

## 粉体应用

## 稀土抛光粉在眼镜玻璃抛光中研磨条件的研究

李学舜, 杨国胜, 崔凌霄

(包头天骄清美稀土抛光粉有限公司, 内蒙古 包头 014010)

**摘要:** 采用正交试验设计和方差分析的方法, 研究了稀土抛光粉抛光眼镜玻璃过程中, 中位径、晶粒大小和料浆浓度等因素对抛光过程的影响。利用库尔特粒度仪、X 射线衍射仪、ZXZ - I 型真空泵和双轴复面曲精度抛光机等设备考察分析了稀土抛光粉的各项物理指标和研磨能力。结果表明, 对于普通光白玻璃片的抛光, 稀土抛光粉的中位径在  $2.5 \sim 4.5 \mu\text{m}$  之间, 晶粒大小在  $550 \text{ \AA}$  左右, 抛光粉料浆浓度为  $250 \text{ g/L}$  时, 其抛光效率最好。

**关键词:** 稀土抛光粉; 眼镜镜片; 抛光条件

中图分类号: TD983 文献标识码: A

文章编号: 1008 - 5548(2004)03 - 0037 - 06

## Study on Condition of Process of Polishing Glasses by Rare Earth Polishing Powder

LI Xue-shun, YANG Guo-sheng, CUI Ling-xiao

(Baotou Tianjiao Seimi Rare Earth Polishing Powder CO., LTD.,

Baotou 014010, China)

**Abstract:** By means of orthogonal test and variance analysis, the effect of granularity, the crystallite size and the concentration of polishing liquid on the polishing process are studied. Several factors and the ability of grind are inspected and analyzed by Coulter multisizer II, XD - D1 X ray and ZXZ - I vacuum pump, etc. The results show that the grind is much better on the polishing process when the medial particle size is  $2.5 \sim 4.5 \mu\text{m}$ , the crystallite size is  $550 \text{ \AA}$  and the concentration of polishing liquid is  $250 \text{ g/L}$ .

**Key words:** rare earth polishing powder; glass; polishing condition

目前, 国际眼镜市场镜片材料逐步由树脂片取代玻璃片, 玻璃镜片的生产数量比以前大幅减少, 但一些对屈光度和闪光等有特殊要求的镜片却是树脂片所替代不了的, 这些镜片的需求量在市场上呈上升趋势, 这样, 对于玻璃镜片抛光材料的选择就显得十分重要。目前, 玻璃的抛光材料大体分为 3 种: 一种为铁锈红; 一种为中低铈稀土抛光粉; 一种为高铈稀土抛光粉。铁锈红因其研磨效果和其颜色等原因逐渐被淘汰, 高铈稀土抛光粉又因价格昂贵, 市场的使用量也不乐观, 只有中低铈稀土抛光粉较为适宜。但面对目前低迷的玻璃镜片抛光市场, 人们

往往不愿生产中低铈稀土抛光粉, 加之国内的稀土抛光粉产品中, 几乎没有哪种产品能够与国外同类产品相媲美, 因此, 市场迫切需要一种适合于眼镜镜片抛光的高性能中低铈稀土抛光粉。

## 1 研磨原理

稀土抛光粉之所以抛光性能好, 主要是由其含有的  $\text{CeO}_2$  的性质决定的。 $\text{CeO}_2$  具有与玻璃相同或稍高的硬度 ( $5.5 \sim 6.5$ ), 而且其硬度还可根据需要在焙烧温度 ( $800 \sim 1000^\circ\text{C}$ ) 范围内进行细微调整; 最适宜作为抛光材料的  $\text{CeO}_2$  晶体是直径为  $45 \text{ nm}$  等轴晶系的球状体, 这可通过调整焙烧前的化合物制得 (图 1<sup>[1]</sup>)。在混合稀土中, 与  $\text{CeO}_2$  共存的  $\text{La}_2\text{O}_3$  和  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  也是六方晶系, 但几乎无抛光能力, 如果加入无水硫酸盐或氧氟化物为  $\text{CeO}_2$  混晶, 即通过形成  $\text{CeO}_2 - \text{La}(\text{Nd})_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3$  或者  $\text{CeO}_2 \cdot \text{La}(\text{Nd})\text{OF}$  (反应方程式:  $\text{R}_2(\text{CO}_3)_2(\text{RF}_3)_2 \rightarrow \text{R}_2\text{O}(\text{RF}_3)_2 + 3\text{CO}_2$ ), 就可具有接近  $\text{CeO}_2$  的抛光能力。焙烧温度对抛光材料的抛光能力有很大影响。图 2 是某些稀土抛光粉焙烧温度与初始抛光速度的关系<sup>[2]</sup>。可以看出,  $\text{CeO}_2$  系在  $1100^\circ\text{C}$  以上时颗粒急剧长大,  $\text{R}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3$  稳定区域在  $1200^\circ\text{C}$  以上,  $\text{ROF}$  系在  $950^\circ\text{C}$  以上引起氟化物熔融, 成为巨大颗粒。

截止目前, 关于稀土抛光粉的抛光机理还没有

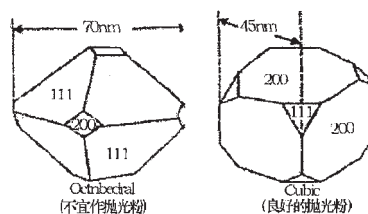


图 1 等轴晶系球状体示意图

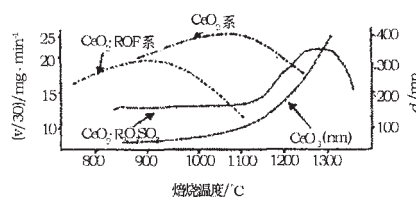


图 2 焙烧温度与初始抛光速度的关系

收稿日期: 2003 - 09 - 05, 修回日期: 2003 - 12 - 28

第一作者简介: 李学舜 (1964 - ), 男, 高级工程师, 博士研究生。

十分明确的说法，抛光粉怎样作用于抛光玻璃的表面，具体的理论还需专家进一步研究探讨。一般认为，稀土抛光粉是一种非常有效的抛光化合物，它既有化学溶解又有机械研磨的抛光作用，是物理性研磨与化学性研磨两种研磨共同作用。所谓物理性研磨主要是指抛光粉对研磨表面的机械磨削；所谓化学研磨也就是指抛光粉对玻璃凸部进行微研磨的同时，稀土抛光浆使玻璃表面形成水合软化层，导致玻璃表面具有某种程度的可塑性；一方面可理解成软化层填补低洼处后形成光滑表面；一方面可理解成水合软化物很容易被稀土抛光粉机械磨削掉。目前化学研磨学说占主导地位，其实抛光机理是物理性研磨与化学性研磨共同作用的结果更加有说服力<sup>[3-6]</sup>。

2 实验部分

2.1 实验原料

稀土抛光粉，其规格指标见表 1。研磨抛光材料，选取普通光白玻璃镜片；实验用水采用去离子水。

2.2 实验器材

Coulter multisizer II型粒度仪，XD-D1 型 X 射线衍射仪，ZXZ-I 型真空泵，双轴复面曲精度抛光机(南京仪表仪器厂)，高级呢布研磨毡。

2.3 实验方法

2.3.1 选取实验样品

在包头天骄清美稀土抛光粉有限公司生产的

各种规格的稀土抛光粉选取如表 1 要求的实验样品，其中对表 1 中所列指标：中位径、晶粒大小及真比重的测定方法如下：

(1) 中位径和最大粒径的测定：采用 Coulter multisizer II型粒度仪测定；

(2) 晶粒大小的测定：采用 XD-D1 型 X 射线衍射仪和相关计算机软件计算其晶粒大小；

(3) 真比重的测定：采用 ZXZ-I 型真空泵对比重瓶脱气 30 min，真空度约为 2 kPa 下测得粉体的真比重。

2.3.2 测定实验样品的研削量

用去离子水将稀土抛光粉调成一定浓度后，注入双轴复面曲精度抛光机，测定固定时间的研削量。

(1) 测定研削量和研磨时间的关系

固定抛光粉研磨剂的浓度为 250 g/L，在研磨过程中，改变研磨时间，测定不同时间的研削量，实验结果(见表 2)，研削量和时间的关系(见图 3)。

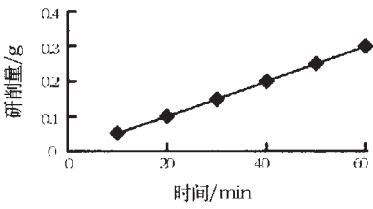


图 3 研磨时间和研削量的关系图

由上述实验结果表明：研磨时间和研削量成正比关系，表明单位时间的研削量不随研磨时间的变

表 1 不同规格稀土抛光粉的指标

| 样品<br>编号 | 物理指标                     |                    |                           | 化学成分/%                            |              |                  |           |             |             |
|----------|--------------------------|--------------------|---------------------------|-----------------------------------|--------------|------------------|-----------|-------------|-------------|
|          | 中位径 $d_{50}/\mu\text{m}$ | 晶粒大小/ $\text{\AA}$ | 最大粒径 $d_{99}/\mu\text{m}$ | 真密度 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ | ReO          | CeO <sub>2</sub> | F         | 酸不溶物        | 灼减          |
| 1        | 1.0                      | 149                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |
| 2        | 2.1                      | 338                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |
| 3        | 4.0                      | 549                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |
| 4        | 1.2                      | 350                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |
| 5        | 2.3                      | 526                | 10.00                     | 6.00~7.00                         | $\geq 93.00$ | $\geq 56.00$     | 4.00~6.50 | $\leq 1.00$ | $\leq 3.00$ |
| 6        | 4.1                      | 168                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |
| 7        | 1.4                      | 534                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |
| 8        | 2.0                      | 152                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |
| 9        | 4.3                      | 364                |                           |                                   |              |                  |           |             |             |

表 2 研磨抛光时间和研削量关系对照表

| 抛光时间/min | 10    | 20  | 30    | 40  | 50   | 60    |
|----------|-------|-----|-------|-----|------|-------|
| 研削量/g    | 0.051 | 0.1 | 0.148 | 0.2 | 0.25 | 0.299 |

# 粉体应用

化而变化。

## (2) 实验方案

由上述实验可得,单位时间的研削量不随研磨时间的变化而变化,因此本实验固定研磨时间为10 min。对于其它研磨条件,确定了3个变化因子,即:抛光粉浓度(A)、抛光粉中位径(B)、抛光粉晶粒大小(C)。根据实际生产经验,抛光粉的浓度一般在100~400 g/L之间,抛光粉的中位径范围大约在1.00~4.50 μm之间,抛光粉晶粒大小一般在500~600 Å之间。其因子水平表见表3。

为了能够找到各实验变化因子对单位时间研削量的影响大小,实验使用了正交试验设计方案,由于是3个因子、3个水平,所以采用 $L_9(3^4)$ 表。对应 $L_9(3^4)$ 表<sup>[7]</sup>,针对各因子在不同水平下变化,共做9次试验,其具体实验方案见表4。

## 3 结果与讨论

### 3.1 实验结果

根据上述实验方案,对于不同因子、不同水平共做9次试验,具体实验数据和计算分析见表4。由上

述实验结果,因子极差越大,说明该因子对单位时间研削量的影响越大,因此因子对单位时间研削量影响大小的顺序为:C>A>B

单位时间研削量与3个因子的关系见图4~6。由图可知,A2B3C3的方案最优。

### 3.2 研削量与晶粒大小的关系

通过以上实验结果分析,晶粒大小对单位时间研削量的影响最大,从图4可以看出,晶粒大小越大,单位时间研削量越大。但是根据生产实践,晶粒大小过大,粒子过硬,不易破碎,使晶格有序排列增强,活性下降<sup>[8~10]</sup>,晶粒大小大于600 Å,镜片就会出现划痕,因此不易采用。

### 3.3 研削量与浓度的关系

对单位时间研削量影响略小的是抛光研磨剂的浓度,图5为研削量与浓度关系图。从图中可以看出,其图线出现一峰值,抛光粉料浆的浓度过低,抛光粉粒子的有效利用率较低,浓度过高,其料浆的流动性又不好,根据生产实践,其浓度在250 g/L左右效果最好。

### 3.4 研削量与粒度的关系

对单位时间研削量影响最小的是抛光粉的中位径。中位径越大,抛光粉颗粒的有效棱角越多,颗粒破碎后暴露出的新鲜表面也越大(图6),因而单位时间研削量也越大。但是根据生产实践,其中位径超过4.5 μm,工件表面易出现划痕,因此粒径不易过大。

### 3.5 方差法分析实验结果

为了消除误差对实验的影响,定量地判断因子的影响作用,特用方差分析的方法分析实验结果(见

表3 因子水平表

| 水平 | 抛光粉浓度(A)/g·L <sup>-1</sup> | 抛光粉中位径(B)/μm | 抛光粉晶粒大小(C)/Å |
|----|----------------------------|--------------|--------------|
| 1  | 100                        | 1.00~1.50    | <200         |
| 2  | 250                        | 1.50~2.50    | 300~400      |
| 3  | 400                        | 2.50~4.50    | 500~600      |

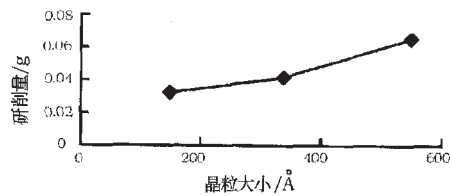


图4 研削量与晶粒大小关系图

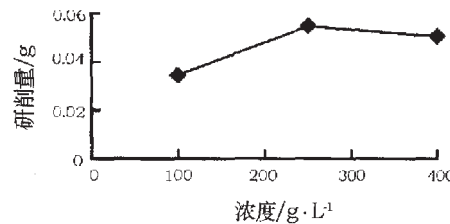


图5 研削量与浓度关系图

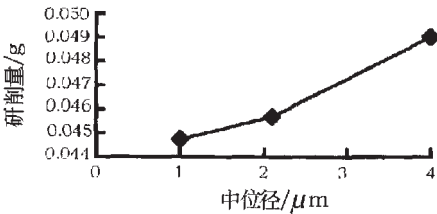


图6 研削量与中位径关系图

表 4 实验数据和计算分析

|     | 1                       | 2         | 3         | 4 |        |
|-----|-------------------------|-----------|-----------|---|--------|
| 实验号 | 浓度(A)/g·L <sup>-1</sup> | 中位径(B)/μm | 晶粒大小(C)/Å |   | 研磨量/g  |
| 1   | 1(100)                  | 1(1.0)    | 1(149)    | 1 | 0.0217 |
| 2   | 1(100)                  | 2(2.1)    | 2(338)    | 2 | 0.0282 |
| 3   | 1(100)                  | 3(4.0)    | 3(549)    | 3 | 0.0530 |
| 4   | 2(250)                  | 1(1.2)    | 2(350)    | 3 | 0.0454 |
| 5   | 2(250)                  | 2(2.3)    | 3(526)    | 1 | 0.0763 |
| 6   | 2(250)                  | 3(4.1)    | 1(168)    | 2 | 0.0406 |
| 7   | 3(400)                  | 1(1.4)    | 3(534)    | 2 | 0.0671 |
| 8   | 3(400)                  | 2(2.0)    | 1(152)    | 3 | 0.0325 |
| 9   | 3(400)                  | 3(4.3)    | 2(364)    | 1 | 0.0514 |
| I   | 0.1029                  | 0.1342    | 0.0968    |   |        |
| II  | 0.1643                  | 0.1370    | 0.1250    |   |        |
| III | 0.1510                  | 0.1470    | 0.1964    |   |        |
| K1  | 0.0343                  | 0.044733  | 0.032267  |   |        |
| K2  | 0.054767                | 0.045667  | 0.041667  |   |        |
| K3  | 0.050333                | 0.049     | 0.065467  |   |        |
| R   | 0.020467                | 0.004267  | 0.0332    |   |        |

表 5)。度不同,由主到次的顺序是 :C、A、B。由 I<sub>i</sub>、II<sub>i</sub>、III<sub>i</sub>项数值可看出较优的组合方案是 A2B3C3,此结果与极差分析结果相一致。

查 F 分布表得:

$F_{0.01}(2, 2) = 99$   $F_{0.05}(2, 2) = 19.0$

$F_{0.10}(2, 2) = 9.00$

可见  $F_{0.05}(2, 2) > F_A > F_{0.10}(2, 2)$

$F_{0.01}(2, 2) > F_C > F_{0.05}(2, 2)$

显著性检验结果表明:

因子 A 对指标有一定的影响 ;因子 C 对指标有显著影响。

由方差分析可见 ,因子 A、B、C 对指标的影响程

4 实验结论及研磨最佳条件的确定

通过极差法和方差法分析 , A2B3C3 的方案最优 ,根据实验得 :抛光粉浓度 250 g/L,中位径范围 2.50 ~ 4.50 μm, 晶粒大小在 550 Å 左右,镜片的抛光效果最好。针对这一最优方案,确定研磨时间为 10 min ,其验证实验数据见表 6。

表 5 研磨试验方差分析表

| 方差来源 | 变动平方和                  | 自由度 | 均方和                    | F 值   | 显著性 |
|------|------------------------|-----|------------------------|-------|-----|
| A    | 0.0006956              | 2   | 0.0003478              | 11.96 | ○   |
| B    | $3.019 \times 10^{-5}$ | 2   | $1.510 \times 10^{-5}$ | 0.52  |     |
| C    | 0.001757               | 2   | 0.0008785              | 30.21 | ×   |
| 误差   | $5.817 \times 10^{-5}$ | 2   | $2.909 \times 10^{-5}$ |       |     |

表 6 最优方案验证实验数据

| 实验号 | 浓度/g·L <sup>-1</sup> | 中位径/μm | 晶粒大小/Å | 研磨量/g |
|-----|----------------------|--------|--------|-------|
| 1   | 250                  | 4.1    | 520    | 0.075 |
| 2   | 250                  | 4.0    | 534    | 0.078 |
| 3   | 250                  | 3.9    | 556    | 0.081 |

参考文献 :

[1]徐光宪. 稀土(上册)[M]. 第二版. 北京:冶金工业出版社, 1995. 63 – 66.  
[2]Hedirck J B. Mineral Commodity Summuries – Rare Earths[R]. US Geological Survry, 1996 – 2000.  
[3]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.  
[4]黄绍东 ,刘铃声 ,李学舜,等. 光学玻璃抛光用稀土抛光粉的制

# 粉体应用

- 备[J]. 稀土 2002, 23(6):46-49.
- [5]郭殿东,李学舜,谢兵. 附壁效应在稀土抛光粉工艺精密气流分级的应用和推广[J]. 稀土 2001, 22(6):54-59.
- [6]黄绍东,李培忠,李学舜. 稀土抛光粉研磨试验研究[J]. 包钢科技 2003, 29(2):83-85.
- [7]魏绪军,冯法伦. 有色冶金试验研究方法[Z]. 沈阳:东北工学院, 1991.
- [8]何松. 精矿稀土抛光粉制备工艺研究[J]. 稀土, 1998, 19(6):31-34.
- [9]程耀庚,冯法伦,魏绪军. 以钽富集物为原料制取稀土抛光粉的研究[J]. 稀土, 1998, 19(4):39-45.
- [10]程耀庚,冯法伦,王琛,等. 以氟碳铈精矿为原料制取稀土抛光粉的研究[J]. 稀土, 1998, 19(1):36-39.

## 信息之窗

## 新书快递

《粉体技术手册》,“十五”国家重点图书,我国粉体技术领域著名专家、北京科技大学卢寿慈教授主编,196万字,2004年6月化工出版社出版,定价168.00元。

这是我国国内专家编写出版的第一部大型粉体工程与技术手册。由中国颗粒学会颗粒制备与处理专业委员会组织国内四十多位在各行各业从事粉体技术工作的知名专家合作编写而成。

该书充分反映了我国粉体工业所取得的科研成果及当前实际状况,注意展示国内外该领域的最新科技成就以及发展趋向,资料丰富,便于查阅,是从事粉体事业的科研、教学、生产及管理人员案头必备。

《超细粉体表面修饰》,毋伟、陈建峰、卢寿慈编著,2004年3月化工出版社出版,定价45.00元。该书结合超细粉体的制备及其应用系统介绍了超细粉体制备过程的表面修饰方法、工艺、修饰剂、修饰设备以及与表面修饰相关的超细粉体表面特性、超细粉体的制备与分散、超细粉体的表征等内容。

中国矿业大学教授,博士生导师,中国颗粒学会理事、颗粒制备与处理专业委员会委员郑水林博士对该书予以高度评价:该书结合作者的研究成果,选材新颖;理论联系实际,科学问题与技术问题相结合,内容丰富;对从事粉体制备与处理研究的工程技术人员及化工轻工、材料等相关专业的研究生和大学生有较大参考价值。

《特种粉体》,陈振兴编著,2004年6月化工出版社出版,定价65.00元。本书是以粗产品深加工后

具有某些特殊功能的粉体为对象,研究其特性和加工技术。

全书主要介绍了特种粉体的基本理论及技术,以及多种典型特种粉体的特性、应用、制备方法以及发展趋势,涉及金属及其合金的粉体、无机非金属粉体和美容粉体等,可供从事材料、化工、冶金、医药、食品、矿山、建材、轻工等行业的生产、设计、研究工程技术人员参考,亦可作为本科生、研究生的教材和参考书。

《纳米级碳酸钙生产与应用》,胡庆福主编,2004年4月化工出版社出版,定价43.00元。该书是中国首部纳米级碳酸钙生产与应用新作,全面介绍了国内外纳米级碳酸钙生产、发展和研究方向,系统地阐述了以石灰石为原料、以连续喷雾碳化法为主线制造纳米级碳酸钙在国民经济中有关行业的应用原理、配方和作用。

化工出版社出版的其他粉体技术方面的图书还有:《粉体工程与设备》,陶珍东等编著,定价50.00元。《纳米粉体的分散及表面改性》,高濂等编著,定价30.00元。《液相烧结粉末冶金材料》,郭庚辰编著,定价55.00元。《钛白粉的生产与环境治理》,唐振宁编著,定价24.00元。《过程装备与控制工程丛书——粉体力学与工程》,谢洪勇编著,定价19.00元。

以上图书各大新华书店有售。如需邮购,请另加书款10%的邮寄包装费,汇往北京市朝阳区惠新里3号,化学工业出版社发行部(100029),咨询电话010-64918013。