

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02820035.7

[51] Int. Cl.

C01G 31/00 (2006.01)

C09K 11/82 (2006.01)

C09K 11/83 (2006.01)

C01B 25/45 (2006.01)

H05B 33/14 (2006.01)

[45] 授权公告日 2007 年 7 月 11 日

[11] 授权公告号 CN 1325382C

[22] 申请日 2002.9.10 [21] 申请号 02820035.7

[30] 优先权

[32] 2001. 9. 12 [33] FR [31] 0111792

[86] 国际申请 PCT/FR2002/003074 2002. 9. 10

[87] 国际公布 WO2003/022743 法 2003. 3. 20

[85] 进入国家阶段日期 2004. 4. 9

[73] 专利权人 罗狄亚电子与催化公司

地址 法国拉罗谢尔

[72] 发明人 J-Y·查恩钦 T·勒默西尔

[56] 参考文献

US 3441512A 1969. 4. 29

审查员 左嘉勋

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利

商标事务所

代理人 龙传红

权利要求书 2 页 说明书 10 页

[54] 发明名称

稀土金属钒酸盐或磷钒酸盐颗粒的胶态分散体、其制备方法及其用途和制品

[57] 摘要

本发明涉及至少一种稀土金属的钒酸盐或磷钒酸盐，特征在于它包括具有大于 2.5 的 pK (由络合物形成剂和所述稀土金属形成的络合物的离解常数的余对数) 的络合物形成剂，或可溶于水中且具有 2.5 - 5 的 pK_a 的一价酸的阴离子。在钒酸盐分散体的情况下，颗粒具有不超过 6nm 的平均粒度。本发明分散体通过包括将含有至少一种稀土金属化合物和至少一种络合物形成剂或所述一价酸的阴离子，并且其 pH 已调至至少 7 的值的胶态分散体或初始络合物的分散体与钒酸根离子和视需要而定的磷酸根离子接触，然后将所得介质的 pH 调至至少 9 的值和加热的方法来获得。

1、至少一种稀土金属的钒酸盐的颗粒的胶态分散体，特征在于该颗粒具有至多 6nm 的平均粒度和它包括具有大于 2.5 的 pK 的络合剂，或可溶于水中且具有 2.5 - 5 的 pKa 的一价酸的阴离子，其中该 pK 表示由络合剂和所述稀土金属形成的络合物的离解常数的余对数。

2、如权利要求 1 所要求的分散体，特征在于该钒酸盐是磷钒酸盐。

3、如权利要求 1 所要求的分散体，特征在于该颗粒具有低于 40 % 的附聚度。

4、如权利要求 3 要求的分散体，特征在于该颗粒具有低于 10 % 的附聚度。

5、如权利要求 1 所要求的分散体，特征在于该钒酸盐是铈的第一稀土金属和钇或镧的第二稀土金属的钒酸盐。

6、如权利要求 5 所要求的分散体，特征在于该钒酸盐是铈的第一稀土金属和钇或镧的第二稀土金属的磷钒酸盐。

7、如权利要求 1 所要求的分散体，特征在于络合剂选自酸或多羧基酸，脂族氨基酸，聚丙烯酸或这些酸的盐。

8、如权利要求 1 所要求的分散体，特征在于上述一价酸是乙酸。

9、制备如前述权利要求之一所要求的胶态分散体的方法，特征在于它包括以下步骤：

- 让包括至少一种络合剂或上述一价酸的阴离子的至少一种稀土金属化合物的初始胶态分散体，所述分散体的 pH 已调至至少 7 的值；或以稀土金属化合物，络合剂或上述一价酸的阴离子为基础的络合物的初始分散体，该分散体此外含有 OH⁻阴离子和它的 pH 已调至至少 7 的值，与钒酸根离子和视需要而定的磷酸根离子接触；

- 在添加钒酸根和任选的磷酸根离子之后，将这样获得的介质的 pH 调至至少 9 的值；和

- 加热所述介质。

10、如权利要求 9 所要求的方法，特征在于将初始胶态分散体或

络合物的初始分散体的 pH 调至 7 - 9.5 的值。

11、如权利要求 9 或 10 所要求的方法，特征在于在与钒酸根离子和视需要而定的磷酸根离子接触之后，将混合物的 pH 调至 9 - 12.5 的值。

12、如权利要求 9 或 10 所要求的方法，特征在于在加热步骤之后获得的分散体通过超滤来洗涤和再次加热刚洗涤过的分散体。

13、如权利要求 9 或 10 所要求的方法，特征在于将分散体加热到 80 - 140℃ 的温度。

14、如权利要求 1 - 8 的任一项所要求的分散体在制备磷光体化合物或生产发光器件中的用途。

15、如权利要求 14 所要求的用途，其中所述分散体用于在玻璃或石英基材上沉积透明薄膜。

16、包括安装了透明电极且在其上具有通过沉积如权利要求 1 - 8 的任一项所要求的分散体获得的透明薄膜的玻璃或石英基材的器件。

稀土金属钒酸盐或磷钒酸盐颗粒的胶态分散体、
其制备方法及其用途和制品

本发明涉及至少一种稀土金属的钒酸盐或磷钒酸盐的颗粒的胶态分散体。

发光和电子领域目前经历了巨大的发展。作为这种发展的实例，可以提及用于新型显示和发光技术的等离子体系统（屏幕和灯）的发展。这些新型应用需要表现不断改进性能的磷光体（phosphor）材料。因此，除了发光性能以外，还要求这些材料具有特殊形态或粒度特性，尤其为了使它们更容易在所需应用中使用。

更准确地说，要求磷光体尽可能以单独颗粒的形式存在并且极细小。

胶态溶胶或分散体可以构成获取这种类型的产物的有效方法。

本发明的目的是提供尤其能够用于发光和电子领域的溶胶，并且用它可以获得精细而高度解聚集的产物。

为此，根据本发明的第一个实施方案，分散体是至少一种稀土金属的钒酸盐颗粒的胶态分散体，并且特征在于该颗粒具有至多 6nm 的平均粒度和它包括具有大于 2.5 的 pK（由络合剂和所述稀土金属形成的络合物的离解常数的余对数）的络合剂，或可溶于水中且具有 2.5 - 5 的 pKa 的一价酸的阴离子。

根据本发明的第二个实施方案，该分散体是至少一种稀土金属的磷钒酸盐（phosphor vanadate）颗粒的分散体，特征在于它包括具有大于 2.5 的 pK（由络合剂和所述稀土金属形成的络合物的离解常数的余对数）的络合剂，或可溶于水中且具有 2.5 - 5 的 pKa 的一价酸的阴离子。

本发明还涉及制备上述分散体的方法，该方法特征在于包括以下步骤：

- 让包括至少一种络合剂或上述一价酸的阴离子的至少一种稀

土金属化合物的初始胶态分散体（所述分散体的 pH 已调至至少 7 的值），或以稀土金属化合物，络合剂或上述一价酸的阴离子为基础的络合物的初始分散体（该分散体此外含有 OH⁻阴离子和它的 pH 已调至至少 7 的值）与钒酸根离子和视需要而定的磷酸根离子接触；

- 在添加钒酸根和任选的磷酸根离子之后，将这样获得的介质的 pH 调至至少 9 的值；和

- 加热所述介质。

根据可供选择的实施方案，本发明的分散体的颗粒可以具有大约几纳米的粒度和一般均匀而明显各不相同的形态，这使得该分散体尤其可用于包括磷光体的应用。

在阅读了以下的描述和用来举例说明的各种特定、但非限制性实施例之后，将更加完全地了解本发明的其它特征、细节和优点。

在整个说明书中，术语“稀土金属”理解为指由钒和具有 57 - 71 的原子序数（包括端值）的周期表的那些元素形成的集合中的元素。

在整个说明书中，除非另有规定，所给出的各种间隔或范围的值的极限包括在这些间隔或范围内。

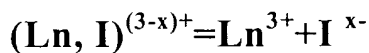
本发明适用于一种或多种稀土金属的钒酸盐或磷钒酸盐的颗粒的分散体或溶胶。它们在这里理解为主要以式 LnVO_4 的钒酸盐或式 $\text{Ln}(\text{VO}_4)_x(\text{PO}_4)_y$ 的磷钒酸盐为基础的颗粒，其中 $x+y=1$ ，Ln 表示一种或多种稀土金属。

而且，对于说明书的剩余部分来说，表述“稀土金属钒酸盐或磷钒酸盐的胶态分散体或溶胶”表示由一般以在以上给出的含义内的稀土金属的钒酸盐或磷钒酸盐为基础的胶体尺寸的精细固体颗粒组成的任何体系，该颗粒可以被水合，以及悬浮在含水液相中。这些颗粒此外可以含有一定量的络合剂或上述的一价酸的阴离子。它们还可以任选含有残留量的结合或吸附离子，这些离子可以来自在分散体制备中使用的稀土金属盐，例如硝酸盐，乙酸盐，氯化物，柠檬酸盐或铵阴离子或钠阴离子，或者钒酸根或磷酸根阴离子（ HPO_4^{2-} ， PO_4^{3-} ， $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$ 等）。应该指出的是，在这些分散体中，稀土金属可以完全以胶体的形

式，或同时以离子、络离子或胶体的形式存在。优选的是，至少 80% 的稀土金属以胶体形式的存在。

含水液相还可以包括络合剂或一价酸或该酸的阴离子，上述稀土金属盐的阴离子和各种形式的钒酸根或磷钒酸根离子。

在本说明书中的术语“络合剂”表示能够与稀土金属阳离子建立共价键或离子-共价键的化合物或分子。在本发明的意义内适合的络合剂是具有高络合物缔合常数 K_s 的络合剂，所述络合物这里是通过络合剂和稀土金属阳离子形成的络合物。作为以下给出的平衡的实例：



其中 Ln 表示稀土，I 是络合剂和 I 是配阴离子，x 等于 1、2 或 3，取决于络合物的电离状态，络合物缔合常数 K_s 通过下式来给出：

$$K_s = [\text{Ln}^{3+}] \times [\text{I}^x] / [(\text{Ln}, \text{I})^{(3-x)+}]$$

pK 是 K_s 的余对数。络合物 $(\text{Ln}, \text{I})^{(3-x)+}$ 越稳定，pK 的值越高。

在本发明的意义上适合的络合剂是具有大于 2.5，优选至少 3 的 pK 的那些。

络合剂尤其可以选自氢氰酸或多羟基酸或它们的盐。作为羟基酸的实例，可以提及羟乙酸或乳酸，作为多羟基酸，可以提及马来酸和柠檬酸。

络合剂还可以选自脂族氨基酸，优选脂族多氨基酸，或它们的盐。作为这种络合剂的实例，可以提及乙二胺四乙酸或次氨基三乙酸，或式 $(\text{NaCOO}^-)\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{CH}(\text{COO}^- \text{Na})\text{N}(\text{CH}_2\text{COO}^- \text{Na})_2$ 的 N,N-二(羧甲基)谷氨酸的钠盐。

作为其它适合的络合剂，可以使用聚丙烯酸和它们的盐，如聚丙烯酸钠和更尤其重均分子量为 2000 - 5000 的那些。

络合剂可以为酸形式或电离形式。

最后，应该指出的是，一种或多种络合剂可以存在于同一分散体中。

根据本发明，分散体还可以包括可溶于水中且具有 2.5 - 5 的 pKa 的一价酸的阴离子。pKa 是所述酸的酸常数 K_a 的余对数。该酸尤其

可以是甲酸，丙酸或一氯乙酸。更尤其，它可以是乙酸。这里，在同一分散体中也可以存在几种一价酸的阴离子。

如上所述，络合剂和上述阴离子可以作为混合物在分散体中存在。

络合剂和/或一价酸阴离子的含量（按基于稀土原子数的络合剂或一价酸阴离子的摩尔数计）可以改变。尤其，它可以是 0.01 - 0.25，更尤其 0.05 - 0.21。该含量在 50000rpm 下超离心 6 小时之后回收的胶体的碳和稀土元素化学分析来测定。这种含量适用于络合剂或阴离子的总和，如果在分散体中存在几种络合剂或阴离子。

VO_4/Ln 或 $(\text{VO}_4+\text{PO}_4)/\text{Ln}$ 的摩尔比也可以变化，例如可以是 0.7 - 1.2 和更尤其 0.8 - 1.1。

摩尔比 $\text{PO}_4/(\text{VO}_4+\text{PO}_4)$ 也可以变化，例如可以是 0 - 0.85 和更尤其 0.6 - 0.8。这两种比率通过对在 50000rpm 下超离心 6 小时之后回收的胶体的所述化学物质的化学分析来测定。

根据本发明的第一个实施方案的分散体（钒酸盐）是纳米级分散体。它是指其中胶体具有至多 6nm 和更尤其至多 5nm 的平均粒度的分散体。胶态颗粒尤其可以具有大约 3nm 到大约 5nm 的平均粒度。

在本发明的第二个实施方案的情况下，胶体可以具有任何粒度。然而，根据一个特定实施方案，它们的平均粒度为至多 20nm，更尤其至多 10nm。更尤其，在该第二个实施方案中，胶体还可以具有第一个实施方案的那些的平均粒度和以上给出的值。

上述粒度通过 HRTEM（高分辨率透射电子显微术）来测定，如果必要的话，补充以低温显微术。

除了它们的粒度小以外，本发明的钒酸盐分散体的胶体形成了很少或无附聚物。用透射电子显微术对冰冻样品进行的分析（Dubochet 技术）显示了例如低于 40%，更尤其低于 10% 或甚至低于 5%（按数目计）的低胶体附聚度，也就是说，在所观测到的全部物体或颗粒中，高达 60%，更尤其高达 90% 和还更尤其高达 95% 的它们由单一微晶形成。在钒酸盐分散体的情况下的所述情况也适用于这里的其平均粒度为至多 6nm 的磷钒酸盐分散体的情况。

此外，胶态颗粒就其形态来说是各向同性的或基本各向同性的。它们的形状实际上接近球体的形状（完全各向同性形状），与针形或板状形状的颗粒相反。

在本发明的分散体中，稀土金属可以是以上定义的任何稀土金属。然而，稀土金属更尤其可以是镧，铈，镨，钐，铕或钆。本发明特别适合于两种稀土金属的分散体，其至少一种是铕，尤其 Eu/Ln 原子比可以为 0.01/0.99 到 0.20/0.80，更尤其 0.02/0.98 到 0.15/0.85 的情况其中 Ln 表示除了铕以外的稀土金属。该第二稀土金属尤其可以是钆或镧。

本发明的分散体的浓度一般是至少 15g/l，尤其至少 20g/l 和更尤其至少 50g/l，这些浓度表示为当量稀土金属钒酸盐或磷钒酸盐浓度。该浓度在既定体积的分散体在空气中干燥和煅烧之后测定。

现在描述制备本发明的分散体的方法。

如上所述，本发明的方法包括其中起始点是含有至少一种络合剂或上述一价酸的阴离子的至少一种稀土金属化合物的胶态分散体的第一步。

该胶态分散体由一般以悬浮在含水液相中的稀土金属的氧化物和/或水化氧化物（氢氧化物）为基础的胶体尺寸的精细固体颗粒组成，这些颗粒此外任选可以含有残留量的结合或吸附离子，如硝酸根，乙酸根，柠檬酸根和铵，或电离形式的络合剂或一价酸的阴离子。应该指出的是，在这些分散体中，稀土金属可以完全以胶体的形式存在，或同时以离子，络离子的形式和胶体的形式存在。

该初始胶态分散体可以通过任何已知方式来获得。尤其可以参照欧洲专利申请 EP 308311，它涉及三价稀土金属，尤其钆的分散体。将例如络合剂和/或上述一价酸的阴离子加入到根据该申请的教导获得的分散体中。作为可行的初始分散体，还可以提及在 WO 00/138225 中所述的那些。

本发明的方法还可以用络合物的初始分散体开始，它以稀土金属化合物，络合剂或上述一价酸的阴离子为基础并另外含有 OH⁻ 离子。

应该指出的是，这种分散体尤其可以通过形成含有至少一种稀土金属盐和上述络合剂或可溶于水中且具有 2.5-5 的 pKa 的一价酸的含水混合物，或者络合剂和一价酸的混合物，再将碱加入到所形成的混合物中来制备。

稀土金属盐可以是无机或有机酸盐，例如硫酸盐，硝酸盐，氯化物或乙酸盐类。应该指出的是，硝酸盐和乙酸盐是特别适合的。作为铈盐，更尤其可以使用乙酸铈(III)，氯化铈(III)或硝酸铈(III)，以及这些盐的混合物如乙酸盐/氯化物混合物。

这种制备可以按照在 WO 00/138225 中所述的方法来进行，但不进行加热步骤。

络合剂或一价酸阴离子在初始分散体中的含量(表示为相对于稀土金属原子数的络合剂或一价酸阴离子的摩尔数)尤其可以为 0.3-1.8，更尤其 0.5-1.5。

根据该方法的一个特征，将初始分散体的 pH 调至至少 7 的值，更尤其 7-9.5 的值。该 pH 调节通过添加碱来进行。一般选择用于获得该 pH 的碱的量，使得 $R_1:OH/Ln$ 摩尔比为 3.0-4.5，更尤其 3.0-4.2，Ln 表示一种或多种稀土金属。

作为碱，尤其可以使用氢氧化物类型的产物。可以提及碱金属或碱土金属氢氧化物和氨水。还可以使用仲、叔或季胺。然而，胺和氨水可以是优选的，因为它们减低了被碱金属或碱土金属阳离子污染的风险。

在由上述稀土金属盐起始制备分散体的情况下，加入到含水混合物中的碱的量必须使得满足上述 pH 条件。

根据本发明的方法，在制备磷钒酸盐的分散体的情况下，让初始胶态分散体与钒酸根离子和磷酸根离子接触。

钒酸根离子通过固体化合物或溶液，例如以一钒酸铵(NH_4VO_3)或钒酸钠(Na_3VO_4)的形式提供，其中它们被加入到初始分散体中。磷酸根离子可以通过磷酸铵($(NH_4)_2HPO_4$ 或 $NH_4H_2PO_4$ 或固体磷酸盐来提供。

该添加通常在搅拌的同时在室温下进行。钒酸根/Ln 或 (钒酸根 + 磷酸根)/Ln 摩尔比可以变化。它一般是 0.7 - 1.2, 更尤其 0.8 - 1.1。

根据本发明的方法, 然后将这样获得的混合物的 pH 调至至少 9, 尤其 9 - 12.5 的值。为了调节该 pH, 使用与上述那些相同类型的碱。一般选择碱的量, 使得 $R_2:OH/Ln$ 比率为 1.2 - 5.0, Ln 表示一种或多种稀土金属。在制备钒酸盐分散体的情况下, pH 更尤其可以是 9 - 11。在制备磷钒酸盐分散体的情况下, pH 更尤其可以是 10.5 - 12.5。

该方法的第二步包括加热在前一步骤之后获得的混合物。加热温度优选是至少 60°C 和更尤其至少 80°C, 可以高达反应混合物的临界温度。例如, 它可以是 80 - 140°C。

取决于所采用的温度条件, 该加热或热处理可以在标准大气压或在压力, 如对应于热处理的温度的饱和蒸汽压下进行。当处理温度选择为在反应混合物的回流温度以上 (即一般高于 100°C) 时, 则通过将含水混合物引入到密封的室内 (密闭反应器, 通常称为高压釜) 来进行操作, 这样必要的压力仅仅来源于反应混合物的加热 (自生压力)。在以上给出的温度条件下, 在含水介质中, 例如, 因此可以规定, 在密闭反应器内的压力在高于 1 巴 ($10^5 Pa$) 到 165 巴 ($165 \times 10^5 Pa$), 优选 1 巴 ($5 \times 10^5 Pa$) 到 20 巴 ($100 \times 10^5 Pa$) 的值之间变化。当然, 还可以施加外部压力, 该压力增加到由加热产生的压力上。

加热可以在空气氛围中或在惰性气体氛围中 (在这种情况下优选氮气氛围) 进行。

在加热步骤之后, 直接获得了根据本发明的胶态分散体。

根据本发明的方法的一个变型, 可以通过超滤对加热步骤之后获得的分散体来洗涤和/或浓缩, 然后在与上述那些相同的条件下和在更尤其为 100 - 190°C 的温度下再次加热洗涤的分散体。该变型使得可以获得具有改进发光产额的产物。

最后, 可以将本发明的分散体进行后处理。这些处理之一包括用二氧化硅涂敷分散体的颗粒。这可以通过将硅酸钠加入到分散体中和然后降低 pH 来进行。该硅酸钠可以具有 0.8 - 3.7 的 $Rm(SiO_2/Na_2O)$ 。

最终 pH 例如是 8.5 - 10.5。Si/Ln 摩尔比一般是至多 10%。

本发明的分散体可以在许多应用中使用。尤其，可以提及催化。

根据制备这些分散体的胶体颗粒的形态和细度，这些分散体尤其例如适合用于制备磷光体化合物或制备发光器件，场致发射屏幕型或等离子体或汞-蒸汽系统。在这些器件的生产中，磷光体使用公知技术，例如丝网印刷、电泳或沉积来加工。

本发明的分散体还可以用来以透明膜的形式沉积在具备透明电极的玻璃或石英基材上，可能的话，与其它磷光体一起。该沉积尤其可以通过浸渍或喷雾来进行，任选随后进行煅烧。在适当的激发下，这样获得的这些膜可以发射可见区的彩色光。本发明囊括了具有在其上提供了通过沉积根据本发明的分散体所获得的透明膜的这种基材的设备。

现在给出实施例。

实施例 1

本实施例涉及钒酸铕的胶态分散体的制备。

将 98.83g 的具有等于 21.6wt% 的 Y_2O_3 当量浓度的 $Y(NO_3)_3$ 溶液（即，189mmol 的 Y）加入到烧杯中，随后添加 300g 的软化水。接着，在搅拌下添加 6.32g 的固体 $Eu(NO_3)_3$ (18.9mmol 的 Eu)。Eu/Y 摩尔比等于 1/10。

在搅拌以上混合物的同时，引入 36.15g 的柠檬酸：Prolabo 等级， $M_w=210.14g$ (172mmol 的柠檬酸)。柠檬酸/(Y+Eu)摩尔比是 0.83。混合物的总体积是 390ml。

在搅拌的同时在室温下以 3.5ml/min 的流速向该混合物添加 253.536ml 的 3.28M (按 OH^- 计) NH_4OH 。在添加之后，将混合物搅拌 30 分钟。 $OH^-(Y+Eu)$ 摩尔比等于 4。分散体的 pH 是 8.5。

向含有 161.5mmol 的 Y + Eu 的 500ml 等份试样添加含有 23.76g 的 Aldrich 等级的原钒酸钠 (Na_3VO_4 , $M_w=183.91g$) 的 200ml 溶液。V/Y+Eu 比率等于 0.8。pH 是 9.5。

通过添加 36ml 的 6M NaOH 溶液将 pH 调至 10。将分散体搅拌 10 分钟。

将所得分散体转移到密闭高压釜 (Parr bombes) 中。将高压釜转移到预热至 120°C 的温度的烘箱内。水热处理持续 16 小时。

在该水热处理和冷却之后, 收集胶态分散体。

产物按以下方式用配备 3KD 膜的超滤池洗涤:

- 将 200cm³ 的软化水加入到 100cm³ 的分散体中, 再将混合物超滤至 100cm³。再次进行相同的操作。这样获得的分散体用 4 当量体积的水洗涤。

分散体然后通过超滤浓缩到 25cm³ 的最终体积。

CryoMET 表征 (使用 Dubochet 技术) 证明了存在具有大约 3nm 的粒度的充分分离的纳米颗粒。

实施例 2

本实施例涉及磷钒酸铈的胶态分散体的制备。

将 98.83g 的具有等于 21.6wt% 的 Y₂O₃ 当量浓度的 Y(NO₃)₃ 溶液 (即, 189mmol 的 Y) 加入到烧杯中, 随后添加 300g 的软化水。接着, 在搅拌下添加 6.32g 的固体 Eu(NO₃)₃ (18.9mmol 的 Eu)。Eu/Y 摩尔比等于 1/10。

在搅拌以上混合物的同时, 引入 36.15g 的柠檬酸: Prolabo 等级, Mw=210.14g(172mmol 的柠檬酸)。柠檬酸/(Y+Eu)摩尔比是 0.83。混合物的总体积是 390ml。

在搅拌的同时在室温下以 3.5ml/min 的流速向该混合物添加 261.5ml 的 3.18M (按 OH⁻计)NH₄OH。在添加之后, 将混合物搅拌 30 分钟。OH⁻/(Y+Eu)摩尔比那么等于 4。铈钒分散体的 pH 是 8.4。

按以下方式生产碱性阳离子磷钒酸盐溶液:

- 溶液 A: 将 16.47g 的 Mw=132.06g 的 Prolabo 磷酸氢二铵 (NH₄)₂HPO₄, 即 124.7mmol 的 P 加入到软化水中, 获得了 100ml 的总体积;

- 溶液 B: 将 7.64g 的原钒酸钠 Na_3VO_4 (Aldrich Mw=183.91g), 即 41.5mmol 的 V 加入到软化水中, 获得了 70ml 的最终体积; 和

- 将溶液 A 加入到溶液 B 中。

这样磷钒酸盐溶液具有 75/25 的 P/V 摩尔比。

将这样制备的磷钒酸盐溶液加入到先前的钇铕分散体中。(P + V) / (Y + Eu) 摩尔比等于 0.8。pH 是 9.1。

通过添加 170ml 的 6M NaOH 溶液将 pH 调至 11.3。将分散体搅拌 10 分钟。氢氧化钠的添加量对应于 4.9 的 OH/(Y+Eu) 摩尔比。

将所得分散体转移到密闭高压釜 (Parr bombs) 中。将高压釜转移到预热至 95°C 的温度的烘箱内。水热处理持续 16 小时。

在该水热处理和冷却之后, 收集胶态分散体。

产物按以下方式用配备 3KD 膜的超滤池洗涤:

- 将 200cm³ 的软化水加入到 100cm³ 的分散体中, 再将混合物超滤至 100cm³。再次进行相同的操作。这样获得的分散体用 4 当量体积的水洗涤。

分散体然后通过超滤浓缩到 25cm³ 的最终体积。

CryoMET 表征 (使用 Dubochet 技术) 证明了存在具有大约 3nm 的粒度的充分分离的纳米颗粒。