

Лазерная керамика из оксида иттрия, активированного неодимом

С.Н.Багаев, В.В.Осипов, М.Г.Иванов, В.И.Соломонов, В.В.Платонов, А.Н.Орлов,
А.В.Расулева, В.В.Иванов, А.С.Кайгородов, В.Р.Хрустов, С.М.Ватник, И.А.Ведин,
А.П.Майоров, Е.В.Пестряков, А.В.Шестаков, А.В.Салков

Приведены результаты исследований механических, оптических и лазерных характеристик керамики из активированного неодимом оксида иттрия, произведенной по новой технологии, включающей лазерный синтез нанопорошков и их магнитно-импульсное прессование. Определены трещиностойкость ($K_{IC} = 0.9 - 1.4 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) и микротвердость ($H_v = 11.8 \text{ ГПа}$) керамики. Найдено, что образцы керамики, спеченные в диапазоне температур $1550 - 2050^\circ\text{C}$, обладают пористостью $(1 - 150) \times 10^{-4} \%$ и коэффициентом ослабления на длине волны $\lambda = 1.07 \text{ мкм}$ $\alpha_{1.07} = 0.03 - 2.1 \text{ см}^{-1}$. Показано, что в указанном диапазоне наличие пор не влияет на коэффициент ослабления света. В образце с $\alpha_{1.07} = 0.03 \text{ см}^{-1}$ толщиной 1.1 мм при накачке лазерными диодами получена лазерная генерация на $\lambda_g \approx 1.079 \text{ мкм}$ с дифференциальной эффективностью 15% .

Ключевые слова: оксид иттрия, лазерный синтез нанопорошка, магнитно-импульсное прессование, керамика, поглощение, лазерная генерация.

1. Введение

В последние годы ведутся интенсивные исследования в области создания материалов с использованием нанотехнологий. Одним из важных направлений на этом пути является создание оптической керамики для активных сред твердотельных лазеров. Преимущества лазерных керамик перед монокристаллами очевидны: это возможность получения многослойных элементов с размерами, превышающими размеры монокристаллов, большая концентрация активных центров, меньшее время и стоимость изготовления [1, 2]. Таким образом, разработка технологии синтеза лазерной керамики позволит решить проблему создания как дешевых компактных технологических лазеров, так и мощных лазерных систем.

Основными этапами в технологии синтеза оптической керамики являются: 1) получение слабоагломерированных нанопорошков заданного состава, 2) приготовление из них образцов высокой плотности (далее – компактов) и 3) спекание из компактов беспористой керамики. Технологические условия каждого последующего этапа зависят от качества продукции предыдущего этапа.

Наиболее сложной проблемой является синтез нанопорошков заданного состава [3]. Для ее решения в работах [4–9], как и во многих других, использовали метод осаждения прекурсора оксида иттрия из водного раст-

вора солей иттрия. Прекурсор превращался в нанопорошок оксида иттрия после соответствующей термической обработки. Однако выбор пути синтеза прекурсора, позволяющего получить слабоагломерированные нанопорошки, является непростой задачей, требующей индивидуального подхода для каждого материала. Авторы [1, 2, 10] предложили более универсальный метод получения керамики сложного состава путем механического смешивания нано- и субмикронных порошков отдельных оксидов. При этом, однако, процесс спекания протекает одновременно с процессами твердофазного синтеза, что существенно затрудняет возможность получения оптически прозрачной керамики.

Для приготовления компактов из нанопорошков используется одноосное и изостатическое прессование [3, 4], а также шликерное литье с добавлением поверхностно-активных (связующих) веществ, индивидуальных для каждого типа порошка [1, 2, 10]. При этом получают образцы с плотностью, составляющей более 50 % от плотности соответствующих кристаллов. Наличие пустот в компактах способствует порообразованию в спекаемой керамике [11]. Проблема спекания беспористой керамики решается введением в состав нанопорошка добавок (химические соединения тория [3, 4], кремния [1, 2, 10] или магния [12]), улучшающих спекание и препятствующих росту кристаллитов во время этого процесса. В ряде случаев отмечается положительное влияние добавок на качество керамики. В частности добавка оксида кремния [1, 2] повышает растворимость неодима в оксиде иттрия. Однако подбор оптимальных добавок и их концентрации сам по себе является непростой задачей.

В настоящей работе приведены результаты исследования лазерной керамики, синтезированной на основе иттрия, чем в [1, 4, 6], метода. Предлагаемая технология включает в себя два новых процесса: лазерный синтез [13–18] слабоагломерированных поверхностно-активных порошков сложного состава с узким распределением частиц по размерам в пределах 2–40 нм при их среднем

С.Н.Багаев, С.М.Ватник, И.А.Ведин, А.П.Майоров, Е.В.Пестряков. Институт лазерной физики СО РАН, Россия, 630090 Новосибирск, просп. Акад. Лаврентьева, 13/3; e-mail: vatnik@laser.nsc.ru
В.В.Осипов, М.Г.Иванов, В.И.Соломонов, В.В.Платонов, А.Н.Орлов, А.В.Расулева, В.В.Иванов, А.С.Кайгородов, В.Р.Хрустов. Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амундсена, 106; e-mail: plasma@ier.uran.ru
А.В.Шестаков. ООО НПЦ «ЭЛС-94», Россия, 117342 Москва, ул. Введенского, 3
А.В.Салков. ООО «ЭЛАКОМ», Россия, 117342 Москва, ул. Введенского, 3

размере 10–15 нм и импульсное прессование [19] этого нанопорошка при амплитуде давления до 1.5 ГПа, позволяющее получать однородные прочные компакты плотностью до 0.7 от плотности кристалла без использования связующих добавок.

2. Лазерный синтез нанопорошков

Для производства нанопорошков использовался разработанный в Институте электрофизики УрО РАН импульсно-периодический CO₂-лазер ЛАЭРТ ($\lambda = 1.06$ мкм) [20]. Его конструкция обеспечивала выбор режима испарения мишеней путем регулировки основных характеристик выходного излучения. При синтезе нанопорошков основные параметры лазера были следующими: средняя мощность $P = 600 - 800$ Вт, пиковая мощность $P_p = 8 - 10$ кВт, длительность импульса по полувысоте $\tau_{las} = 160$ мкс, частота следования импульсов $f = 500$ Гц, апертура пучка лазерного излучения 25×35 мм, потребляемая мощность 8 кВт.

Мишени для испарения изготавливались из коммерческих порошков Y₂O₃ и Nd₂O₃ с размером зерен 5–10 мкм и чистотой 99.99%. При их лазерном испарении были получены нанопорошки оксида иттрия с молярной концентрацией оксида неодима $C_{Nd} = 0\%$, 1% и 3%. Производительность получения нанопорошков практически не зависела от состава мишени и составляла 24 г/ч при затратах энергии лазерного излучения 90 кДж/г.

Анализ с использованием электронного микроскопа показал, что частицы нанопорошка слабо агломерированы, и среди них выделяются две фракции. Основная фракция (с массовой концентрацией 93%–97%) состоит из сферических частиц размером 2–40 нм (средний размер 10 нм). Вторая фракция состоит из сферических частиц размером, в основном, 0.2–2 мкм, появляющихся в результате выплескивания жидкости из лазерного кратера. Во второй фракции присутствуют также бесформенные частицы размером 1–100 мкм, которые представляют собой «обломки» лазерного кратера на мишени, образующиеся во время застывания в нем жидкой ванны расплава (на теневых фотографиях лазерного факела разлет крупных частиц проявляется в виде прямых треков, возникающих спустя 1 мс после окончания лазерного импульса [21]). Седиментация порошка в изопропиловом спирте позволяет отделить основную фракцию от крупных частиц.

Рентгенофазовый анализ на дифрактометре ДРОН-4 показал, что частицы основной фракции нанопорошка, так же как и в [22], имеют моноклинную фазу γ -Y₂O₃, параметры которой зависят от молярной концентрации оксида неодима. При $C_{Nd} \approx 1\%$ постоянные решетки $a = 0.13922 \pm 0.00005$ нм, $b = 0.3940 \pm 0.0002$ нм, $c = 0.8615 \pm 0.0004$ нм и угол $\beta = 99.93^\circ \pm 0.08^\circ$; при $C_{Nd} = 3\%$ $a = 0.14690 \pm 0.0005$ нм, $b = 0.3960 \pm 0.0002$ нм, $c = 0.9066 \pm 0.0004$ нм и $\beta = 110.50^\circ \pm 0.08^\circ$. Изменение параметров однозначно указывает на вхождение в кристаллическую решетку γ -Y₂O₃ ионов неодима.

3. Изготовление компактов из нанопорошков и спекание керамики

Компактирование нанопорошков производилось одноосным магнитно-импульсным прессованием [19]. В этой технологии нанопорошок, засыпанный в пресс-фор-

му, подвергался дегазации до остаточного давления газа ~ 1 Па, а затем прессовался при давлении p от 1.5 до 0.5 ГПа. Полученные компакты (однородные диски диаметром 15 или 32 мм и толщиной 0.5–2.5 мм) имели плотность от 4.00 до 2.75 г/см³ при $p = 1.5$ и 0.5 ГПа соответственно, что составляло 72% и 50% от плотности кристалла моноклинной модификации. Для устранения органических включений и релаксации остаточных механических напряжений компакты дополнительно отжигались на воздухе в течение 1–5 ч при температуре 1000–1300 °С, а затем спекались в вакуумных печах.

Параметры спекания варьировались в широких пределах: температура спекания $T_s = 1550 - 2050$ °С, время спекания $t_s = 1 - 30$ ч и скорость нарастания температур $V_T = 0.75$ и 5.0 К/мин (кривая нагрева со скоростью $V_T = 0.75$ К/мин соответствовала линейной усадке компактов с $C_{Nd} = 3\%$). Все образцы керамики после отжига, шлифовки и полировки были прозрачными (рис. 1), а образцы с неодимом имели голубой цвет со слабым сиреневым оттенком. Из них приготавливались плоскопараллельные пластины толщиной 0.5–2.5 мм.

Рентгеноструктурный анализ, выполненный на дифрактометре ДРОН-4М, показал, что кристаллиты в керамике представляют собой твердый раствор неодима в кубическом оксиде иттрия [23]. Вхождение неодима в кристаллическую решетку подтверждается увеличением ее постоянной a с ростом содержания оксида неодима: $a = 1.0603$, 1.0606 и 1.0618 ± 0.0005 нм при $C_{Nd} \approx 0\%$, 1% и 3% соответственно.

Плотность керамики при температуре спекания $T_s \geq 1750$ °С достигала почти 100% от табличной плотности кристалла Y₂O₃ кубической модификации ($\rho_{theor} = 5.04$ г/см³ [24]) с молярной концентрацией оксида неодима 1%.

Исследования на электронном и оптическом микроскопах показали, что керамика представляет собой плотноупакованные кристаллиты, средние размеры d которых увеличиваются с ростом температуры и времени спекания: $d = 0.5 - 1$, 5 – 10, 30 – 50 и 100 – 300 мкм при $T_s = 1523 - 1550$, 1670 – 1750, 1850 – 1900 и 2050 °С соответственно. При прочих одинаковых условиях размеры кристаллитов уменьшаются с повышением содержания неодима. Толщина межкристаллитных границ не зависит от размера кристаллита, но в зависимости от условий спекания изменяется от 0.98 до 2.5 нм [24].

Измерения микротвердости H_v при нагрузке 0.5 Н, а также трещиностойкости K_{IC} выполнялись с помощью прибора Nanotest 600 с использованием алмазной пира-



Рис. 1. Фотография керамического образца Nd³⁺:Y₂O₃ с молярной концентрацией оксида неодима 1%.

мидки Викара. Наиболее высокими механическими характеристиками обладает керамика с наименьшими размерами кристаллитов. В частности в керамике с $d = 0.5 - 1$ мкм трещиностойкость $K_{IC} = 4.2$ МПа·м^{1/2} и микротвердость $H_v = 12.8$ ГПа при нагрузке 0.5 Н. Однако такая керамика обладает относительно низкой прозрачностью. При увеличении размера кристаллитов от 0.5 до 5 мкм повышается прозрачность керамики, но ее механические характеристики существенно снижаются (до $K_{IC} = 0.9 - 1.4$ МПа·м^{1/2} и $H_v = 11.8$ ГПа). Эти параметры практически стабилизируются в области изменения размеров кристаллитов от 5 до 50 мкм.

Таким образом, при магнитно-импульсном прессовании из нанопорошков Nd³⁺:Y₂O₃ формируются однородные компакты с плотностью более 0.7 от плотности кристалла. Спекание полученных образцов в вакуумной печи позволяет получать прозрачную, механически прочную керамику Nd³⁺:Y₂O₃ с размерами кристаллитов и границ между ними того же порядка, что и при использовании ограничивающих рост кристаллитов добавок [1, 4, 6].

4. Оптические свойства керамики

Спектры поглощения в диапазоне длин волн 400–1200 нм, включающие рассеяние света на неоднородностях, измерялись на базирующемся на монохроматоре МДР-23 спектральном комплексе. Источником излучения в диапазоне 400–800 нм являлась лампа ДДС-30, а приемником – ФЭУ-106. В диапазоне 650–1200 нм использовалась лампа ОП-33-0.3 с фотоприемником ФЭУ-62. Перед измерениями поверхности образцов подвергались полировке. Просвечивающий пучок излучения, ограниченный прямоугольной диафрагмой размером 4 × 6 мм, падал перпендикулярно полированным поверхностям образцов толщиной $h = 1 - 1.5$ мм. Коэффициент ослабления света керамикой

$$\alpha(\lambda) = -\frac{1}{h} \ln \left[\frac{I(\lambda)}{I_0(\lambda)(1-R)^2} \right],$$

где $I_0(\lambda)$ и $I(\lambda)$ – интенсивности падающего и прошедшего сквозь образец света; $R = [n(\lambda) - 1]^2 / [n(\lambda) + 1]^2$ – френелевский коэффициент отражения света от поверхностей образца; $n(\lambda)$ – показатель преломления керамики. При расчетах использовалось значение $n = 1.91$ [25] на длине волны $\lambda = 1.07$ мкм. Измеренный коэффициент ослабления керамики на этой длине волны ($\alpha_{1.07}$), как правило, уменьшался с увеличением температуры спекания керамики, а его значение в разных образцах керамики изменялось от 0.03 до 2.1 см⁻¹.

В спектрах поглощения всех образцов керамики доминируют полосы поглощения ионов неодима (рис.2), причем их интенсивность (при одинаковой концентрации неодима) остается неизменной в компактах, нагреваемых с одинаковой скоростью, но до разных температур спекания (от 1800 до 2050 °С). Однако параметры спектра существенно зависят от скорости нагрева компактов до температуры спекания. В частности при одинаковой концентрации неодима спектры поглощения образцов, нагреваемых со скоростями $V_T = 0.75$ К/мин (рис.2, кривая 1) и $V_T = 5$ К/мин (кривая 2), различаются: во втором случае интенсивности полос поглощения неодима и сплошного поглощения (особенно в области $\lambda \leq 600$ нм)

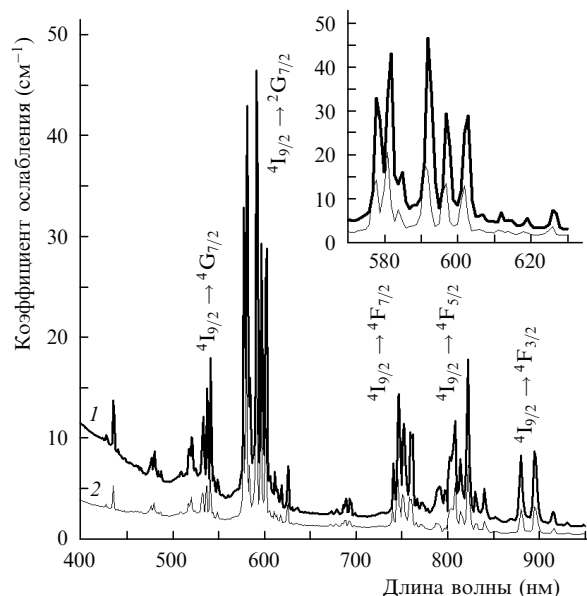


Рис.2. Спектры поглощения образцов керамики, спеченной при $T_s = 1900$ °С, при скорости нагрева образца $V_T = 0.75$ (1) и 5 К/мин (2). На вставке дано перераспределение интенсивности штарковских компонент полосы поглощения ионов неодима в области 570–630 нм.

почти в два раза меньше, а кроме того, интенсивности штарковских компонент полос поглощения, особенно выраженные на переходах $4I_{9/2} \rightarrow 4G_{7/2}$, перераспределяются (вставка на рис.2). Для выяснения причин такого поведения спектров поглощения был проведен анализ керамики на содержание в ней дефектов с помощью оптического микроскопа OLYMPUS BX51 TRF.

Анализ показал, что керамика содержит два типа дефектов – поры и включения. Количественные измерения проводились путем подсчета дефектов и их размеров в пяти и трех областях керамических дисков диаметром 32 и 15 мм соответственно. Область измерений представляла собой объем квадратного сечения (1 × 1 мм) с высотой, равной толщине керамики. За меру объемной концентрации каждого типа дефекта принималось усредненное по всем областям отношение измеренного объема дефектов к объему области.

Поры. Во всех образцах поры диаметром 0.5–3 мкм располагаются преимущественно на границах кристаллитов. В разных образцах в зависимости от режима спекания их объемная концентрация составляет от 1×10^{-4} % до 150×10^{-4} %. Она заметно снижается с уменьшением скорости нагрева компактов с $V_T = 5$ до 0.75 К/мин и с увеличением времени спекания. При прочих одинаковых условиях большая концентрация пор регистрируется в керамике, спеченной из компактов с меньшей начальной плотностью. Кроме того, в некоторых образцах зарегистрированы участки размером ~ 100 мкм, в которых наблюдаются скопления мелких пор. Данные участки образованы органической пылью в виде чешуек или нитей, попавшей в образец на стадии его подготовки и выгоревшей при спекании. В лучших по пористости образцах содержание таких пор составляет $\sim 1 \times 10^{-4}$ %.

Включения. Только в образцах, спеченных из неседиментированного нанопорошка, вне зависимости от условий прессования и спекания были обнаружены включения с характерным размером 20–50 мкм. Они равномерно распределены в объеме керамики, а их объемная

концентрация примерно одинакова для всех образцов и не превышает $1 \times 10^{-3} \%$. Данные включения образованы крупными частицами второй фракции, присутствующими в нанопорошке, тогда как сферические и бесформенные частицы размером менее 10 мкм второй фракции не образуют каких-либо видимых дефектов.

Сопоставление результатов оптических измерений с данными дефектного анализа показали, что коэффициент ослабления $\alpha_{1,07}$ практически не зависит от объемной концентрации пор в диапазоне $(1 - 150) \times 10^{-4} \%$. Более того, изменение характера спектра поглощения, представленного на рис.2 разными кривыми, не коррелирует с концентрацией пор и включений. Поэтому вопрос о причинах изменения спектра поглощения при изменении скорости нагрева компактов до температуры спекания требует более детального изучения.

Таким образом, оптические измерения показали, что синтезируемая керамика характеризуется достаточной прозрачностью для получения с ее использованием лазерной генерации – зарегистрирован наименьший коэффициент ослабления $\alpha_{1,07} = 0.03 \text{ см}^{-1}$. Для синтеза керамики, не содержащей включений, исходный нанопорошок не должен содержать бесформенных частиц размером более 10 мкм. Содержание пор в керамике снижается с уменьшением скорости нагрева компактов до температуры спекания и с увеличением времени их спекания.

5. Генерация лазерного излучения

Непрерывная лазерная генерация была получена в образце керамики толщиной 1.1 мм с коэффициентом ослабления $\alpha_{1,07} = 0.03 \text{ см}^{-1}$. Накачка осуществлялась излучением трех лазерных диодов АТС-С-2000-200 мощностью 2 Вт, подключенных параллельно к источнику LDD-10. Подстройка длины волны излучения диодов в узкой области спектра, вблизи 807 нм, проводилась изменением их температуры до достижения максимального поглощения излучения накачки керамикой (около 20 %). Поверхности образца полировались по I классу чистоты, и на них наносилось просветляющее покрытие на длину волны 1.08 мкм с отражением не более 0.2 %.

Для исследований генерационных характеристик керамики был собран короткий оптический резонатор. Схема эксперимента изображена на вставке рис.3. Глухим зеркалом служило диэлектрическое покрытие HR с коэф-

фициентом отражения 99.9 % на длине волны 1.079 мкм и пропускаем 97 % на длине волны накачки, нанесенное на одну из плоских поверхностей керамического образца. Отдельное вогнутое зеркало с радиусом кривизны 80 мм и коэффициентом отражения 97 % на длине волны генерации являлось выходным зеркалом резонатора (длина последнего составляла 1.6 мм). Излучение накачки фокусировалось на зеркальную поверхность образца линзой в пятно диаметром 150 мкм, соответствующее размеру TEM_{00} -моды резонатора. Сканирование пятна накачки по образцу осуществлялось перемещением линзы в горизонтальной и вертикальной плоскостях, при этом проводилась одновременная подстройка резонатора на максимум выходной мощности генерации. Мощность генерации и накачки регистрировалась измерителем Ophir L30A, а в качестве отсекающего фильтра использовалась кремниевая пластина толщиной 0.5 мм.

Результаты экспериментов показаны на рис.3, на котором штриховая линия является линейной аппроксимацией экспериментальных данных в диапазоне мощностей накачки 0.1–0.6 Вт. Небольшое отклонение от линейной зависимости в области высоких мощностей накачки может быть связано с термооптическими искажениями, поскольку специальных мер по термостабилизации образца в данной работе не предпринималось. Согласно полученным результатам, дифференциальная эффективность генерации на длине волны 1.079 мкм составляет 15 %, полная оптическая эффективность – 10 %.

6. Заключение

Разработана технология синтеза оптической $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ -керамики для активных элементов твердотельных лазеров. Технология включает в себя получение мелкодисперсных нанопорошков методом лазерного синтеза, их магнитно-импульсное прессование и спекание компактов в вакуумных печах без поверхностно-активных и ограничивающих рост кристаллитов добавок.

С использованием этой технологии были синтезированы образцы оптической $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ -керамики с трещиностойкостью $K_{\text{IC}} = 0.9 - 1.4 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, микротвердостью $H_v = 11.8 \text{ ГПа}$, пористостью $(1 - 150) \times 10^{-4} \%$ и коэффициентом ослабления света $\alpha_{1,07} = 0.03 - 2.1 \text{ см}^{-1}$ на длине волны 1.07 мкм. Показано, что $\alpha_{1,07}$ не зависит от объемного содержания пор в диапазоне $(1 - 150) \times 10^{-4} \%$. В образце синтезированной керамики с $\alpha_{1,07} = 0.03 \text{ см}^{-1}$ получена непрерывная генерация на длине волны 1.079 мкм с дифференциальной эффективностью 15 %.

Работа выполнена в рамках программы Президиума РАН и УрО РАН «Фемтосекундная оптика и новые материалы».

1. Ikesue A., Kinoshita T., Kamata K., et al. *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**, 1033 (1995).
2. Ikesue A., Aung Y.L., Taira T., et al. *Annu. Rev. Mater. Res.*, **36**, 397 (2006).
3. Гусев А.И., Ремпель А.А. *Нанокристаллические материалы* (М.: Физматлит, 2000, с. 222).
4. Greskovich C., Chernoch J.P. *J. Appl. Phys.*, **44**, 4599 (1973).
5. Greskovich C., Wood K.N. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **52**, 473 (1973).
6. Lu J., Prabhu M., Ueda K., et al. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **39**, 1048 (2000).
7. Lu J., Ueda K., Yagi H., et al. *J. Alloys Compounds*, **341**, 220 (2002).
8. Lu J., Murai T., Takaichi K., et al. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **40**, 1277 (2001).
9. Kunar G.A., Lu J., Kaminskii A.A., et al. *IEEE J. Quantum Electron.*, **42**, 643 (2006).

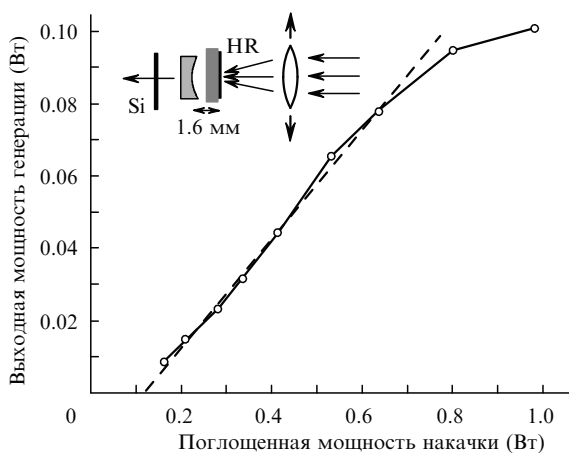


Рис.3. Зависимость выходной мощности генерации образца керамики от поглощенной мощности накачки (штриховая линия – линейная аппроксимация). На вставке приведена схема эксперимента.

10. Ikesue A., Furusato I., Kamata K., et al. *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**, 225 (1995).
11. Slamovich E.B., Lange F.F. *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**, 2498 (1992).
12. Jorgensen P.J., Westbrook J.H. *J. Am. Ceram. Soc.*, **47**, 332 (1964).
13. Осипов В.В., Котов Ю.А., Иванов М.Г. и др. *Изв. РАН. Сер. физич.*, **63**, 1968 (1999).
14. Котов Ю.А., Осипов В.В., Иванов М.Г. и др. *ЖТФ*, **72**, 76 (2002).
15. Kotov Yu.A., Osipov V.V., Ivanov M.G., et al. *Rev. Adv. Mater. Sci.*, **5**, 171 (2003).
16. Котов Ю.А., Осипов В.В., Саматов О.М. и др. *ЖТФ*, **74**, 72 (2004).
17. Kotov Yu.A., Osipov V.V., Ivanov M.G., et al. *Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng.*, **6344**, 1 (2005).
18. Osipov V.V., Kotov Yu.A., Ivanov M.G., et al. *Laser Phys.*, **16**, 116 (2006).
19. Иванов В.В., Паранин С.Н., Вихрев А.Н. и др. *Материаловедение*, **5**, 49 (1997).
20. Осипов В.В., Иванов М.Г., Лисенков В.В. и др. *Квантовая электроника*, **32**, 253 (2002).
21. Osipov V.V., Solomonov V.I., Ivanov M.G., et al., in *Book of Abstracts Intern. Conf. on Advanced Laser Technol. ALT,06* (Brasov, Romania, 2006, p. 19).
22. Skandan G., Foster C.M., Frase H., et al. *Nanostruct. Mater.*, **1**, 313 (1992).
23. Kaigorodov A.S., Ivanov V.V., Khrustov V.R., et al. *J. Europ. Ceramic Soc.*, **27**, 1165 (2007).
24. Барабаненков Ю.Н., Иванов В.В., Иванов С.Н. и др. *ЖЭТФ*, **129**, 131 (2006).
25. Каминский А.А. *Лазерные кристаллы* (М.: Наука, 1975).