

УДК 544.669;666.3.187;666.651

## ВЛИЯНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ УСАДКИ НАНОПОРОШКОВЫХ КОМПАКТОВ $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$ НА СТРУКТУРНЫЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КЕРАМИК

© 2019 г. Р. Н. Максимов<sup>1,2, \*, \*\*</sup>, В. Р. Хрустов<sup>1</sup>, В. А. Шитов<sup>1</sup>, А. С. Юровских<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт электрофизики УрО Российской академии наук, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амундсена, 106

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,  
Россия, 620002 Екатеринбург, ул. Мира, 19

\*e-mail: r.n.maksimov@urfu.ru

\*\*e-mail: romanmaksimov@el.ru

Поступила в редакцию 23.08.2018 г.

После доработки 16.11.2018 г.

Принята к публикации 11.12.2018 г.

Проведено исследование процесса термической усадки нанопорошковых компактов  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ , активированного иттербием, при нагреве до  $1550^\circ\text{C}$ , а также изучено влияние промежуточной микроструктуры образцов на характеристики прозрачной керамики после горячего изостатического прессования при температуре  $1700^\circ\text{C}$ . Показано, что оптические свойства керамик зависят от структурных особенностей, сформированных на стадии предспекания. Впервые установлено, что уплотнение компакта с контролируемой скоростью позволяет уменьшить коэффициент экстинкции прозрачной керамики  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  в  $\sim 1.8$  раза по сравнению с тем, что реализуется при использовании других режимов.

**Ключевые слова:** нанопорошок, оксид лютетия, скорость уплотнения, микроструктура, прозрачная керамика, горячее изостатическое прессование

**DOI:** 10.1134/S0002337X19050130

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время поликристаллические материалы на основе  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  вызывают повышенный интерес для использования в качестве активных сред мощных твердотельных лазеров [1–4]. Это обусловлено их высокими теплофизическими характеристиками, а также рядом преимуществ оптических керамик перед монокристаллами аналогичного состава: улучшенными термомеханическими свойствами, возможностью изготовления крупных образцов и обеспечения заданного концентрационного профиля активатора, быстротой производства, меньшими энергозатратами и ценой [5–7].

Высокая прозрачность керамик на основе  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  может быть достигнута за счет формирования однородной микроструктуры, свободной от пор и посторонних кристаллических фаз, с помощью спекания заготовки методом горячего изостатического прессования (ГИП) [8–11]. Данная методика заключается в предспекании порошкового компакта до состояния общей пористости (относительная плотность  $\sim 95\%$  и более) с последующим этапом ГИП для достижения беспористой структуры керамики. При этом микроструктурные особенности, сформированные на этапе

предспекания компакта, оказывают решающее влияние на конечные характеристики керамики. Например, авторами работы [11] показано положительное влияние двухстадийного предспекания, которое заключалось в уменьшении характерного размера зерен и температуры ГИП, требуемой для достижения высокой прозрачности керамики  $\text{Gd}_{0.3}\text{Lu}_{1.6}\text{Eu}_{0.1}\text{O}_3$ , с  $1850$  до  $1525^\circ\text{C}$ . Это объясняется зависимостью скорости уплотнения на стадии ГИП от величины среднего размера кристаллитов [12], что предопределяет возможность получения высокоплотных керамик при меньших температурах.

Методика двухстадийного предспекания, впервые предложенная в работах [13, 14], заключается в нагреве до температуры  $t_1$ , при которой образец достигает относительной плотности порядка  $75\%$  и характеризуется наличием большого числа точек тройных стыков для фиксации межзеренных границ. На следующем этапе заготовка охлаждается до температуры  $t_2$  и выдерживается в течение  $20$  ч, что вызывает ее дальнейшее уплотнение за счет диффузионного массопереноса, в то время как миграция границ осложняется благодаря развитой сети тройных стыков. Данный подход с по-

следующей стадией ГИП ранее применялся для синтеза оптических керамик из целого ряда сесквиоксидов [9, 15, 16].

Альтернативным способом, позволяющим получать однородную мелкокристаллическую структуру керамики с узким распределением зерен по размерам, является спекание с контролируемой скоростью уплотнения (rate-controlled sintering, RCS) [17, 18]. Метод RCS основан на анализе данных дилатометрических испытаний компактов и построении режима спекания, состоящего из трех этапов с последовательно уменьшающейся скоростью уплотнения. Такой подход позволяет затормозить процесс коалесценции пор, которые в свою очередь эффективно препятствуют селективной рекристаллизации на промежуточной стадии спекания [19]. Улучшение микроструктурных характеристик с помощью RCS было ранее продемонстрировано для поликристаллических материалов на основе  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{ZrO}_2$  [20, 21]. Однако оценке влияния различных режимов уплотнения на морфологические особенности и оптические свойства керамик, синтезированных с использованием ГИП, в литературе уделяется недостаточно внимания.

Целью данной работы являлось исследование изменений структурных и оптических характеристик керамик  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$ , полученных методом ГИП, в зависимости от режима предспекания в дилатометре при температуре 1550°C.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Наноразмерные частицы  $\text{Yb}_{0.02}\text{Lu}_{1.98}\text{O}_3$  синтезировали методом лазерной абляции твердой мишени, который заключается в испарении материала мишени излучением импульсно-периодического  $\text{CO}_2$ -лазера ЛАЭРТ (ИЭФ УрО РАН) с последующей конденсацией паров в потоке воздуха. В качестве исходного сырья при изготовлении мишени для испарения использовались микроразмерные порошки  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  и  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  с содержанием неконтролируемых примесей на уровне 0.01 мас. %. Основные параметры лазерного излучения и более подробное описание технологического процесса синтеза наночастиц представлены в работе [22].

Для проведения дилатометрических экспериментов из синтезированного нанопорошка  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  были изготовлены цилиндрические компакты диаметром 8 и толщиной ~3 мм методом одноосного статического прессования при давлении 200 МПа. Относительная плотность прессовок, рассчитанная с использованием их геометрических размеров, составляла около 53% с учетом рентгеновской плотности 9.42 г/см<sup>3</sup> для  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ . Регистрацию кривых усадки проводили при нагреве образцов до 1550°C при остаточном давлении газов

0.4 Па с помощью горизонтального дилатометра Netzsch DIL 402 C. Полученные значения линейной усадки пересчитывались в зависимости относительной плотности от времени с учетом термического расширения образцов, определенного по кривой охлаждения. Предспеканные в дилатометре образцы подвергались процедуре ГИП в графитовой печи в течение 2 ч при температуре 1700°C и давлении аргона 206 МПа. Полученные образцы обжигались на воздухе в течение 5 ч при 1200°C для снятия остаточных механических напряжений и насыщения кислородом.

Микроструктуру образцов исследовали с помощью растрового электронного микроскопа AURIGA CrossBeam. Распределение кристаллитов по размерам определяли по микрофотографиям путем измерения диаметра не менее 300 зерен с учетом поправочного коэффициента 1.2. Спектры пропускания образцов прозрачной керамики  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  измерялись в диапазоне длин волн 200–1100 нм с помощью двухлучевого спектрофотометра Shimadzu UV–1700.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

С целью изучения поведения исследуемого материала в неизотермических условиях и выбора оптимальных скоростей для спекания с контролируемой (RCS) и постоянной (constant rate sintering, CRS) скоростью усадки была проведена серия предварительных дилатометрических испытаний с различными скоростями роста температуры. В качестве примера на рис. 1 показаны типичные температурные зависимости линейной усадки и скорости уплотнения нанопорошкового компакта  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  при нагреве со скоростью 3°C/мин до 1550°C. Уменьшение линейных размеров образца начинается при 1040°C, а максимальная скорость уплотнения реализуется при  $1250 \pm 20^\circ\text{C}$ , где величина усадки составляет –10.1%, что соответствует достижению образцом относительной плотности 75%. Дальнейший нагрев до  $1340 \pm 20^\circ\text{C}$  приводит к спеканию до относительной плотности 85%, при этом значение линейной усадки составляет –15.8%. Уплотнение материала продолжается вплоть до максимальной температуры эксперимента, где относительная плотность образца достигает 97%.

На вставке к рис. 2 представлена микрофотография поверхности керамического образца  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$ , спеченного при вышеуказанных условиях, после полировки и термического травления. Видно, что материал имеет субмикрозернистую структуру, которая представляет собой плотноупакованные кристаллиты полиэдрической формы. Также присутствуют крупные зерна размером более 1 мкм, которые были распределены довольно однородно по всей исследуемой поверхности, что отчетливо

наблюдалось при съемке на малых увеличениях. Гистограмма распределения кристаллитов по размерам показана на рис. 2. Средний размер зерна, определенный по максимуму распределения, составляет 0.62 мкм. В то же время, следует отметить достаточно широкий разброс кристаллитов по размерам, что свидетельствует о формировании неоднородной микроструктуры при спекании в данных условиях.

В соответствии с полученными сведениями о поведении порошковых компактов в неизотермических условиях и согласно предложенной модели спекания с контролируемой усадкой [17, 18] был разработан режим RCS изменения скорости уплотнения:  $6.5 \times 10^{-4} \text{ мин}^{-1}$  в диапазоне 1040–1240°C, затем  $1.8 \times 10^{-4} \text{ мин}^{-1}$  в диапазоне 1240–1370°C, после чего следовал этап с логарифмическим затуханием скорости уплотнения вплоть до конечной температуры эксперимента. Для более корректного сравнения микроструктурных особенностей керамик, спеченных в разных режимах, время нагрева уравнивалось следующим образом: для случая CRS подбиралась соответствующая скорость уплотнения, а в режиме с постоянной скоростью нагрева (constant rate heating, CRH) задавалась требуемая скорость роста температуры. Полученные температурные зависимости скорости уплотнения для различных режимов представлены на рис. 3. Из-за особенностей аппаратной реализации режима RCS в dilatометре построенная кривая имеет некоторый изгиб в сторону меньших скоростей.

Расчетные кривые уплотнения в координатах относительная плотность—время изображены на рис. 4. Несмотря на незначительные отклонения скорости усадки от заданного значения, в эксперименте CRS наблюдается линейный рост относительной плотности в течение всего процесса нагрева. Кривая зависимости  $\rho(\tau)$  в режиме CRH имеет характерную S-образную форму, которая наблюдается при спекании оксидных порошков в схожих условиях [23–25]. Здесь интенсивная усадка протекает на начальной и промежуточной стадиях спекания, после чего происходит заметный спад скорости уплотнения при достижении относительной плотности  $\sim 90\%$ , т.е. задолго до выхода на конечную температуру. В свою очередь кривая уплотнения RCS включает участок с относительно быстрым ростом относительной плотности до 85%, а также плавное нарастание с последующей короткой стадией, характеризующейся логарифмическим затуханием скорости уплотнения. Следует отметить, что, несмотря на заметные отличия в поведении кривых уплотнения на различных участках, относительная плотность керамики, измеренная методом гидростатического взвешивания, составляла  $97 \pm 1\%$  независимо от используемого режима спекания.

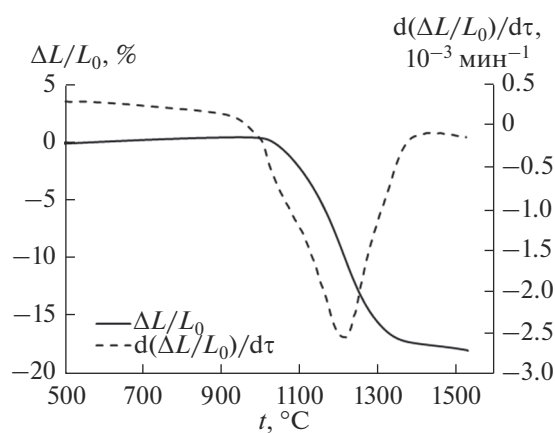


Рис. 1. Температурные зависимости линейной усадки и скорости уплотнения нанопорошкового компакта Yb:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (скорость нагрева 3°C/мин).

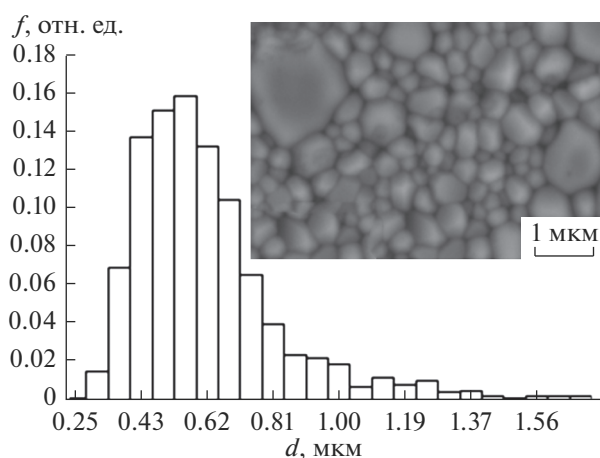


Рис. 2. Нормированное распределение зерен по размерам керамики Yb:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; на вставке показана микрофотография образца после спекания в течение 30 мин при 1550°C со скоростью нагрева 3°C/мин.

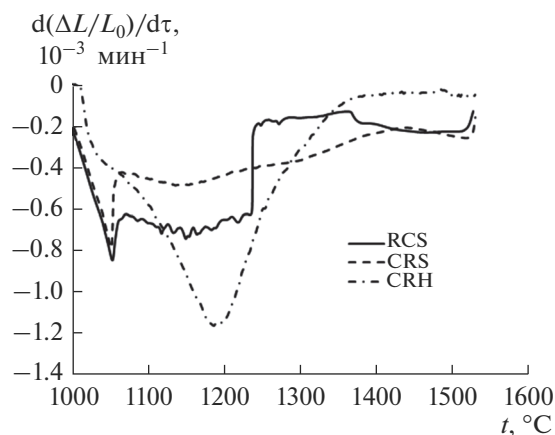


Рис. 3. Температурные зависимости скорости уплотнения порошковых компактов Yb:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в различных режимах предспекания.

**Таблица 1.** Микроструктурные и оптические характеристики керамик  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  в зависимости от использованного режима уплотнения

Режим уплотнения	$\rho_{\text{отн}}, \%$	$d, \text{мкм}$	$d, \text{мкм}$	$T_{1080}, \%$	$\alpha_{1080}, \text{см}^{-1}$
	предспекание		ГИП		
CRH	95.7	0.62	14.1	52.7	4.36
CRS	95.9	0.54	13.3	53.6	4.19
RCS	97.7	0.45	12.7	64.4	2.34

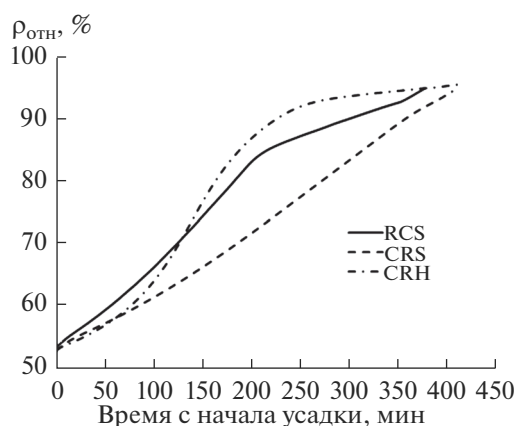
Примечание.  $d$  – средний размер кристаллитов,  $T_{1080}$  – коэффициент пропускания на длине волны 1080 нм,  $\alpha_{1080}$  – коэффициент экстинкции на длине волны 1080 нм.

Температурно-временные профили нагрева для различных режимов, зарегистрированные с помощью дилатометра, представлены на рис. 5. Упрощенно реализованный режим спекания в случае CRS можно представить в виде нескольких линейных участков с постоянной скоростью нагрева:  $0.6^\circ\text{C}/\text{мин}$  на участке  $1040\text{--}1215^\circ\text{C}$ ,  $1.6^\circ\text{C}/\text{мин}$

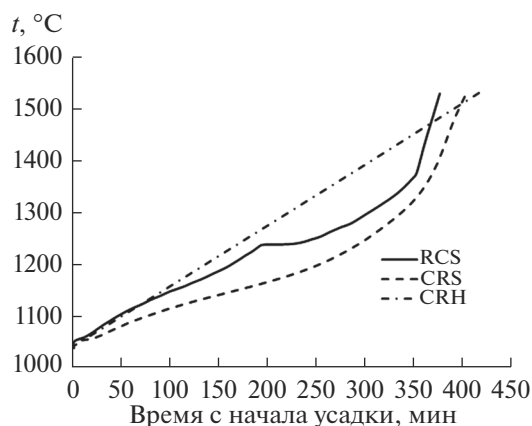
до  $1377^\circ\text{C}$  и  $3.7^\circ\text{C}/\text{мин}$  до  $1550^\circ\text{C}$ . В свою очередь режим RCS можно условно разделить на 4 участка:  $1.1^\circ\text{C}/\text{мин}$  от  $1040$  до  $1240^\circ\text{C}$ ,  $0.4^\circ\text{C}/\text{мин}$  до  $1274^\circ\text{C}$ ,  $1.4^\circ\text{C}/\text{мин}$  до  $1370^\circ\text{C}$  и  $6^\circ\text{C}/\text{мин}$  до  $1550^\circ\text{C}$ .

Наиболее интересным представляется анализ микроструктурных особенностей керамик  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$ , спеченных в различных режимах. Микрофотографии поверхности образцов после полировки и термического травления, а также построенные гистограммы распределения зерен по размерам показаны на рис. 6. Как отмечалось выше, режим с постоянной скоростью нарастания температуры (CRH, рис. 6а) приводит к формированию неоднородной микроструктуры, характеризующейся наличием достаточно крупных зерен размером около  $1 \text{ мкм}$  при среднем значении  $0.62 \text{ мкм}$ . Ситуация улучшается при использовании режима с постоянной скоростью уплотнения (CRS, рис. 6б). Здесь крупные зерна наблюдаются реже, чем в предыдущем случае, при этом средний размер кристаллитов уменьшается до  $0.54 \text{ мкм}$ . Наилучшие микроструктурные характеристики керамики достигаются при ее спекании в режиме с контролируемой скоростью усадки (RCS, рис. 6в). Анализ фотографий, полученных с разных участков образца, показал, что крупные кристаллиты практически отсутствуют, а их средний размер составляет  $0.45 \text{ мкм}$ .

После стадии ГИП при температуре  $1700^\circ\text{C}$  образцы достигали теоретической плотности, приобретая крупнозернистую структуру. На рис. 7 приведены микрофотографии поверхности керамик после химического травления. Средний размер зерен керамик отличался незначительно и составлял  $14.1, 13.3$  и  $12.7 \text{ мкм}$  для образцов, предспекенных в режимах CRH, CRS и RCS соответственно. Данные значения сопоставимы с полученными авторами [9] для керамики  $\text{Er:Lu}_2\text{O}_3$ , изготовленной посредством ГИП в аналогичных условиях ( $15.9 \pm 2.3 \text{ мкм}$ ). Из этих данных можно заключить, что температура ГИП является главным фактором, определяющим конечный размер кристаллитов керамики. При исследовании микроструктуры образцов с помощью оптического микроскопа обнаружены сферические поры диаметром  $1\text{--}2 \text{ мкм}$ ,



**Рис. 4.** Динамика изменения относительной плотности порошковых компактов  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  в различных режимах предспекания.



**Рис. 5.** Кривые нагрева для различных режимов предспекания.

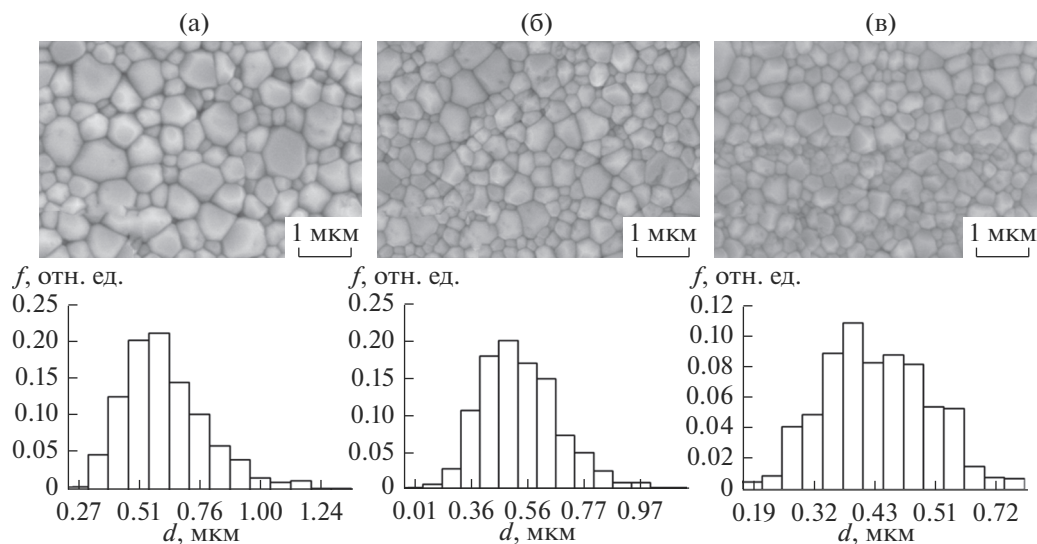


Рис. 6. Микрофотографии поверхности и гистограммы распределения кристаллитов по размерам для режимов CRH (а), CRS (б) и RCS (в).

локализованные как внутри зерен, так и в тройных стыках. Формирование данных дефектов может быть вызвано неблагоприятными условиями ГИП, для оптимизация которых необходимы дополнительные исследования. Микроструктурные особенности керамик до и после стадии ГИП сведены в табл. 1.

Спектры пропускания полученных керамик  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  толщиной 1 мм представлены на рис. 8. Видно, что образец, синтезированный с использованием метода RCS, обладает большим пропусканием во всем исследуемом диапазоне длин волн. Формирование однородной микроструктуры и уменьшение характерного размера зерна керамики перед стадией ГИП способствует интенсификации процесса уплотнения материала и ликвидации остаточных пор, являющихся центрами рассеяния излучения. Для расчета коэффициента экстинкции использовались значение показателя преломления  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  ( $n = 1.909$  на длине волны лазерной генерации 1080 нм), найденное в работе [26], и следующее выражение:

$$\alpha = \frac{\ln\left(\frac{T_{\text{теор}}}{T_{\text{обр}}}\right)}{h}, \quad (1)$$

где  $T_{\text{теор}}$  – теоретическое пропускание  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  на длине волны 1080 нм,  $T_{\text{обр}}$  – пропускание образца,  $h$  – толщина образца. Теоретическое значение пропускания оценивалось с использованием формулы

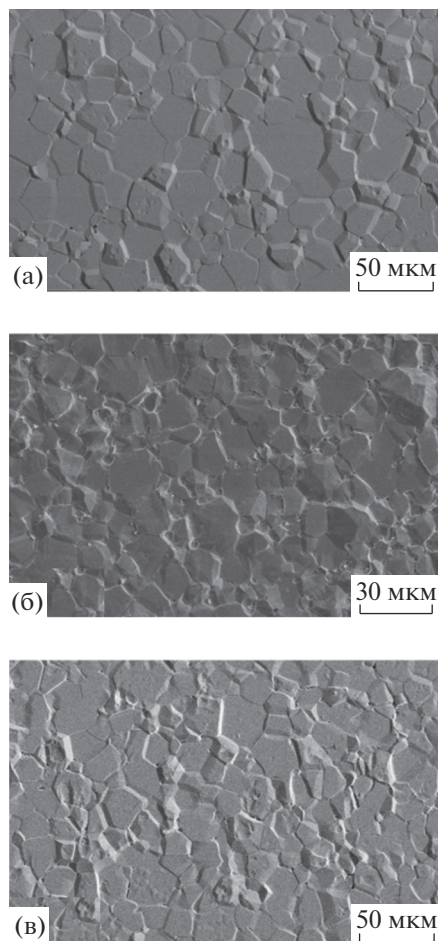


Рис. 7. Микрофотографии поверхности керамик  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3$  после ГИП: CRH (а), CRS (б) и RCS (в).

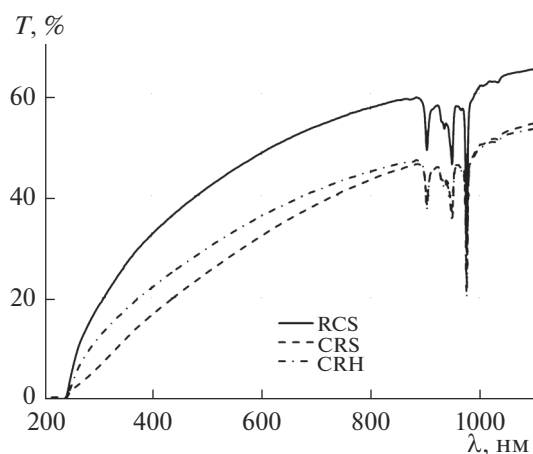


Рис. 8. Спектры пропускания синтезированных керамик Yb:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> после ГИП.

$$T_{\text{теор}} = 100 \times \left[ 1 - \left( \frac{n-1}{n+1} \right)^2 \right]^2, \quad (2)$$

где  $n$  — показатель преломления на длине волны 1080 нм. Расчеты показывают (табл. 1), что предспекание образца в условиях с контролируемой скоростью уплотнения RCS позволяет уменьшить коэффициент экстинкции керамики Yb:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в ~1.8 раза по сравнению с другими режимами. Разработанный режим может быть использован в дальнейшем для регулирования микроструктуры и изготовления оксидных керамик с высоким оптическим качеством, пригодных для использования в качестве активных сред твердотельных лазеров.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведены исследования термической усадки нанопорошковых компактов Yb:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в режиме с постоянной скоростью роста температуры (CRH), а также с постоянной (CRS) и контролируемой скоростью усадки (RCS). Показано, что независимо от режима относительная плотность керамик достигает  $97 \pm 1\%$  при нагреве до 1550°C. В то же время, минимальный размер зерна 0.45 мкм и наиболее однородная микроструктура с практически полным отсутствием кристаллитов размером более 1 мкм были обнаружены в образце, предспеканном методом RCS. Эти структурные особенности и последующая стадия ГИП при температуре 1700°C способствовали получению прозрачной керамики Yb:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с коэффициентом пропускания 64.4% на длине волны 1080 нм, что на ~11% больше, чем у образцов, предспеканных в режимах CRH и CRS. Впервые установлено, что режим с контролируемой скоростью уплотнения может быть использован для формирования однородной структуры и повышения оптического каче-

ства оксидных керамик, синтезированных с помощью ГИП.

## БЛАГОДАРНОСТЬ

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-03-00193 А.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sanghera J., Kim W., Villalobos G., Shaw B., Baker C., Frantz J., Sadowski B., Aggarwal I. Ceramic Laser Materials: Past and Present // *Opt. Mater.* 2013. V. 35. № 4. P. 693–699.
2. Nakao H., Inagaki T., Shirakawa A., Ueda K., Yagi H., Yanagitani T., Kaminskii A.A. Yb<sup>3+</sup>-Doped Ceramic Thin-Disk Lasers of Lu-Based Oxides // *Opt. Mater. Express.* 2014. V. 4. № 10. P. 2116–2121.
3. Pirri A., Toci G., Vannini M. Characterization and Comparison of 1% at Yb-Doped Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics as Laser Gain Media // *Laser Phys.* 2012. V. 22. № 12. P. 1851–1855.
4. Lagatsky A.A., Antipov O.L., Sibbett W. Broadly Tunable Femtosecond Tm:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramic Laser Operating around 2070 nm // *Opt. Express.* 2012. V. 20. № 17. P. 19349–19354.
5. Ikesue A., Aung Y.L., Taira T., Kamimura T., Yoshida K., Messing G.L. Progress in Ceramic Lasers // *Annu. Rev. Mater. Res.* 2006. V. 36. P. 397–429.
6. Ikesue A., Aung Y.L. Ceramic Laser Materials // *Nat. Photonics.* 2008. V. 2. P. 721–727.
7. Lupei V. Ceramic Laser Materials and the Prospect for High Power Lasers // *Opt. Mater.* 2009. V. 31. № 5. P. 701–706.
8. Kim W., Baker C., Villalobos G., Frantz J., Shaw B., Lutz A., Sadowski B., Kung F., Hunt M., Sanghera J., Aggarwal I. Synthesis of High Purity Yb<sup>3+</sup>-Doped Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powder for High Power Solid-State Lasers // *J. Am. Ceram. Soc.* 2011. V. 94. № 9. P. 3001–3005.
9. Serivalsatit K., Wasanapiarnpong T., Kucera C., Ballato J. Synthesis of Er-Doped Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles and Transparent Ceramics // *Opt. Mater.* 2013. V. 35. № 7. P. 1426–1430.
10. Qiao X., Huang H., Yang H., Zhang L., Wang L., Shen D., Zhan J., Tang D. Fabrication, Optical Properties and LD-pumped 2.7 μm Laser Performance of Low Er<sup>3+</sup> Concentration Doped Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Transparent Ceramics // *J. Alloys Compd.* 2015. V. 640. P. 51–55.
11. Seeley Z., Cherepy N., Payne S. Two-Step Sintering of Gd<sub>0.3</sub>Lu<sub>1.6</sub>Eu<sub>0.1</sub>O<sub>3</sub> Transparent Ceramic Scintillator // *Opt. Mater. Express.* 2013. V. 3. № 7. P. 908–912.
12. Lee S.-H., Kupp E.R., Stevenson A.J., Anderson J.M., Messing G.L., Li X., Dickey E.C. Hot Isostatic Pressing of Transparent Nd:YAG Ceramics // *J. Am. Ceram. Soc.* 2009. V. 92. № 7. P. 1456–1463.
13. Chen I.W., Wang X.H. Sintering Dense Nanocrystalline Ceramics without Final-Stage Grain Growth // *Nature.* 2000. V. 404. P. 168–171.

14. Wang X.H., Chen P.L., Chen I.W. Two-Step Sintering of Ceramics with Constant Grain-Size, I.  $Y_2O_3$  // J. Am. Ceram. Soc. 2006. V. 89. № 2. P. 431–437.
15. Serivalsatit K., Kokuoz B., Yazgan-Kokuoz B., Kennedy M., Ballato J. Synthesis, Processing, and Properties of Submicrometer-Grained Highly Transparent Yttria Ceramics // J. Am. Ceram. Soc. 2010. V. 93. № 5. P. 1320–1325.
16. Serivalsatit K., Ballato J. Submicrometer Grain-Sized Transparent Erbium-Doped Scandia Ceramics // J. Am. Ceram. Soc. 2010. V. 93. № 11. P. 3657–3662.
17. Palmour H., Johnson D.R. Phenomenological Model for Rate-Controlled Sintering // Sintering and Related Phenomena. N.Y.: Gordon and Breach, 1967. P. 779–791.
18. Huckabee M.L., Hare T.M., Palmour H. Rate Controlled Sintering as a Processing Method // Processing of Crystalline Ceramics. Materials Science Research. Boston: Springer, 1978. P. 205–215.
19. Скороход В.В., Рагуля А.В. Спекание с контролируемой скоростью как способ управления микроструктурой керамики и подобных спеченных материалов // Порошковая металлургия. 1994. № 3–4. С. 1–10.
20. Abe O. Machinability of Rate-Controlled Sintered Alumina // J. Ceram. Soc. Jpn. 1992. V. 100. № 1166. P. 1196–1199.
21. Rajeswari K., Reddy A.R.S., Hareesh U.S., Saha B.P., Johnson R. Micro structural Control of Stabilized Zirconia Ceramics (8YSZ) through Modified Conventional Sintering Methodologies // Sci. Sinter. 2010. V. 42. № 1. P. 91–97.
22. Osipov V.V., Kotov Yu.A., Ivanov M.G., Samatov O.M., Lisenkov V.V., Platonov V.V., Murzakaev A.M., Medvedev A.I., Azarkevich E.I. Laser Synthesis of Nanopowders // Las. Phys. 2006. V. 16. № 1. P. 116–125.
23. Rajeswari K., Padhi S., Reddy A.R.S., Johnson R., Das D. Studies on Sintering Kinetics and Correlation with the Sinterability of 8Y Zirconia Ceramics Based on the Dilatometric Shrinkage Curves // Ceram. Int. 2013. V. 39. № 5. P. 4985–4990.
24. de Florio D.Z., Esposito V., Traversa E., Muccillo R., Fonseca F.C. Master Sintering Curve for Gd-Doped  $CeO_2$  solid Electrolytes // J. Therm. Anal. Calorim. 2009. V. 147. P. 143–147.
25. Shao W.Q., Chen S.O., Li D., Cao H.S., Zhang Y.C., Zhang S.S. Apparent Activation Energy for Densification of  $\alpha-Al_2O_3$  Powder at Constant Heating-Rate Sintering // Bull. Mater. Sci. 2008. V. 31. № 6. P. 903–906.
26. Kaminskii A.A., Akchurin M.S., Becker P., Ueda K., Bohaty L., Shirakawa A., Tokurakawa M., Takaichi K., Yagi H., Dong J., Yanagitani T. Mechanical and Optical Properties of  $Lu_2O_3$  Host-Ceramics for  $Ln^{3+}$  Lasants // Laser Phys. Lett. 2008. V. 5. № 4. P. 300–303.