

$\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 放电等离子烧结及光学性能

安丽琼^{1,2}, 章 健², 范润华¹, GOTO Takashi³, 王士维²

(1. 上海海事大学 海洋科学与工程学院, 上海 201306; 2. 中国科学院 上海硅酸盐研究所, 高性能陶瓷和超微结构国家重点实验室, 上海 200050; 3. 日本东北大学 金属材料研究所, 仙台 980-8577)

摘 要: Lu_2O_3 是具有高热导率而成为极具潜力的高功率激光介质材料。实验以商用氧化物粉体为原料, LiF 为烧结助剂, 采用放电等离子烧结法制备了不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 ($C_{\text{Nd}}=0, 1\text{at}\%, 3\text{at}\%$ 和 $5\text{at}\%$) Lu_2O_3 透明陶瓷, 并研究了 Nd^{3+} 掺杂浓度对 Lu_2O_3 陶瓷的物相、烧结性能、微观结构及光学性能的影响。结果表明: 在高 Nd^{3+} 浓度 ($5\text{at}\%$) 掺杂后烧结样品仍为纯 Lu_2O_3 相; Nd^{3+} 掺杂对 Lu_2O_3 陶瓷烧结性能及微观形貌的影响有限; 所有样品最终均表现出高致密性 (99.5% 以上) 和优异的透光性能, 其中 $3\text{at}\% \text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 的透过率最高, 在 1064 和 2000 nm 处的透过率分别为 82.7 和 83.2%。 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的最强发射峰位于 1076 和 1080 nm; 且随着 Nd^{3+} 掺杂浓度的增加, 荧光强度降低, 寿命变短, 发生浓度淬灭。

关 键 词: 放电等离子烧结; $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$; Nd^{3+} 掺杂浓度

中图分类号: TQ174 文献标识码: A

Sintering and Optical Property of $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ Fabricated by Spark Plasma Sintering

AN Li-Qiong^{1,2}, ZHANG Jian², FAN Run-Hua¹, GOTO Takashi³, WANG Shi-Wei²

(1. College of Ocean Science and Engineering, Shanghai Maritime University, Shanghai 201306, China; 2. The State Key Lab of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure, Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China; 3. Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai 980-8577, Japan)

Abstract: Lu_2O_3 is a novel material for high-power solid-state lasers due to its high thermal conductivity. In present work, $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ transparent ceramics with different Nd^{3+} doping concentration ($C_{\text{Nd}} = 0, 1\text{at}\%, 3\text{at}\%$ and $5\text{at}\%$) were fabricated by spark plasma sintering, using commercial oxides as raw materials and LiF as sintering aid. The effect of Nd^{3+} doping concentration on phase, sintering property, microstructure and optical properties was investigated. X-ray powder diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), UV-VIS-NIR spectroscopy, and fluorescence spectroscopy were used for characterization. The results show that the sintered body exhibits pure Lu_2O_3 phase even with high Nd^{3+} doping concentration ($5\text{at}\%$). The Nd^{3+} doping concentration has little influence on densification behavior and microstructure of $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ ceramics. All the sintered bodies have a high relative density above 99.5% and excellent transparency, in which $3\text{at}\% \text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ body shows highest transmittance, with values of 82.7% and 83.2% at 1064 and 2000 nm, respectively. $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ transparent ceramics show strongest emission bands located at 1076 and 1080 nm, which are attributed to the $^4\text{F}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{11/2}$ transition of Nd^{3+} ions. The

收稿日期: 2017-03-09; 收到修改稿日期: 2017-04-13

基金项目: 高性能陶瓷和超微结构国家重点实验室开放课题 (SKL201501SIC); 上海市青年东方学者 (QD2015043); 国家自然科学基金青年基金 (51602194); 上海市自然科学基金 (15ZR1419600)
The Open Project of State Key Laboratory of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure (SKL201501SIC); Young Eastern Scholar at Shanghai Institutions of Higher Learning (QD2015043); National Natural Science Foundation of China (51602194); Natural Science Foundation of Shanghai (15ZR1419600)

作者简介: 安丽琼 (1979-), 女, 副教授. E-mail: anlq@shmtu.edu.cn

emission intensity and decay time decrease with increasing Nd^{3+} doping concentration, which indicates concentration quenching.

Key words: spark plasma sintering; $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$; Nd^{3+} doping concentration

高功率固体激光器广泛应用于科学研究、工业加工、军事和医疗等领域。该类激光器的激光介质材料一般为钇铝石榴石($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, YAG)。已有研究表明, 氧化镨(Lu_2O_3)比 YAG 具有更高的热导率和更低的声子能量, 是一种极具潜力的高功率激光介质材料^[1]。但是, Lu_2O_3 的熔点高达 2673 K, 采用传统的晶体生长方法难以获得大尺寸高质量的透明块体。采用先进陶瓷制备工艺, 在低于熔点的温度下烧结制备高质量 Lu_2O_3 透明陶瓷, 将有利于新型激光材料的开发。

研究者们采用无压烧结^[2-4]、无压/热压结合热等静压^[5-7]和放电等离子烧结^[8-13]获得了高质量 Lu_2O_3 透明陶瓷。其中, 激活离子 Nd^{3+} 掺杂 Lu_2O_3 透明陶瓷, 因具有丰富的发射波段, 在遥感、光谱学、光通讯、激光点火等方面有广泛的应用前景^[14-15]。Lu 等^[2]报道了采用无压烧结法制备 0.15at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的激光输出。An 等^[8-9]采用放电等离子烧结法制备 1at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷, 并获得了激光输出。Toci 等^[10-11]报道了放电等离子烧结法制备 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的光谱性能及激光性能。Xu 等^[12]采用放电等离子烧结法制备 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷, 并获得了高效的激光输出。Shi 等^[16-17]报道了流动氢气氛烧结 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷及局域结构研究。上述研究主要集中在 Nd^{3+} 掺杂 Lu_2O_3 透明陶瓷的透光、光谱和激光性能研究; 但是, 激活离子(Nd^{3+})掺杂浓度对高质量 Lu_2O_3 透明陶瓷的影响却鲜有报道。为此, 本工作采用放电等离子烧结法, 系统研究激活离子 Nd^{3+} 掺杂浓度对 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的物相、烧结性能、微观结构及光学性能的影响, 为高功率激光器应用提供技术基础。

1 实验方法

采用高纯商用氧化钕(Nd_2O_3 , 日本和光纯药工业株式会社, 99.9%)、 Lu_2O_3 (日本信越化学工业株式会社, 99.99%)和氟化锂(LiF , 日本和光纯药工业株式会社, 99.9%)粉体为起始原料, 其中 Lu_2O_3 为基质、 LiF 为烧结助剂。以氧化锆球为磨球、无水乙醇为介质, 采用湿法球磨将上述粉体以不同 Lu/Nd 配比(100:0, 99:1, 97:3 和 95:5)和 LiF (0.2wt%)混合 12 h。球磨后的浆料在 333 K 干燥 24 h, 过 74 μm

筛, 然后在 1273 K 煅烧 2 h, 用来消除球磨过程中引入的有机物杂质。

将含不同 Nd^{3+} 掺杂浓度的 Lu_2O_3 混合粉体直接倒入石墨模具中, 置于日本 Fuji Electronic Industrial SPS-210 LX 型放电等离子烧结炉中烧结。图 1 为所采用的两步烧结制度, 包括升温制度和加压制度, 升温制度: 在 180 s 内从室温升到 873 K, 再以 1.67 K/s 的升温速率到 1373 K, 在 1373 K 保温 300 s, 然后以 0.17 K/s 升温至 1723 K, 在 1723 K 保温 2.7 ks, 最后随炉温冷却; 加压制度: 在 1373 K 前压力为 10 MPa, 在继续升温时(>1373 K)压力在 60 s 内增加至 100 MPa, 在保温结束时压力在 60 s 内降至 0。对烧结后的样品进行抛光, 厚度约为 1 mm, 并在空气中 1373 K 退火 21.6 ks。

采用日本理学 Rigaku-RAD-2CX 射线衍射仪($\text{Cu-K}\alpha$ 靶, $\lambda=0.154$ nm)对烧结样品进行物相分析(XRD), 采用配套软件计算晶格常数, 通过晶格常数获得理论密度。采用阿基米德排水法测量陶瓷的密度, 并计算相对密度。将抛光后的样品在空气中 1573 K 热腐蚀 3.6 ks, 采用日本日立 S-3100H 型扫描电子显微镜(SEM)观察样品的热腐蚀表面及断口形貌。采用日本岛津 UV-3101PC 型紫外-分光光度计测量双面抛光的透明陶瓷样品的直线透过率。采用法国 Fluorolog-3 型荧光光谱仪测量样品的室温发射光谱。采用光谱仪配套的脉冲激光器和美国泰克 TDS 3020 型示波器测量样品的荧光寿命。

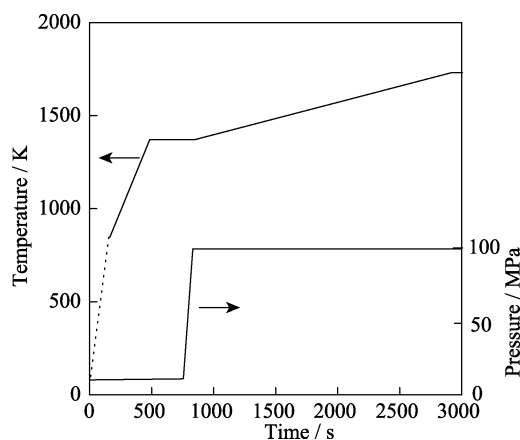


图 1 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷所采用的放电等离子烧结分段烧结制度

Fig. 1 Sintering profile of $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ transparent ceramics produced by spark plasma sintering

2 结果与讨论

2.1 Nd^{3+} 掺杂浓度对 Lu_2O_3 透明陶瓷晶格常数的影响

图 2(a) 为 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的 XRD 图谱。从图 2(a) 可见, 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 为纯 Lu_2O_3 相。随着 Nd^{3+} 掺杂浓度的增大, XRD 衍射峰向低角度偏移 (图 2(a) 插图), 这说明 Nd^{3+} 固溶到 Lu_2O_3 晶格中, 取代了 Lu^{3+} 的位置, 且由于 Nd^{3+} 的离子半径 (0.0983 nm) 比 Lu^{3+} 的离子半径 (0.0861 nm) 大造成 Lu_2O_3 晶格畸变的缘故。通过拟合, 可以计算出不同 Nd^{3+} 浓度掺杂 Lu_2O_3 陶瓷的晶格常数, 如图 2(b) 所示, 所得晶格常数基本满足 Vegard 线性关系。

2.2 Nd^{3+} 掺杂浓度对 Lu_2O_3 透明陶瓷烧结曲线及微观形貌的影响

通过阿基米德排水法测量了不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 陶瓷的致密度, 均在 99.5% 以上。结合烧结过程中的收缩曲线, 可以绘制出实时相对致密度曲线, 如图 3 所示。从图 3 可以看出, 在开始烧结时 ($t=0$ s), 无论 Nd^{3+} 掺杂与否, Lu_2O_3 样品初始相对致密度在 35%~38% 之间; 随着温度的升高, 样品致密度逐渐增加, 当 $t=780$ s 时相对致密度达到 52%~55%。当压力从 10 MPa 增大至 100 MPa 时 ($t=780\sim 840$ s), 所有样品的相对致密度均迅速增加, 在 $t=1000$ s 时达到 90% 以上; 而后随着烧结温度的逐步升高, 样品慢慢达到完全致密。不管 Nd^{3+} 掺杂与否及掺杂浓度多少, 样品均在保温前 ($t=2880$ s) 达到 99.5% 以上的相对致密度。

图 4 给出了 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的热腐蚀

表面和断口扫描电镜照片。由图 4 可知, 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷表面无气孔, 平均晶粒大小约为 8 μm ; 且以穿晶断裂为主, 少量为沿晶断裂。改变 Nd^{3+} 掺杂浓度, Lu_2O_3 透明陶瓷的微观形貌几乎没有变化 (图未给出), 说明 Nd^{3+} 浓度对微观形貌的影响可以忽略, 这与真空烧结 Er:YAG 透明陶瓷中 Er^{3+} 浓度的影响基本一致^[18]。

2.3 Nd^{3+} 掺杂浓度对 Lu_2O_3 透明陶瓷透过率的影响

图 5 为退火前后不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 透明陶瓷样品照片, 由图可见, 所有样品均有较好的透明度。退火前的样品有点偏灰, 而退火后的样品呈蓝色, 这是由于 Nd^{3+} 吸收引起的, 且随着 Nd^{3+} 浓度增加, 蓝色变深。图 6 为退火前后 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的透过率曲线及不同掺杂浓度在代表波长处的透过率。由图 6(a) 所示, 随着波长的增加, 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的透过率增加, 并在 2000 nm 处达到 81.6%, 为 Lu_2O_3 理论透过率^[19]的 99%。退火后, 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的透过率在全波段范围内增加, 且从红外波段 (>1000 nm) 起达到 Lu_2O_3 理论透过率。由图 6(b) 可以更清楚地看出, 退火工艺对可见光-近红外部分透过率的提高效果更显著, 并且随着 Nd^{3+} 掺杂浓度的增加, $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的透率先升高后降低。在 SPS 烧结的其它透明陶瓷, 如氧化铝^[20]、氧化锆^[21]等中也有退火前后颜色变化及透过率提高的报道, 这可能是由于退火可以消除缺陷和微量的碳污染引起的。Kim 等^[7]报道了 $\text{Ho}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的折射率随着 Ho^{3+} 掺杂浓度增加而提高, 并把这归因于 Ho^{3+} 比 Lu^{3+} 的极

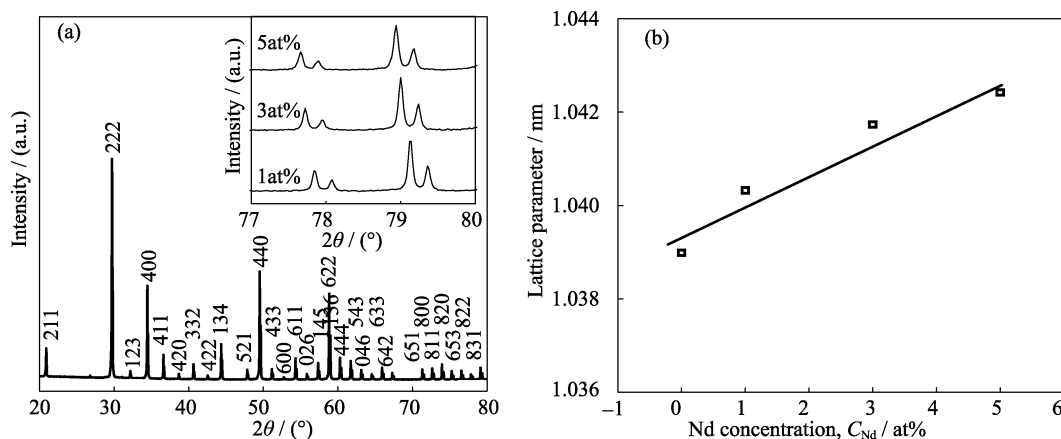


图 2 (a) 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷的 XRD 图谱和 (b) 不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 透明陶瓷的晶格常数

Fig. 2 (a) Typical XRD pattern of the 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ transparent ceramic and (b) lattice parameters of Lu_2O_3 transparent ceramics with different Nd^{3+} doping concentration. Inset in (a) shows the fine XRD patterns of Lu_2O_3 transparent ceramics with different Nd^{3+} doping concentrations in the 2θ range of $77^\circ\sim 80^\circ$

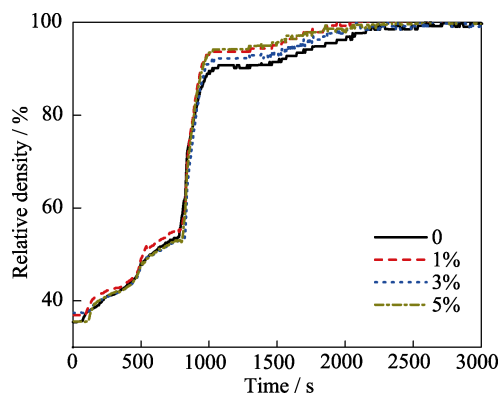


图3 不同Nd³⁺掺杂浓度Lu₂O₃透明陶瓷的相对致密度曲线
Fig. 3 Relative density of Lu₂O₃ transparent ceramics with different Nd³⁺ doping concentrations

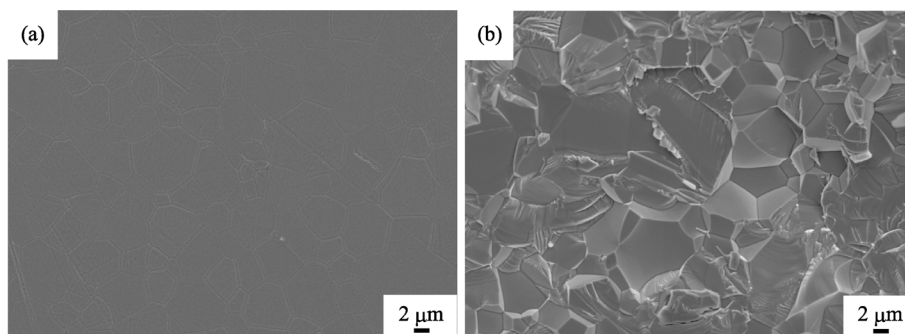


图4 5at% Nd³⁺:Lu₂O₃透明陶瓷的热腐蚀表面(a)和断口(b)SEM照片

Fig. 4 SEM images of thermally etched (a) and fracture (b) surfaces of the 5at% Nd³⁺:Lu₂O₃ transparent ceramic

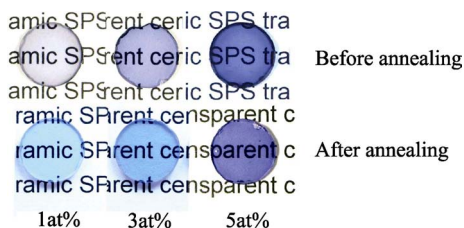


图5 退火前后不同Nd³⁺掺杂浓度Lu₂O₃透明陶瓷的样品照片
Fig. 5 Photographs of Lu₂O₃ transparent ceramics with different Nd³⁺ doping concentrations before and after annealing

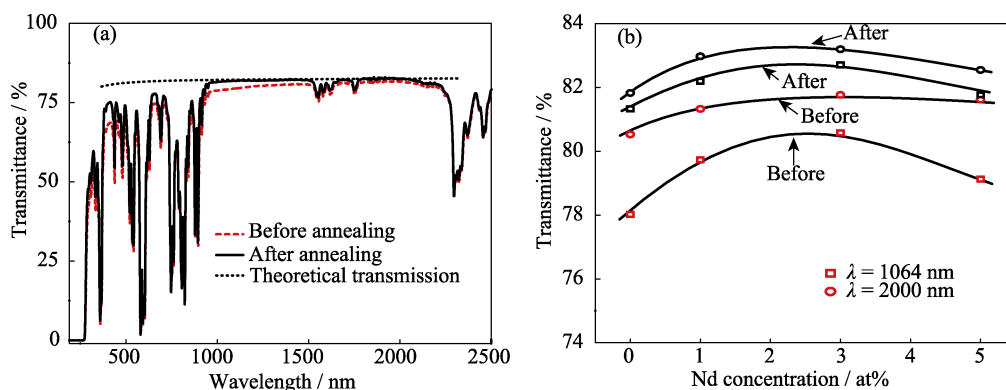


图6 (a) 退火前后5 at%Nd³⁺:Lu₂O₃透明陶瓷的透射率曲线和(b)退火前(红色标记)后(黑色标记)不同掺杂浓度Nd³⁺:Lu₂O₃透明陶瓷在代表波长处(1064和2000 nm)的透射率曲线

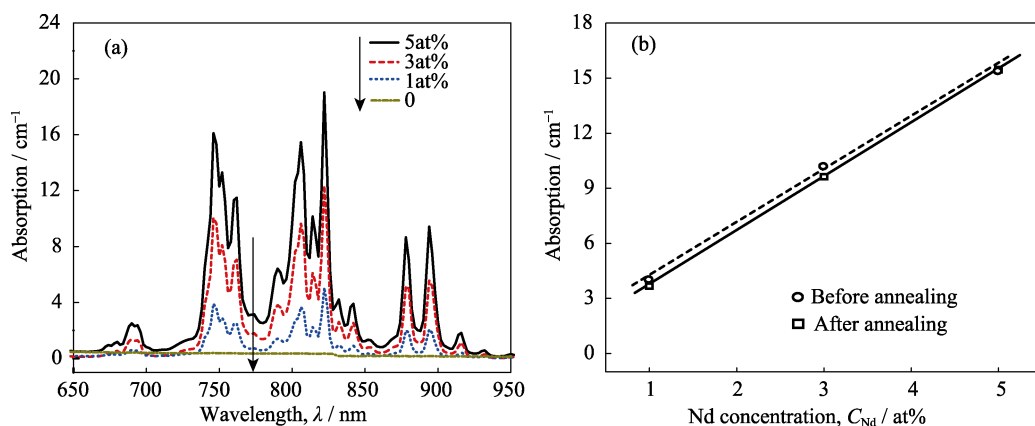
Fig. 6 (a) Transmittance spectra of the 5 at%Nd³⁺:Lu₂O₃ transparent ceramics before and after annealing and (b) transmittance at representative wavelengths (1064 and 2000 nm) for Nd³⁺:Lu₂O₃ transparent ceramics with different doping concentrations before (red) and after annealing (dark)

The dot line refers to theoretical transmission of Lu₂O₃ calculated from ref^[19]

化能力强。考虑到Nd³⁺极化率($5.01 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$)比Ho³⁺ ($3.97 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$)和Lu³⁺ ($3.64 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$)都强^[22], 可以推断随着Nd³⁺掺杂浓度的增加, Nd³⁺:Lu₂O₃的折射率也增大, 从而导致透过率的下降。

图7为不同Nd³⁺掺杂浓度Lu₂O₃透明陶瓷的吸收光谱图, 在近红外波段有两个强的吸收峰, 分别位于806和822 nm, 属于Nd³⁺基态(⁴I_{9/2})到激发态(²H_{9/2}和⁴F_{5/2})的跃迁。这与前期报道^[2,8,16]和单晶^[23]一致, 与文献^[10]稍有变化(810和820 nm)。随着Nd³⁺掺杂浓度的增加, 吸收逐步增强。退火前, 样品在806 nm处的吸收系数与Nd³⁺掺杂浓度基本呈线性关系(图7(b)中虚线), 实验数值曲线有点偏高或偏

低于拟合曲线, 这说明退火前样品中的缺陷影响了Nd³⁺的吸收。退火后, 样品在806 nm处的吸收系数与Nd³⁺掺杂浓度呈线性关系, 这是因为退火消除了缺陷。文献[2]报道了0.15at% Nd³⁺:Lu₂O₃在807 nm处的吸收系数为 1.5 cm^{-1} , 也处于这条线性关系之中, 同时在其它透明陶瓷体系如Nd:Y₃Sc₁Al₄O₁₂^[24]、Nd:Y₂O₃^[25]中也观察到了类似的吸收系数-Nd³⁺浓度线性关系。

图 7 (a) 不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 透明陶瓷退火后的吸收光谱曲线和(b) 退火前后 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷在 806 nm 处的吸收系数Fig. 7 (a) Absorption coefficient spectra of Lu_2O_3 transparent ceramics with different Nd^{3+} doping concentration after annealing and (b) absorption coefficient at 806 nm for the Lu_2O_3 transparent ceramics with different Nd^{3+} doping concentrations before and after annealing

2.4 Nd^{3+} 掺杂浓度对 Lu_2O_3 透明陶瓷发射光谱及荧光寿命的影响

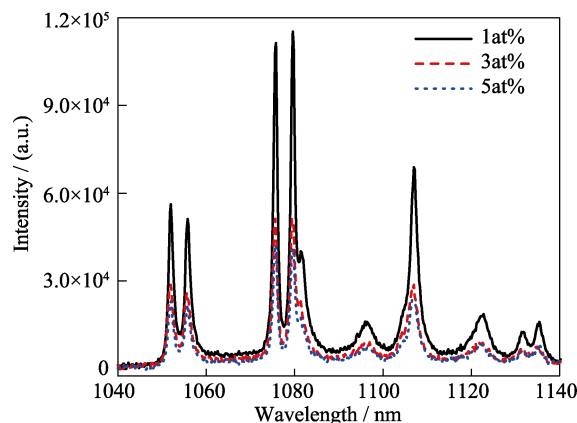
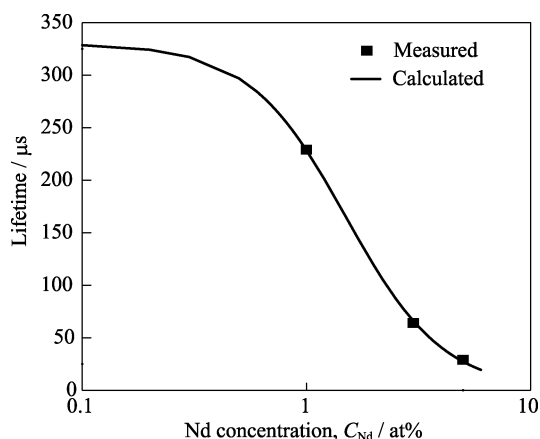
图 8 给出了不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 透明陶瓷在 808 nm 激光激发下的常温发射光谱曲线。在此波段范围内的发射光谱线对应于 Nd^{3+} 从激发态 $^4\text{F}_{3/2}$ 到基态 $^4\text{I}_{11/2}$ 的跃迁, 最强峰位于 1076 和 1080 nm, 且强度相当, 这与文献报道的陶瓷^[2,8,10,12,16]和单晶^[23]一致。随着 Nd^{3+} 掺杂浓度的增大, 发射峰强度降低, 这可能是由于浓度淬灭效应引起的^[10]; 发射峰位置有 0.1~0.3 nm 的偏移, 在仪器的误差范围内。采用示波器和脉冲激光器检测了 1076 nm 处的强度衰减变化曲线, 通过一次指数拟合, 获得了 $^4\text{F}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{11/2}$ 荧光发射在 1at%, 3at% 和 5at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷中的寿命分别为 229、64 和 29 μs , 如图 9 所示。通过公式^[26]:

$$\tau = \frac{\tau_{\text{rad}}}{1 + \left(\frac{C_{\text{Nd}}}{C_0} \right)^2} \quad (1)$$

其中, τ 为荧光寿命, τ_{rad} 为发射寿命, C_{Nd} 为 Nd^{3+} 浓度, C_0 为淬灭系数(也即荧光寿命降至辐射寿命一半时的 Nd^{3+} 浓度), 可以拟合得到 $^4\text{F}_{3/2}$ 的辐射寿命为 330 μs , 与 J-O 理论模拟寿命基本一致(344 μs)^[23], 高于 YAG 透明陶瓷(260 μs)^[24], 与 Y_2O_3 透明陶瓷一致(322 ms)^[25]。

3 结论

1) 采用 SPS 烧结工艺成功制备了 $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 透明陶瓷, 3at% $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 在 1064 和 2000 nm 处的透过率分别达到 82.7 和 83.2%。

图 8 不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 透明陶瓷在 808 nm 激光激发下的常温发射光谱Fig. 8 Emission spectra of Lu_2O_3 transparent ceramics with different Nd^{3+} doping concentration irradiated by an 808 nm diode laser at room temperature图 9 不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 透明陶瓷的荧光寿命。实线为拟合曲线Fig. 9 Fluorescence lifetime of Lu_2O_3 transparent ceramics with different Nd^{3+} doping concentration and the fitted curve (solid line)

2) Lu_2O_3 晶格常数随 Nd^{3+} 浓度增加而增大; Nd^{3+} 高浓度(5at%)掺杂后, $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ 仍是纯 Lu_2O_3 相。 Nd^{3+} 掺杂浓度对 Lu_2O_3 陶瓷烧结性能及微观形貌的影响可以忽略。

3) 随着 Nd^{3+} 掺杂浓度的增加, Lu_2O_3 透明陶瓷的吸收系数呈线性增大; 发射峰位几乎无变化, 光谱强度降低。根据不同 Nd^{3+} 掺杂浓度 Lu_2O_3 透明陶瓷的荧光寿命, 拟合出 Nd^{3+} 离子在 Lu_2O_3 基质中 $^4\text{F}_{3/2}$ 能级的辐射寿命为 330 μs , 与 J-O 理论模拟寿命基本一致。

参考文献:

- [1] GRIEBNER U, PETROV V, PETERMANN K, *et al.* Passively mode-locked Yb: Lu_2O_3 laser. *Opt. Express*, 2004, **12**(14): 3125–3130.
- [2] LU J, TAKAICHI K, UEMATSU T, *et al.* Promising ceramic laser material: highly transparent $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ ceramic. *Appl. Phys. Lett.*, 2002, **81**(23): 4324–4326.
- [3] ZHOU X Q, YI H L, ZHOU G H, *et al.* Highly transmitting ZrO_2 -doped Lu_2O_3 ceramics from combustion synthesized powders. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2011, **94**(9): 2772–2774.
- [4] ANTIPOV O L, NOVIKOV A A, ZAKHAROV N G, *et al.* Optical properties and efficient laser oscillation at 2066 nm of novel Tm: Lu_2O_3 ceramics. *Opt. Mater. Express*, 2012, **2**(2): 183–189.
- [5] QIAO X B, HUANG H T, YANG H, *et al.* Fabrication, optical properties and LD-pumped 2.7 μm laser performance of low Er^{3+} concentration doped Lu_2O_3 transparent ceramics. *J. Alloy. Comp.*, 2015, **640**(8): 51–55.
- [6] SANGHERA J, FRANTZ J, KIM W, *et al.* 10% $\text{Yb}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ ceramic laser with 74% efficiency. *Opt. Lett.*, 2011, **36**(4): 576–578.
- [7] KIM W, BAKER C, BOWMAN S, *et al.* Laser oscillation from Ho^{3+} doped Lu_2O_3 ceramics. *Opt. Mater. Express*, 2013, **3**(7): 913–919.
- [8] AN L Q, ITO A, ZHANG J, *et al.* Highly transparent $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ produced by spark plasma sintering and its laser oscillation. *Opt. Mater. Express*, 2014, **4**(7): 1420–1426.
- [9] ITO A, AN L Q, GOTO T. Laser oscillation and luminescence of Nd^{3+} - and Eu^{3+} -doped Lu_2O_3 transparent ceramics fabricated by spark plasma sintering. *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 2016, **124**(4): 313–320.
- [10] TOCI G, VANNINI M, CIOFINI M, *et al.* Nd^{3+} -doped Lu_2O_3 transparent sesquioxide ceramics elaborated by the Spark Plasma Sintering (SPS) method. Part 1: Structural, thermal conductivity and spectroscopic characterization. *Opt. Mater.*, 2015, **41**(S1): 3–11.
- [11] TOCI G, VANNINI M, CIOFINI M, *et al.* Nd^{3+} -doped Lu_2O_3 transparent sesquioxide ceramics elaborated by the Spark Plasma Sintering (SPS) method. Part 2: First laser output results and comparison with Nd^{3+} -doped Lu_2O_3 and $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ ceramics elaborated by a conventional method. *Opt. Mater.*, 2015, **41**(3): 12–16.
- [12] XU C W, YANG C D, ZHANG H, *et al.* Efficient laser operation based on transparent Nd: Lu_2O_3 ceramic fabricated by spark plasma sintering. *Opt. Express*, 2016, **24**(18): 20571–20579.
- [13] BOULESTEIX R, EPHERRE R, NOYAU S, *et al.* Highly transparent Nd: Lu_2O_3 ceramics obtained by coupling slip-casting and spark plasma sintering. *Ser. Mater.* 2014, **75**(3): 54–57.
- [14] KAMINSKII A A. Laser crystal and ceramics: recent advances. *Laser Photon. Rev.*, 2007, **1**(2): 93–177.
- [15] TAIRA T. Domain-controlled laser ceramics toward giant micro-photonics. *Opt. Mater. Express*, 2011, **1**(5): 1040–1050.
- [16] ZHOU D, SHI Y, XIE J, *et al.* Fabrication and luminescent properties of Nd^{3+} -doped Lu_2O_3 transparent ceramics by pressureless sintering. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2009, **92**(10): 2182–2187.
- [17] ZHOU D, SHI Y, YUN P, *et al.* Effect of precipitants on the properties of $\text{Nd}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$ nano-powders. *J. Inorg. Mater.*, 2009, **24**(4): 764–768.
- [18] LIU J, LIU Q, LI J, *et al.* Influence of doping concentration on microstructure evolution and sintering kinetics of Er:YAG transparent ceramics. *Opt. Mater.*, 2014, **37**(11): 706–713.
- [19] KAMINSKII A A, AKCHURIN M S, BECKER P, *et al.* Mechanical and optical properties of Lu_2O_3 host-ceramics for Ln^{3+} lasants. *Laser Phys. Lett.*, 2008, **5**(4): 300–303.
- [20] JIANG D, HULLERT D M, ANSELMITAMBURINI U, *et al.* Optically transparent polycrystalline Al_2O_3 produced by spark plasma sintering. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2008, **91**(1): 151–154.
- [21] ANSELMITAMBURINI U, WOOLMAN J, MUNIR Z. Transparent nanometric cubic and tetragonal zirconia obtained by high-pressure pulsed electric current sintering. *Adv. Funct. Mater.*, 2007, **17**(16): 3267–3273.
- [22] SHANNON R D. Dielectric polarizabilities of ions in oxides and fluorides. *J. Appl. Phys.*, 1993, **73**(1): 348–366.
- [23] HAO L, WU K, CONG H, *et al.* Spectroscopy and laser performance of Nd: Lu_2O_3 crystal. *Opt. Express*, 2011, **19**(18): 17774–17779.
- [24] SATO Y, TAIRA T, IKESUE A. Spectral parameters of Nd^{3+} -ions in the polycrystalline solid-solution composed of $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ and $\text{Y}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2003, **42**(8): 5071–5074.
- [25] HOU X R, ZHOU S M, JIA T T, *et al.* Effect of Nd concentration on structural and optical properties of Nd: Y_2O_3 transparent ceramic. *J. Luminescence*, 2011, **131**(9): 1953–1958.
- [26] POWELL R C. Physics of Solid-state Laser Materials. New York: Springer, 1998: 335.