



การศึกษาการผลิตซีเรียมออกไซด์สำหรับทำผงขัดเลนซ์

PREPARATION OF CERIUM OXIDE FOR LENS POLISHING POWDER

อุทัยวรรณ อินทร์เจริญ, เจาวาน์ รอดทองคำ, พิพัฒน์ พิเชษฐพงษ์ และ กัลยา ช่างเครื่อง

Uthaiwan Injarean, Chouvana Rodthongkom, Pipat Pichestapong, Kalaya Changkrung Chemistry and Material Science Research Program, Office of Atoms for Peace. 16 Vibhavadi Rangsit Rd., Chatuchak, Bangkok 10900, Thailand; e-mail address : uthaiwan@oaep.go.th

บทคัดย่อ : ซีเรียมเป็นธาตุหนึ่งในกลุ่มธาตุหายาก ซึ่งเป็นธาตุในอนุกรมแลนทานัม มักพบอยู่ในแร่โมนาไซต์และแร่ซีโนไทม์ ที่อยู่ในทางแร่ดีบุกในภาคใต้ของประเทศไทย ซีเรียมเป็นธาตุที่มีคุณค่า สามารถนำมาใช้ประโยชน์ทางอุตสาหกรรมหลายชนิด โดยเฉพาะการทำผงขัดเลนส์ซึ่งมีซีเรียมเป็นองค์ประกอบหลักในรูปของซีเรียมออกไซด์ ได้มีการทดลองแปรสภาพแร่โมนาไซต์เพื่อสกัดแยกซีเรียมออกมา และนำซีเรียมมาทดลองผลิตเป็นผงขัดเลนส์ ซีเรียมที่ได้จากการแปรสภาพแร่โมนาไซต์ด้วยด่างจะอยู่ในรูปของไฮดรอกไซด์เล็ก ได้นำมาละลายด้วยกรดเกลือ แล้วตกตะกอนด้วยกรดออกซาลิก จากนั้นเผาตะกอนที่ได้ เพื่อให้เปลี่ยนเป็นออกไซด์ และวัดขนาดของผงออกไซด์ที่ได้ ในการศึกษานี้ได้ทดลองตกตะกอนโดยการเปลี่ยนสภาวะตัวแปรต่างๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายซีเรียมคลอไรด์ ความเข้มข้นของกรดออกซาลิก ความเข้มข้นของกรดกำมะถันที่ใช้ควบคุมการตกตะกอน และอุณหภูมิ ที่ใช้ในการตกตะกอน พบว่าการตกตะกอนที่สภาวะเหมาะสม สามารถได้ตะกอนที่เผาเป็นผงออกไซด์แล้วมีขนาดเล็กประมาณ 12 ไมครอน ซึ่งจะต้องมีการบดผงออกไซด์ให้มีขนาดเล็กลงที่ประมาณ 1 – 3 ไมครอน ก่อนนำไปใช้เป็นผงขัดเลนส์ได้

Abstract: Cerium is an element of rare earth group which is called lanthanide series. It is found in the ores like monazite and xenotime which are the tailings of tin mines in the south of Thailand. Cerium is used mostly as lens polishing powder besides the applications in other industries. In this study, cerium extracted from monazite ore breakdown by alkaline process was used for the preparation of lens polishing powder. Cerium hydroxide cake from the process was dissolved by hydrochloric acid and precipitated with oxalic acid. The oxalate precipitate then was calcined to oxide powder and its particle size was measured. Precipitation conditions being studied are concentration of feed cerium chloride solution, concentration of oxalic acid used for the precipitation, concentration of sulfuric acid used as precipitation control reagent and the precipitation temperature. It was found that the appropriate precipitation conditions yielded the fine oxide powder with particle size about 12 μm . The oxide powder can be ground to the size of 1 – 3 μm which is suitable for making lens polishing powder.

Methodology : Feed cerium chloride solution was prepared by dissolving enriched cerium hydroxide cake from monazite ore breakdown by alkaline process with hydrochloric acid and diluting to required concentration. For each experiment, equilibrium amount of oxalic acid was used to precipitate cerium and other rare earths in chloride solution to oxalate. For example, 110 ml of 10% w/v oxalic acid was used for the precipitation of 250 ml chloride solution of 50 g/l concentration. Most experiment, the precipitation temperature was set at 80°C and 2.5 g/l sulphuric acid was added to the feed chloride solution. The oxalate

precipitate was calcined to oxide in the furnace at 800°C for 2 hr. The composition of oxide powder was determined by X-ray fluorescence spectrometer and the particle size was measured by laser diffraction method. First, the concentration of sulfuric acid used for precipitation rate control was investigated by adding the acid to the chloride solution in the amount of 0 to 22.5 g/l or 0 to 50% of total rare earths concentration. Then, the concentration of chloride solution was varied from 50 to 170 g/l and the amount of sulfuric acid was fixed at 10% of total rare earths concentration. Next, the concentration of oxalic acid was varied from 4 to 10% w/v and the concentration of chloride solution used was 50 g/l with 5 g/l of sulfuric acid added. Last experiment, the precipitation temperature was varied from 30 to 90°C.

Results, Discussion and Conclusion: The oxide powder from the experiment consists of total rare earths oxide more than 95% and its composition is shown in Table 1. The particle size of oxide powders for each experimental series are shown in Table 2 to 5 respectively. It is seen that addition of sulphuric acid can reduce the particle size of oxide powder from 18 µm to 12 µm as shown in Table 2. Particle size of oxide powder increases with the increasing of rare earth chloride concentration as shown in Table 3. Varying the concentration of oxalic used from 4 to 10% w/v does not affect the particle of oxide powder as shown in Table 4. However, increasing of precipitation temperature reduces the particle size as shown in Table 5. The smallest particle size of oxide powder yielded in most precipitation conditions is about 12 µm. This is not fine enough for making lens polishing powder which requires the powder particle size less than 3 µm. The oxide powder of 12 µm prepared in this study was ground in mortar for about 5 minutes and it was found that its particle size could be reduced to 1 - 3 µm. The bulk density of oxide powder is in the range of 1.8 – 2.2 g/cm³. The composition, particle size and bulk density of prepared oxide powder are close to the commercially available lens polishing powder. However, some additives such as Al₂O₃, SiO₂ and suspension reagents need to be mixed with the oxide powder to improve its polishing properties.

Table 1 Composition of oxide powder.

Rare Earths	CeO ₂	Nd ₂ O ₃	La ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Pr ₆ O ₁₁	Gd ₂ O ₃	Y ₂ O ₃
Wt %	57-59	17-18	5-6	5-6	4-5	3-4	1-2

Table 2 Effect of sulphuric acid on particle size of oxide powder prepared from equilibrium precipitation of 50 g/l rare earth chloride with 10% w/v oxalic acid at 80°C.

Concentration of H ₂ SO ₄ (g/l)	0	2.5	7.5	12.5	17.5	22.5
Particle size of powder (µm)	17.84	11.97	12.09	11.82	12.10	12.11

Table 3 Particle size of oxide power prepared by varying concentration of rare earth chloride in equilibrium precipitation with 10% w/v oxalic acid at 80°C and 2.5 g/l sulphuric acid added.

Concentration of RE Cl ₃ (g/l)	50	70	90	110	130	150	170
Particle size of Powder (µm)	12.11	12.09	12.56	14.12	14.54	14.25	15.09

Table 4 Particle size of oxide powder prepared by varying concentration of oxalic acid in equilibrium precipitation of 50 g/l rare earth chloride at 80°C and 2.5 g/l sulphuric acid added.

Concentration of oxalic acid (%w/v)	4	7	10
Particle size of powder (μm)	12.21	12.51	12.34

Table 5 Particle size of oxide powder prepared from the equilibrium precipitation of 50 g/l rare earth chloride with 10% w/v oxalic acid at different precipitation temperature and 2.5 g/l sulphuric acid added.

Precipitation temperature ($^{\circ}\text{C}$)	30	50	70	90
Particle size of powder (μm)	17.91	15.54	13.09	12.21

- References :**
1. “ศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายาก” สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ, 2539
 2. รศ. ชูติมา ศรีวิบูลย์ “เคมีวิเคราะห์ 1” ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรามคำแหง ตุลาคม 2544
 3. James S. Fritz and George H. Schenk, “Quantitative Analytical Chemistry”, 4th Ed., Allyn and Bacon, Inc., 1979.
 4. “An Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biologicals, 12th Ed., MERCK & Co., Inc., NJ, 1996
 5. “Perry’s Chemical Engineers Handbook”, 7th Ed., Editor Don W. Green and James O. Maloney, McGraw-Hill Co, Inc., NY, 1997.
 6. “Handbook of Chemistry and Physics”, 79th Ed., Editor David R. Lide, CRC Press LLC, Washington, D.C., 1998

Keyword : cerium oxide, polishing powder, monazite, rare earths