铈基复合抛光粉的抛光性能。

## 具体实施方式

- [0029] 下面结合实施例对本发明进一步进行描述。
- [0030] 实施例 1
- [0031] (1) 将氯化镧铈混合溶液与碳酸氢镁水溶液同时均速加入反应器中,并加入少量氟化铵,碳酸氢镁的加入量为理论用量的 110%,反应温度为 25℃,搅拌 3h,混合均匀得到浆液;
- [0032] (2) 将步骤(1)的浆液在 60℃下保温陈化 12h;过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前

驱体粉体；

[0033] (3) 将上述前驱体粉体在 900℃ 下灼烧 4h, 得到的粉体经过分散、分选后处理, 得到氧化铈基复合抛光粉产品, 其中氧化铈的含量为 63.3wt%, 氧化镁的含量为 0.01wt%, 氟的含量为 2.2wt%, 该抛光粉的  $D_{50}$  为 2.6  $\mu\text{m}$ 。

[0034] 将得到的氧化铈基复合抛光粉经过调浆, 对平板玻璃试样进行抛光试验, 其抛蚀量达到 0.48mg/min, 光洁度优于同类商用产品。

[0035] 对比实施例 1 (采用常用工艺制备)

[0036] (1) 将氯化铈混合溶液与碳酸氢铵水溶液同时均速加入反应器中, 并加入少量氟化铵, 碳酸氢铵加入量为理论用量的 110%, 反应温度为 25℃, 搅拌 3h, 混合均匀得到浆液；

[0037] (2) 将步骤 (1) 的浆液在 60℃ 下保温陈化 12h; 过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体；

[0038] (3) 将上述前驱体粉体在 900℃ 下灼烧 4h, 得到的粉体经过分散、分选后处理, 得到氧化铈基抛光粉产品, 其中氧化铈的含量为 63.5wt%, 氧化镁的含量为 0%, 氟的含量为 2.2wt%, 该抛光粉的  $D_{50}$  为 3.5  $\mu\text{m}$ 。

[0039] 将得到的氧化铈基抛光粉经过调浆, 对平板玻璃试样进行抛光试验, 其抛蚀量达到 0.43mg/min, 光洁度接近同类商用产品。

[0040] 实施例 2

[0041] (1) 将氯化铈、氯化镧按一定配比如成混合溶液, 稀土含量以 REO (稀土氧化物) 计为 120g/L；

[0042] (2) 以碳酸氢镁水溶液为沉淀剂, 浓度 (以氧化镁计) 为 15g/L, 均速加入步骤 (1) 的混合溶液中进行沉淀, 碳酸氢镁的加入量为理论用量的 105%, 反应温度为 20℃, 搅拌 0.5h 得到浆液, 向浆液中加入抛光粉理论重量的 2% 的聚乙二醇混合均匀；

[0043] (3) 将步骤 (2) 的混合浆液加热至 50℃ 保温陈化 24h; 过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体；

[0044] (4) 将上述前驱体粉体在 1000℃ 下灼烧 3h, 得到的粉体经过分散、分选后处理, 得到氧化铈基复合抛光粉产品, 其中氧化铈的含量为 62wt%, 氧化镁的含量为 0.005wt%, 该抛光粉的  $D_{50}$  为 4.8  $\mu\text{m}$ 。

[0045] 实施例 3

[0046] (1) 将氯化铈、氯化镧按一定配比如成混合溶液, 稀土含量以 REO 计为 150g/L；

[0047] (2) 以碳酸氢镁水溶液为沉淀剂, 浓度 (以氧化镁计) 为 5g/L, 均速加入步骤 (1) 混合溶液中进行沉淀, 碳酸氢镁加入量为理论用量的 105%, 反应温度为 20℃, 搅拌 3h 得到浆液, 向浆液中加入抛光粉理论重量的 5% 的聚乙二醇混合均匀, 经过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体；

[0048] (3) 将上述前驱体粉体在 950℃ 下灼烧 4h, 得到的粉体经过分散、分选后处理, 得到氧化铈基复合抛光粉产品, 其中氧化铈的含量为 62wt%, 氧化镁的含量为 0.05%, 该抛光粉的  $D_{50}$  为 2.5  $\mu\text{m}$ 。

[0049] 实施例 4

[0050] (1) 将碳酸氢镁水溶液 (以氧化镁计为 20g/L) 和氯化铈镧混合溶液 (以 REO 计为

100g/L) 按一定速度连续加入反应釜中,碳酸氢镁的加入量为理论用量的 115%,反应温度为 25℃,物料在反应釜中停留时间为 10min,然后进入陈化槽中,在 70 下陈化 2h,然后过滤洗涤、干燥得到抛光粉的前驱体粉体;

[0051] (2) 将上述前驱体粉体在 700℃ 下灼烧 8h,得到的粉体经过分散、分选,得到氧化铈基复合抛光粉产品,其中氧化铈的含量为 60wt%,氧化镁的含量为 0.5wt%,该抛光粉的  $D_{50}$  为 1.2  $\mu\text{m}$ 。

[0052] 实施例 5

[0053] (1) 将碳酸氢镁水溶液(以氧化镁计为 15g/L)和氯化铈混合溶液(以  $\text{REO}$  计为 100g/L)按一定速度连续加入反应釜中,碳酸氢镁的加入量为理论用量的 102%,反应温度为 35℃,物料在反应釜中停留时间为 10min,然后进入陈化槽中,在 60 下陈化 5h,然后过滤洗涤、干燥得到抛光粉的前驱体粉体;

[0054] (2) 将上述前驱体粉体在 850℃ 下灼烧 6h,得到的粉体经过分散、分选,得到氧化铈基复合抛光粉产品,其中氧化铈的含量为 99.99wt%,氧化镁的含量为 0.005wt%,该抛光粉的  $D_{50}$  为 2.3  $\mu\text{m}$ 。

[0055] 实施例 6

[0056] (1) 将氯化镧铈镨钆混合溶液与碳酸氢镁水溶液同时均速加入反应器中,并同时加入少量氟化氢,碳酸氢镁的加入量为理论用量的 130%,反应温度为 15℃,搅拌 2h 得到浆液;

[0057] (2) 将步骤 (1) 的浆液在 30℃ 下保温陈化 48h;过滤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体;

[0058] (3) 将上述前驱体粉体在 950℃ 下灼烧 6h,得到的粉体经过分散、分选后处理,得到氧化铈基复合抛光粉产品,其中氧化铈的含量为 40.5wt%,氧化镁的含量为 4.8wt%,氟的含量为 0.2wt%,该抛光粉的  $D_{50}$  为 3.8  $\mu\text{m}$ 。

[0059] 实施例 7

[0060] (1) 将氯化铈溶液与碳酸氢镁水溶液同时均速加入反应器中,反应温度为 55℃,搅拌 2h,再向其中加入氟化钠,混合均匀得到浆液;

[0061] (2) 将浆液在 60℃ 下保温陈化 5h;过滤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体;

[0062] (3) 将上述前驱体粉体在 800℃ 下灼烧 4h,得到的粉体经过分散、分选后处理,得到氧化铈基复合抛光粉产品,其中氧化铈的含量为 96.7%,氧化镨的含量为 1wt%,氧化镁的含量为 1wt%,氟的含量为 1.2wt%,该抛光粉的  $D_{50}$  为 3.3  $\mu\text{m}$ 。

[0063] 实施例 8

[0064] (1) 准备碳酸氢镁为沉淀剂,其量为理论用量的 110%,将硫酸铈溶液加入到沉淀剂中进行反应形成浆液;

[0065] (2) 将步骤 (1) 的浆液在 90℃ 下保温陈化 2h;过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体;

[0066] (3) 将上述前驱体粉体在 600℃ 下灼烧 10h,得到的粉体经过分散、分选后处理,得到氧化铈基复合抛光粉产品,其中氧化铈的含量为 99.9wt%,氧化镁的含量为 1.15wt%,该抛光粉的  $D_{50}$  为 1.2  $\mu\text{m}$ 。

[0067] 实施例 9

[0068] (1) 将硝酸铈、硝酸镧按一定配比配成混合溶液（以 REO 计为 200g/L）

[0069] (2) 以碳酸氢镁水溶液（以氧化镁计为 12g/L）为沉淀剂，其用量为理论用量的 115%，将其与步骤（1）的混合溶液以共沉淀的方式进行反应得到浆液，向该浆液中加入抛光粉理论重量 3.1% 的表面活性剂乙二醇混合均匀；

[0070] (3) 将步骤（2）的混合浆液在 80℃ 下保温陈化 5h，向其中加入氟化铵，混合均匀；过滤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体；

[0071] (4) 将上述前驱体粉体在 750℃ 下灼烧 4h，得到的粉体经过分散、分选后处理，得到氧化铈基复合抛光粉产品，其中氧化铈的含量为 70wt%，氧化镁的含量为 1.5wt%，氟的含量为 6.8wt%，该抛光粉的  $D_{50}$  为 0.92  $\mu\text{m}$ 。

[0072] 实施例 10

[0073] (1) 将氯化镧铈镨混合溶液与碳酸氢镁水溶液同时均速加入反应器中，并同时加入少量磷酸，碳酸氢镁加入量为理论用量的 116%，反应温度为 25℃，搅拌 1h；

[0074] (2) 将步骤（1）的混合浆液在 60℃ 下保温陈化 2h；过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体；

[0075] (3) 将上述前驱体粉体在 850℃ 下灼烧 4h，得到的粉体经过分散、分选后处理，得到氧化铈基复合抛光粉产品，其中氧化铈的含量为 60.5wt%，氧化镁的含量为 0.3wt%，磷的含量为 0.2wt%，该抛光粉的  $D_{50}$  为 1.8  $\mu\text{m}$ 。

[0076] 实施例 11

[0077] (1) 将氯化镧铈镨混合溶液与碳酸氢镁水溶液同时均速加入反应器中，碳酸氢镁加入量为理论用量的 110%，反应温度为 25℃，搅拌 1h 得到浆液；

[0078] (2) 在上面得到的浆液中加入少量磷酸钠，混合均匀，在 60℃ 下保温陈化 3h，过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前驱体；

[0079] (3) 将上述前驱体粉体在 950℃ 下灼烧 4h，得到的粉体经过分散、分选后处理，得到氧化铈基复合抛光粉产品，其中氧化铈的含量为 58.5wt%，氧化镁的含量为 0.08wt%，磷的含量为 2.6wt%，该抛光粉的  $D_{50}$  为 2.5  $\mu\text{m}$ 。

[0080] 实施例 12

[0081] (1) 将氯化镧铈混合溶液与碳酸氢镁水溶液同时均速加入反应器中，碳酸氢镁加入量为理论用量的 110%，反应温度为 25℃，搅拌 1h 得到浆液；

[0082] (2) 在上面得到的浆液中加入少量氟化钠，混合均匀，在 60℃ 下保温陈化 3h，过滤洗涤、干燥后得到抛光粉的前驱体粉体；

[0083] (3) 将上述前驱体粉体在 800℃ 下灼烧 4h，得到的粉体经过分散、分选后处理，得到氧化铈基复合抛光粉产品，其中氧化铈的含量为 63.5wt%，氧化镁的含量为 0.03wt%，氟的含量为 3.6wt%，该抛光粉的  $D_{50}$  为 1.5  $\mu\text{m}$ 。