

Структура, спектрально-люминесцентные и генерационные свойства наноструктурированной керамики $\text{CaF}_2:\text{Tm}$

П.А.Рябочкина, А.А.Ляпин, В.В.Осико, П.П.Федоров, С.Н.Ушаков, М.В.Круглова, Н.В.Сахаров, Е.А.Гарибин, П.Е.Гусев, М.А.Крутов

Проведены исследования структуры и спектрально-люминесцентных свойств фторидной керамики и монокристаллов $\text{CaF}_2-\text{TmF}_3$. Исследование керамики методом АСМ позволило выявить слоистую наноструктуру зерен, которая не наблюдалась в контрольных образцах монокристаллов. Установлено, что спектрально-люминесцентные свойства керамики и монокристаллов $\text{CaF}_2-\text{TmF}_3$ аналогичны друг другу. Впервые на керамике $\text{CaF}_2-\text{TmF}_3$ получена лазерная генерация на переходе ${}^3F_4 \rightarrow {}^3H_6$ ионов Tm^{3+} (длина волны 1898 нм) при диодной накачке.

Ключевые слова: фторидная лазерная керамика, наноструктура, двухмикронная генерация.

1. Введение

Разработка технологий получения оксидной лазерной керамики является значительным достижением последних лет в области оптического материаловедения и лазерной физики [1–3]. В твердотельных лазерах с активными элементами из керамических образцов иттрий-алюминиевого граната с ионами Nd^{3+} достигнута выходная мощность 100 кВт [4].

Большой практический интерес представляют работы по созданию технологий получения фторидной лазерной керамики, образцы которой обладают улучшенными механическими свойствами при сохранении спектрально-люминесцентных характеристик, присущих монокристаллам [5–8]. Уже получена лазерная генерация на фторидной керамике с F^{2-} -центрами окраски [9], а также активированной ионами Dy^{2+} [5], Yb^{3+} [8, 10, 11], Nd^{3+} [12] и Pr^{3+} [13].

В настоящее время активно ведутся работы по созданию твердотельных лазеров на основе лазерных материалов, активированных ионами Tm^{3+} , генерирующих излучение в двухмикронном диапазоне длин волн. Такое излучение используется в медицине, лидарах, а также для преобразования излучения в средний ИК диапазон. В обзоре [14] приведены сведения о двухмикронной генерации, полученной на различных кристаллах, например $\text{Y}_3\text{AlO}_5:\text{Tm}$, $\text{Lu}_2\text{O}_3:\text{Tm}$, $\text{Sc}_2\text{O}_3:\text{Tm}$. В работе [15] сообщается об исследовании структуры, спектрально-люминесцентных и генерационных свойствах керамики $\text{Lu}_2\text{O}_3:\text{Tm}$.

П.А.Рябочкина, А.А.Ляпин. Мордовский государственный университет им. Н.П.Огарева, Россия, 430005 Саранск, ул. Большевикская, 68; e-mail: ryabochkina@freemail.mrsu.ru

В.В.Осико, П.П.Федоров, С.Н.Ушаков. Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, Россия, 119991 Москва, ул. Вавилова, 38

М.В.Круглова, Н.В.Сахаров. Нижегородский государственный университет им. Н.И.Лобачевского, Россия, 603950 Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23

Е.А.Гарибин, П.Е.Гусев, М.А.Крутов. ЗАО «Инкром», Россия, 193171 Санкт-Петербург, ул. Бабушкина, 36, корп. 1.

Поступила в редакцию 13 июня 2012 г., после доработки – 13 июля 2012 г.

Наряду с оксидными кристаллами и керамикой, активированными ионами Tm^{3+} , представляют интерес фторидные материалы с ионами Tm^{3+} . В системе $\text{CaF}_2-\text{TmF}_3$ образуется твердый раствор $\text{Ca}_{1-x}\text{Tm}_x\text{F}_{2+x}$ с широкой областью гомогенности ($x \leq 0.40$) [16]. Фазовая диаграмма твердого раствора является благоприятной для выращивания монокристаллов высокого оптического качества с содержанием TmF_3 до 15 мол.% [17, 18]. Теплопроводность монокристаллов $\text{Ca}_{1-x}\text{Tm}_x\text{F}_{2+x}$ измерена в работе [19]. О лазерной генерации на монокристаллах $\text{CaF}_2:\text{Tm}^{3+}$ при накачке лазером $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ti}$ сообщается в [20].

Результаты исследования структуры и спектрально-люминесцентных свойств керамики $\text{CaF}_2:\text{Tm}$, полученной методом горячего формования, представлены нами в работе [21].

В настоящей работе приводятся результаты проведенного впервые эксперимента по получению двухмикронной генерации на керамике $\text{CaF}_2:\text{Tm}$ (переход ${}^3F_4 \rightarrow {}^3H_6$) в условиях полупроводниковой накачки, а также результаты более детальных исследований структуры и спектрально-люминесцентных свойств этой керамики и их сравнительный анализ с аналогичными свойствами монокристаллов $\text{CaF}_2:\text{Tm}$.

2. Характеристики объектов исследования и методики эксперимента

Образцы монокристаллов и керамики $\text{CaF}_2-\text{TmF}_3$ были получены в ЗАО «Инкром» и Институте общей физики им. А.М.Прохорова РАН.

Монокристаллы твердых растворов $\text{CaF}_2-\text{TmF}_3$ выращивались методом вертикальной направленной кристаллизации (метод Бриджмена) в вакуумированной камере в графитовых тиглях с графитовым нагревателем сопротивления и графитовыми тепловыми экранами. Образцы керамики $\text{CaF}_2-\text{TmF}_3$ были получены методом глубокой пластической деформации (метод горячего формования). Горячее формование проводили при температуре 1150 °С и давлении 0.6 тс/см², степень деформации исходной заготовки составляла 400%.

Для проведения спектрально-люминесцентных исследований использовались образцы монокристаллов и кера-

мики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ с размерами $1.5 \times 10 \times 12$ и $5 \times 14 \times 16$ мм соответственно.

Активные элементы из керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ для генерационного эксперимента имели форму параллелепипеда $3 \times 3 \times 5$ мм. На торцы активного элемента наносилось просветляющее покрытие на длину волны генерации ($\lambda_{\text{ген}} \sim 2$ мкм).

Исследования структуры керамики и монокристаллов $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ проводились на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6490 (JEOL, Япония). Морфология поверхности образцов изучалась с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) Solver Pro (NT-MDT, Зеленоград, Россия).

Регистрация спектров поглощения ионов Tm^{3+} в исследуемых кристаллах и керамике осуществлялась сканирующим двулучевым спектрофотометром с двойным монохроматором Perkin Elmer Lambda 950.

Люминесцентные свойства фторидных монокристаллов и керамики, активированных ионами Tm^{3+} , исследовались с использованием автоматизированной установки на базе монохроматора МДР-23. Люминесценция ионов Tm^{3+} с уровня $^3\text{H}_4$ обеспечивалась накачкой лазерным диодом с $\lambda_p \sim 800$ нм. Синхронное детектирование сигнала при регистрации спектров люминесценции осуществлялось с помощью синхронного усилителя SR-810. В качестве приемников излучения в различных спектральных диапазонах использовались ФЭУ-79, фотодиод ФД-7Г и фотосопротивление на основе PbS.

В генерационных экспериментах оптическая накачка активных элементов, вырезанных из монокристаллов и керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$, осуществлялась линейкой лазерных диодов с волоконным выходом (диаметр волокна 400 мкм) и максимальной выходной мощностью 60 Вт.

Спектр лазерной генерации на керамике $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ регистрировался с помощью автоматизированной установки на базе монохроматора МДР-23 с использованием модульной системы детектирования сигналов Voxcar Integrator SR 250.

3. Структура монокристаллов и керамики $\text{CaF}_2:\text{Tm}$

Фотографии структуры поверхности керамики состава $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%) с различным увеличением, полученные методом растровой электронной микроскопии (РЭМ), приведены на рис. 1.

Фотографии поверхности свидетельствуют о том, что зернистая структура керамики сильно неоднородна. Из анализа приведенных изображений можно сделать вывод, что кристаллиты сильно отличаются по размеру: самые мелкие не превышают 10 мкм, наиболее крупные достигают 100 мкм.

На микрофотографиях поверхностей изломов керамики и монокристаллов состава $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%), по-

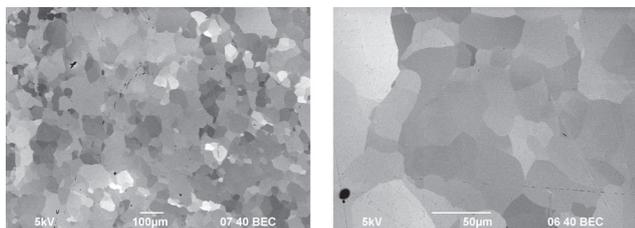


Рис. 1. Микрофотографии поверхности керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%).

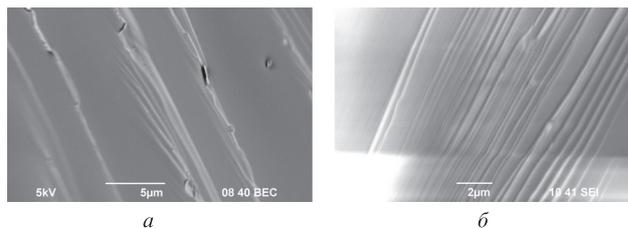


Рис. 2. Микрофотографии поверхностей изломов образцов монокристалла (а) и керамики (б) состава $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%).

лученных методом РЭМ (рис. 2), видно, что сколы монокристаллов имеют вид ступеней треугольной формы, причем на вершинах некоторых ступеней просматривается неоднородная структура, тогда как для керамики аналогичного с монокристаллом состава наблюдается слоистая структура.

С помощью методов АСМ были детально исследованы разломы керамики и сколы монокристалла $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%). Измерения проводились в атмосферных условиях в контактном режиме с использованием кремниевых *I*-образных кантилеверов NT-MDT NSG-11 с радиусом закругления острия $R < 10$ нм (согласно паспортным данным). Максимальная разрешающая способность АСМ-измерений составляла в плоскости поверхности 10 нм и по высоте 1 нм.

На рис. 3 представлено АСМ-изображение поверхности керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%). Видно, что зерна характеризуются слоистой структурой, толщина слоев составляет 150–300 нм (рис. 4). Слоистая структура зерен керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$, наблюдаемая в настоящих исследованиях, аналогична структуре, полученной ранее при исследовании керамик CaF_2 и $\text{CaF}_2:\text{Nd}$ методом АСМ [8].

АСМ-изображения морфологии поверхности скола монокристалла $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%) представлены на рис. 5. Видно, что поверхность скола несовершенна. В то же время ряд изображений демонстрируют наличие атомарно-гладких участков на сколах монокристаллов, толщина которых составляет 1600 нм. Профили сечений, проведенных перпендикулярно направлению слоев (рис. 6), позволяют определить среднюю высоту слоя, составившую 10–70 нм.

Проанализировав изображения АСМ и СЭМ для сколов монокристалла и разломов керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$, можно сделать вывод, что слоистость, характерная для образцов керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$, в контрольных образцах монокристаллов не наблюдалась. Исследованные монокристаллы характеризуются худшей спайностью, чем кристаллы чистого флюорита [7].

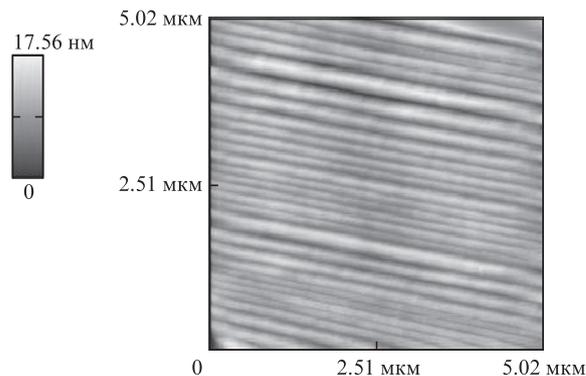


Рис. 3. АСМ-изображение морфологии поверхности разлома керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%).

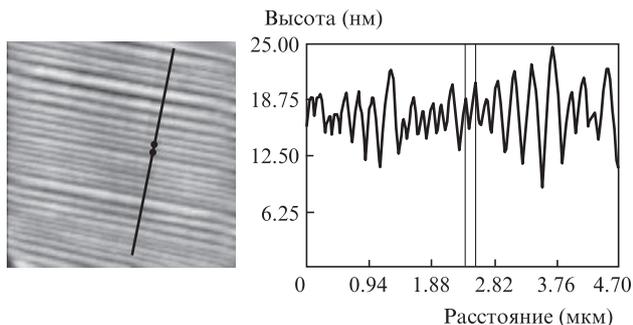


Рис.4. Профиль сечения, перпендикулярного направлению слоев керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%).

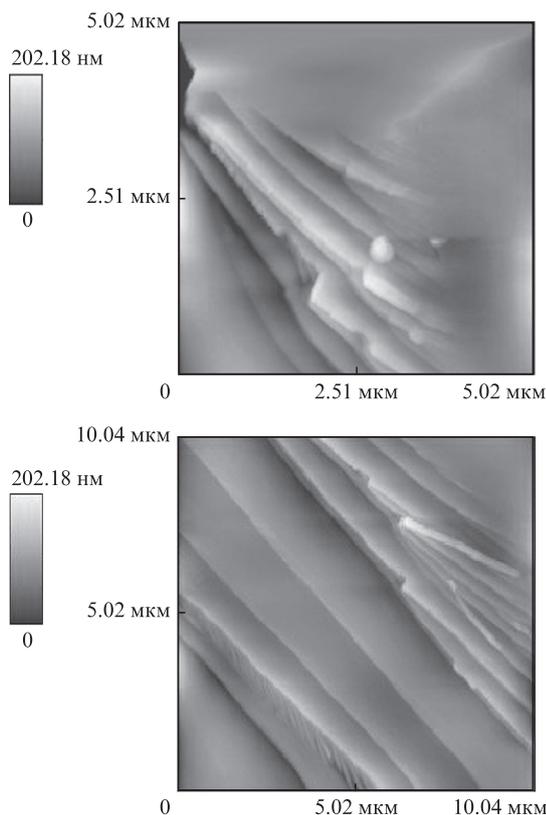


Рис.5. АСМ-изображения морфологии поверхности скола монокристалла состава $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%).

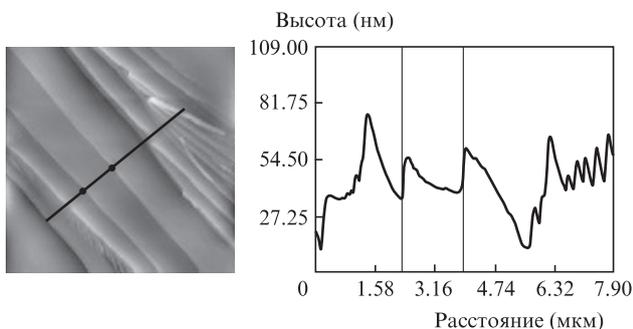


Рис.6. Профиль сечения, перпендикулярного направлению слоев монокристалла $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%).

4. Спектрально-люминесцентные свойства монокристаллов и керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$

Спектр поглощения, обусловленный переходом ионов Tm^{3+} из основного состояния $^3\text{H}_6$ в возбужденное состоя-

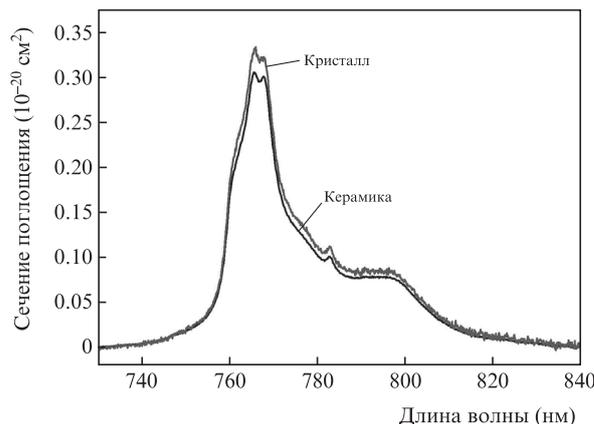


Рис.7. Спектр поглощения для керамики и монокристалла состава $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%) при $T = 300$ К (переход $^3\text{H}_6 \rightarrow ^3\text{H}_4$).

ние $^3\text{H}_4$ в кристаллах и керамике, активированных ионами тулия, играет важную роль при получении двухмикронной генерации на переходе $^3\text{F}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$ ионов Tm^{3+} . Уровень $^3\text{H}_4$ ионов Tm^{3+} заселяется за счет накачки лазерным диодом ($\lambda_p \sim 790$ нм), затем в результате процесса кросс-релаксации ионов Tm^{3+} ($^3\text{H}_4 \rightarrow ^3\text{F}_4$, $^3\text{H}_6 \rightarrow ^3\text{F}_4$) заселяется верхний лазерный уровень $^3\text{F}_4$. Спектр поглощения для керамики и монокристалла состава $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%), обусловленный переходом $^3\text{H}_6 \rightarrow ^3\text{H}_4$ ионов Tm^{3+} , показан на рис.7. Видно, что спектры поглощения монокристаллов и керамики весьма схожи. Небольшое несовпадение пиковых значений сечений поглощения для керамики и монокристаллов обусловлено, на наш взгляд, некоторым различием концентраций ионов активатора в исследуемых образцах монокристаллов и керамики.

Для получения двухмикронной генерации на переходе $^3\text{F}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$ ионов Tm^{3+} представлялось интересным исследовать спектр люминесценции данного перехода, а также, используя спектральные зависимости сечений люминесценции и поглощения для переходов $^3\text{F}_4 \leftrightarrow ^3\text{H}_6$ ионов Tm^{3+} , оценить спектральную зависимость сечения усиления лазерного перехода. Знание спектральной зависимости сечения усиления лазерного перехода важно при планировании генерационного эксперимента с целью выбора зеркал резонатора лазера.

Спектральная зависимость сечения люминесценции вынужденного перехода $^3\text{F}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$ ионов Tm^{3+} при температуре $T = 300$ К определялась с помощью формулы Фухтбауэра – Ладенбурга [22]

$$\sigma_{\text{em}}(\lambda) = \frac{\lambda^5 I(\lambda)}{8\pi c \tau_{\text{rad}} n^2 \int I(\lambda) \lambda d\lambda}, \quad (1)$$

где λ – длина волны; I – относительная интенсивность люминесценции; n – показатель преломления среды для соответствующей длины волны; τ_{rad} – излучательное время жизни возбужденного уровня соответствующего перехода редкоземельного иона; c – скорость света. Использовались значения показателя преломления $n = 1.42$ и излучательного времени жизни $\tau_{\text{rad}} = A^{-1} = 14.2$ мс. Здесь A – вероятность излучательного перехода с уровня $^3\text{F}_4$, которая оценивалась по формуле [23]

$$A = \frac{8\pi n^2 c}{N_0 \lambda^4} \frac{2J'+1}{2J+1} \int k(\lambda) d\lambda, \quad (2)$$

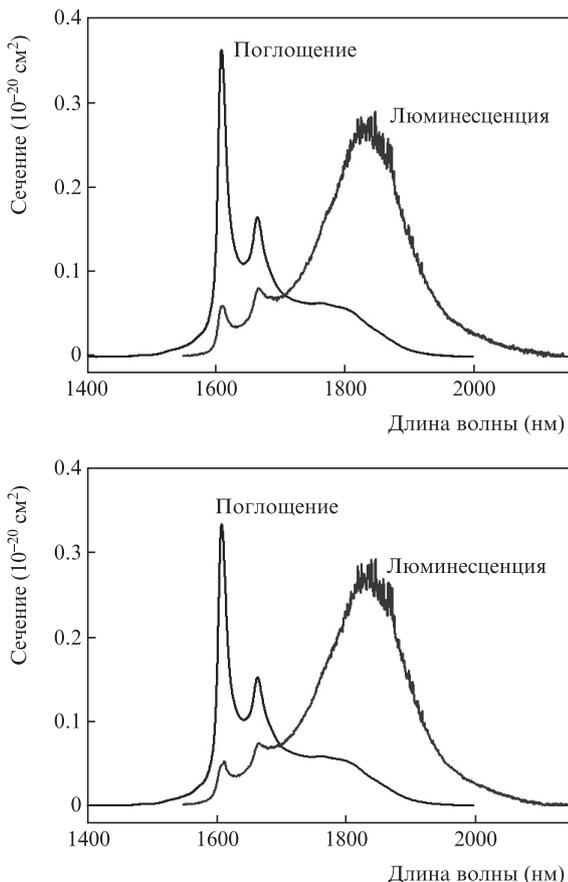


Рис.8. Спектры поглощения (переход $^3H_6 \rightarrow ^3F_4$ ионов Tm^{3+}) и люминесценции (переход $^3F_4 \rightarrow ^3H_6$ ионов Tm^{3+}) для монокристаллов (а) и керамики CaF_2-TmF_3 (4 мол.%) (б) при $T = 300$ К.

где N_0 – концентрация ионов активатора; $k(\lambda)$ – коэффициент поглощения; J' и J – полные угловые моменты 4f-электронов в основном и возбужденном состояниях иона, между которыми осуществлялся переход.

Спектральные зависимости сечений поглощения и люминесценции для переходов $^3H_6 \leftrightarrow ^3F_4$ ионов Tm^{3+} при $T = 300$ К для монокристаллов и керамики состава CaF_2-TmF_3 (4 мол.%) представлены на рис.8. Видно, что эти зависимости для монокристаллов и керамики одинаковы.

Используя спектральные зависимости сечений поглощения σ_{abs} и люминесценции σ_{em} для переходов $^3H_6 \rightarrow ^3F_4$ и $^3F_4 \rightarrow ^3H_6$ ионов Tm^{3+} , получена зависимость сечения

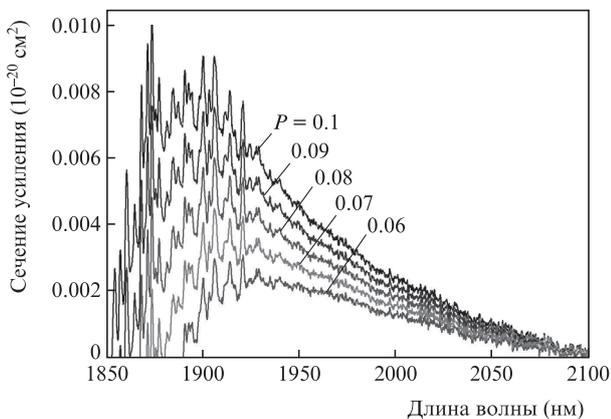


Рис.9. Спектральная зависимость сечения усиления $\sigma_g(\lambda)$ (переход $^3F_4 \rightarrow ^3H_6$) для керамики CaF_2-TmF_3 (4 мол.%) при различных значениях относительной инверсной населенности P ; $T = 300$ К.

усиления σ_g от длины волны λ предполагаемого лазерного перехода $^3F_4 \rightarrow ^3H_6$ [24]:

$$\sigma_g(\lambda) = P\sigma_{em}(\lambda) - (1 - P)\sigma_{abs}(\lambda), \tag{3}$$

где P – относительная инверсная населенность уровней. На рис.9 представлены зависимости $\sigma_g(\lambda)$ для значений параметра P , равного 0.06, 0.07, 0.08, 0.09 и 0.1. Из рисунка следует, что для керамики CaF_2-TmF_3 (4 мол.%) область усиления соответствует диапазону длин волн 1850–2000 нм.

5. Генерационные свойства керамики $CaF_2:Tm$

Оптическая схема лазера для получения и исследования генерации на переходе $^3F_4 \rightarrow ^3H_6$ ионов Tm^{3+} в керамике состава CaF_2-TmF_3 (4 мол.%) представлена на рис.10. Накачка активного элемента на уровень 3H_4 ионов Tm^{3+} осуществлялась линейкой лазерных диодов 1 с волоконным выходом 2 (длина волны излучения 798 нм). Для снижения тепловой нагрузки на активный элемент использовался обтюратор 4, формирующий импульсы накачки длительностью 20 мс с частотой повторения ~ 2 Гц. Излучение накачки проецировалось внутрь активного элемента в отношении 1:1 с помощью объектива 3. Система термостабилизации обеспечивала температуру оправки активного элемента $\sim 18^\circ C$.

Резонатор лазера был образован входным сферическим зеркалом 5 (радиус кривизны рабочей поверхности 300 мм) с коэффициентом пропускания в области накачки не менее 90% и коэффициентом отражения на длине волны генерации более 99%, а также выходным плоским зеркалом 7 с коэффициентом пропускания на длине волны генерации менее 1%. Длина резонатора составила 15 мм.

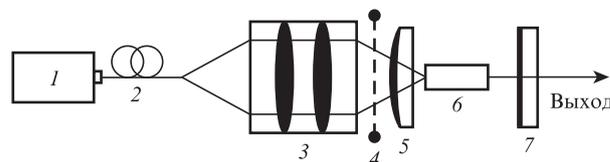


Рис.10. Оптическая схема лазера на керамике CaF_2-TmF_3 (4 мол.%) : 1 – линейка лазерных диодов; 2 – оптическое волокно; 3 – объектив; 4 – обтюратор; 5 – входное зеркало; 6 – активный элемент; 7 – выходное зеркало.

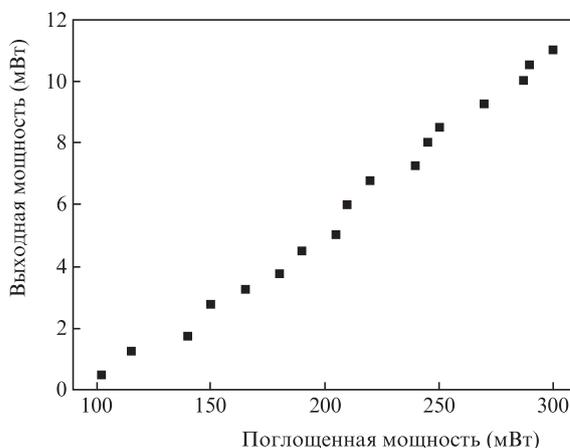


Рис.11. Зависимость средней выходной мощности генерации от средней поглощенной мощности диодной накачки для керамики CaF_2-TmF_3 (4 мол.%).

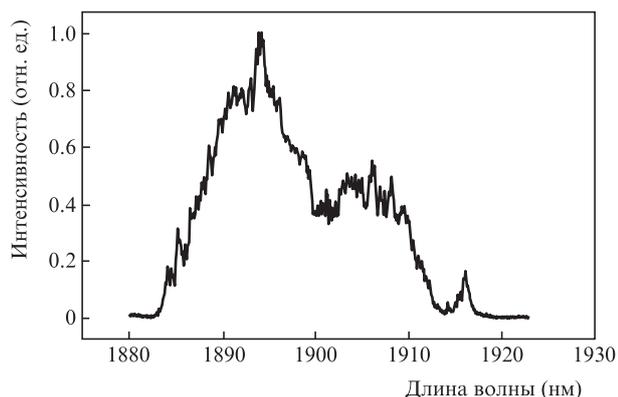


Рис.12. Спектр генерации лазера на керамике $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%).

Зависимость средней выходной мощности генерации лазера на керамике $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%) от средней мощности накачки показана на рис.11. В условиях описываемого генерационного эксперимента дифференциальная эффективность генерации составила 5.5%.

Спектр генерации для керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%) приведен на рис.12.

6. Заключение

В настоящей работе исследованы структурные, спектрально-люминесцентные и генерационные свойства монокристаллов и керамики CaF_2 , активированных ионами Tm^{3+} , с целью использования этих материалов в качестве активных сред твердотельных лазеров двухмикронного диапазона длин волн.

Получены следующие результаты.

1. При изучении микроструктуры керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%) выявлено, что ее зернистая структура организована иерархическим образом. Размер самых мелких зерен не превышает 10 мкм, наиболее крупные достигают 100 мкм.

2. При исследовании керамики методом АСМ выявлена слоистая наноструктура зерен, представляющая собой систему ламелей с характерной толщиной 150–300 нм.

3. Исследована спектральная зависимость сечения люминесценции для перехода ${}^3\text{F}_4 \rightarrow {}^3\text{H}_6$ ионов Tm^{3+} для керамики и монокристалла. Область усиления для обоих материалов при вариации относительной инверсной населенности P от 0.06 до 0.1 соответствует спектральному диапазону 1850–2000 нм.

4. При полупроводниковой лазерной накачке керамики $\text{CaF}_2\text{-TmF}_3$ (4 мол.%) получена лазерная генерация на переходе ${}^3\text{F}_4 \rightarrow {}^3\text{H}_6$ ионов Tm^{3+} с длиной волны генерации 1898 нм. Дифференциальная эффективность генерации составила 5.5%.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 гг. (госконтракт № 14.740.11.0071).

1. Ikesue A., Kinoshita T., Kmata K., Yoshida K. *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**, 1033 (1995).
2. Lu J.R., Lu J.H., Murai T., Uematsu T., Shirakawa A., Ueda K., Yagi H., Yanagitani T., Kaminskii A.A., *Japan. J. Appl. Phys. Part 2 (Lett.)*, **40** (12A), L1277 (2001).
3. Takaichi K., Lu J.R., Murai T., Uematsu T., Shirakawa A., Ueda K., Yagi H., Yanagitani T., Kaminski A.A. *Japan. J. Appl. Phys. Part 2 (Lett.)*, **41** (2A), L96 (2002).
4. Sanghera J., Shaw B., Kim W., Villalobos G., Baker C., Frantz J., Hunt M., Sadowski B., Aggarwal I. *Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng.*, **7912**, 79121Q-1 (2011).
5. Hatch S.E., Parsons W.F., Weagley R.J. *Appl. Phys. Lett.*, **5** (8), 153 (1964).
6. Федоров П.П., Осико В.В., Басиев Т.Т., Орловский Ю.В., Дукельский К.В., Миронов И.А., Демиденко В.А., Смирнов А.Н. *Рос. нанотехнологии*, **2** (5–6), 95 (2007).
7. Акчурин М.Ш., Гайнутдинов Р.В., Гарибин Е.А. и др. *Перспективные материалы*, №5, 5 (2010).
8. Fedorov P.P., Osiko V.V., Kuznetsov S.V., Garibin E.A. *Fluoride laser nanoceramics. 4th Intern. Forum Nanotechnology (RUSNANO-TECH)* (Moscow, 2011); *J. Phys. Conf. Ser.*, **345**, 012017 (2012). DOI:10.1088/1742-6596/345/1/012017.
9. Басиев Т.Т., Дорошенко М.Е., Конюшкин В.А., Осико В.В., Иванов Л.И., Симаков С.В. *Квантовая электроника*, **37**, 11 (2007).
10. Basiev T.T., Doroshenko M.E., Fedorov P.P., Konyushkin V.A., Kuznetsov S.V., Osiko V.V., Akchurin M.Sh. *Opt. Lett.*, **33** (5), 521 (2008).
11. Alimov O.K., Basiev T.T., Doroshenko M.E., Fedorov P.P., Konyushkin V.A., Kuznetsov S.V., Nakladov A.N., Osiko V.V., Shlyakova O.V. *Intern. Conf. Lumin. Opt. Spectroscopy Condens. Matter (ICL)* (Lyon, France, 2008).
12. Basiev T.T., Doroshenko M.E., Konyushkin V.A., Osiko V.V. *Opt. Lett.*, **35**, 23 (2010).
13. Basiev T.T., Konyushkin V.A., Konyushkin D.V., Doroshenko M.E., Huber G., Reishert F., Hansen N.O., Fechner M. *Opt. Mater. Express*, **1** (8), 1511 (2011).
14. Scholle K., Lamrini S., Koopmann P., Fuhrberg P. *Frontiers. Guided Wave Optics and Optoelectronics*. (Rijeka: InTech, 2010).
15. Антипов О.Л., Головкин С.Ю., Горшков О.Н. и др. *Квантовая электроника*, **41**, 10 (2011).
16. Sobolev B.P., Fedorov P.P. *J. Less-Common Metals*, **60**, 33 (1978). DOI: 10.1016/0022-5088(78)90087-5.
17. Fedorov P.P., Osiko V.V. in *Bulk Crystal Growth of Electronic, Optical and Optoelectronic Materials*. Ed. by P.Capper (Chichester: John Wiley & Sons, Ltd., 2005, p. 339).
18. Kuznetsov S.V., Fedorov P.P. *Inorg. Mater.*, **44** (13), 1434 (2008). DOI: 10.1134/S0020168508130037.
19. Попов П.А., Федоров П.П., Рейтеров В.М., Гарибин Е.А., Демиденко А.А., Миронов И.А., Осико В.В. *ДАН*, **443** (3), 304 (2012).
20. Gamy P., Doualan J.L., Renard S., Braud A., Menard V., Moncorgé R. *Opt. Commun.*, **236**, 4 (2004).
21. Большиков Ф.А., Гарибин Е.А., Гусев П.Е., Демиденко А.А., Круглова М.В., Крутов М.А., Ляпин А.А., Миронов И.А., Осико В.В., Рейтеров В.М., Рябочкина П.А., Сахаров Н.В., Смирнов А.Н., Ушаков С.Н., Федоров П.П. *Квантовая электроника*, **41** (3), 193 (2011).
22. *Handbook of Laser Science and Technology*. Ed. by M.J.Weber (Boca Raton: CRC Press, 1982, vol.1).
23. Басиев Т.Т., Жариков Е.В., Жеков В.И., Мурина Т.М., Осико В.В., Прохоров А.М., Стариков Б.П., Тимошечкин М.И., Щербаков И.А. *Квантовая электроника*, **3** (7), 1471 (1976).
24. Petrov V., Guel F., Massons J., Gavalda J., Sole R.M., Aguilo M., Diaz F., Griebner U. *IEEE J. Quantum Electron.*, **40** (9), 1244 (2004).