

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

УДК 546.65.03+54.057+544.174+661.143

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ И ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ
СВОЙСТВА МЕТАФОСФАТА ЛАНТАНА $\text{LaP}_3\text{O}_9 : \text{Tb}$

© 2025 г. М. В. Белобелецкая^a, *, Н. И. Стеблевская^a, М. А. Медков^a

^aИнститут химии ДВО РАН, пр-т 100-летия Владивостока, 159, Владивосток, 690022 Россия

*e-mail: rita@ich.dvo.ru

Поступила в редакцию 17.08.2024 г.

После доработки 03.10.2024 г.

Принята к публикации 03.10.2024 г.

Допированные тербием метафосфаты лантана $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ ($x = 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4$), перспективные для получения неорганических люминофоров, синтезированы экстракционно-пиролитическим методом при низкой, по сравнению с известными методами, температуре. Кристаллическая структура и оптические свойства полученных образцов изучены методами рентгенофазового анализа, ИК- и люминесцентной спектроскопии, рассчитаны параметры элементарной ячейки. Соединения с ромбической структурой (пр. гр. C222₁) получены в интервале температур 500–900°C. Все параметры элементарной ячейки линейно уменьшаются при введении тербия в метафосфат лантана. Соединения $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ показывают интенсивную люминесценцию в области 450–650 нм. Образец $\text{La}_{0.8}\text{Tb}_{0.2}\text{P}_3\text{O}_9$, полученный за 1 ч отжига при температуре пиролиза 900°C, демонстрирует максимальную интенсивность люминесценции.

Ключевые слова: метафосфаты лантана, тербий, допирование, люминесценция

DOI: 10.31857/S0044457X25010035, EDN: IBBGGT

ВВЕДЕНИЕ

Разработка методов синтеза новых химических, термически и механически стабильных материалов, обладающих оптическими свойствами, является актуальной задачей. Высокая термостойкость, а также химическая и радиационная устойчивость материалов на основе фосфатов редкоземельных элементов (РЗЭ) определяют перспективность их использования в качестве матриц для люминофоров [1–6].

На основе люминесцентных материалов, содержащих ионы РЗЭ, созданы плазменные панели, светоизлучающие диоды, лампы дневного света, жидкокристаллические дисплеи, датчики температуры [7–10]. В последние годы фосфатные люминофорные материалы привлекают большое внимание из-за относительной простоты синтеза, высокой стабильности и низкой токсичности [11]. Таким образом, интерес к дальнейшему изучению фосфатов обусловлен их уникальными свойствами и широким спектром применения.

Наиболее используемыми методами синтеза метафосфатов РЗЭ являются твердофазный метод [12–16], метод осаждения из растворов [7, 17–19] и золь-гель метод [16, 20].

Традиционный высокотемпературный твердофазный синтез применяется наиболее часто [12–16]. При использовании этого метода оксиды РЗЭ тщательно измельчаются, смешиваются с фосфорсодержащим реагентом и несколько раз обжигаются при различной температуре, конечная температура обжига достигает 800–1200°C, каждая стадия процесса осуществляется от нескольких часов до суток. В качестве источников фосфат-ионов используют оксид фосфора(V), дигидрофосфаты или гидрофосфаты аммония или ионов щелочных металлов. В зависимости от температуры реакции фосфорсодержащие реагенты иногда следует брать в избытке, чтобы компенсировать потери, вызванные сублимацией. Твердофазный метод имеет ряд недостатков: многостадийность, длительность и высокая температура синтеза.

Получение фосфатов РЗЭ, в том числе допированных, очень часто осуществляют из водных растворов, содержащих фосфаты аммония или фосфорную кислоту, при этом в зависимости от температуры и условий реакции могут быть синтезированы фосфаты различного состава [17]. В работах [7, 18, 19] метафосфаты РЗЭ были успешно получены осаждением из растворов. При этом обезвоживание полученных прекур-

солов проводили при температуре 100–110°C в течение 10–12 ч, а для получения конечного метаfosфата потребовался обжиг при температуре 900–1000°C.

При использовании золь-гель метода для синтеза метаfosфатов РЗЭ [16, 20] образующийся при низкой температуре прозрачный золь нагревали при более высокой температуре, превращая его в вязкий гель, из которого при оптимальной температуре образуется конечный продукт.

Однако по сравнению с осаждением и твердофазными реакциями этот метод применяется реже, что связано с длительностью и сложностью процесса. Например, в работе [16] метаfosфат иттрия получали из безводного оксида фосфора P_2O_5 в смеси с хлоридами иттрия и европия в изопропаноле. На первом этапе синтезировали алкоxиды иттрия и европия, после чего к ним при интенсивном перемешивании в течение 6 ч добавляли порошок безводного оксида фосфора P_2O_5 для получения прозрачного раствора гетерометаллических алкоxидов. После этого золь гидролизовали добавлением избытка воды, в результате происходило образование прозрачного геля, который высушивали при 80°C для получения белого ксерогеля. Последний отжигали при температурах от 80 до 1200°C в течение 5 ч. Поскольку синтезированные алкоxиды иттрия и европия активно реагируют с парами воды, содержащимися в воздухе, все эксперименты проводили в атмосфере сухого аргона на всех стадиях процесса.

Поскольку именно способ получения определяет морфологию, размер частиц, состав и люминесцентные свойства материалов, поиск новых методов синтеза фосфатных люминофоров остается актуальной темой научных исследований [20, 21].

В настоящей работе представлены результаты исследования условий синтеза и люминесцентных свойств допированных тербием метаfosфатов лантана не использованным для этого ранее экстракционно-пиролитическим методом.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для синтеза метаfosфатов лантана $LaP_3O_9 : Tb$ использовали насыщенные экстракти лантана и тербия. Для получения экстрактов в качестве водной фазы брали нитратные растворы, содержащие 0.012 моль/л лантана и 6.6×10^{-3} моль/л тербия; значение pH водной фазы 7.0–7.5 создавали добавлением водного раствора аммиака. Величину pH водной фазы контролиро-

вали при помощи pH-метра/милливольтметра Марк-901. Экстракцию РЗЭ проводили смешанными растворами 1.95 моль/л ацетилацетона и 0.0167 моль/л 1,10-фенантролина в бензоле. Органическую и водную фазы в соотношении 1 : 1 интенсивно перемешивали при комнатной температуре в течение 30 мин на механическом встряхивателе SK-30 (Корея). Состав водных фаз РЗЭ контролировали до и после экстракции на атомно-абсорбционном спектрофотометре Shimadzu AA 7000. Концентрацию La и Tb в органических экстрактах определяли по L-линиям характеристического спектра методом энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа на приборе Shimadzu EDX-800HS. Источником возбуждения служила рентгеновская трубка с Rh-анодом, время измерения составляло 100 с. Расчет концентрации элементов проводили по градуировочному графику с использованием программного обеспечения прибора. Для синтеза $LaP_3O_9 : Tb$ к насыщенным экстрактам добавляли трибутилфосфат в мольном соотношении $Ln : P = 1 : 4$, тербий вводили в экстракт лантана в различных соотношениях. Гомогенные насыщенные экстракти упаривали при 60–80°C до образования паст и подвергали пиролизу при различных температурах в муфельной печи в течение 1–2 ч.

Рентгенографический анализ образцов осуществляли на дифрактометре D8 Advance BrukerAXS (Германия) в CuK_{α} -излучении с использованием программы поиска EVA с банком порошковых данных PDF-2. Спектры возбуждения люминесценции и люминесценции люминофоров регистрировали при 300 K на спектрофлуориметре Shimadzu RF-5301 PC. ИК-спектры образцов записывали при комнатной температуре на приборе Vertex 70 в области 4000–400 cm^{-1} .

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Экстракционно-пиролитическим методом ранее успешно синтезированы различные люминофоры на основе орто- и метаборатов, окисульфидов, полифосфатов, полиниобатов и политанталатов РЗЭ [21–23].

Метаfosфаты РЗЭ кристаллизуются в двух структурных типах. Для элементов ряда La–Eu характерна ромбическая сингония, а для лантаноидов с малым ионным радиусом ($Ln = Gd–Lu, Y$) – моноклинная [11, 12]. Первые рефлексы, соответствующие ромбической фазе метаfosфата лантана, появляются уже при температуре пиролиза 400°C (рис. 1, кривая 1). При температуре

500°C формируется фаза кристаллического метаfosфата лантана LaP_3O_9 ромбической модификации (пр. гр. C222₁(20), $a = 11.303$, $b = 8.648$, $c = 7.397 \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 90^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $Z = 4$, $V_{\text{эл. яч}} = 723.044 \text{ \AA}^3$) [6, 24] (рис. 1, кривая 2). В интервале температур 500–900°C увеличивается кристалличность образцов при неизменном составе. С увеличением температуры до 1000°C и

выше начинается разложение метаfosфата и появляется добавочная фаза ортоfosфата лантана LaPO_4 моноклинной модификации.

Согласно [1], все атомы кислорода в матрице LaP_3O_9 связаны тетраэдрически с атомами фосфора. Ионы фосфора занимают две разные кристаллографические позиции и образуют два типа тетраэдров PO_4 . Один тетраэдр обладает хорошей симметрией, а другой – асимметричен. Тетраэдры PO_4 имеют общие углы, образуя одномерные спиральные цепи вдоль оси c , соединенные друг с другом связями $\text{Ln}-\text{O}$. Атом La координируется восемью атомами кислорода, образуя слегка искаженный додекаэдр [17, 19], вследствие чего длина связи $\text{La}-\text{O}$ находится в диапазоне от 2.415 до 2.749 Å, а ближайшее расстояние La-La составляет 4.315 Å, расстояние между цепями составляет 7 Å [24].

Дифрактограммы допированных тербием метаfosфатов $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ ($x = 0.05; 0.10; 0.20; 0.30; 0.40$) представлены на рис. 2. При добавлении тербия в количестве до 20 мол. % на дифрактограмме ромбической модификации LaP_3O_9 никакие примесные пики не появляются (рис. 2, кривые 1, 2). Как видно из табл. 1, где представлены параметры элементарной ячейки для $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$, с увеличением концентрации Tb^{3+} до 20 мол. % все параметры элементарной ячейки имеют тенденцию к линейному уменьшению с увеличением концентрации допанта.

Как было отмечено ранее, ионы La^{3+} в LaP_3O_9 занимают только одну кристаллографическую позицию с образованием додекаэдров LaO_8 , а поскольку ионный радиус Tb^{3+} меньше, чем La^{3+} [12, 25], параметры элементарной ячейки будут уменьшаться, что указывает на замещение ионов La^{3+} ионами Tb^{3+} .

В соединениях $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ ($x = 0.30, 0.40$) появляется вторая фаза метаfosфата тербия TbP_3O_9 моноклинной модификации (пр. гр. P2₁/c (14), $a = 11.258$, $b = 20.220$, $c = 10.138 \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 97.150^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $Z = 12$, $V_{\text{эл. яч}} = 2289.835 \text{ \AA}^3$) (рис. 2, кривые 3, 4). В структуре TbP_3O_9 редкоземельные ионы расположены внутри слегка искаженных октаэдров TbO_6 , изолированных друг от друга тетраэдрами PO_4 [11, 16].

В табл. 2 представлены данные ИК-спектров метаfosфатов лантана. При допировании LaP_3O_9 ионами Tb^{3+} изменений в ИК-спектрах соединений не наблюдается.

В ИК-спектрах полосы поглощения при 1271 и 1153 cm^{-1} относятся к валентным симметричным колебаниям $\nu_s(\text{O}-\text{P}-\text{O})$ и асимметричным колебаниям $\nu_{as}(\text{O}-\text{P}-\text{O})$ соответственно. Поло-

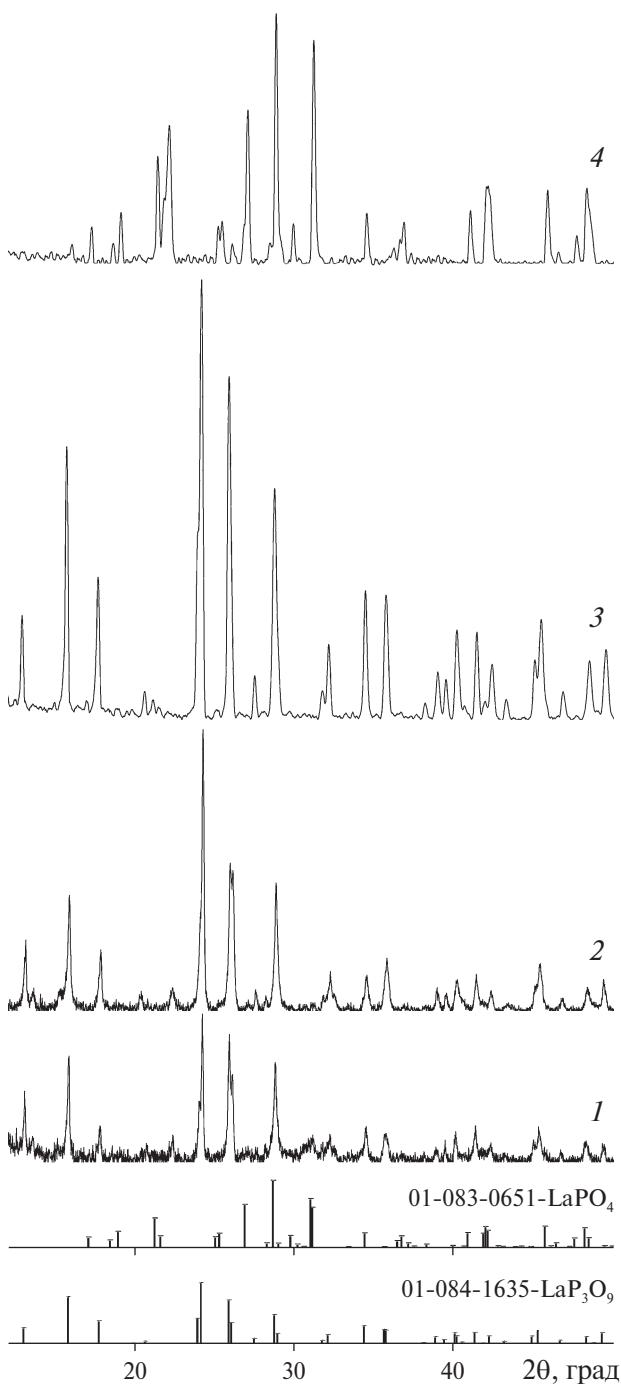
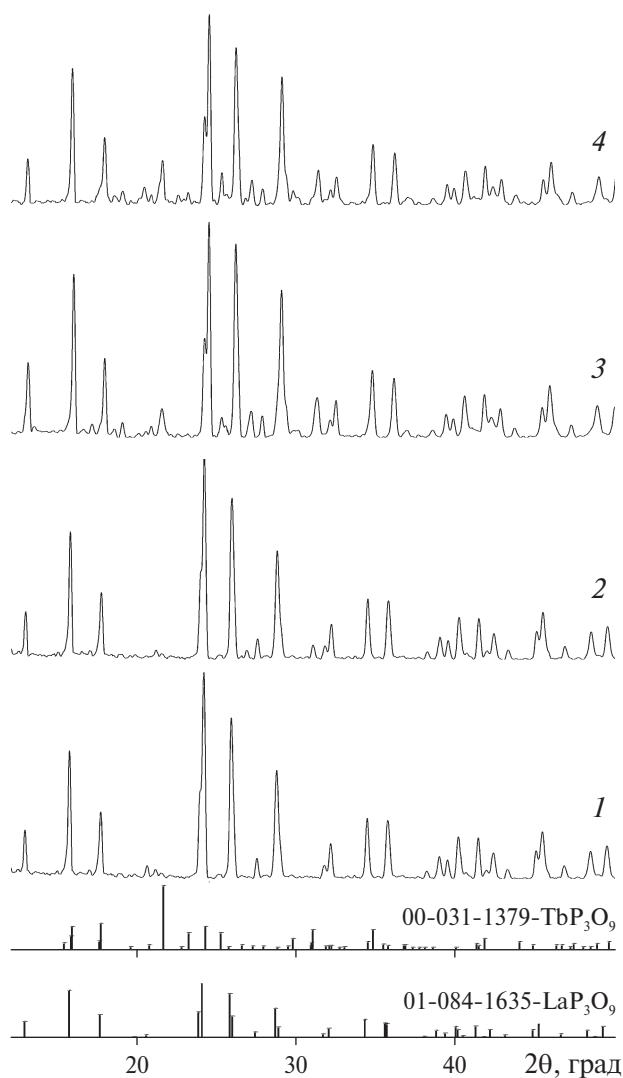


Рис. 1. Дифрактограммы соединения LaP_3O_9 , полученного при 400 (1), 500 (2), 900 (3) и 1100°C (4).

Таблица 1. Параметры элементарной ячейки допированных метаfosфатов лантана

Образец	<i>a</i> , Å	<i>b</i> , Å	<i>c</i> , Å ³	<i>wRp</i> , %	<i>V</i> , Å ³
La _{0.95} Tb _{0.05} P ₃ O ₉	11.286(2)	8.632(2)	7.377(1)	4.12	714.776
La _{0.9} Tb _{0.1} P ₃ O ₉	11.247(2)	8.600(2)	7.347(1)	5.71	710.633
La _{0.8} Tb _{0.2} P ₃ O ₉	11.206(3)	8.574(2)	7.313(3)	6.84	702.635

**Рис. 2.** Дифрактограммы образцов состава La_{0.9}Tb_{0.1}P₃O₉ (1), La_{0.8}Tb_{0.2}P₃O₉ (2), La_{0.7}Tb_{0.3}P₃O₉ (3), La_{0.6}Tb_{0.4}P₃O₉ (4).

са поглощения при 1120 см⁻¹ может быть отнесена к валентным асимметричным колебаниям $\nu_{as}(O-P-O)$. Кроме того, в спектре присутствуют полосы поглощения при 567 и 532 см⁻¹, относящиеся к деформационным колебаниям $\delta(O-P-O)$. Полосы поглощения при 499, 474 и 457 см⁻¹ могут быть отнесены к деформационным колебаниям, характерным для (P—O—P)-групп [20, 26]. Полосы поглощения при 682 и 771 см⁻¹ относятся

Таблица 2. Отнесение полос в ИК-спектрах допированных метаfosфатов лантана

LaP ₃ O ₉ La _{1-x} Tb _x P ₃ O ₉	Отнесение
457	
474	$\delta(POP)$
499	
532	
567	$\delta(OPO)$
682	
771	$\nu_s(POP)$
950	
1006	
1053	$\nu_{as}(POP)$
1271	
1153	$\nu_s(OPO)$
1120	$\nu_{as}(OPO)$

к валентным симметричным, а полосы при 950, 1006 и 1053 см⁻¹ – к асимметричным колебаниям (P—O—P)-групп. Наблюдаемые полосы согласуются со структурой, состоящей из бесконечной цепи тетраэдрических связей P—O.

Люминесцентные характеристики полученных образцов метаfosфатов La_{1-x}Tb_xP₃O₉ оценивали по спектрам возбуждения люминесценции и люминесценции при 300 K, которые регистрировали в идентичных условиях.

На рис. 3 приведены спектры возбуждения люминесценции метаfosфатов La_{1-x}Tb_xP₃O₉ с различным содержанием Tb³⁺, в том числе полученных при разной температуре. Как видно из рис. 3, положение полос в спектрах возбуждения люминесценции, регистрируемых при длине волн максимума люминесценции иона Tb³⁺ $\lambda_{em} = 545$ нм, для метаfosфатов La_{1-x}Tb_xP₃O₉ не меняется.

В области длин волн 220–270 нм регистрируется широкая интенсивная полоса с максимумом при ~241 нм, которая может быть отнесена к переходу $4f^8 \rightarrow 4f^75d^1$ в ионе Tb³⁺ [7, 12, 21, 27]. С повышением концентрации ионов тербия до 20 мол. % интенсивность данной полосы увеличивается (рис. 3а, кривые 1, 2). При дальнейшем увеличении концентрации ионов тербия интенсивность полосы перехода $4f^8 \rightarrow 4f^75d^1$ снижается (рис. 3а, кривые 3, 4).

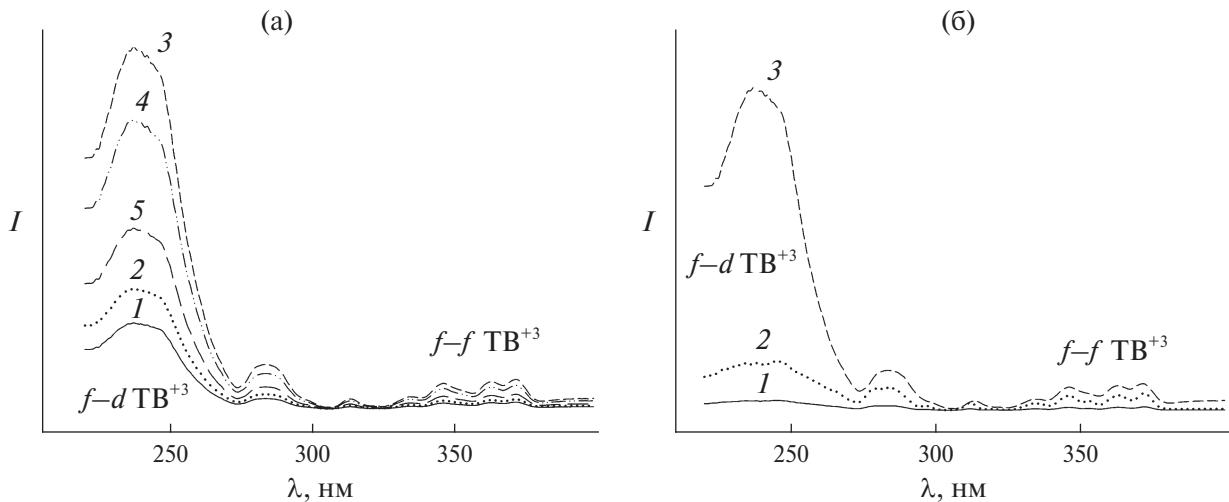


Рис. 3. Спектры возбуждения люминесценции образцов $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ при $x = 0.05$ (1), 0.1 (2), 0.2 (3), 0.3 (4), 0.4 (5), полученных при 900°C (а), и образца $\text{La}_{0.8}\text{Tb}_{0.2}\text{P}_3\text{O}_9$, полученного при 700 (1), 800 (2) и 900°C (3); $\lambda_{\text{em}} = 545 \text{ нм}$, 300 К (б).

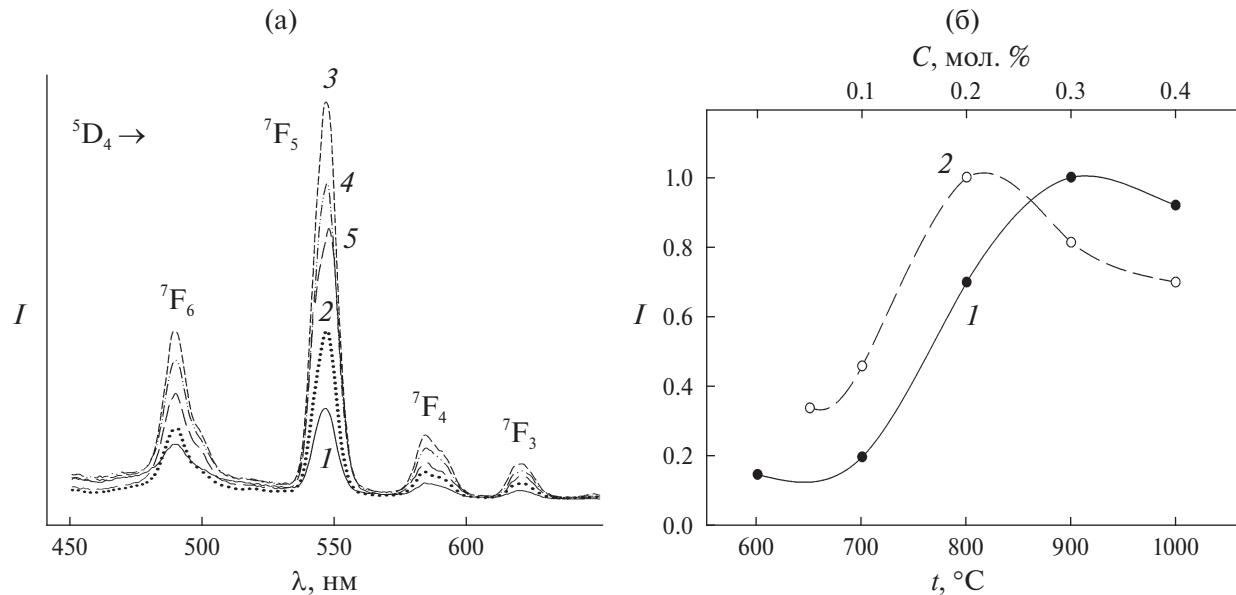


Рис. 4. Спектры люминесценции $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ при $x = 0.05$ (1), 0.1 (2), 0.2 (3), 0.3 (4), 0.4 (5), полученных при 900°C (а); зависимость интенсивности люминесценции соединений от температуры отжига прекурсоров (1) и концентрации иона Tb^{3+} (2); $\lambda_{\text{ex}} = 241 \text{ нм}$, 300 К (б).

В области 300 – 390 нм при $\lambda_{\text{em}} = 545 \text{ нм}$ наблюдаются малоинтенсивные полосы, относящиеся к переходам с основного уровня иона Tb^{3+} $^7\text{F}_6$ на возбужденные уровни $^5\text{D}_0$, $^5\text{D}_4$, $^5\text{L}_7$, $^5\text{L}_9$, $^5\text{G}_5$, $^5\text{G}_6$ [7, 15, 25].

На рис. 3б представлен спектр возбуждения люминесценции соединения $\text{La}_{0.8}\text{Tb}_{0.2}\text{P}_3\text{O}_9$, синтезированного при разной температуре пиролиза. С увеличением температуры пиролиза органических прекурсоров (рис. 3б) интенсивность полосы f - d -перехода иона Tb^{3+} увеличивается, достигая максимума при температуре отжига

900°C , что можно объяснить ростом кристалличности образцов.

На рис. 4 приведены спектры люминесценции синтезированных метафосфатов лантана. Регистрируемые при длине волны возбуждения $\lambda_{\text{ex}} = 241 \text{ нм}$ спектры люминесценции $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ состоят из серии полос в области 450 – 650 нм , соответствующих переходам между мультиплетами $^5\text{D}_4 \rightarrow ^7\text{F}_{6,5,4,3}$, характерных для иона Tb^{3+} [7, 12, 21, 27]. При $\lambda_{\text{ex}} = 241$ положение полос переходов $^5\text{D}_4 \rightarrow ^7\text{F}_{6,5,4,3}$, а также распределение интенсивностей по полосам в допированных метафосфатах лантана $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ остаются неизменными

при изменении концентрации допиравших ионов Tb^{3+} . Как показано на рис. 4а, полоса при ~ 547 нм, соответствующая характерному для иона Tb^{3+} переходу $^5\text{D}_4 \rightarrow ^7\text{F}_5$, имеет максимальную интенсивность.

Наибольшую интенсивность люминесценции, определенную путем интегрирования площади под полосами переходов $^5\text{D}_4 \rightarrow ^7\text{F}_{6,5,4,3}$ в спектрах образцов $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$, показывают метаfosфаты лантана, содержащие 20 мол. % Tb^{3+} (рис. 4б, кривая 1). Повышение концентрации иона Tb^{3+} до 30–40 мол. % приводит к снижению интенсивности люминесценции, что можно объяснить концентрационным тушением [7, 20, 27]. Кроме того, как было показано ранее (рис. 1), в соединениях $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ ($x = 0.30, 0.40$) помимо фазы $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ появляется фаза метаfosфата тербия TbP_3O_9 моноклинной модификации. С учетом того, что интенсивность люминесценции TbP_3O_9 существенно ниже, чем допированного тербием метаfosфата лантана [12, 21], появление в составе соединения дополнительной фазы TbP_3O_9 приводит к падению интенсивности люминесценции $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ при концентрации допанта ≥ 30 мол. %.

Повышение температуры синтеза метаfosфатов $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ до 900°C приводит к последовательному росту интегральной интенсивности люминесценции (рис. 4б, кривая 1), что может быть связано с увеличением кристалличности соединений [20, 21]. Как было показано выше, при температуре $> 1000^\circ\text{C}$ метаfosфат лантана начинает частично разлагаться, в составе образца появляется фаза ортоfosфата лантана (рис. 1, кривая 4). По-видимому, уменьшение интенсивности люминесценции при дальнейшем повышении температуры можно объяснить наличием в составе дополнительной фазы ортоfosфата лантана, имеющего меньшую интенсивность люминесценции [20, 21].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Экстракционно-пиролитическим и низкотемпературным методами исследованы условия получения метаfosфатов лантана ромбической сингонии (пр. гр. C222 $\bar{1}$). Изучено влияние температуры пиролиза на состав полученных метаfosфатов. Показано, что образование метаfosфатов начинается уже при 400°C , в интервале 500 – 900°C идет увеличение кристалличности образцов, а с дальнейшим увеличением температуры метаfosфаты частично разлагаются с образованием ортоfosфата LaPO_4 . Синте-

зированы допированные тербием соединения $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ ($x = 0.05; 0.10; 0.20; 0.30; 0.40$).

В ИК-спектрах соединений присутствуют полосы поглощения, характерные для валентных ($457, 474, 499 \text{ см}^{-1}$) и деформационных (682 и 771 см^{-1}) колебаний связи Р–О–Р.

Метаfosфаты $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ обладают люминесценцией в области 450 – 50 нм, максимум излучения приходится на ~ 545 нм и связан с $^5\text{D}_4 \rightarrow ^7\text{F}_5$ -переходом в ионе Tb^{3+} . Характер спектров с изменением концентрации тербия не меняется. В синтезированном полифосфате $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ максимальная интенсивность люминесценции наблюдается при концентрации тербия 20 мол. %.

Таким образом, экстракционно-пиролитический метод является перспективным для получения допированных РЗЭ метаfosфатов.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках государственных заданий Института химии ДВО РАН (проект № FWFN (0205)-2022-0001).

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhou C., Dong P., Ga P. et al. // Spectrochim. Acta, Part A. 2024. V. 313. P. 124102. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2024.124102>
2. Patel L., Mehta M., Sharma R. // IJCRT. 2023. V. 11. № 2. P. 444.
3. Возняк-Левушкина В.С., Арапова А.А., Спасский Д.А. и др. // ФТТ. 2022. Т. 64. № 12. С. 1925. <https://doi.org/10.21883/FTT.2022.12.53644.449>
4. Dongyan Y., Xingya W., Gongqin Y. et al. // Mater. Rev. 2020. V. 34. P. 41.
5. Барановская В.Б., Карпов Ю.А., Петрова К.В. и др. // Изв. ВУЗов. Цветн. металлургия. 2020. № 6. С. 4. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2020-6-4-23>
6. Седов В.А., Гляделова Я.Б., Асабина Е.А. и др. // Журн. неорган. химии. 2023. Т. 68. № 3. С. 291. <https://doi.org/10.31857/S0044457X22601602>
7. Singh V., Ravita Kaur S. et al. // Optik. 2021. V. 244. P. 167323. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2021.167323>
8. Fang M-H., Bao Z., Huang W-T. et al. // Chem. Rev. 2022. V. 122. № 13. P. 11474. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.1c00952>
9. Farooq M., Rafiq H., Shah A.I. et al. // ECS J. Solid State Sci. Technol. 2023. V. 12. № 12. P. 126002. <https://doi.org/10.1149/2162-8777/ad1062>
10. Krutyak N., Spassky D., Deyneko D.V. et al. // Dalton Trans. 2022. V. 51. P. 11840.

11. Zhang X., Chen P., Wang Z. et al. // Solid State Sci. 2016. V. 58. P. 80.
<https://doi.org/10.1016/j.solidstatosciences.2016.06.002>
12. Wang Y., Wang D. // J. Solid State Chem. 2007. V. 180. № 12. P. 3450.
<https://doi.org/10.1016/j.jssc.2007.10.008>
13. Kononets N.V., Seminko V.V., Maksimchuk P.O. et al. // Low Temp. Phys. 2017. V. 43. № 8. P. 1009.
<https://doi.org/10.1063/1.5001311>
14. Yuan J.-L., Zhang H., Zhao J.-T. et al. // Opt. Mater. 2008. V. 30. № 9. P. 1369.
<https://doi.org/10.1016/j.optmat.2007.07.004>
15. Wu C., Wang Y., Wang D. // Electrochem. Solid-State Lett. 2008. V. 11. № 2. P. J9.
<https://doi.org/10.1149/1.2809168>
16. Briche S., Zambon D., Chadeyron G. et al. // J. Sol-Gel Sci. Technol. 2010. V. 55. P. 41.
<https://doi.org/10.1007/s10971-010-2211-z>
17. Onishi T., Hatada N., Kuramitsu A. et al. // J. Cryst. Growth. 2013. V. 380. № 1. P. 78.
<https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2013.06.001>
18. Singh V., Yadav A., Rao A.S. et al. // Optik. 2020. V. 206. P. 164239.
<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020.164239>
19. Hachani S., Moine B., El-akrmi A. et al. // J. Lumin. 2010. V. 130. P. 1774.
<https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2010.04.009>
20. Yang J., Jia X., Zeng X. et al. // J. Mater. Sci. 2015. V. 50. P. 4405.
<https://doi.org/10.1007/s10853-015-8996-y>
21. Стеблевская Н.И., Белобелецкая М.В., Медков М.А. Люминофоры на основе оксидов редких и редкоземельных металлов: экстракционно-пиролитический синтез и свойства. Функциональные керамические и композитные материалы практического назначения: синтез, свойства, применение. Владивосток: Изд-во ВВГУ, 2022. 240 с.
<https://doi.org/10.12466/0677-0-2022>
22. Стеблевская Н.И., Белобелецкая М.В. // Хим. технология. 2023. Т. 24. № 1. С. 15.
23. Стеблевская Н.И., Белобелецкая М.В. // Журн. неорган. химии. 2023. Т. 68. № 7. С. 913.
<https://doi.org/10.31857/S0044457X22602280>
24. Matuszewski J., Kropiwnicka J., Znamierowska T. // J. Solid State Chem. 1988. V. 75. P. 285.
25. Бугаенко Л.Т., Рябых С.М., Бугаенко А.Л. // Вестн. Моск. ун-та. Сер. 2. Химия. 2008. Т. 49. № 6. С. 363.
26. Nakamoto K. Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Part A – Theory and Applications in Inorganic Chemistry. N.-Y.: John Wiley and Sons, 2009.
27. Blasse G., Grabmaier B.C. Luminescent materials. Berlin: Springer-Verlag, 1994. 233 p.

LOW-TEMPERATURE SYNTHESIS AND LUMINESCENT PROPERTIES OF LANTHANUM METAPHOSPHATE $\text{LaP}_3\text{O}_9 : \text{Tb}$

M. V. Belobeletskaya^a, * , N. I. Steblevskaya^a, M. A. Medkov^a

^aInstitute of Chemistry of the Far Eastern Branch of the Russian Academy of Sciences, Vladivostok, 690022 Russia

*e-mail: rita@ich.dvo.ru

Promising for inorganic luminophores, terbium-doped lanthanum metaphosphates $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ ($x = 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4$) were synthesised by extraction-pyrolytic method at low temperature in comparison with known methods. The crystal structure and optical properties of the obtained samples were characterised by X-ray phase analysis, IR and luminescence spectroscopy, and the unit cell parameters were calculated. Compounds having rhombic structure, pr. gr. C 222 1, were obtained in the temperature range of 500–900°C. All parameters of the unit cell decrease linearly with the introduction of terbium into lanthanum metaphosphate. $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{P}_3\text{O}_9$ compounds show intense luminescence in the region of 450–650 nm. The $\text{La}_{0.8}\text{Tb}_{0.2}\text{P}_3\text{O}_9$ sample obtained in one hour annealing at pyrolysis temperature of 900°C shows maximum luminescence intensity.

Keywords: lanthanum metaphosphates, terbium, doping, luminescence