

# Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> 固溶体磨料对 ZF7光学玻璃抛光性能的改善

傅毛生<sup>1,2</sup>, 李永绣<sup>1</sup>, 陈伟凡<sup>3</sup>, 危亮华<sup>1</sup>, 胡建东<sup>1</sup>

(1. 南昌大学 稀土与微纳功能材料研究中心, 江西 南昌 330047;

2. 南昌航空大学 环境与化学工程学院, 江西 南昌 330063;

3. 南昌大学 材料科学与工程学院, 江西 南昌 330047)

**摘要:** 采用改进的湿固相机械化学反应法制备出超细锆掺杂氧化铈磨料 Ce<sub>1-x</sub>Zr<sub>x</sub>O<sub>2</sub> ( $x=0, 0.2$ ) ,运用 X射线衍射 (XRD)、透射电镜 (TEM)等手段表征其物相类型、外观形貌、比表面积、粒度、表面电位等物理性质, 通过测定抛光速率和观察表面的微观形貌考察它们对 ZF7光学玻璃的抛光性能影响。结果表明, Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> 固溶体磨料对 ZF7光学玻璃抛光性能比纯 CeO<sub>2</sub> 磨料有明显的提高, 抛光速率达到 463 nm/min, 5.0 μm × 5.0 μm 的范围内微观表面粗糙度  $R_a$  值达到 1.054 nm, 而纯 CeO<sub>2</sub> 磨料的抛光速率只有 292 nm/min,  $R_a$  值却增大到 1.441 nm。Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> 固溶体的抛光速率的明显增大和表面粗糙度  $R_a$  的下降主要与其负表面电位的增大和颗粒尺寸、粒度的减小密切相关。

**关键词:** 湿固相机械化学反应法; Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> 固溶体; 化学机械抛光; ZF7光学玻璃

中图分类号: O614. 33; O614. 41

文献标识码: A

文章编号: 1004 - 0595 (2009) 02 - 0180 - 06

化学机械抛光 (CMP) 是借助抛光液中超微磨料的机械研磨作用以及抛光液的化学腐蚀作用, 用专用抛光盘在硅晶圆片或光学玻璃片等上形成高度平整的表面加工新技术。其中 CMP 抛光液的成分以及磨料的粒度、粒度分布、形貌、表面电性、硬度等物理性质和化学性质等直接影响 CMP 的抛光速率、选择性以及对基片表面的损伤等各项指标<sup>[1]</sup>。磨料主要可分为两类, 一类是传统的无机磨料如 SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CeO<sub>2</sub> 等, 目前已被广泛研究并已商业化应用<sup>[2-4]</sup>; 另一类为复合磨料, 它能够降低磨料成本, 降低表面粗糙度和提高抛光速率, 是目前新型磨料制备与应用的一个研究热点<sup>[5-11]</sup>。如 Babu S V 等<sup>[5]</sup>的研究表明, 采用 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - SiO<sub>2</sub> 混合磨料较单一的 SiO<sub>2</sub> 磨料可显著提高 Cu/Ta 氧化物结构的抛光选择性; Feng X D 等<sup>[6]</sup>采用喷雾燃烧法制备的内部为无棱角的球形单晶 CeO<sub>2</sub> 核而外壳包一层厚度约为 1~2 nm 的无定形 TiO<sub>2</sub> 膜的纳米 CeO<sub>2</sub>, 其抛光能力可提高 50% 以上, 而表面缺陷下降 80%; Hong Lei 等<sup>[7]</sup>制备的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / SiO<sub>2</sub> 核壳复合磨料可明显降低对抛光表面的损伤。

CeO<sub>2</sub> - ZrO<sub>2</sub> 复合氧化物作为汽车尾气净化催

化剂的助催化剂和载体已得到广泛研究和商业化应用<sup>[12]</sup>, 但作为复合磨料在 CMP 领域的应用研究并不多见。我们研究小组<sup>[13]</sup>前期采用湿固相机械化学反应法制备铈锆复合氧化物, 探讨 Ce/Zr 物质的量之比等对铈锆复合氧化物相组成和对 F1、K9 光学玻璃的抛光速率的影响。ZF7 光学玻璃具有高折射率、高色散和耐辐射等优点, 在目前小型化和数字化的光学设计中的用途越来越广, 但这种玻璃化学稳定性和抗腐蚀性能差, 提高该光学玻璃零件的加工效率和表面质量, 加强对其抛光研究显得尤为必要。本文基于前期的研究<sup>[13]</sup>, 采用改进的湿固相机械化学法制备了 Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> 复合磨料和纯 CeO<sub>2</sub> 磨料, 比较研究了 2 种磨料对 ZF7 光学玻璃的抛光性能, 探讨抛光速率的变化规律以及抛光速率与表面粗糙度之间的变化关系, 为复合氧化物磨料的广泛应用进行有益地探索同时积累有价值的数据。

## 1 实验部分

### 1.1 Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> 和 CeO<sub>2</sub> 的制备

取适量的 Ce<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 8H<sub>2</sub>O (CeO<sub>2</sub> 纯度为

收稿日期: 2008-05-26; 修回日期: 2008-10-18; 联系人: 傅毛生, e-mail: fu\_maosheng@163.com

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(201610002); 江西省主要学科学术带头人计划和江西省自然科学基金资助项目

作者简介: 傅毛生(1971-), 男, 讲师, 目前从事稀土纳米 CeO<sub>2</sub> 材料抛光和催化等方面的研究。

99.9%)和ZrOCl<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O(化学纯),与稍过量的28wt%浓氨水(氨与铈的摩尔比为3:1)搅拌混合成浆状,并加入50mL过氧化氢(分析纯,30%)后装入0.5dm<sup>3</sup>尼龙罐中,按料球比1:5加入玛瑙球,然后用行星式球磨机通过湿固相机械化学反应法制备前驱体,球磨转速280r/min,球磨时间为3h。球磨样品经压滤、洗涤、烘干后得到相应的水合铈锆复合氧化物前驱体,然后在900℃空气气氛下焙烧2h即得Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>磨料。按照上述同样的方法制备纯CeO<sub>2</sub>磨料。

## 1.2 Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>和CeO<sub>2</sub>的表征

样品XRD测定是在D8 Advance(德国Bruker公司)X-射线衍射仪上进行,以铜靶( $\lambda=0.15406\text{ nm}$ )作辐射源测定,测试角度范围15°~90°。磨料粒度和粒度分布用珠海欧美克LS-601激光粒度仪测量。焙烧产物的形貌分析使用JEM-2010高分辨透射电镜观察。磨料表面电荷用JS94H型微电泳仪(上海中晨公司)测定,测定温度为25℃,悬浮液pH值为7。比表面积用ST-08比表面积测定仪(北京分析仪器厂)测定。

## 1.3 抛光性能评价

取Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>复合氧化物磨料或纯CeO<sub>2</sub>磨料40g,加入1700mL去离子水,再加入10g六偏磷酸钠(分析纯)作分散剂,用0.1M NaOH调配成中性CMP抛光液,经超声分散15min后,用UNIPOL802自动精密研磨抛光机(沈阳科晶)对ZF7光学玻璃进行抛光,抛光机轴转速126r/min,抛光温度为29±1℃,抛光时间1h。磨料的抛光速率用单位时间所抛光玻璃片表面的切削厚度表示,具体测定方法<sup>[14]</sup>:将已准确称量的3块已平整化的圆形平面玻璃用胶黏合在载料块上,并倒扣在贴有聚氨酯抛光垫的铸铁研磨抛光盘上,待抛光结束后,将载料块加热到黏胶熔化,取出玻璃,用丙酮清洗玻璃表面残存的黏胶,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,并根据其玻璃密度将其换算成单位时间的切削厚度。光学玻璃抛光后的表面形貌分析采用Veeco NanoScope3a+Enviroscope原子力显微镜(AFM),探针扫描模式为接触模式。

## 2 结果与讨论

### 2.1 Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>和纯CeO<sub>2</sub>磨料的机械化学反应法制备

本工作探讨在湿固相机械化学反应法中H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

的加入对制备Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>前驱体的影响。球磨悬浮沉淀物经过滤、洗涤后得到滤饼是黄色或淡红色的,而不是文献[13]的暗白色滤饼,表明该沉淀物中的铈大部分被氧化成水合氧化铈CeO<sub>2</sub>·xH<sub>2</sub>O并与水合氧化锆ZrO<sub>2</sub>·xH<sub>2</sub>O共存。H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>加入后该机械化学反应可表示如下:

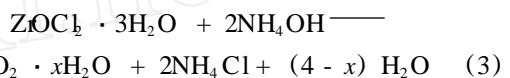
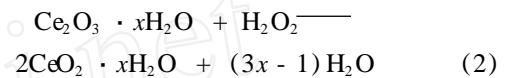
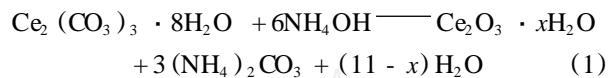


图1是固相机械化学反应法中有无H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>的加入所获得Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>前驱体以及900℃焙烧获得Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>和纯CeO<sub>2</sub>粉末的XRD谱。从图1的XRD数据分析可知,未加H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>所得到的前驱体除了出现了比较宽化的CeO<sub>2</sub>衍射峰外,还有较强的Ce<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·8H<sub>2</sub>O的衍射峰,说明Ce<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·8H<sub>2</sub>O原料并没有反应完全,而加入H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>所获得的前驱体并没有发现Ce<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·8H<sub>2</sub>O的衍射峰。这说明在湿固相机械化学反应法制备过程中加入H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>后,促进Ce<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·xH<sub>2</sub>O氧化成CeO<sub>2</sub>·xH<sub>2</sub>O前驱体,有利于湿固相机械化学反应完全。

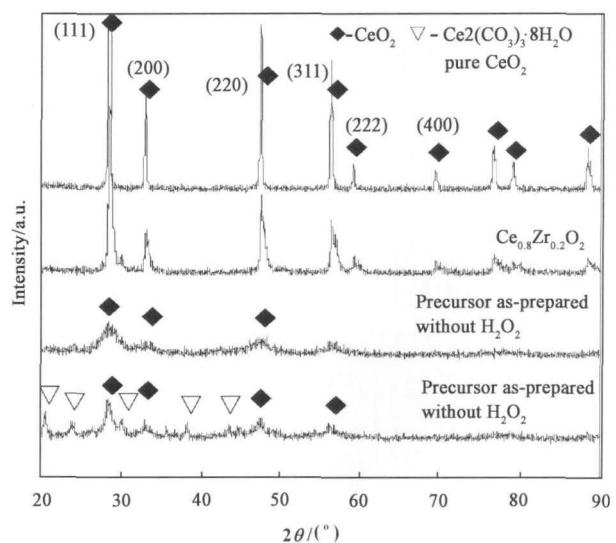


Fig. 1 XRD patterns of as-prepared Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> precursors, Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> and pure CeO<sub>2</sub> abrasives

图1 Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>前驱体、Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>和CeO<sub>2</sub>磨料的XRD谱

由图1还可知,纯CeO<sub>2</sub>粉末的XRD衍射峰峰窄又高,为立方萤石型CeO<sub>2</sub>标准的XRD特征衍射峰

(JCPDS file No. 34 - 0394), 样品所对应 (111) 晶面的衍射角  $2\theta$  为  $28.3^\circ$ ; 计算所得到的晶格常数  $a$  为  $0.5421\text{ nm}$ 。对于  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  复合氧化物而言, 其 XRD 衍射峰同样归属为立方萤石型  $\text{CeO}_2$ , 但与纯  $\text{CeO}_2$  相比, 其 XRD 峰明显变弱变宽, 表明样品的晶粒尺寸比纯  $\text{CeO}_2$  较小; 另外该衍射峰的位置也发生了变化, 样品所对应 (111) 晶面的衍射角  $2\theta$  增至  $28.6^\circ$ ; 而晶格常数  $a$  减至  $0.5415\text{ nm}$ 。 $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  晶格参数的减小是由于具有较小离子半径的  $\text{Zr}^{4+}$  ( $0.084\text{ nm}$ ) 取代  $\text{CeO}_2$  晶格中较大的  $\text{Ce}^{4+}$  ( $0.097\text{ nm}$ ) 致使  $\text{CeO}_2$  晶格收缩所导致的。上述 XRD 结果表明  $\text{Zr}^{4+}$  掺杂到  $\text{CeO}_2$  晶格中取代  $\text{Ce}^{4+}$  形成了单相立方萤石型的  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  固溶体。

## 2.2 $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$ 和 $\text{CeO}_2$ 磨料的表面物理性质

表 1 分别给出  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  和  $\text{CeO}_2$  磨料的比表面积、表面电位、粒度及其相应的光学玻璃抛光速率。由比表面积数据可以看出,  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  固溶体磨料的比表面积比纯  $\text{CeO}_2$  磨料提高了 37% 达到  $7.68\text{ m}^2/\text{g}$ , 这与图 1 显示  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  的晶粒尺寸小于  $\text{CeO}_2$  的 XRD 结果是一致的, 晶粒尺寸愈小, 比表面积愈大。对于粒度数据而言,  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  固溶体磨料的平均粒度 D10、D50 和 D90 均比  $\text{CeO}_2$  磨料小, 其中中位粒径

D50 比  $\text{CeO}_2$  磨料减少 69% 为  $0.63\mu\text{m}$ , 粒度分布宽窄大小指标  $R(D90 - D10)/D50$  也明显比  $\text{CeO}_2$  磨料小只有 0.63, 而  $\text{CeO}_2$  磨料却为 1.48。 $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  固溶体磨料的粒度减小与它的负表面电位增大密切相关, 这从表 1 的表面电位和粒度数据可知。颗粒表面电位增加, 颗粒间存在较强的静电斥力, 抛光液悬浮稳定性必然提高, 团聚颗粒度减小。而氧化物颗粒表面电荷的主要来源是晶体的内部缺陷,  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  固溶体的负表面电位增大是由于  $\text{Zr}^{4+}$  取代  $\text{CeO}_2$  晶格中的  $\text{Ce}^{4+}$  而导致更高的  $\text{O}^{2-}$  空位<sup>[15]</sup>。

图 2 是 900℃ 焙烧获得的  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  和纯  $\text{CeO}_2$  磨料的透射电镜图。由图 2 可观察到,  $\text{CeO}_2$  颗粒存在较明显的团聚, 颗粒由团聚体和超细粒子组成, 团聚体粒子尺寸 150 nm 左右, 形状各异, 而超细粒子尺寸较均匀, 多数在 50~100 nm 之间, 粒子为球形。 $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  颗粒也存在一定程度的团聚, 但粒子边界较清晰, 粒子间为松散连接, 这种软团聚易于分散, 粒子大小均匀, 粒子尺寸 50 nm 左右, 基本呈球形。

## 2.3 $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$ 和 $\text{CeO}_2$ 磨料对 ZF7 光学玻璃的抛光性能

900℃ 焙烧获得的  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  和  $\text{CeO}_2$  粉末用

表 1 900℃ 焙烧获得  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  和  $\text{CeO}_2$  磨料的性质和抛光速率

Table 1 Properties and MRR values of  $\text{CeO}_2$  and  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  abrasives calcinated at 900

	Specific surface area $(\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1})$	Zeta potential /eV	D10 $/\mu\text{m}$	D50 $/\mu\text{m}$	D90 $/\mu\text{m}$	$R = (D90 - D10)/D50$	MRR $(\text{nm} \cdot \text{min}^{-1})$
$\text{CeO}_2$	3.23	-32.60	0.82	2.01	3.80	1.48	292
$\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$	7.80	-35.74	0.42	0.63	0.82	0.63	463

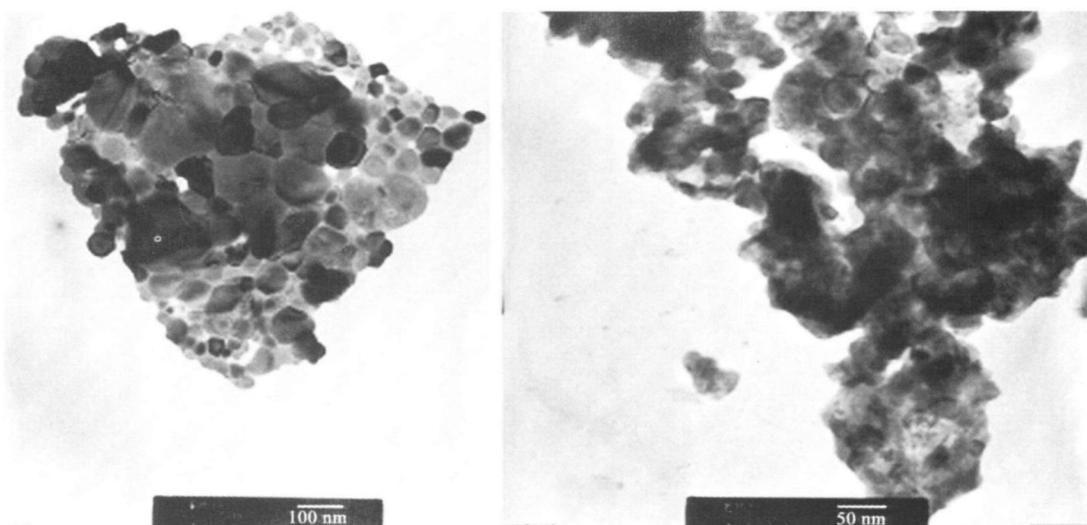


Fig 2 TEM micrographs of as-synthesized  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  and pure  $\text{CeO}_2$  abrasives calcinated at 900

图 2 900℃ 焙烧获得的  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  和  $\text{CeO}_2$  磨料的透射电镜图

于ZF7光学玻璃的抛光,其抛光速率列于表1。结果表明,Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体磨料的抛光速率比CeO<sub>2</sub>磨料提高了58%,达到463 nm/m in,而CeO<sub>2</sub>磨料只有292 nm/m in。Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体抛光速率的提高可归因于它的晶粒尺寸、粒子粒度的减小和表面电位的增大。因为表面电位负值的增大必然导致悬浮稳定性的提高和团聚颗粒度的减小,有利于磨料与被抛工件表面的相互接触,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<sup>[14]</sup>。此外,Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体的抛光速率明显高于CeO<sub>2</sub>磨料的原因还有可能是Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体因固溶强化而使其硬度提高<sup>[16]</sup>,促进抛光速率的提高。

为了探讨Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体抛光速率的提高对抛光玻璃的表面质量的影响,采用原子力显微镜观察和评价被抛光玻璃表面的形貌和表面粗糙度。使用CeO<sub>2</sub>磨料抛光ZF7光学玻璃表面在5.0 μm × 5.0 μm的二维与三维形貌如图3所示。从图3观察发现,有一些白色的圆点存在,这可能是在AFM

测试操作过程中产生的噪声所致<sup>[17]</sup>。在其二维的AFM图像中,有一条明显的划痕,在其三维AFM图像中相应出现一道较深的沟痕,这划痕可能是由不规则的较大尺寸的CeO<sub>2</sub>团聚体粒子抛光所致。在5.0 μm × 5.0 μm范围内它的微观粗糙度R<sub>a</sub>值为1.441 nm,RMS值为2.141 nm。图4是使用Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体磨料所抛光后的玻璃表面的二维与三维的原子力显微图。它的微观粗糙度R<sub>a</sub>值为1.054 nm,RMS值为1.353 nm,抛光后表面粗糙度有了明显的下降。而且从图4可看出,经Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体抛光后的表面微凸体的尺寸更加细小,表面起伏更加平缓,抛光表面质量可以满足高精度光学玻璃的商业要求。

Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体的所抛光玻璃表面质量的提高可归因于其粒子负表面电位的增大和粒子粒度的减小。Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>固溶体颗粒具有大的负表面电位,抛光液的悬浮稳定性的提高,团聚颗粒度的减小,较小尺寸且规则的球形粒子不易造成玻璃表面的划伤;而CeO<sub>2</sub>粒子间团聚度明显增加,粒子间团

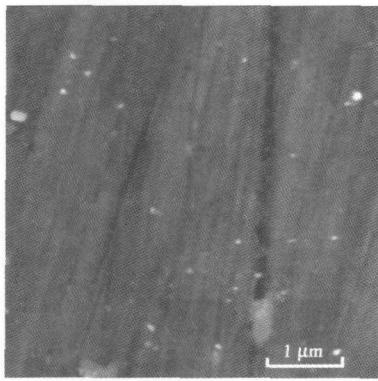


Fig. 3 2D and 3D profiles of ZF7-type optical glass polished by CeO<sub>2</sub> abrasive slurry

图3 CeO<sub>2</sub>磨料所抛光后的ZF7光学玻璃表面的二维和三维的原子力显微图

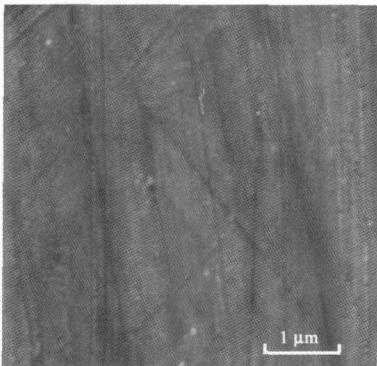
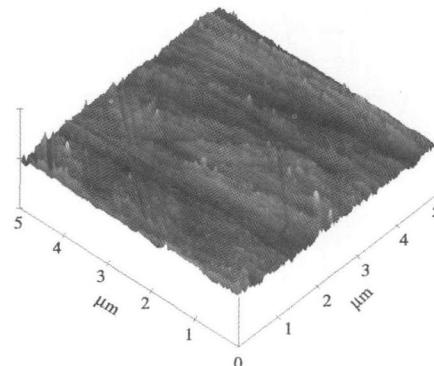
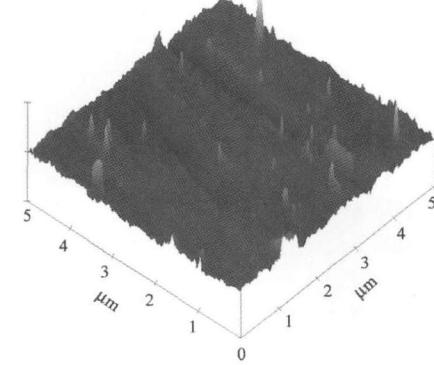


Fig. 4 2D and 3D profiles of ZF7-type optical glass polished by Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> abrasive slurry

图4 Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>磨料抛光后的ZF7光学玻璃表面的二维和三维的原子力显微图



聚易形成不规则形状,且大尺寸粒子容易造成玻璃表面的划伤。

### 3 结论

a 在湿固相机械化学反应法制备  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  和  $\text{CeO}_2$  的过程中,  $\text{H}_2\text{O}_2$  的加入能够促进固相机械化学反应,所形成的  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  具有单相的立方萤石型的固溶体结构。

b 与纯  $\text{CeO}_2$  磨料相比,  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  固溶体对 ZF7 光学玻璃的抛光性能得到明显地提高,其抛光速率提高了 58% 并达到 463 nm/min, 抛光后表面质量更好,在 5.0 μm × 5.0 μm 的范围内微观表面粗糙度  $R_a$  值为 1.054 nm, 而纯  $\text{CeO}_2$  磨料的抛光速率只有 292 nm/min,  $R_a$  值却增大到为 1.441 nm。

c 与纯  $\text{CeO}_2$  磨料相比,  $\text{Ce}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$  固溶体抛光速率的明显增大和微观表面粗糙度  $R_a$  的下降主要与其负表面电位的增大和颗粒尺寸、粒度的减小有关。

### 参考文献:

- [ 1 ] Sorooshian A, Ashwani R, Choi H K Effect of particle interaction on agglomeration of silica - based CMP slurries [J]. Materials Research Society Symposium Proceedings, 2004, 816: 125 - 131.
- [ 2 ] Lei H, Luo J B. CMP of hard disk substrate using a colloidal  $\text{SiO}_2$  slurry: preliminary experimental investigation [J]. Wear, 2004, 257: 461 - 470.
- [ 3 ] 雷红, 褚于良, 屠锡富, 等. 超细氧化铝抛光液的制备及其抛光特性研究 [J]. 功能材料, 2005, 36(9): 1 425 - 1 428.  
Lei H, Zhu Y L, Tu X F, et al Preparation of ultra - fined  $\text{Al}_2\text{O}_3$  slurry and its polishing properties on disk CMP [J]. Journal Functional Materials, 2005, 36(9): 1 425 - 1 428.
- [ 4 ] 李霞章, 陈杨, 陈志刚, 等. 纳米  $\text{CeO}_2$  颗粒的制备及其化学机械抛光性能研究 [J]. 摩擦学学报, 2007, 27(1): 1 - 5.  
Li X Z, Chen Y, Chen Z G, et al Preparation of nano - sized  $\text{CeO}_2$  and its polishing performances [J]. Tribology, 2007, 27(1): 1 - 5.
- [ 5 ] Jindal A, Hegde S, Babu S V. Chemical - mechanical polishing using mixed abrasive slurries [J]. Electrochemical, Solid - State Letters, 2002, 5: G48 - G50.
- [ 6 ] Feng X D, Sayle D C, Wang Z L, et al Converting ceria polyhedral nanoparticles into single - crystal nanospheres [J]. Science, 2006, 312 (5779): 1 504 - 1 508.
- [ 7 ] Lei H, Zhang P Z Preparation of alumina/silica core - shell abrasives and their CMP behavior [J]. Applied Surface Science, 2007, 253: 8 754 - 8 761.
- [ 8 ] Seo Y J, Lee W S, Yeh P. Improvements of oxide - chemical mechanical polishing performances and aging effect of alumina and silica mixed abrasive slurries [J]. Microelectronic Engineering, 2004, 75: 361 - 366.
- [ 9 ] Wang L Y, Zhang K L, Song Z T, et al Chemical mechanical polishing and a succedent reactive ion etching processing of sapphire wafer [J]. Journal of the Electrochemical Society, 2007, 154(3): H166 - H169.
- [ 10 ] Park S W, Seo Y J, Lee W S A Study on the chemical mechanical polishing of oxide film using a zirconia ( $\text{ZrO}_2$ ) - mixed abrasive slurry (MAS) [J]. Microelectronic Engineering, 2008, 85(4): 682 - 688.
- [ 11 ] Ammini S, Whelan C M, Moinpour M, et al Mixed organic/inorganic abrasive particles during oxide CMP [J]. Journal of the Electrochemical Society, 2008, 11(7): H197 - H201.
- [ 12 ] Masui T, Nakano K, Ozaki T, et al Redox behavior of ceria - zirconia solid solutions modified by the chemical filing process [J]. Chemistry of Materials, 2001, 13, 1 834 - 1 840.
- [ 13 ] 胡建东, 李永绣, 程昌明, 等.  $\text{CeO}_2$  -  $\text{ZrO}_2$  复合氧化物的制备及协同抛光性能 [J]. 无机化学学报, 2006, 22(7): 1 354 - 1 358.  
Hu J D, Li Y X, Chen C M, et al Preparation and synergistic polishing of  $\text{CeO}_2$  -  $\text{ZrO}_2$  mixed oxides [J]. Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 2006, 22(7): 1 354 - 1 358.
- [ 14 ] 柴明霞, 胡建东, 冯晓平, 等.  $\text{SiO}_2$  -  $\text{CeO}_2$  复合氧化物的制备及抛光性能 [J]. 无机化学学报, 2007, 23(4): 623 - 629.  
Cai M X, Hu J D, Feng X P, et al Preparation and polishing properties of  $\text{SiO}_2$  -  $\text{CeO}_2$  mixed oxides [J]. Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 2007, 23(4): 623 - 629.
- [ 15 ] Sonia L, Claudio A T, Roberto R D, et al Obtaining  $\text{CeO}_2$  -  $\text{ZrO}_2$  mixed oxides by coprecipitation: role of preparation conditions [J]. Applied Catalysis B: Environmental, 2005, 58: 203 - 210.
- [ 16 ] 许大鹏, 王权泳, 张弓木, 等. 单相  $\text{Ce}_{0.5}\text{Zr}_{0.5}\text{O}_2$  立方固溶体的高压高温合成 [J]. 高等学校化学学报, 2001, 22(4): 524 - 530.  
Xu D P, Wang Q Y, Zhang G M, et al Synthesis of single - phase cubic  $\text{Ce}_{0.5}\text{Zr}_{0.5}\text{O}_2$  solid solution under high pressure and high temperature [J]. Chemical Journal of Chinese Universities, 2001, 22(4): 524 - 530.
- [ 17 ] Wang L Y, Zhang K L, Song Z T, et al Ceria concentration effect on chemical mechanical polishing of optical glass [J]. Applied Surface Science, 2007, 253: 4 951 - 4 954.

## Improvement on Polishing Performance of Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> Solid Solution Abrasives for ZF7 Optical Glass

FU Mao - sheng<sup>1,2</sup>, LI Yong - xiu<sup>1</sup>, CHEN Wei - fan<sup>3</sup>, WEI Liang - hua<sup>1</sup>, HU Jian - dong<sup>1</sup>

(1. Research Center for Rare Earths & Micro/nano Functional Materials, Nanchang University, Nanchang 330047, China;

2. Department of Environmental and Chemical Engineering, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China;

3. School of Materials Science and Engineering, Nanchang University, Nanchang 330047, China)

**Abstract:** Ultrafine abrasives Ce<sub>1-x</sub>Zr<sub>x</sub>O<sub>2</sub> ( $x=0, 0.2$ ) were prepared via a modified wet - solid mechanochemical method, and their crystalline phase type, morphology, specific surface area, particle size and surface zeta potential were characterized by XRD, TEM and so on. The chemical - mechanical polishing (CMP) performance of as-synthesized abrasives for ZF<sub>7</sub> optical glass was evaluated by the material removal rate (MRR) determination and AFM observation. Polishing performance of Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> solid solution abrasives for ZF<sub>7</sub> optical glass greatly improved than that of pure CeO<sub>2</sub> abrasives. The MRR of Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> solid solution abrasives slurry reached 463 nm/min, and its average roughness (Ra) of polished glass surface was 1.054 nm within 5.0 μm × 5.0 μm district. In contrast, the MRR and R<sub>a</sub> value of pure CeO<sub>2</sub> were decreased to 292 nm/min and increased to 1.441 nm, respectively. The increase in the MRR value and the decrease in R<sub>a</sub> value of Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> solid solution abrasives was nearly related to the increase of its minus particle surface Zeta potential and the decrease of its particle size.

**Key words:** wet - solid mechanochemical method, Ce<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub> solid solution, chemical mechanical polishing (CMP), ZF7 optical glass

**Author:** FU Mao - sheng, male, born in 1971, Lecturer, e - mail: fu\_maosheng@163.com