

引文格式:杨超凡,杨国胜,王振峰,等.氧化铈抛光粉体制备方法研究进展[J].中国有色冶金,2025,54(4):38-50.

YANG Chaofan, YANG Guosheng, WANG Zhenfeng, et al. Research progress in preparation of cerium oxide polishing powder[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2025, 54(4): 38-50.

氧化铈抛光粉体制备方法研究进展

杨超凡^{1,3,4}, 杨国胜⁵, 王振峰^{2,3,4}, 刘铃声⁶, 欧阳顺利⁷, 刘中兴^{2,3,4}

(1. 内蒙古科技大学 材料科学与工程学院, 内蒙古 包头 014010;

2. 内蒙古科技大学 稀土产业学院(稀土工程技术学院), 内蒙古 包头 014010;

3. 内蒙古科技大学 轻稀土资源绿色提取与高效利用教育部重点实验室, 内蒙古 包头 014010;

4. 内蒙古科技大学 轻稀土清洁提取与应用内蒙古自治区工程研究中心, 内蒙古 包头 014010;

5. 包头天骄清美稀土抛光粉有限公司, 内蒙古 包头 014030;

6. 包头稀土研究院 白云鄂博稀土资源研究与综合利用国家重点实验室, 内蒙古 包头 014030;

7. 广州航海学院 文理学院, 广东 广州 510725)

[摘要] 氧化铈抛光粉能够形成化学机械抛光(CMP)作用,可满足精密抛光领域需求,具有抛光速度快、光洁度高、平整度高、抛光后产品使用寿命长的特点。该领域内,国际主要研究方向集中于氧化铈抛光粉的应用优化与拓展、氧化铈颗粒的大小形貌等对抛光性能的影响、添加剂的引入及清洗方式等对表面缺陷等的回复作用、抛光粉粒径控制工艺等,而我国则在抛光粉粒径把控、优化生产工艺、缩短生产周期以及提高设备利用率等方面仍存在不足。氧化铈抛光粉的制备方法主要有固相法、液相法和气相法。固相法包括固相烧结法和固相机械法,通常能耗较高、反应时间较长;液相法包括水热法、溶胶-凝胶法、沉淀法、微波法和微乳液法等,这些方法在较低的温度下进行,能获得粒度更均匀的抛光粉,然而部分液相法工艺复杂,溶剂及副产物的处理亦需优化;气相法主要包括喷雾干燥法和喷雾热解法,其通过将溶液或悬浮液雾化成细小的液滴,然后在高温下迅速蒸发溶剂形成固体颗粒,能够生产出具有特定形态和大小的抛光粉。随着全球对环境保护意识的增强,开发低能耗、绿色合成方法已成为大势所趋,气相法和其他环境友好型合成方法将受到更多关注;未来的研究将更加注重氧化铈粉末的粒度和形貌控制,以满足不同领域的抛光需求。

[关键词] 抛光粉; 氧化铈; 固相法; 液相法; 气相法; 粒度控制; 形貌控制; 精密制造

[中图分类号] TF845; TF123.2⁺5 [文献标志码] A [文章编号] 1672-6103(2025)04-0038-13

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2025.04.004

稀土抛光材料 CeO₂ (氧化铈) 因其独特的化学和物理性质,在现代工业中扮演着重要角色。随着

抛光技术的飞速发展,不同的领域对稀土抛光材料的需求量和质量要求都逐渐提高^[1]。不仅要求具有较高的纯度,还要求具备优异的物理化学性能。稀土抛光粉中主要的组分是 CeO₂,故也被称为铈基稀土抛光粉,简称铈基抛光粉,也可称为 CeO₂ 抛光粉。稀土抛光粉以其卓越的性能在精密抛光领域享有盛誉,被誉为“抛光材料之王”^[2-4],主要体现在以下方面:①CeO₂ 晶体呈萤石型面心立方点阵结构,其空间点群为 Fm-3m。在萤石结构中,铈离子位于立方体的顶点和表面的几何中心,而氧离子则以紧密堆积方式填充铈离子形成的四面体和八面体

[收稿日期] 2024-11-02

[第一作者] 杨超凡(1999—),硕士,主要从事稀土抛光材料研究。

[通信作者] 王振峰(1984—),博士,讲师,硕士研究生导师,主要从事稀土抛光材料、稀土清洁绿色冶金研究。

[基金项目] 内蒙古自治区应用技术与开发资金项目(2021GG0103);内蒙古自治区直属高校基本科研业务费项目(0406082222);内蒙古自治区自然基金资助项目(2022LHMS05024);广州市教育局高校科研项目(2024312054);广东省普通高校特色创新类项目(2024KTSCX147)。

间隙;②相较于其他类型的抛光粉,采用 CeO_2 抛光的速度比较快、抛光后产品的光洁度更高,平整度更高。此外,采用 CeO_2 抛光后产品的使用寿命更长;③ CeO_2 的莫氏硬度约为 7,这使得其在进行机械作用时既有足够的硬度来切削和抛光较软的材料,又不会对被抛光的产品造成过度的物理损伤;④ CeO_2 对硅酸盐玻璃的化学活性较高,这意味着其能够与玻璃表面反应,形成一种化学机械抛光(CMP)作用,这种过程中既有物理的磨削作用,又有化学的反应作用,因此被广泛用于玻璃的抛光。

目前,我国的稀土抛光粉在种类和质量方面,已基本能满足光学玻璃、液晶玻璃基板、触摸屏玻璃盖板、ITO 镀膜玻璃以及水晶水钻等领域的抛光需求,扭转了以往过度依赖进口的局面^[5,6]。然而,国外在氧化铈抛光粉的制备方法领域的研究进展主要集中于化学机械抛光技术的应用、氧化铈粉体的制备方法优化、抛光液配制条件的优化以及生产工艺优化等方面。这些研究不仅提高了氧化铈抛光粉的性能和应用范围,也为未来抛光粉的发展提供了新的方向和思路。具体分析如下:①由于氧化铈具有出色的抛光速率和清洁度,被广泛应用于 CMP 技术。这一应用促使研究人员持续探索氧化铈在 CMP 技术中的优化及应用拓展^[7-13];②在抛光机理研究方面,氧化铈颗粒表面的三价铈离子(Ce^{3+})能够与二氧化硅电介质形成 $\text{Ce}-\text{O}-\text{Si}$ 键^[14,15],进而影响抛光性能,因此,研究人员着重研究氧化铈颗粒的粒径、形貌、 Ce^{3+} 浓度以及表面改性对抛光性能的作用^[16,17];③为实现高去除率、高选择性和低表面缺陷,研究人员总结了添加剂的引入、后清洗、水清洗、化学清洗等清洗方式,为基于氧化铈磨料的抛光提供了极具价值的参考^[18];④在表面改性研究方面,有学者尝试在氧化铈的表面引入氧化铜(CuO)进行修饰,发现引入 CuO 能明显改变铈基抛光粉的抛光能力^[19-22],且在一定条件下可获得最佳的抛光性能。这表明表面改性是提升氧化铈抛光粉性能的有效手段;⑤在粒径控制研究方面,通过溶剂热法合成均一亚微米级氧化铈抛光粉,研究发现通过改变 Ce^{3+} 浓度和醇-水体积比,能够有效控制 CeO_2 的粒径和分布,为精密抛光应用奠定了良好基础;⑥在抛光液配制条件的优化方面,就分散性的改进而言,研究人员探讨了 pH 值调节剂、分散剂、抛光助剂等对氧化铈抛光液分散性能和抛光性能的影响^[23-27]。

这些研究有助于优化抛光液的配制条件,增强其在实际应用中的效果。国外在氧化铈抛光粉的制备方法领域取得了诸多进展。其中,化学机械抛光技术的应用、氧化铈粉体的制备方法到抛光液配制条件的优化等方面均取得了重要突破。然而,与国际先进水平相比,我国在 CeO_2 抛光粉体制备方法上仍存在一些短板,具体表现为以下几个方面:①我国虽能制备出分散性良好、粒径均一的类球形 CeO_2 抛光粉,但在大规模生产时,对于粒度分布的把控仍有待提升;②我国的制备技术在精准控制晶体形态方面尚需进一步完善,以满足高端应用对特定晶面的要求;③我国在降低 CeO_2 抛光粉体生产过程中的能耗和原材料成本方面,还需加大研究投入;④我国在优化生产工艺、缩短生产周期以及提高设备利用率等方面,仍需不断改进和优化。为了缩小这些差距,我国需要进一步强化相关领域的研究,持续提升稀土抛光粉的制备技术水平,逐步克服上述不足,以维持在全球稀土抛光材料产业中的竞争力。

本文概述了固相法、液相法和气相法三种氧化铈抛光粉的制备技术,分析了 CeO_2 抛光粉体制备的现状,并根据不同的制备原理对现有的方法进行了归纳汇总,分析了各种方法的优缺点及需要解决的问题,给出了未来发展建议。

1 固相法

固相法^[28]是将固态化合物经过固相反应后于高温条件下进行焙烧分解,从而制备粉体材料。固相法可分为扩散、反应、形核、生长这四个阶段。

1.1 固相烧结法

固相烧结法^[29]是一种传统的材料制备方法,固相烧结法工艺如图 1 所示,主要用于合成各种无机粉体,包括 CeO_2 粉体。这种方法涉及将固态的铈源原料,如铈盐或铈的氢氧化物,通过高温焙烧热处理的方式使其发生化学反应和结晶,最终得到 CeO_2 抛光粉。

梅燕等^[30]采用马弗炉对氟化镧铈碳酸盐直接焙烧,通过调节焙烧温度获得晶型结构以及物相可控的氟化镧铈抛光粉。采用制得的抛光粉对玻璃表面进行抛光,然后用表面缺陷检测抛光后的玻璃平整度,发现 $850\text{ }^\circ\text{C}$ 下制备的抛光粉抛光效果最好。

庄稼等^[31]通过固相法成功制备了粒径分布为 $(80 \sim 100)\text{ nm}$ 的 CeO_2 粉体。具体过程如下:以

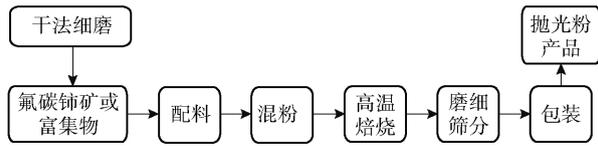


图1 固相烧结法工艺流程图

Fig. 1 Flow chart of solid-phase sintering method

$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 及 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 为原料,先制备出前驱体十水合草酸铈,然后将前驱体与模板剂 NaCl 混合搅拌均匀,将混合后的材料放入马弗炉进行高温焙烧,最终得到粒度分布均匀,无明显团聚的 CeO_2 超细粉体。

固相烧结法的优点包括工艺简单、成本较低,适用于大规模生产;然而,这种方法也有一些缺点,如能耗高、粉体可能不均匀、易引入杂质等。因此,对于要求更高纯度和更精细粒度控制的应用场景,可能需要采用液相法、气相法或其他先进的粉体制备方法。

1.2 固相机械法

固相机械法^[32,33]是一种用于制备 CeO_2 粉体的方法,固相机械法工艺如图2所示。首先,选择适合的化合物作为前驱体,将选定的前驱体与其他添加剂(如稳定剂、分散剂)进行机械混合和球磨处理,然后将球磨后的混合物在高温下焙烧,使前驱体发生化学反应转变为 CeO_2 粉体。

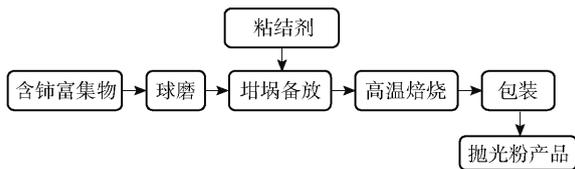


图2 固相机械法工艺流程图

Fig. 2 Flow chart of solid-phase mechanical method

吴婷等^[34]研究了湿固相机械法制备氧化铈抛光粉的过程。首先,采用正交试验探讨了球磨时长、球料比、液固比等因素对球磨后产品粒径分布的影响,并对影响产品粒度因素进行排序,从而确定最佳球磨条件。研究发现,在K9玻璃的抛光试验中,抛光速率随着焙烧温度的升高呈现出先增加后降低变化规律。当温度达到 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 时,材料去除速率(MRR)是 $342.31\text{ nm}/\text{min}$,抛光表面的均方根(RMS)粗糙度为 0.286 nm ,并且 CeO_2 粉体颗粒呈类球形形貌。

胡浩等^[35]以 $\text{Ce}_2\text{La}(\text{CO}_3)_5$ 与 NH_4F 为铈源,通过球磨制备前驱体氟碳酸镧铈,经过高温焙烧得到 CeO_2 粉体。研究结果显示,当球磨时间、球料质量比及球磨速率增加时,稀土抛光粉的粒径分布呈先减小后增大的趋势;采用较优工艺条件下制得的抛光粉对K9玻璃进行抛光,其抛蚀量达到 $1.5525\text{ mg}/\text{min}$,抛光后的产品表面粗糙度下降至 $R_a = 0.025\text{ }\mu\text{m}$ 。

固相机械法的优点在于过程简单、成本低、易于工业化生产,并且可以通过精确控制球磨和焙烧条件来制备具有特定性能的 CeO_2 粉体,这些特性使得固相机械法成为制备高性能 CeO_2 抛光粉的有效方法之一。因此,在工业生产中,球磨和焙烧条件的精确控制将成为该工艺研究的难点和重点。

2 液相法

液相法^[36]通常将含铈的可溶性前驱体在适宜的溶剂中进行溶解,通过控制温度、pH值和搅拌速度等条件,向前驱体溶液中加入沉淀剂,促使铈离子发生化学反应生成 $\text{Ce}(\text{OH})_4$ 或 $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$ 沉淀。经过过滤、洗涤去除副产物和杂质后,随后在高温下进行焙烧处理,使其转化为具有良好结晶性的 CeO_2 粉体。

2.1 水热法

水热法^[37,38]是一种常用制备粉体的合成方法,工艺示意如图3所示。水热法因其反应环境温和、反应速度较快、产物颗粒细小且均匀等优点,在实验室和工业生产中被广泛应用于制备 CeO_2 等材料。水热法是在高温高压或者常温常压的水热条件下,通过溶剂中物质的溶解和反应来得到目标产物。具体水热法步骤如下:将溶液转移到反应釜中,然后加热至一定温度(通常在 $100\sim 300\text{ }^\circ\text{C}$ 之间),在水热条件下,发生化学反应,反应完毕后将反应釜冷却至室温,通过离心、抽滤等操作将产物分离出来。最后,将分离得到的产物进行洗涤、干燥和焙烧等处理,得到 CeO_2 粉体。

戴蒙姣等^[39]以 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 为铈源,醇-水混合溶液为溶剂,制备均一亚微米级 CeO_2 。将制备的 CeO_2 对6H-SiC晶片的硅面进行CMP处理,试验数据显示,被抛光后的硅晶片表面粗糙度 $R_a = 0.243\text{ nm}$,证明制备的 CeO_2 粉体适用于化学机械抛光。



图3 水热法示意图

Fig. 3 Hydrothermal method schematic drawing

李静等^[40]以 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 为铈源,添加聚乙烯吡咯烷酮(PVP)作为辅助剂,成功合成了 CeO_2 的前驱体。随后,将得到的前驱体放入不同温度下进行高温焙烧处理,从而制备出中位粒径在 200 ~ 400 nm 的类球形 CeO_2 抛光粉。

席智强等^[41]采用 $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$ 、 $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}$ 和 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 作为反应物,成功制备纳米 CeO_2 粉体。将前驱体产物经过 300 °C 高温焙烧 10 h,最终 CeO_2 转变为具有立方萤石结构的晶体。研究发现,通过调整 $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}$ 的添加量可以有效控制 CeO_2 的尺寸和形貌,进而影响其抛光性能。

许伟等^[42]采用 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 作为铈源,成功制备了形貌独特的纳米级 CeO_2 。试验结果指出,通过水热法可以精确控制合成形状规则的八面体和立方体状纳米 CeO_2 ,且在抛光过程中表现出了显著的犁削效应。

综合上述分析,采用水热法生产 CeO_2 抛光粉具备多项显著优势。首先,所制备的 CeO_2 具有优良的晶型和可控的形貌,确保了产品质量;其次,生产工艺简便,原材料来源广泛,试验成本较低,且该方法适宜于规模化工业生产。然而,该技术面临的一个关键挑战在于水热合成过程产生的大量含氨氮

废水可能对环境造成负面影响,并且增加了废水处理的成本负担。因此,未来水热法的研究应该注重于减少废水的产生或者综合利用产生的废水,以实现可持续发展目标。

2.2 沉淀法

沉淀法^[43,44]通常分为顺序共沉淀、反序共沉淀和并流共沉淀,主要适用于含有两个或多个阳离子的溶液体系,工艺示意如图 4 所示。在共沉淀过程中,阳离子均匀分布于溶液中,加入沉淀剂后发生沉淀反应,形成成分均一的沉淀物。该方法具有以下优势:一是可直接通过化学反应获得化学成分均一的纳米粉体;二是该方法易于制备尺寸细小且粒度分布均匀的纳米粉体。

李艳花等^[45]以 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 作为铈源, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 作为沉淀剂,同时添加分散剂和氧化剂,成功合成了 CeO_2 前驱体。将制备前驱体在 800 °C 高温焙烧 2 h,得到了粒径为 25 nm 的 CeO_2 粒子。Suresh 等^[46]采用 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 作为原料,成功合成了纳米级 CeO_2 粉体。试验研究发现,焙烧温度对粉体的形貌、氧化态以及结构特性都有显著影响。

朱少敏等^[47]采用 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、弱酸性阳离子交换树脂与 Na_2CO_3 作为原料,制备出了粒径分布在 (30 ~ 50) nm 范围内的球形 CeO_2 粒子。Chen 等^[48]在醇水混合溶剂环境下,成功制备了 CeO_2 颗粒,结果表明,所合成的 CeO_2 粒子的粒径与所选用醇类的介电常数之间存在相关性。

Tyrpekl 等^[49]以 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 作为反应物,探讨了不同反应温度对前驱体形态的影响;研究结果显示,在室温下进行的反应使得前驱体

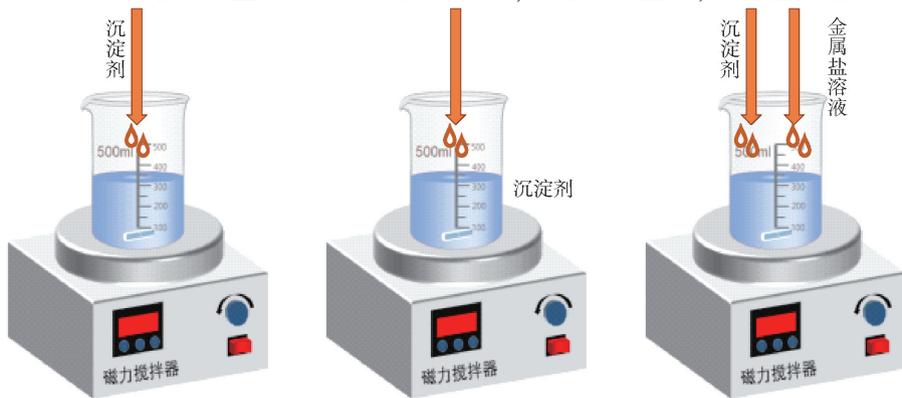


图4 沉淀法示意图

Fig. 4 Precipitation method schematic drawing

形成扁平针状结构,而在 100 ℃ 下进行的反应则导致前驱体呈现出薄块状形态;经过热处理分解前驱体之后,能够获得保持相应形状的 CeO_2 粒子。

Liu 等^[50] 选择了 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 作为铈源,采用去离子水与 $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ 的混合液作为反应介质,同时使用 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 作为沉淀剂;通过搅拌、陈化和焙烧处理,成功制备了具有多级纳米棒结构的微/纳米哑铃状 CeO_2 。

韦薇^[51] 等人通过反序化学沉淀法成功制备了超细的 CeO_2 粉体;粉体粒径分布在 (20 ~ 40) nm 之间,比表面积高达 123.14 m^2/g ,总孔体积 0.343 9 cm^3/g 。

郭锋等^[52] 采用 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 作为铈源, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 作为沉淀剂,在去离子水与 $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ 的混合溶剂中成功制备出了尺寸分布在 (8.79 ~ 48.26) nm 及 (6.23 ~ 33.64) nm 纳米级 CeO_2 粉体;研究表明,晶粒尺寸随焙烧温度的升高而增大,但过高的温度也易导致晶粒过快增大。

综上所述,沉淀法在制备氧化铈抛光粉方面具有显著的成本效益和生产效率,同时还具备晶粒尺寸小及形貌可控的优势。然而,仍需注意的是该方法在纯度控制、环境影响以及性能稳定性等方面的不足,在未来的研究与工业化应用中,研究者应当通过优化工艺流程、提高纯度控制以及减少环境影响等措施来克服这些缺点。预期未来沉淀法将作为一种可靠的方法,被广泛用于生产高性能的氧化铈抛光粉,并对抛光技术的发展做出重要贡献。

2.3 微波法

微波法^[53,54] 制备粉体主要是利用微波的选择性加热效应,微波法示意如图 5 所示。微波是频率约在 300 MHz ~ 300 GHz 之间的电磁波,具有穿透特定材料并在材料内的极性分子中被吸收的能力。这些极性分子吸收微波能量后,会振动并产生热量,使得炉内的反应物能迅速且均匀升温。在制备 CeO_2 抛光粉时,微波法不仅能加速沉淀反应,还有助于保持氟化过程的均匀以及焙烧时颗粒的均匀生长,从而获得形貌规整、结晶度高、晶型优良的 CeO_2 粉体。

贾慧灵等^[55] 以 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 作为铈源,研究氟化处理、反应环境(包括水浴和微波加热)以及焙烧温度等关键工艺参数对产品性能的作用。试验结果显示,氟化处理能够显著改善 CeO_2 颗粒的形

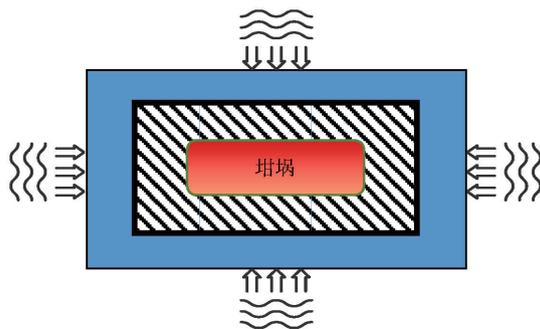


图 5 微波法示意图

Fig. 5 Microwave method schematic drawing

貌,使其从不规则碎片状改变为更加规整和圆润的类球形;同时,使用微波加热的反应环境有助于提高 CeO_2 颗粒的结晶度,优化晶型,并减少颗粒间的团聚现象;通过在最优化制备条件下调整焙烧温度,于 850 ~ 960 ℃ 的焙烧区间内,经过微波环境下氟化处理的产品能够获得较好的结晶度与晶型,同时保持较小的晶粒尺寸。

Lv 等^[56] 采用微波法制备了 CeO_2 ,并探讨了温度场对颗粒形态和纯度的影响。结果表明,提高微波功率有助于提高 CeO_2 的纯度和结晶度,使颗粒形态更规则;中心位置的反应器能产生均匀的温度场,避免团聚现象。垂直排列的波导具有更高的温度值和更温和的温度梯度,有利于获得高纯度和良好分散性的 CeO_2 颗粒。这一结果证明了微波法能够有效减少粒子的聚集程度,并且可以制备出具有更窄粒径分布的粉体。

综上所述,微波法在制备 CeO_2 抛光粉方面展现出诸多优势,包括提升反应速率、优化粉体形貌与粒度分布、增强结晶度以及改善晶型。通过微波法减少颗粒团聚,有助于获得更均匀粉体,这对于高性能抛光粉的生产至关重要。尽管微波法具备显著的优势,但在从实验室到工业生产的放大过程中,微波法需要克服均匀加热的问题。在大规模生产中,保持微波能量分布的均匀性以确保产品质量一致是一大难题。虽然微波加热具有高速率的特点,但在大规模生产中,其能耗和效率的优势并不明显,甚至可能因放大效应而导致效率降低。此外,与传统工业设备相比,微波设备的成本较高且维护更为复杂。因此,未来的研究和工业化应用需要针对这些问题进行深入探索,以实现微波法在抛光粉生产领域的广泛应用,并为抛光材料的生产和应用带来新的

突破。

2.4 微乳液法

微乳液法^[57]是一种利用表面活性剂在水-油界面处形成稳定的微乳液体系来合成纳米粒子的技术,微乳液法工艺流程如图6所示。通过这种方法,可以精确控制纳米粒子的尺寸和形貌。在制备 CeO_2 抛光粉的过程中,首先将表面活性剂(如非离子型或阴离子型)和油类物质(例如碳氢化合物)加入水中,并通过搅拌形成一个稳定的微乳液体系;然后,将前驱体溶液,比如氯化铈溶液,引入到微乳液体系中,在表面活性剂的作用下,前驱体在微乳液滴内部进行化学反应,生成 CeO_2 纳米粒子;随着反应的进行, CeO_2 粒子从微乳液滴中分离出来,形成固态沉淀物;通过沉淀分离、洗涤和干燥等步骤去除未反应完的物质和杂质;最后,将收集到的沉淀物在特定温度下焙烧,从而获得 CeO_2 粉体。

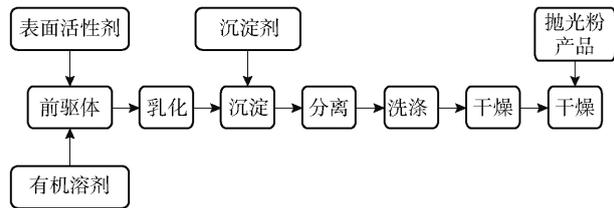


图6 微乳液法工艺流程图

Fig. 6 Flow chart of microemulsion method

孙维艳等^[58]由脂肪醇聚氧乙烯醚(AEO-3)、正辛烷和 CH_3OH 构成的非水微乳液体系建立了化学反应的环境,运用紫外-可见光谱(UV-Vis)和染色法对微乳液的微观结构进行详细分析;在 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 浓度 0.3 mol/L 、 NaOH 浓度 0.9 mol/L 、 CH_3OH 质量分数14%的条件下,成功制备了高纯度的萤石型纳米 CeO_2 。这些纳米颗粒粒径均匀介于 $(10 \sim 20) \text{ nm}$ 之间,并呈现出规则的球形分布。

朱文庆等^[59]通过微乳液法成功合成了尺寸精确可控、高纯度的萤石结构纳米 CeO_2 抛光粉。在试验中,研究者确定了最佳的微乳液体系组成和反应条件,以及反应物 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 浓度等关键因素。所制备的纳米 CeO_2 具有完整的立方晶体结构,良好的分散性,并且平均粒径控制在 $(5 \sim 18) \text{ nm}$ 范围。

微乳液法的主要优势在于能够生产尺寸一致、形态可调的纳米粒子,通过精确调整试验条件,可以进一步优化产品特性,以满足特定应用的需求。此

外,微乳液法对环境友好也是其显著优点之一,因为该方法通常无需使用有害溶剂,从而减少了对环境的负面影响。尽管如此,微乳液法实施过程中所需的精确工艺控制增加了方法的复杂性,这些复杂性不仅提高了成本,延长了研发周期,还增加了产业化的难度。因此,在未来的研究和应用中,需要在保持微乳液法优势的同时,努力简化工艺、降低成本,并推动其在工业领域的广泛应用。

2.5 溶胶凝胶法

溶胶-凝胶法^[60,61]是一种高效的化学制备方法,工艺示意如图7所示。这种方法首先将选定的原料均匀分散在适当溶剂中;随后,这些原料经过水解反应转化为具有反应活性的单体;这些活性单体通过缩聚反应逐渐形成溶胶态;随着反应的进行,溶胶逐步发展成为具有特定空间网络结构的凝胶;最终,将凝胶经过干燥和焙烧处理,精确制得目标材料。

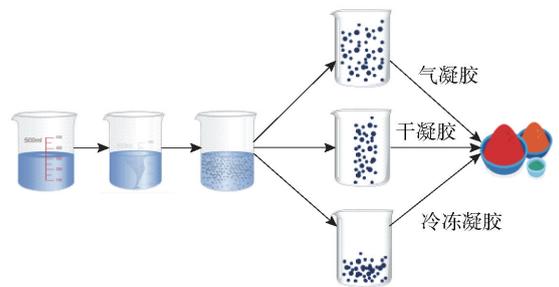


图7 溶胶凝胶法示意图

Fig. 7 Sol-gel method schematic drawing

李德贵等^[62]采用溶胶-凝胶法,以 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 为配体,成功制备了 CeO_2 粉体;结果表明,在最佳合成条件下,即 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 与 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 物质的量比 $1:2$ 、 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 摩尔浓度 0.5 mol/L 、成胶温度 $60 \text{ }^\circ\text{C}$ 、成胶时间 16 h ,制得凝胶;然后将凝胶在 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ 下焙烧 3 h ,可获得平均晶粒度为 22.5 nm 的 CeO_2 粉体。

溶胶凝胶法在制备 CeO_2 抛光粉方面展现出其独特的优势,尤其是在粒径控制方面表现出色,但该方法存在反应周期长、工艺复杂等缺点,未来的研究和工业化应用需着力于优化工艺流程、降低成本、提高效率。具体来说,可以探索更高效的催化剂来加速反应过程,简化工艺步骤以降低操作难度;此外,研究新的原料来源和更加环保的溶剂也是提升整个制备过程可持续性的关键。通过这些措施,未来有

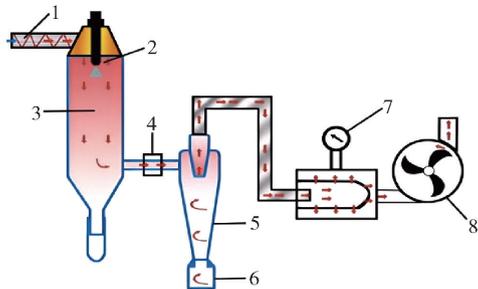
望进一步发挥溶胶凝胶法在材料制备领域的优势,推动其在工业应用中的广泛应用。

3 气相法

气相法是一种先进的制备 CeO_2 抛光粉的工艺,其利用在气相中进行化学反应来生成所需的物质。通常,铈离子以有机金属化合物的形式存在,这些前驱体物质在高温条件下蒸发成气态分子,然后与氧气发生化学反应,形成 CeO_2 颗粒。通过精确控制反应条件,如温度、压力和气体流速,可以调整生成颗粒的粒径分布和形态。随后,通过冷凝或其他收集技术将 CeO_2 颗粒分离出来,并经过洗涤和干燥等后处理步骤进行提纯和稳定化。气相法制备过程不仅提高了生产效率,还允许对产品特性进行精确调控,以满足不同应用领域的需求。

3.1 喷雾干燥法

喷雾干燥技术^[63]是一种高效的纳米粒子制备方法,喷雾干燥法示意如图 8 所示。首先将前驱体物质溶解于适宜的溶剂(例如水或醇类)中,形成均质溶液;随后,利用雾化装置,如压力喷嘴或离心喷雾器,将该溶液分散成细小的液滴,这些液滴的尺寸通常介于亚微米到微米之间;当这些微小的雾滴进入高温的热风干燥室时,会迅速失去其中的溶剂,随着溶剂的快速蒸发,前驱体会凝结并沉淀形成固体颗粒;收集得到的粉末,通过洗涤去除多余的盐分和其他可能的杂质,然后经过干燥处理和焙烧获得所需的 CeO_2 粉体。



1. 物料口;2. 喷雾装置;3. 反应器;4. 连接装置;5. 旋风收集器;6. 收集器;7. 压力表;8. 引风装置

图 8 喷雾干燥法示意图

Fig. 8 Spray drying method schematic drawing

王奇等^[64]通过喷雾干燥技术成功制备了尺寸精确可控、高纯度的萤石结构纳米 CeO_2 抛光粉,并对合成过程进行了系统分析。通过精确调节试验参

数,制得了性能符合特定应用需求的纳米 CeO_2 颗粒。

韩磊等^[65]采用 $Ce_2(CO_3)_3$ 作为铈源,硅溶胶作为硅源,通过喷雾干燥技术制备了 CeO_2-SiO_2 复合氧化物前驱体。随后,通过对这些前驱体进行焙烧处理,得到了性能优异的复合抛光粉。所得到的复合抛光粉粒径 D50 为 $0.985 \mu m$,且在抛光过程中产生的表面划痕极少,表现出最佳的抛光效果。

喷雾干燥技术的主要优势在于其能够实现微米粒子的连续生产,同时保证产品的高均匀性和粒径可控性。这一技术非常适合于大规模批量生产,并且因其最小化有害溶剂的使用而被视为环境友好型方法,从而受到广泛推崇。然而,要确保生成高品质的纳米粒子,该技术需要对过程参数进行精确控制,包括温度、喷雾速率和干燥时间等关键因素。此外,该方法不仅适合大规模生产,还可以与其他技术(例如表面改性技术)集成,以进一步增强产品的性能。在未来发展中,研究应集中于优化和控制工艺参数,以确保产品质量的一致性和可重复性。同时,探索与新兴技术的结合可能性,如绿色化学和自动化系统,以提高生产效率和降低成本,将是推动该技术在工业应用中更广泛利用的关键。

3.2 喷雾热解法

喷雾热解法^[66,67]是一种先进的纳米粒子制备技术,其结合了喷雾干燥与热解两个过程,工艺示意如图 9 所示。在合成 CeO_2 抛光粉的过程中,首先将前驱体物质,如 $CeCl_3 \cdot 7H_2O$ 或 $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$,溶解在适当的溶剂中,形成均匀溶液;然后,使用超声雾化装置将该溶液分散成极细的雾滴,当这些雾滴进入热解区域时,溶剂迅速蒸发,同时前驱体发生热解反应,转变为氧化物状态的纳米颗粒;这些颗粒被收集后进一步通过焙烧处理来获得最终 CeO_2 粉体。喷雾热解技术因其能够连续生产尺寸和形态高

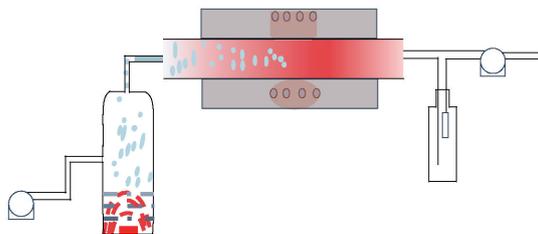


图 9 喷雾热解法示意图^[66]

Fig. 9 Spray pyrolysis method schematic drawing

度一致的纳米粒子而受到青睐,非常适合规模化生产。

吴文远等^[68]针对传统沉淀法合成 CeO_2 的工艺进行了改进优化,以 $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶液为铈料,采用超声喷雾热解法制备超细 CeO_2 粉体;系统研究了 $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 的热分解行为及所得样品性能,结果显示,在 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 的条件下,通过超声喷雾热解法所制备的 CeO_2 表现出优异分散性及规则形貌,且粒径主要分布在 $(0.11 \sim 0.80)\ \mu\text{m}$ 之间。

杨国胜等^[69]采用 $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶液作为铈料,并向 $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 前驱体溶液中加入一定浓度 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$,通过喷雾热解法成功制备了纳米级 CeO_2 实心粉体;研究者通过调整 $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶液和 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 浓度进行喷雾热解试验发现,当设定焙烧温度 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶液浓度 $100\ \text{g/L}$ 、 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 浓度 $0.029\ \text{mol/L}$ 时,所得到的 CeO_2 粉体具有优异的结晶性能和规整的球形结构。

综上所述,超声喷雾热解法不仅流程简短,而且在资源的综合高效利用方面表现突出,并且能够生产出具有规则形态、小粒径和优异分散性的 CeO_2 颗粒;此外,制备过程中产生的 HCl 气体可以被吸收利用。然而,要进一步推广和应用超声喷雾热解法,仍需解决如提高产量规模、优化设备设计和降低能耗等问题,未来研究应集中于提升过程的自动化水平、增强系统的稳定性和可靠性、探索更多的原料来源和更环保的溶剂体系等,通过技术创新和优化,超声喷雾热解法有望在材料制备领域发挥更大的作用,为各行各业的发展提供支持。

4 制备方法综合评价

CeO_2 是一种重要的稀土材料,因其独特的化学和物理性质,在许多领域有广泛的应用。表 1 对上文提到的各种制备 CeO_2 粉体的方法进行了整理,并梳理了各方法的特点及工业应用情况。

表 1 氧化铈制备方法综合评价

Table 1 Comprehensive evaluation of cerium oxide preparation methods

制备方法	方法分类	产品纯度	粉体粒度	成本	环保性	工艺复杂性	可否工业化
固相法	固相烧结法	较高 受原料纯度影响较大	微米级	较低	一般	一般	可以 能耗高
	固相机械法	较高 受原料纯度影响较大	微米级	较低	一般	一般	可以 能耗高
液相法	水热法	较高	纳米/微米级	适中	一般 废水处理	一般	可以
	溶胶凝胶法	高	纳米/微米级	适中	一般 废水处理	较难	难度较大
液相法	共沉淀	较高	纳米/微米级	适中	一般 废水处理	一般	可以
	微波法	较高	纳米/微米级	较高	较好	较难	难度较大
	微乳液法	较高	纳米/微米级	较高	一般 废水处理	较难	难度较大
气相法	喷雾干燥法	较高	纳米/微米级	适中	较好	一般	可以 设备要求高
	喷雾热解法	高	纳米/微米级	较高	好	一般	可以 设备要求高

由表 1 可知,固相法通过高温焙烧铈盐或铈氧化物来制备 CeO_2 粉体,尽管操作简便,但所得粉末的粒度分布较宽,能耗也相对较高;液相法包括溶胶-凝胶法、共沉淀法、水热法、微波法、微乳液法等,这些方法能够较好地控制粉末的粒度和形貌,但制备过程较为复杂,且由于产生大量氨氮废水,

制造成本相对较高;气相法如喷雾干燥法、喷雾热解法,可以得到高纯度、粒度均匀的 CeO_2 粉末,但对设备的要求较高。未来,随着全球对环境保护意识的增强,开发低能耗、绿色合成方法已成为大势所趋,气相法和其他环境友好型合成方法将受到更多关注。

5 总结与展望

本文总结了制备 CeO_2 抛光粉的三种主要方法:固相法(固相烧结法、固相机械法)、液相法(水热法、溶胶-凝胶法、沉淀法、微波法、微乳液法等)和气相法(喷雾干燥法、喷雾热解法),并探讨了其在高质量抛光粉制备中的研究进展。

1)固相法包括固相烧结法和固相机械法,固相烧结法通过高温下固体颗粒的直接接触和反应来制备 CeO_2 ,而固相机械法则利用机械力促使固体颗粒发生化学反应,这两种方法通常能耗较高、反应时间较长。

2)液相法包括水热法、溶胶-凝胶法、沉淀法、微波法和微乳液法等,这些方法在较低的温度下进行,能够更好控制颗粒的大小和形貌,从而获得粒度更均匀的抛光粉;然而,部分液相法工艺复杂,溶剂及副产物的处理亦需优化。

3)气相法主要包括喷雾干燥法和喷雾热解法,通过将溶液或悬浮液雾化成细小的液滴,然后在高温下迅速蒸发溶剂并形成固体颗粒,能够生产出具有特定形态和大小的抛光粉。但气相法对设备要求高,且能耗大。

CeO_2 抛光粉的制备技术各具优势和局限性。随着精密制造技术的不断进步,智能化生产技术正在逐渐融入 CeO_2 抛光粉的生产过程中。这一变革不仅显著提升了生产效率,还通过精确的过程控制进一步提高了产品质量,同时降低了生产成本。未来的研究将更加专注于 CeO_2 抛光粉的粒径和形貌控制,以优化其在各种应用领域的性能。同时,随着全球对环境保护意识的增强,开发低能耗、绿色合成方法已成为大势所趋。气相法和其他环境友好型合成方法将受到更多关注,因为其能有效减少有害物质的排放,并降低对环境的影响。为了实现这些目标,研究者们需要解决当前方法中的高能耗、环境污染、复杂的工艺和高成本等问题,并寻找更加高效、环保和可控的合成途径。通过持续的技术创新和优化,有望在未来实现抛光粉生产的创新以及大规模产业化发展,满足日益增长的市场需求,同时保护环境。

[参考文献]

[1] 马慧斌. 2018—2024 年全球纳米氧化铈市场年复合增长率将达到 21.5% [J]. 无机盐工业, 2019, 51(3): 83-84.

MA Huibin. Global cerium oxide nanoparticles market to witness a CAGR of 21.5% during 2018—2024 [J]. Inorganic Chemicals Industry, 2019, 51(3): 83-84.

[2] 李学舜. 稀土抛光粉的生产及应用 [J]. 中国稀土学报, 2002, 20(5): 392-397.

LI Xueshun. Preparation and application of rare earth polishing powder [J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths, 2002, 20(5): 392-397.

[3] 李永绣, 周新木, 辜子英, 等. 稀土抛光材料的生产应用及其新进展 [J]. 稀土, 2002, 23(5): 71-74.

LI Yongxiu, ZHOU Xinmu, GU Ziyang, et al. Production application and new progress of rare earth polishing materials [J]. Chinese Rare Earths, 2002, 23(5): 71-74.

[4] 洪春水, 杨雷, 祝文才. 二氧化铈纳米材料的研究进展 [J]. 广东化工, 2021, 48(19): 91-94.

HONG Chunshui, YANG Lei, ZHU Wencai. Research progress of ZnO :Eu nanomaterials [J]. Guangdong Chemical Industry, 2021, 48(19): 91-94.

[5] 赵丹, 梁飞雪, 封瑞江, 等. CeO_2 纳米材料的制备与应用研究进展 [J]. 现代化工, 2020, 40(11): 67-70.

ZHAO Dan, LIANG Feixue, FENG Ruijiang, et al. Research progress in preparation and application of cerium dioxide nanomaterials [J]. Modern Chemical Industry, 2020, 40(11): 67-70.

[6] 韩丹, 胡珊珊, 杨剑英. 浅析稀土抛光粉的发展现状及思考 [J]. 稀土信息, 2022(5): 26-29.

HAN Dan, HU Shanshan, YANG Jianying. Analysis on the development status and thinking of rare earth polishing powder [J]. Rare Earth Information, 2022(5): 26-29.

[7] 王也, 张保国, 吴鹏飞, 等. 用于光学玻璃 CMP 的高效稀土抛光液研究 [J]. 润滑与密封, 2023, 48(5): 79-84.

WANG Ye, ZHANG Baoguo, WU Pengfei, et al. Research on high-efficiency rare earth polishing slurry for CMP of optical glass [J]. Lubrication Engineering, 2023, 48(5): 79-84.

[8] ZHONG Zhaowei. Recent developments and applications of chemical mechanical polishing [J]. The International Journal of Advanced Manufacturing, 2020, 109(5): 1419-1430.

[9] PARASHAR A, KUMAR M, RAJ KUMAR P. Experimental investigation of chemical mechanical polishing (CMP) process parameters through polishing of optical glass [J/OL]. AIP Conference Proceedings, 2024, 2986(1). <https://doi.org/10.1063/5.0193883>.

[10] YUAN Xiaoyue, LEI Hong, CHEN Chuandong. An ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) surface-functionalized CeO_2 composite abrasives with the effective improvement of the removal rate on glass CMP [J]. Ceramics International, 2024, 50(1): 293-305.

[11] LEI Hong, YUAN Xiaoyue, CHEN Chuandong, et al. Synthesis characterization of CeO_2 @ZIF-8 composite abrasives and their chemical mechanical polishing behavior on glass substrate [J].

- Ceramics International, 2023, 49(3): 5189–5198.
- [12] HAN Xinyu, LIU Renhao, TAN Baimei, et al. Research progress on the application of ceria nanoparticles as abrasives in dielectric layer CMP and post cleaning: structure, morphology, doping, and mechanism [J]. *Colloids and Surfaces A-physicochemical and Engineering Aspects*, 2023, 679: 132551.
- [13] ZHAO Zifeng, ZHANG Zhenyu, SHI Chunjing, et al. Dispersion and polishing mechanism of a novel CeO₂-LaOF-based chemical mechanical polishing slurry for quartz glass [J]. *Materials*, 2023, 16(3): 1148–1149.
- [14] YAMOCKUL S, THAMRONGANANSKUL N. Cerium Oxide polishes lithium disilicate glass ceramic via a chemical-mechanical process [J]. *European Journal of Dentistry*, 2023, 17(3): 720–726.
- [15] SHI Ning, CHEN Yali, YIN L, et al. Monodispersion of SiO₂/CeO₂ binary nano-abrasives with adjustable size in chemical mechanical polishing performance of copper [J]. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 2023, 12(7): 74001–74002.
- [16] ZHANG Zhenyu, GUAN Da, WANG Ning, et al. Controlling crystallization pathway for synthesizing high-polishing performance spherical cerium oxide [J]. *Journal of Rare Earths*, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jre.2024.04.026>.
- [17] NI Zifeng, FAN Qiang, CHEN Guomei, et al. Influence of cerium oxide abrasive particle morphologies on polishing performance [J]. *Crystal Research and Technology*, 2024, 59(6): 2300308.
- [18] 闫妹, 檀柏梅, 王亚珍, 等. CeO₂ 磨料在介质化学机械抛光及后清洗中应用的研究进展 [J]. *稀土*, 2023, 44(3): 106–117.
- YAN Mei, TAN Baimei, WANG Yazhen, et al. Research Progress of Application of Ceria Abrasive in Chemical Mechanical Polishing and Post-cleaning of Dielectriclayer [J]. *Chinese Rare Earths*, 2023, 44(3): 106–117.
- [19] XU Ning, HAN Weizhong, WANG Yuchun, et al. Nanoscratching of copper surface by CeO₂ [J]. *Acta Materialia*, 2017, 124(1): 343–350.
- [20] LIU Dongdong, ZHANG Zhenyu, ZHOU Hongxiu, et al. Angstrom surface on copper induced by novel green chemical mechanical polishing using ceria and silica composite abrasives [J]. *Applied Surface Science*, 2023, 640: 158382.
- [21] ZHOU Jiakai, NIU Xinhuan, CUI Yaqi, et al. Study on the film forming mechanism, corrosion inhibition effect and synergistic action of two different inhibitors on copper surface chemical mechanical polishing for GLSI [J]. *Applied Surface Science*, 2020, 505: 144507.
- [22] 孙加营, 方杨飞, 张一波, 等. CuO 修饰 CeO₂ 纳米复合磨料的制备及抛光性能 [J]. *材料导报*, 2023, 37(3): 110–114.
- SUN Jiaying, FANG Yangfei, ZHANG Yibo, et al. Preparation and polishing properties of CuO-modified CeO₂ nanocomposites abrasives [J]. *Materials Reports*, 2023, 37(3): 110–114.
- [23] 李梦琦, 孙鸣, 马忠臣. 络合剂对铜 CMP 去除速率及机理的研究 [J]. *应用化工*, 2023, 52(1): 34–38.
- LI Mengqi, SUN Ming, MA Zhongchen. Study on removal rate and mechanism of copper CMP by complexing agent [J]. *Applied Chemical Industry*, 2023, 52(1): 34–38.
- [24] 杨小海, 李安, 宫慧勇, 等. 不同沉淀剂制备氧化铈抛光粉 [J]. *铜业工程*, 2023(2): 86–91.
- YANG Xiaohai, LI An, GONG Huiyong, et al. Cerium oxide polishing powder prepared by different precipitating agent [J]. *Copper Engineering*, 2023(2): 86–91.
- [25] 杨明君, 边雪, 李艳平, 等. 六偏磷酸钠对氧化铈悬浮性能的影响及其机理 [J]. *材料与冶金学报*, 2023, 22(6): 559–565.
- YANG Mingjun, BIAN Xue, LI Yanping, et al. Effect and mechanism of sodium hexametaphosphate on the suspension performance of ceria [J]. *Journal of Materials and Metallurgy*, 2023, 22(6): 559–565.
- [26] 蒋春虎. 沉淀剂 pH 值对氧化铈抛光粉颗粒形貌的影响 [J]. *世界有色金属*, 2019, 44(20): 186–187.
- JIANG Chunhu. Effect of pH value of precipitant on particle morphology of ceria polishing powder [J]. *World Nonferrous Metals*, 2019, 44(20): 186–187.
- [27] ZHANG Long, ZHU Limin, ZHOU Tianfeng, et al. Study on the grinding characteristics of sapphire with the assistant of cerium oxide liquid [J]. *Material and Design*, 2022, 215(1): 110451.
- [28] 李文杰, 徐晓倩, 岳嘉宁, 等. 室温固相合成氧化铈纳米抛光粉工艺研究 [J]. *山东陶瓷*, 2023, 46(5): 50–55.
- LI Wenjie, XU Xiaoqian, YUE Jianning, et al. Study on synthesis of cerium oxide nano-polishing powder in solid phase at room temperature [J]. *Shandong Ceramics*, 2023, 46(5): 50–55.
- [29] ZHONG Hui, QIU Kehui, QIU Yuchong, et al. Preparation of ceria from bastnaesite with NaHCO₃ as fluoride retention additive [J]. *Applied Mechanics and Materials*, 2014, 477: 1423–1427.
- [30] 梅燕, 陈文娟, 陈学安. 氟化镧铈抛光粉的焙烧制备及抛光性能研究 [J]. *功能材料*, 2024, 55(1): 1010–1015.
- MEI Yan, CHEN Wenjuan, CHEN Xuean. Preparation and polishing performance of lanthanum cerium fluoride polishing powder [J]. *Functional Materials*, 2024, 55(1): 1010–1015.
- [31] 庄稼, 迟燕华, 吴修贤, 等. 固相反应两步法制备纳米 CeO₂ 及其机制研究 [J]. *中国稀土学报*, 2004(5): 641–646.
- ZHUANG Jia, CHI Yanhua, WU Xiuxian, et al. Nanometer CeO₂ powder prepared by two-step solid-state reaction [J]. *Journal of the Chinese Society of Rare Earths*, 2004(5): 641–646.
- [32] 宁蕊蕊, 查五生, 张丽, 等. 固相反应法制备超细氧化铈的球磨工艺优化研究 [J]. *无机盐工业*, 2012, 44(08): 25–27.

- NING Xiarui, ZHA Wusheng, ZHANG Li, et al. Optimization of ball mill technology for preparation of ultrafine CeO₂ by solid state reaction [J]. *Inorganic Chemicals Industry*, 2012, 44(08): 25-27.
- [33] 智红梅, 蒋清民, 陈金身, 等. 氧化铝-氧化铈核/壳复合磨料的性能测定 [J]. *金刚石与磨料磨具工程*, 2013, 33(2): 72-75.
- ZHI Hongmei, JIANG Qingmin, CHEN Jinshen, et al. Performance measurement of compound abrasive grains of alumina-ceria [J]. *Diamond and Abrasives Engineering*, 2013, 33(2): 72-75.
- [34] 吴婷, 李静, 朱敏萱, 等. 湿固相机械法制备氧化铈抛光粉 [J]. *稀土*, 2020, 41(5): 1-10.
- WU Ting, LI Jing, ZHU Minxuan, et al. Preparation of ceria polishing powder by wet solid phase mechanical method [J]. *Chinese Rare Earths*, 2020, 41(5): 1-10.
- [35] 胡浩, 李梅, 王冕堂, 等. 球磨法制备铈基稀土抛光粉及其抛光性能研究 [J]. *稀土*, 2019, 40(5): 47-54.
- HU Hao, LI Mei, WANG Mitang, et al. Properties of ceria-based rare earth polishing powder prepared by ball milling method [J]. *Chinese Rare Earths*, 2019, 40(5): 47-54.
- [36] 刘玉娟, 许骥, 佟宇飞, 等. 氧化铈纳米材料合成方法的研究进展 [J]. *辽宁石油化工大学学报*, 2017, 37(5): 8-12.
- LIU Yujuan, XU Ji, TONG Yufei, et al. Progress in research of the synthesis methods of nanometer ceria [J]. *Journal of Liaoning Petrochemical University*, 2017, 37(5): 8-12.
- [37] 陈月. 微/纳米氧化铈的可控合成与机械抛光机理研究 [D]. 衡阳: 南华大学, 2018.
- CHEN Yue. Study on the controllable synthesis and mechanical polishing mechanism of micro/nano ceria [D]. Hengyang: University of South China, 2018.
- [38] SANKAR J, KUMAR S S. Synthesis and characterization of nano cerium oxide using hydrothermal technique [J]. *Incas Bulletin*, 2021, 13(1): 173-181.
- [39] 戴蒙姣, 陈国美, 倪自丰, 等. 均一亚微米级氧化铈抛光粉的制备 [J]. *金刚石与磨料磨具工程*, 2022, 42(4): 428-432.
- DAI Mengjiao, CHEN Guomei, NI Zifeng, et al. Preparation of homogeneous sub-micron cerium oxide polishing powder [J]. *Diamond and Abrasives Engineering*, 2022, 42(4): 428-432.
- [40] 李静, 常民民, 孙明艳, 等. 水热-煅烧法制备亚微米 CeO₂ 抛光粉 [J]. *中国稀土学报*, 2016, 34(1): 44-49.
- LI Jing, CHANG Minmin, SUN Mingyan, et al. Preparation of submicron ceria polishing powder via hydrothermal-calcination method [J]. *Journal of the Chinese Society of Rare Earths*, 2016, 34(1): 44-49.
- [41] 席智强, 陈勇. 醋酸锌对氧化铈 (CeO₂) 形貌及抛光性能的影响 [J]. *现代化工*, 2019, 39(S1): 120-123.
- XI Zhiqiang, CHEN Yong. Effect of zinc acetate on morphology and polishing properties of cerium oxide [J]. *Modern Chemical Industry*, 2019, 39(1): 120-123.
- [42] 许伟, 林泽慧, 胡鹏飞, 等. 纳米氧化铈 (CeO₂) 的可控合成及其抛光性能的研究 [J]. *山东化工*, 2020, 49(2): 30-32.
- XU Wei, LIN Zehui, HU Pengfei, et al. Controllable synthesis and polishing properties of ceria behavior of ceria nanoparticles [J]. *Shandong Chemical Industry*, 2020, 49(2): 30-32.
- [43] 乔军, 张升强, 王新宇, 等. 用碳酸氢铵沉淀法制备大颗粒氧化铈试验研究 [J]. *湿法冶金*, 2023, 42(6): 628-637.
- QIAO Jun, ZHANG Shengqiang, WANG Xinyu, et al. Preparation of large particles of cerium oxide by ammonium bicarbonate precipitation [J]. *Hydrometallurgy of China*, 2023, 42(6): 628-637.
- [44] BAO Zhonghua, LI Ke, WANG Shuo. Preparation and characterization of submicron-cerium oxide by hypergravity coprecipitation method [J]. *Advanced Powder Technology*, 2021, 32(5): 1611-1618.
- [45] 李艳花, 傅毛生, 危亮华, 等. 直接沉淀法制备纳米氧化铈及其抛光硅晶片的性能与影响因素 [J]. *中国稀土学报*, 2010, 28(3): 316-321.
- LI Yanhua, FU Maosheng, WEI Lianghua, et al. Preparation of ceria nanoparticles using direct precipitate method and factors influencing on polishing performance for silicon wafer [J]. *Journal of the Chinese Society of Rare Earths*, 2010, 28(3): 316-321.
- [46] SURESH R, PONNUSWAMY V, MARIAPPAN R. Effect of annealing temperature on the microstructural, optical and electrical properties of CeO₂ nanoparticles by chemical precipitation method [J]. *Applied Surface Science*, 2013, 273: 457-464.
- [47] 朱少敏, 邱介山, 姜玉玲. 离子交换均匀沉淀法合成纳米 CeO₂ 研究 [J]. *大连理工大学学报*, 2010, 50(2): 167-170.
- ZHU Shaomin, QIU Jieshan, JIANG Yuling. Preparation of CeO₂ nanoparticles by ion exchange homogenous precipitation method [J]. *Journal of Dalian University of Technology*, 2010, 50(2): 167-170.
- [48] HUEYING C, HUNYI C. Homogeneous precipitation of cerium dioxide nanoparticles in alcohol/water mixed solvents [J]. *Colloids and Surfaces. A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2004, 242(1-3): 61-69.
- [49] VACIAV T, PAVLINA M, MILAN D, et al. Cerium oxalate morphotypes; synthesis and conversion into nanocrystalline oxide [J]. *Inorganic Chemistry*, 2019, 58(15): 10111-10118.
- [50] LIU Haowen, LIU Hefei. Preparing micro/nano dumbbell-shaped CeO₂ for high performance electrode materials [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 681: 342-349.
- [51] 韦薇, 杨冬霞, 杨申明, 等. 化学共沉淀法制备纳米二氧化铈的研究 [J]. *稀土*, 2009, 30(5): 19-21.
- WEI Wei, YANG Dongxia, YANG Shenming, et al. Nanosized

- CeO₂ powder prepared by chemical co-precipitation method [J]. Chinese Rare Earths, 2009, 30(5): 19–21.
- [52] 郭锋, 王晓东, 宫继成. 草酸盐沉淀法制备纳米 CeO₂ 研究 [J]. 内蒙古工业大学学报(自然科学版), 2008(1): 25–29.
- GUO Feng, WANG Xiaodong, GONG Jicheng. A study on preparation of nanocrystallite CeO₂ by way of oxalate precipitation [J]. Journal of Inner Mongolia University of Technology (Natural Science Edition), 2008(1): 25–29.
- [53] 欧阳成, 臧兵, 陈龙. 在微波模式下制备超细氧化铈 [J]. 世界有色金属, 2021(20): 111–112.
- OUYANG Cheng, ZANG Bing, CHEN Long. Preparation of ultrafine cerium oxide in microwave mode [J]. World Nonferrous Metals, 2021(20): 111–112.
- [54] LV Chao, LIU Yanlong, YANG Tao, et al. Effect of microwave heating on the mixing effect of chlorinated cerium solution and the preparation of cerium oxide [J]. JOM, 2024, 76(3): 1737–1745.
- [55] 贾慧灵, 徐阳, 吴锦绣, 等. 制备条件对二氧化铈抛光粉性能的影响 [J]. 稀土, 2022, 43(4): 37–45.
- JIA Huiling, XU Yang, WU Jinxiu, et al. Effect of preparation conditions on the properties of cerium oxide polishing powder [J]. Chinese Rare Earths, 2022, 43(4): 37–45.
- [56] LV Chao, YIN Hongxin, LIU Yanlong, et al. Preparation of cerium oxide via microwave heating: research on effect of temperature field on particles [J]. Crystals, 2022, 12(6): 843–843.
- [57] 袁焜昆. 微乳液中纳米二氧化铈的合成及应用 [D]. 西安工程大学, 2014.
- YUAN Yukun. Synthesis of cerium oxide nanoparticles in the microemulsion and application [D]. Xi'an: Xi An Polytechnic University, 2014.
- [58] 孙维艳, 吕银荣, 王峰. 基于非水微乳液法纳米二氧化铈的制备及表征 [J]. 日用化学工业, 2020, 50(03): 159–163.
- SUN Weiyang, LYU Yinrong, WANG Feng. Preparation and characterization of nano-CeO₂ based on non-aqueous microemulsion method [J]. China Surfactant Detergent & Cosmetics, 2020, 50(3): 159–163.
- [59] 朱文庆, 许磊, 马瑾, 等. 粒径可控纳米 CeO₂ 的微乳液法合成 [J]. 物理化学学报, 2010, 26(5): 1284–1290.
- ZHU Wenqing, XU Lei, MA Jin, et al. Size controlled synthesis of CeO₂ nanoparticles by a microemulsion method [J]. Acta Physico-Chimica Sinica, 2010, 26(5): 1284–1290.
- [60] PARASHAR M, SHUKIA V K, SINGH R. Metal oxides nanoparticles via sol-gel method: a review on synthesis, characterization and applications [J]. Journal of Materials Science in Electronics, 2020, 31(5): 3729–3749.
- [61] 张鹏珍, 雷红, 张剑平, 等. 纳米氧化铈的制备及其抛光性能的研究 [J]. 光学技术, 2006, 32(5): 682–684.
- ZHANG Pengzhen, LEI Hong, ZHANG Jianping, et al. Preparation of nano-sized CeO₂ and its polishing performances [J]. Optical Technique, 2006, 32(5): 682–684.
- [62] 李德贵, 甘红梅. 溶胶-凝胶法制备氧化铈粉体及其对晶粒度的影响 [J]. 广东化工, 2014, 41(6): 37–38.
- LI Degui, GAN Hongmei. The preparation of CeO₂ powder and the effect on grain size [J]. Guangdong Chemical Industry, 2014, 41(6): 37–38.
- [63] 杨晓宾, 王筠松, 郭耘, 等. 含氟铈复合氧化物的制备、结构及性能研究 [J]. 中国稀土学报, 2017, 35(1): 83–91.
- YANG Xiaobin, WANG Junsong, GUO Yun, et al. Preparation, structure and property of fluorinated lanthanum cerium mixed oxide [J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths, 2017, 35(1): 83–91.
- [64] 王奇, 杨敏, 陈运法. 颗粒可控分散技术在 CeO₂ 抛光粉生产中的应用研究 [J]. 中国稀土学报, 2011, 29(6): 724–729.
- WANG Qi, YANG Min, CHEN Yunfa. Application of particle controllable dispersion technology on CeO₂ polishing powder production [J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths, 2011, 29(6): 724–729.
- [65] 韩磊, 李梅, 柳召刚, 等. 喷雾干燥法制备 CeO₂-SiO₂ 复合抛光粉 [J]. 中国粉体技术, 2015, 21(3): 16–20.
- HAN Lei, LI Mei, LIU Zhaogang, et al. Preparation of CeO₂-SiO₂ composite polishing powders by spray drying [J]. China Powder Science and Technology, 2015, 21(3): 16–20.
- [66] 黄娟. 喷雾热解法制备微米级 CeO₂ 的研究 [D]. 包头: 内蒙古科技大学, 2022.
- HUANG Juan. Study on preparation of micron scale CeO₂ by spray pyrolysis [D]. Baotou: Inner Mongolia University of Science and Technology, 2022.
- [67] WU Yongfu, LI Hong, BIAN Xue, et al. Green and short preparation of CeO₂ nanoparticles with large specific surface area by spray pyrolysis [J]. Materials, 2021, 14(17): 1–10.
- [68] 吴文远, 薛首峰, 边雪, 等. 超细氧化铈制备工艺研究 [J]. 东北大学学报(自然科学版), 2015, 36(6): 800–804.
- WU Wenyuan, XUE Shoufeng, BIAN Xue, et al. Study on the preparation process for CeO₂ superfine powder [J]. Journal of Northeastern University (Natural Science), 2015, 36(6): 800–804.
- [69] 杨国胜, 边雪, 崔凌霄, 等. 氯化铈溶液喷雾焙烧制备纳米氧化铈实心粉体的研究 [J]. 稀土, 2017, 38(1): 72–78.
- YANG Guosheng, BIAN Xue, CUI Lingxiao, et al. Study on preparation of nano cerium oxide powder by spray roasting of cerium chloride solution [J]. Chinese Rare Earths, 2017, 38(1): 72–78.

Research progress in preparation of cerium oxide polishing powder

YANG Chaofan^{1,3,4}, YANG Guosheng⁵, WANG Zhenfeng^{2,3,4}, LIU Lingsheng⁶,
OUYANG Shunli⁷, LIU Zhongxing^{2,3,4}

(1. School of Materials Science and Engineering, Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou 014010, China;

2. College of Rare Earth Industry (College of Rare Earth Engineering and Technology),

Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou 014010, China;

3. Key Laboratory of Green Extraction and Efficient Utilization of Light rare Earth Resources

(Ministry of Education), Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou 014010, China;

4. Clean Extraction and Application of Light Rare Earth Inner Mongolia Autonomous Region Engineering Research Center,

Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou 014010, China;

5. Baotou Tianjiao Qingmei Rare Earth Polishing Powder Co., Ltd., Baotou 014030, China;

6. State Key Laboratory of Rare Earth Resources Research and Comprehensive Utilization of Bayan Ebo,

Baotou Research Institute of Rare Earths, Baotou 014030, China;

7. College of Letters and Science, Guangzhou Maritime University, Guangzhou 510725, China)

Abstract: Cerium oxide polishing powder can form a chemical mechanical polishing (CMP) function, which meets the needs of the precision polishing field. It is characterized by a fast polishing speed, high finish, high flatness, and a long service life for polished products. In this field, the main international research directions focus on the application optimization and expansion of cerium oxide polishing powder, the influence of the size and morphology of cerium oxide particles on polishing performance, the recovery effect of the introduction of additives and cleaning methods on surface defects, and the particle size control process of polishing powder, among others. Conversely, in China, there are still shortcomings in particle size control, optimizing the production process, shortening the production cycle, and improving equipment utilization. The preparation methods of cerium oxide polishing powder are mainly solid phase, liquid phase, and gas phase. The solid phase method includes solid phase sintering and solid phase mechanical methods, which typically have higher energy consumption and longer reaction times. The liquid phase method includes hydrothermal, sol-gel, precipitation, microwave, and microemulsion methods, among others. These methods are conducted at lower temperatures and can produce polishing powder with a more uniform particle size. Nevertheless, some liquid phase methods are complex, and the treatment of solvents and by-products also needs optimization. The gas phase method mainly includes spray drying and spray pyrolysis, which can produce polishing powder with specific shapes and sizes by atomizing solutions or suspensions into fine droplets and then rapidly evaporating the solvent to form solid particles at high temperatures. With the enhancement of global environmental awareness, the development of low energy consumption and green synthesis methods has become a trend, and gas phase and other environmentally friendly synthesis methods will receive more attention. Future research will pay more attention to the particle size and morphology control of cerium oxide powder to meet the polishing needs of different fields.

Key words: polishing powder; cerium oxide; solid-phase method; liquid-phase method; gas-phase method; particle size control; morphology control; precision manufacturing