

УДК 66.046.516:548.55:546.34'882'21:547.47

## ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ НИОБАТА ЛИТИЯ, ЛЕГИРОВАННЫХ 4.02–5.38 мол. % Zn

© 2023 г. И. В. Бирюкова<sup>1</sup>, С. М. Маслобоева<sup>1</sup> \*,  
И. Н. Ефремов<sup>1</sup>, Н. А. Теплякова<sup>1</sup>, М. Н. Палатников<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева – обособленное подразделение Федерального исследовательского центра “Кольский научный центр Российской академии наук”, Академгородок, 26а, Апатиты, Мурманская обл., 184209 Россия

\*e-mail: sofia\_masloboeva@mail.ru

Поступила в редакцию 29.06.2022 г.

После доработки 21.12.2022 г.

Принята к публикации 26.12.2022 г.

На основе метода гомогенного легирования из прекурсора  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ :4.5 мол. % Zn и карбоната лития синтезирована однофазная шихта  $\text{LiNbO}_3$ :4.1 мол. % Zn, из которой методом Чохральского выращены кристаллы ниобата лития. На основании результатов экспресс-оценки оптического качества кристаллов и рассчитанных значений пьезомодуля  $d_{333}$  установлено, что исследуемые кристаллы характеризуются высоким оптическим качеством. Исследования кристаллов гомогенного и прямого легирования в области концентраций примеси 4.02–5.38 мол. % Zn методами фотоиндуцированного рассеяния света и лазерной коноскопии подтвердили их высокую оптическую однородность и стойкость к лазерному повреждению, фоторефрактивный отклик в кристаллах полностью отсутствовал. Полученные результаты могут быть использованы при выращивании крупногабаритных кристаллов  $\text{LiNbO}_3$ :Zn, характеризующихся низкими значениями коэрцитивного поля и представляющих особый интерес для создания преобразователей лазерного излучения на периодически поларизованных структурах.

**Ключевые слова:** монокристаллы ниобата лития, легирование, микродефекты, статический пьезомодуль, фотоиндуцированное рассеяние света, лазерная коноскопия

DOI: 10.31857/S0002337X23020045, EDN: YCWBIV

### ВВЕДЕНИЕ

Легированные монокристаллы ниобата лития  $\text{LiNbO}_3$ :M (Mg, Zn, In, Sc и др.) на протяжении многих лет являются предметом интенсивных исследований [1–7] и рассматриваются в качестве оптических материалов, широко используемых в нелинейной, интегральной и поляризационной оптике, а также лазерной технике и оптоэлектронике. Однако, несмотря на новые технологические разработки, задача получения оптически однородных монокристаллов остается весьма актуальной. Работы исследователей носят порой противоречивый характер. Одной из основных причин такого расхождения является то, что исследования выращенных кристаллов  $\text{LiNbO}_3$ :M в большинстве работ осуществлялись без учета их предыстории: особенностей исходных компонентов шихты, метода синтеза шихты, способа легирования монокристалла, физико-химических особенностей расплава и ростовых условий. Наиболее подробно влияние структуры расплава на свойства кристаллов ниобата лития представлено в работах [8,

9]. Здесь не только приведены теоретические расчеты равновесного коэффициента расплава ниобата лития с легирующим элементом, но и с использованием метода микровытягивания экспериментально установлена электродвижущая сила, что позволило найти оптимальный состав для роста композиционно однородных бездефектных монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$ :Mg [9]. В большинстве других работ в лучшем случае указаны лишь некоторые технологические параметры роста. Влияние способа легирования на структуру и свойства кристаллов  $\text{LiNbO}_3$ :Mg описано в [10], где сделан вывод, что кристаллы  $\text{LiNbO}_3$ :Mg с одинаковыми концентрациями примеси, выращенные в разных условиях, заметно различаются. При исследовании монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$ :Zn авторы [11–13] при малом шаге легирования с достаточно высокой точностью выделили три участка, в пределах которых происходит скачкообразное изменение свойств выращиваемых кристаллов: 1-й – от 4.02 до 5.38, 2-й – от 5.38 до 6.8, 3-й – от 6.8 до 9.0 мол. % Zn.

Целью настоящей работы является получение монокристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  из шихты, синтезированной методом гомогенного легирования (ГЛ) на основе прекурсора  $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{:Zn}$  с концентрацией Zn, относящейся к первому концентрационному участку; изучение их монокристаллическости, фоторефрактивных свойств, структурной и оптической однородности; проведение сравнительного анализа с кристаллами прямого легирования.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Пентаоксид ниобия  $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{:Zn}$  с концентрацией  $[\text{Zn}] = 4.5$  мол. % получали в соответствии с технологической схемой, приведенной в работе [14]. Примесь Zn вводили путем сорбции ионов цинка в высокочистый гидроксид ниобия при его смешивании с азотнокислым раствором  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  (“ос. ч.”) заданной концентрации. Гидроксидный осадок после операций фильтрации и промывки сушили и прокаливали при  $1000^\circ\text{C}$  в течение 3 ч.

Для выращивания кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) гранулированную шихту конгруэнтного состава ( $[\text{Li}_2\text{O}]/[\text{Nb}_2\text{O}_5] = 0.946$ ), легированную цинком, получали методом синтеза-грануляции из смеси  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  (“ос. ч.”) и прекурсора  $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{:Zn}$ . Расчет необходимого количества  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  проводили на чистый  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . После механоактивации реагентов в течение 24 ч в “пьяной бочке” смесь помещали в платиновый тигель и слегка подпрессовывали. Термообработку проводили в отжиговой печи ПВК1.4-25. Нагрев до  $1100^\circ\text{C}$  проводился со скоростью  $200^\circ\text{C}/\text{ч}$ , после 3-часовой выдержки нагрев продолжали со скоростью  $100^\circ\text{C}/\text{ч}$  до  $1243^\circ\text{C}$  с последующей выдержкой в течение 5 ч.

Кристаллы  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) диаметром 40 и длиной цилиндрической части 40 мм были выращены в направлении  $[001]$  методом Чохральского из платиновых тиглей с внутренним диаметром 75 мм на воздухе. Использовали ростовые установки индукционного типа, оснащенные системой автоматического контроля диаметра кристалла. Скорость перемещения составляла 1.1 мм/ч, скорость вращения – 14 об./мин. Величина осевого градиента  $\sim 1^\circ\text{C}/\text{мм}$ . Масса полной загрузки тигля составляла 1150 г, использовалось не более 25% расплава.

С целью снятия термоупругих напряжений выращенные кристаллы подвергали термической обработке при  $t = 1200^\circ\text{C}$  в течение 24 ч. Анализ содержания цинка в прекурсор  $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{:Zn}$ , шихте  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  и выращенных кристаллах проводили методом атомно-эмиссионной спектроскопии (спектрометр ICPS-9000 фирмы Shimadzu). Погрешность определения данного метода составляла  $\sim 2\%$ . Фазовый состав шихты, плава анализировали методом рентгенофазового анализа (РФА) на рентгеновском дифрактометре XRD-6100 (Shi-

madzu). Для идентификации фаз использовали базу данных JCPDS-ICDD 2002.

Монокристаллизацию кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) проводили посредством высокотемпературного электродиффузионного отжига (ВТЭДО) путем приложения постоянного поляризующего поля при охлаждении образцов со скоростью  $20^\circ\text{C}/\text{ч}$  в температурном интервале от  $1241$  до  $888^\circ\text{C}$ .

По методикам, описанным в [15], осуществляли контроль степени монокристаллическости кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  путем определения величины статического пьезомодуля ( $d_{333}$ ) кристаллической були; оценку оптического качества материала исходя из значений среднего количества центров рассеяния в единице объема исследуемых кристаллов.

Стойкость к лазерному повреждению и оптическую однородность монокристаллов определяли методами фотоиндуцированного рассеяния света (ФИРС) и лазерной коноскопии, которые подробно изложены в работах [16–19].

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Для получения кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ), относящихся к 1-му концентрационному участку, была синтезирована шихта с концентрацией цинка 4.1 мол. %. По данным химического анализа, содержание в шихте ниобия (62.3 мас. %) и лития (4.36 мас. %) соответствует составу конгруэнтного плавления. Индивидуальное содержание катионных микропримесей в ней, определенное на приборе ДФС-13, составляет (мас. %): Pb, Ni, Cr, Co, V, Ti, Fe, Al  $< 2 \times 10^{-4}$ ; Ca, Si  $< 1 \times 10^{-3}$ ; Ta  $< 1 \times 10^{-2}$ , что позволяет отнести ее к “высокочистой”. По данным РФА, шихта представляет собой однофазный продукт.

Методом Чохральского из синтезированной шихты были выращены два монокристалла: 1 из шихты с  $[\text{Zn}] = 4.10$  мол. % и 2 –  $[\text{Zn}] = 4.15$  мол. %. Кристалл 2 получали путем добавления исходной шихты к плаву кристалла 1.

Результаты обработки экспериментальных данных для выращенных кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) (табл. 1) показывают практически неизменную концентрацию цинка вдоль оси роста, поскольку разница концентраций в конусной и торцевой частях близка к погрешности метода определения концентрации цинка ( $\pm 0.1$  мол. %). Подобное распределение примеси свидетельствует о высокой химической однородности образцов, характерной для условий выращивания с  $K_{\text{эф}} = 1$ , в то время как для исследуемых монокристаллов коэффициент распределения  $K_{\text{эф}} < 1$ . Однородное распределение примеси в кристаллах  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  наблюдается и в системе расплав–кристалл–примесь в случае использования метода прямого легирования (ПЛ) [12], когда примесь в виде оксида

**Таблица 1.** Концентрация цинка в расплаве ( $C_p$ ), конусе ( $C_k$ ) и торце ( $C_t$ ) кристаллов и коэффициент распределения ( $K_{эф} = C_k/C_p$ ) цинка в кристаллах 1, 2 (ГЛ) и 3, 4 (ПЛ)

| Кристалл | $C_p$ , мол. % | $C_k$ , мол. % | $C_t$ , мол. % | $\Delta C = C_k - C_t$ , мол. % | $K_{эф}$ |
|----------|----------------|----------------|----------------|---------------------------------|----------|
| 1        | 4.10           | 3.87           | 3.76           | 0.11                            | 0.944    |
| 2        | 4.15           | 3.85           | 3.78           | 0.07                            | 0.928    |
| 3        | 4.02           | 3.43           | 3.53           | 0.1                             | 0.853    |
| 4        | 5.38           | 3.95           | 3.86           | 0.09                            | 0.734    |

ZnO вводится в шихту перед наплавлением тигля (табл. 1, кристаллы 3 и 4). Однако величина  $K_{эф}$  при выращивании монокристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) выше. Установлено, что использование ГЛ-шихты с концентрациями цинка в области 1-го концентрационного порога позволяет получать кристаллы с большим содержанием цинка на  $\sim 10\%$ . Вероятно, при ПЛ кристаллов ниобата лития мы имеем качественно иную структуру расплава, которая обуславливает меньшие значения коэффициентов распределения примеси во всем исследуемом диапазоне.

Результаты исследований методом РФА плавов кристаллов 1 и 2 (ГЛ) свидетельствуют о том, что их выращивание производится из однофазных расплавов, содержащих фазу  $\text{LiNbO}_3$  [20] (карточка 88-0289). В то же время РФА торцевой части були кристаллов 3 и 4 (ПЛ) подтверждает наличие в ней двух фаз:  $\text{LiNbO}_3$  и  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$  (карточка 75-0902), что создает необходимость отбраковки части кристаллической були.

Результаты экспресс-оценки оптического качества полученных образцов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) выявили полное отсутствие в них как протяженных дефектов, так и центров рассеяния, что свидетельствует о высокой оптической чистоте материала.

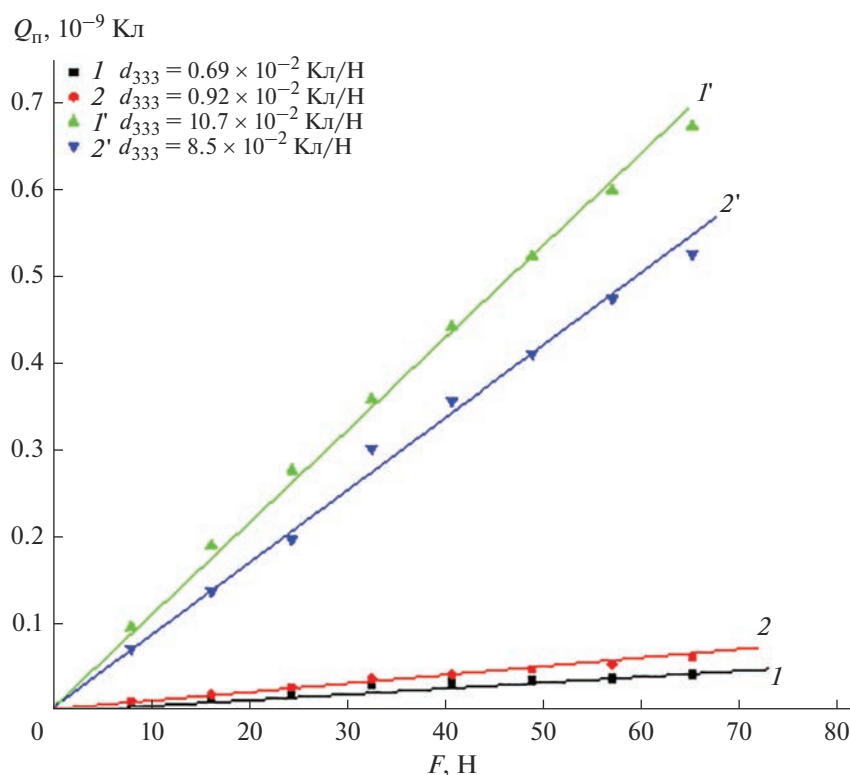
На рис. 1 представлены зависимости  $Q_n = f(F)$  для исследуемых кристаллов до и после процесса монодоменизации. На образцах  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) проведены три этапа измерений с выдержкой образцов в короткозамкнутом состоянии 1 ч между этапами. Для построения графиков использованы усредненные значения. Из рис. 1 видно, что выращенные кристаллы в исходном состоянии практически не обладают пьезоэлектрическим эффектом, наблюдается лишь слабая линейная зависимость  $Q_n = f(F)$ ,  $d_{333} < 1$ . В результате ВТЭДО монокристаллов путем приложения постоянного поляризующего поля при охлаждении образцов со скоростью  $20^\circ\text{C}/\text{ч}$  в температурном интервале от  $1241$  до  $888^\circ\text{C}$  наблюдается отчетливый пьезоэлектрический эффект (рис. 1, зависимости 1', 2') вследствие появления устойчивой униполярности исследуемых кристаллов.

В результате проведенных расчетов получены значения пьезомодуля  $d_{333}$  для каждого из образ-

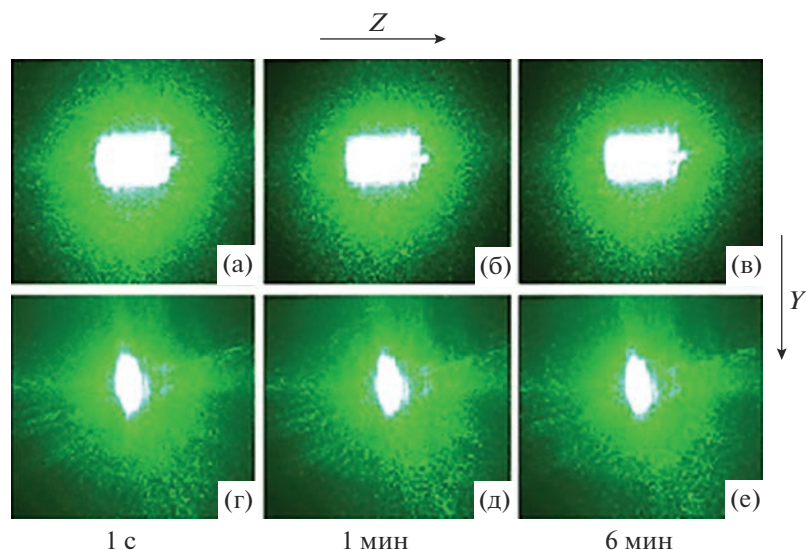
цов:  $d_{333} = 10.7 \times 10^{-12}$  Кл/Н (кристалл 1) и  $d_{333} = 8.5 \times 10^{-12}$  Кл/Н (кристалл 2). Несмотря на достаточно высокие значения пьезомодуля исследуемых кристаллов, близкие к справочным данным ( $d_{333} \geq 8 \times 10^{-12}$  Кл/Н) [21], на графике  $Q_n = f(F)$  (зависимость 2') виден незначительный скачок поляризационного заряда  $Q_n$  и, как следствие, отклонение графика от линейности. Это свидетельствует о влиянии создаваемого нагрузкой поля на остаточные домены или неуравновешенные заряды, вероятно, оставшиеся после прохождения процесса монодоменизации. Кристалл 1 характеризуется более высоким значением пьезомодуля, зависимость  $Q_n = f(F)$  для него имеет линейный характер.

В экспериментах по ФИРС (рис. 2) вектор напряженности  $E$  электрического поля лазерного излучения параллелен полярной оси  $Z$  кристалла, лазерный луч направлен вдоль оси  $X$ . Для обоих исследованных кристаллов фоторефрактивный отклик отсутствует, индикатриса ФИРС не раскрывается, а наблюдается только круговое рассеяние на статических структурных дефектах. Картина рассеяния не изменяется во времени и сохраняет форму на протяжении всего эксперимента. В то же время, картины ФИРС кристалла 2 (рис. 2г–2е) имеют чуть более размытый характер, что указывает на несколько большую рассеивающую способность этого кристалла по сравнению с кристаллом 1, что может быть связано с меньшей степенью монодомениности кристалла 2.

Исследованы коноскопические картины кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) 1 и 2 (рис. 3 и 4). При сканировании по плоскости входной грани они различаются (фрагменты а, б, и в, г). Из рис. 3а, 3в, 4а, 4в видно, что коноскопические картины практически идеальные, соответствуют картинам одноосного кристалла хорошего оптического качества. Коноскопические картины на рис. 3б, 3г, 4б, 4г имеют слабые признаки аномальной оптической двуосности, проявляющиеся в незначительном вытягивании “мальтийского” креста по вертикали от центра к соответствующему направлению деформации оптической индикатрисы кристалла. Разрыва “мальтийского” креста в центре не наблюдается. Изохромы сохраняют круговую симметрию. Появление аномальной оптической двуосности на коноскопических картинах может



**Рис. 1.** Зависимости  $Q_p = f(F)$  для кристаллов 1 и 2 до и после монодоменизации (1', 2') ( $Q_p$  – величина поляризационного заряда,  $F$  – прилагаемая сила).



**Рис. 2.** Картины ФИРС кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  1 (а–в), 2 (г–е) ( $\lambda = 532 \text{ нм}$ ,  $P = 160 \text{ мВт}$ ).

быть связано с неоднородным вхождением примеси в структуру кристалла. При увеличении мощности лазерного излучения до 90 мВт дополнительных искажений коноскопической картины не наблюдается. Таким образом, коноскопические картины и исследования ФИРС обоих кристаллов показы-

вают отсутствие фоторефрактивного отклика и указывают на их достаточно высокую оптическую однородность.

Проведены дополнительные исследования ФИРС и коноскопии кристалла  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ПЛ), выращенного из расплава с  $C_p = 5.38 \text{ мол. \% Zn}$

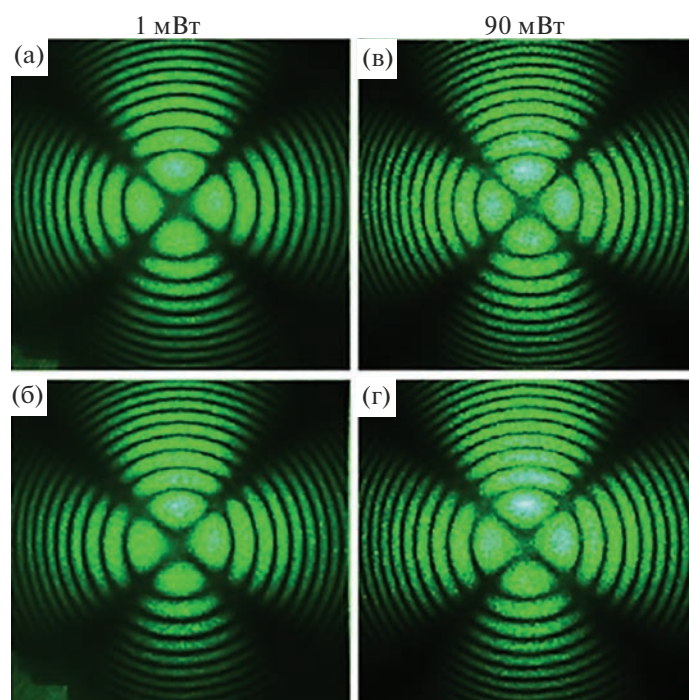


Рис. 3. Коноскопические картины кристалла 1 (пластина толщиной 3 мм,  $\lambda = 532$  нм,  $P = 1$  и 90 мВт).

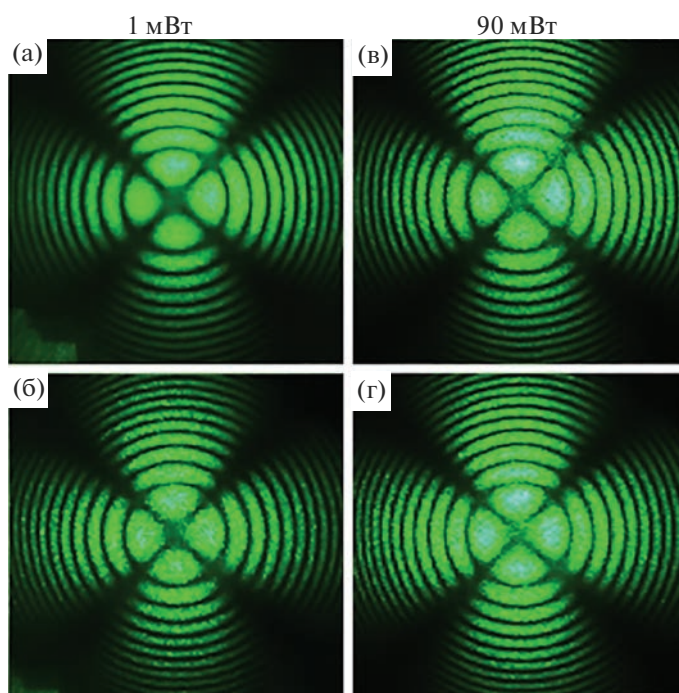


Рис. 4. Коноскопические картины кристалла 2 (пластина толщиной 3 мм,  $\lambda = 532$  нм,  $P = 1$  и 90 мВт).

(кристалл 4). Результаты ФИРС и коноскопии представлены на рис. 5, 6.

Для исследованного кристалла фоторефрактивный отклик отсутствует, индикатриса ФИРС не раскрывается, а наблюдается только круговое

рассеяние на статических структурных дефектах. Картина рассеяния незначительно изменяется в течение первой минуты, далее во времени не изменяется, сохраняет форму на протяжении 6 мин. Необходимо отметить отсутствие на картинах

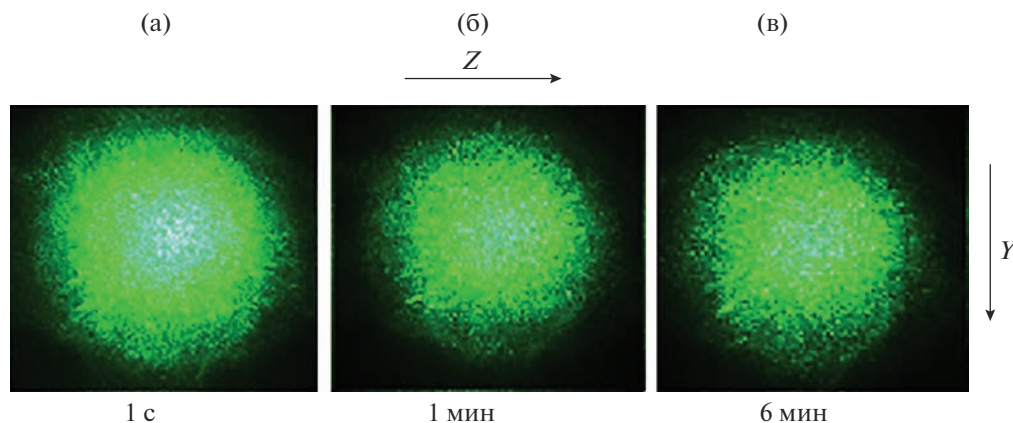


Рис. 5. Картины ФИРС кристалла  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ПЛ) ( $C_p = 5.38$  мол. % Zn) (пластина толщиной 3 мм,  $\lambda = 532$  нм,  $P = 160$  мВт).

ФИРС центрального слоя, отвечающего сечению лазерного луча, что указывает на диссипацию энергии лазерного луча на дефектах структуры кристалла. Это также подтверждается уменьшением диаметра картины рассеяния в течение первой минуты.

При сканировании по плоскости входной грани кристалла получены незначительно отличающиеся коноскопические картины (рис. 6, фрагменты а, б и в, г). Зафиксировано слабое просветление в области левой верхней ветви “мальтийского” креста, на коноскопических картинах на рис. 6б, 6г наблюдается незначительное вытягивание “мальтийского” креста в вертикальном направлении,

соответствующем направлению деформации оптической индикатрисы кристалла. Разрыва “мальтийского” креста не наблюдается, изохромы сохраняют круговую симметрию. Подобная деформация коноскопических картин обусловлена небольшой аномальной оптической двуосностью исследованного кристалла.

Проведенные исследования указывают на высокую оптическую однородность исследованного кристалла, сравнимую с характеристиками кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) 1 и 2.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выращены монокристаллы ниобата лития из шихты  $\text{LiNbO}_3\text{:}4.1$  мол. % Zn, синтезированной методом ГЛ с использованием прекурсора  $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{:}4.5$  мол. % Zn. Установлено, что в концентрационном диапазоне 4.02–5.38 мол. % Zn ГЛ-кристаллы содержат на ~10% больше примеси цинка по сравнению с ПЛ-кристаллами и имеют более высокие значения эффективного коэффициента распределения. Монокристаллы  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ГЛ) выращиваются из однофазного расплава и не имеют ограничений в доле закристаллизовавшегося расплава, при которой возможно получение прозрачной монокристаллической були без включений других фаз.

Экспресс-оценка оптического качества кристаллов показала полное отсутствие в них микродефектов и центров рассеяния. Пьезоакустическим методом подтверждена их монокристаллическость. Значения пьезомодуля для исследуемых кристаллов составили:  $d_{333} = 10.7 \times 10^{-12}$  Кл/Н (кристалл 1) и  $d_{333} = 8.5 \times 10^{-12}$  Кл/Н (2). Исследования кристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  методами ФИРС и лазерной коноскопии подтвердили высокую степень их оптической однородности и отсутствие фоторефрактивно-

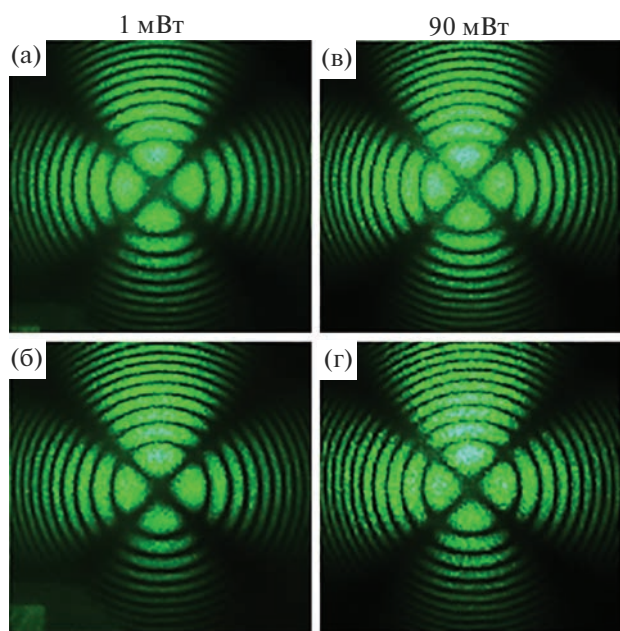


Рис. 6. Коноскопические картины кристалла  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  (ПЛ) ( $C_p = 5.38$  мол. % Zn) (пластина толщиной 3 мм,  $\lambda = 532$  нм,  $P = 1$  и 90 мВт).

го отклика, что указывает на стойкость материала к лазерному повреждению.

Кристаллы  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  аналогичного качества могут быть выращены из ПЛ-расплава с  $[\text{Zn}] = 4.02$  или 5.38 мол. %, но из-за включений других фаз их габариты (длина цилиндрической части) ограничены. Таким образом, выбор технологии выращивания крупногабаритных монокристаллов  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  для массового производства будет определяться расчетом ее экономической эффективности.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волк Т.Р., Рубинина Н.М. Нефоторефрактивные примеси в ниобате лития: магний и цинк // ФТТ. 1991. Т. 33. № 4. С. 1192–1201.
2. Schlarb U., Woehlecke M., Gather B., Reichert A., Betzler K., Volk T., Rubinina N. Refractive Indices of Zn-Doped Lithium Niobate // Opt. Mater. 1995. V. 4. P. 791–795.  
[https://doi.org/10.1016/0925-3467\(95\)00018-6](https://doi.org/10.1016/0925-3467(95)00018-6)
3. Черная Т.С., Волк Т.Р., Верин И.А., Симонов В.И. Пороговые концентрации в допированных цинком кристаллах ниобата лития и их структурная обусловленность // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 4. С. 612–617.
4. Zhang Y., Xu Y.H., Li M.H., Zhao Y.Q. Growth and Properties of Zn Doped Lithium Niobate Crystal // J. Cryst. Growth. 2001. V. 233. P. 537–540.  
[https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(01\)01614-1](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(01)01614-1)
5. Abdi F., Aillerie M., Fontana M., Bourson P., Volk T., Maximov B., Sulyanov S., Rubinina N., Wöhlecke M. Influence of Zn Doping on Electrooptical Properties and Structure Parameters of Lithium Niobate Crystals // Appl. Phys. B. 1999. V. 68. P. 795–799.  
<https://doi.org/10.1007/s003400050706>
6. Zhao L., Wang X., Wang B., Wen W., Zhang T.Y. ZnO-Doped  $\text{LiNbO}_3$  Single Crystals Studied by X-ray and Density Measurements // Appl. Phys. B. 2004. V. 78. № 6. P. 769–774.  
<https://doi.org/10.1007/s00340-004-1503-9>
7. Aillerie M., Bourson P., Mostefa M., Abdi F., Fontana M.D. Photorefractive Damage in Congruent  $\text{LiNbO}_3$ . Part I. Zinc Doped Lithium Niobate Crystals // J. Phys.: Conf. Ser. 2013. V. 416. P. 012001.  
<http://iopscience.iop.org/1742-6596/416/1/012001>.
8. Uda S., Tiller W.A. The Dissociation and Ionization of  $\text{LiNbO}_3$  Melts // J. Cryst. Growth. 1992. V. 121. № 1–2. P. 155–190.  
[https://doi.org/10.1016/0022-0248\(92\)90185-L](https://doi.org/10.1016/0022-0248(92)90185-L)
9. Kimura H., Koizumi H., Uchida T., Uda S. Influence of Impurity Doping on the Partitioning of Intrinsic Ionic Species During the Growth of  $\text{LiNbO}_3$  Crystal from the Melt // J. Cryst. Growth. 2009. V. 311. P. 1553–1558.  
<https://doi.org/10.1016/J.JCRYSGRO.2008.09.178>
10. Palatnikov M.N., Biryukova I.V., Masloboeva S.M., Makarova O.V., Kravchenko O.E., Yanichev A.A., Sidorov N.V. Structure and Optical Homogeneity of  $\text{LiNbO}_3\text{:Mg}$  Crystals Grown from Different Charges // Inorg. Mater. 2013. V. 49. № 7. P. 715–720.  
<https://doi.org/10.1134/S0020168513060083>
11. Palatnikov M.N., Biryukova I.V., Makarova O.V., Sidorov N.V., Efremov V.V., Efremov I.N., Teplyakova N.A., Manukovskaya D.V. Research of Concentration Conditions for Growth of Strongly Doped  $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$  Single Crystals // Advanced Materials: Manufacturing, Physics, Mechanics and Applications. N.Y. Springer Nature, 2016. P. 87–99.  
[https://doi.org/10.1007/978-3-319-26324-3\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-319-26324-3_7)
12. Палатников М.Н., Сидоров Н.В., Макарова О.В., Бирюкова И.В. Фундаментальные аспекты технологии сильно легированных кристаллов ниобата лития. Апатиты: КНЦ РАН, 2017. 241 с.
13. Palatnikov M.N., Biryukova I.V., Masloboeva S.M., Makarova O.V., Manukovskaya D.V., Sidorov N.V. The Search of Homogeneity of  $\text{LiNbO}_3$  Crystals Grown of Charge with Different Genesis // J. Cryst. Growth. 2014. V. 386. P. 113–118.  
<https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2013.09.038>
14. Маслобоева С.М., Калинин В.Т., Залкинд О.А., Кадырова Г.И., Кузнецов В.Я. Получение пентаоксида ниобия с примесью ионов  $\text{Zn}^{2+}$  для выращивания монокристаллов ниобата лития // Цв. металлы. 2012. № 5. С. 89–92.
15. Маслобоева С.М., Ефремов И.Н., Бирюкова И.В., Палатников М.Н. Получение и исследование монокристаллов ниобата лития, легированных бором // Неорган. материалы. 2020. Т. 56. № 11. С. 1208–1214.  
<https://doi.org/10.31857/S0002337X2011007X>
16. Максименко В.А., Сюй А.В., Карпец Ю.М. Фотоиндуцированные процессы в кристаллах ниобата лития. М.: Физматлит, 2008. 96 с.
17. Сюй А.В., Сидоров Н.В., Антонычева Е.А. Фоторефрактивные свойства и особенности строения нелинейно-оптического кристалла ниобата лития. Хабаровск: ДВГУПС, 2011. 108 с.
18. Pikoul O.Y. Determination of Optical Sign of a Crystal by Conoscopic Method // J. Appl. Crystallogr. 2010. V. 43. P. 949–954.  
<https://doi.org/10.1107/S0021889810025161>
19. Пиккуль О.Ю., Алексеева Л.В., Повх И.В., Строганов В.И., Рудой К.А., Толстов Е.В., Криштон В.В. Особенности оптической системы для создания коноскопических фигур больших размеров // Изв. вузов. Приборостроение. 2004. № 12. С. 53–55.
20. Hsu R., Maslen E.N., Boulay D., Ishizawa N. Synchrotron X-ray Studies of  $\text{LiNbO}_3$  and  $\text{LiTaO}_3$  // Acta Crystallogr., Sect. B. 1997. V. 53. P. 420–428.  
<https://doi.org/10.1107/S010876819600777X>
21. Блистанов А.А., Бондаренко В.С., Переломова Н.В., Стрижевская Ф.Н., Чкалова В.В., Шаскольская М.П. Акустические кристаллы. Справочник / Под ред. Шаскольской М.П. М.: Наука, 1982. 632 с.