

文章编号: 0258-7025(2009)06-1517-06

Nd³⁺:YAG 发光纳米纤维的制备与表征

高续波 董相廷 范立佳 王进贤 刘桂霞

(长春理工大学化学与环境工程学院, 吉林 长春 130022)

摘要 采用静电纺丝技术制备了 PVP/[Y(NO₃)₃+Al(NO₃)₃+Nd(NO₃)₃]复合纳米纤维,将其进行热处理,获得了 Nd³⁺:YAG 发光纳米纤维。X 射线衍射(XRD)分析表明,该复合纳米纤维为非晶态,经 900 °C 焙烧 10 h 后,获得了单相石榴石型的 Nd³⁺:YAG 纳米纤维。扫描电子显微镜(SEM)分析表明,经过 900 °C 焙烧后,获得了直径约 75 nm 的 Nd³⁺:YAG 纳米纤维,长度大于 100 μm。热分析(TG-DTA)表明,当焙烧温度高于 550 °C 时,该复合纳米纤维中二甲基甲酰胺(DMF)、有机物和硝酸盐分解挥发完毕,样品不再失重,总失重率为 84.7%。傅里叶变换红外光谱(FTIR)分析表明,当焙烧温度为 900 °C 时,生成了 Nd³⁺:YAG 发光纳米纤维。对 Nd³⁺:YAG 纳米纤维的发光性质进行了研究,对 Nd³⁺:YAG 发光纳米纤维的形成机理进行了讨论。该技术可以用来制备其他稀土石榴石型化合物纳米纤维。

关键词 材料; 纳米纤维; 发光材料; Nd³⁺:YAG; 静电纺丝

中图分类号 TQ343 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL20093606.1517

Fabrication and Characterization of Nd³⁺:YAG Nanofibers

Gao Xubo Dong Xiangting Fan Lijia Wang Jinxian Liu Guixia

(School of Chemistry and Environmental Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun, Jilin 130022, China)

Abstract PVP/[Y(NO₃)₃+Al(NO₃)₃+Nd(NO₃)₃] composite fibers are prepared by electrospinning, and Nd³⁺:YAG nanofibers are fabricated by calcination of the prepared composite nanofibers. X-ray diffraction (XRD) results show that the composite nanofibers are amorphous in structure, and pure phase Nd³⁺:YAG nanofibers are obtained by calcination of the composite fibers at 900 °C for 10 h. Scanning electron microscope (SEM) analysis indicates that the diameter of the prepared Nd³⁺:YAG nanofibers is about 75 nm, and the length is greater than 100 μm. Thermogravimetry and differential thermal analysis (TG-DTA) analysis reveals that the dimethylformamide (DMF), organic compounds, and nitrate salts in the composite nanofibers are decomposed and volatilized totally, the weight of the sample keeps constant when sintering temperature is above 550 °C, and the total weight loss percentage is 84.7%. Fourier transform infrared spectrometer (FTIR) analysis manifestes that polycrystalline Nd³⁺:YAG luminescent nanofibers are formed at 900 °C. The luminescent property of Nd³⁺:YAG nanofibers is investigated. The formation mechanism of the Nd³⁺:YAG nanofibers is preliminarily discussed. This method can be applied to prepare other rare earths garnet-typed compound nanofibers.

Key words materials; nanofibers; phosphors; Nd³⁺:YAG; electrospinning

1 引 言

一维纳米材料由于其独特的物理和化学特性,在电子、机械、生物医学、化工、纺织等产业领域得到

了广泛的应用,已成为研究的热点之一^[1~5]。早在 1964 年,就有关于掺钕的钇铝石榴石激光器的报道。由于 YAG 基质硬度高、热导率高、物理化学性

收稿日期: 2008-04-23; 收到修改稿日期: 2008-10-22

基金项目: 吉林省科技发展计划(20060504,20040125)、吉林省教育厅科技计划(2005109,2006JYT05)和吉林省环保局科技项目(2006-24)资助课题。

作者简介: 高续波(1983-),女,硕士研究生,主要从事无机纳米化学方面的研究。E-mail: gxb0628@yahoo.com.cn

导师简介: 董相廷(1964-),男,博士,教授,博士生导师,主要从事纳米材料的制备及性能等方面的研究。

E-mail: dongxiangting888@yahoo.com.cn (通信联系人)

能稳定、从低温到高温的结构很稳定, $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 激光器是目前最常用的一类固体激光器^[6~11]。目前已有文献报道将 Nd^{3+} 掺杂到 YAG 纳米粒子中, 制备固体激光材料, 主要采用高温固相法、溶胶-凝胶法和水热合成等方法^[12~19]。为了探索一种新型的固体激光材料, 我们制备了 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维, 将一维纳米材料的特性与 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 发光性能相结合, 以获得新的性质及应用。静电纺丝技术是制备无机物纳米纤维的一种简单易行的新方法^[20~22]。本文利用静电纺丝技术制备了 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 一维纳米纤维, 该方法操作简单, 重复性好, 可以大量制备 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维。对所制备的 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维的结构和性质进行了表征, 获得了一些有意义的新结果。

2 实验过程

以 Y_2O_3 (99.99%), Nd_2O_3 (99.99%) 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (AR) 为原料, Y^{3+} 和 Nd^{3+} 按摩尔比为 98 : 2 称取原料, 用硝酸(AR)加热溶解 Y_2O_3 和 Nd_2O_3 , 蒸发除去多余的硝酸, 用二甲基甲酰胺(DMF)配制一定比例的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3$ 和 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 溶液。满足 $[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 与 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 的摩尔比为 3 : 5, 然后称取适量的聚乙烯吡咯烷酮(PVP, AR, 分子量为 1300000)加入到上述溶液中, 在室温下放到数码恒温磁力搅拌器上搅拌, 直至均匀(大约 4 h), 然后放置到密闭容器中静置, 直到溶液澄清为止, 无气泡存在, 即得到均匀、透明且有一定粘度的前驱体溶胶。其中硝酸盐质量分数为 6%, 硝酸盐与 PVP 及 DMF 的质量比为 6 : 16 : 78。

进行静电纺丝过程的装置如图 1 所示。将适量 PVP/ $[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 + \text{Al}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 前驱体溶液注入装有喷嘴的注射器中, 喷嘴口径 1 mm, 调整喷嘴与水平面的倾角为 15° 左右, 所施加直流电压为 20 kV, 固化距离 15 cm, 在室温大于 18°C , 相对湿度为 50%~60% 时进行静电纺丝, 在作为负极的铝箔上就可以收集到复合纳米纤维。

将所制备的复合纳米纤维放到梯度炉中, 分别在 600°C , 900°C 下各焙烧 10 h, 升温速率为 $1^\circ\text{C}/\text{min}$, 将收集到的样品放入干燥器中保存以备测试。

以 Y_2O_3 (99.99%), Nd_2O_3 (99.99%) 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (分析纯) 为原料, Y^{3+} 和 Nd^{3+} 按摩尔比为 98 : 2 计算并称取 Y_2O_3 和 Nd_2O_3 , 用硝

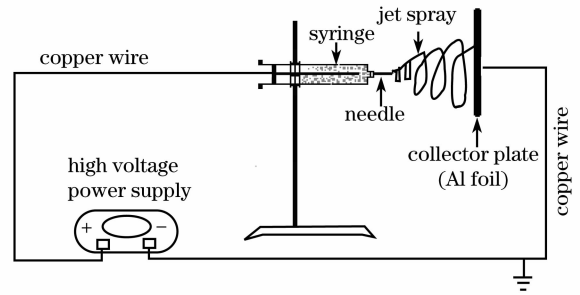


图 1 静电纺丝技术装置图

Fig. 1 Schematic diagram of electrospinning setup

酸(AR)加热溶解, 蒸发掉多余的硝酸, 用去离子水配制一定比例的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3$ 和 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 的混合溶液, 满足 $[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 与 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 的摩尔比为 3 : 5。将配制好的硝酸盐溶液缓慢加入到柠檬酸(AR)溶液中, 满足金属离子与柠檬酸的摩尔比为 1 : 2, 调节溶液为 $\text{pH}=2\sim 3$, 80°C 下搅拌蒸发至透明凝胶, 将凝胶在 120°C 干燥 12 h, 然后于 900°C 焙烧 2 h, 得到 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米粒子。

采用丹东奥龙射线仪器有限公司生产的 Y-2000 型 X 射线衍射(XRD)仪进行结构分析, 采用 Cu 靶 Ka 辐射, Ni 作滤波片, 工作电流 20 mA, 电压 40 kV, 扫描速度为 $3^\circ/\text{min}$, 步长为 0.02° ; 采用日本日立公司生产的 S-4200 型扫描电子显微镜(SEM)进行纳米纤维形貌与直径分析; 采用美国 TA 仪器公司生产的 SDT-2960 型热分析仪对样品进行差热和热重分析, 空气气氛, 升温速率 $10^\circ\text{C}/\text{min}$; 采用日本岛津公司 FTIR8400S 型傅里叶变换红外光谱仪进行样品的傅里叶红外光谱(FTIR)分析, 采用 KBr 压片法, 波数范围 $4000\sim 400\text{cm}^{-1}$; 采用 PL9000 傅氏变换荧光光谱仪测定样品的发射光谱, 使用 488 nm 氩离子激光光源, 功率 10 mW, 液氮冷却。

3 结果与讨论

3.1 热分析

图 2 为 PVP/ $[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 + \text{Al}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 复合纤维的热分析(TG-DTA)曲线。复合纤维在室温下开始加热, 从差热分析(DTA)曲线上可看到, 在 74°C 处有个明显的吸热峰, 对应的热重(TG)曲线上有一个失重台阶, 质量损失为 17.1%, 这是由于复合纤维中水分的挥发造成的。DTA 曲线在 222°C 处有一个较小的放热峰, 对应的 TG 曲线上有一个较大的失重台阶, 质量损失 11.2%, 这可能是 PVP 侧链分解造成的。从 DTA 曲线上可看到, 在

336 °C 处有个明显的吸热峰,对应着 TG 曲线上质量损失为 50%,这可能是由于硝酸盐与 PVP 主链的分解所致。从图中可以看到,在 550 °C 以后 DTA 曲线和 TG 曲线都趋于平稳,说明此时 PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]复合纤维中的水分、有机物都已除去,硝酸盐也已经全部分解,剩余的应是无机氧化物,总失重率为 84.7%。

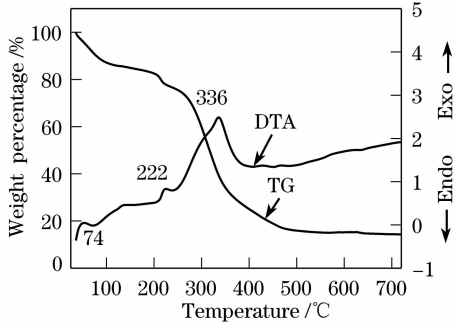


图 2 PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]复合纳米纤维的差热-热重曲线

Fig. 2 TG-DTA curves of PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃] composite nanofibers

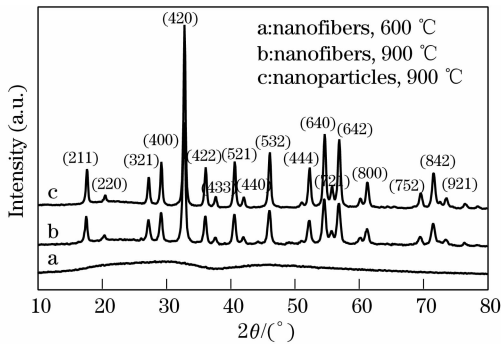


图 3 PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]复合纤维在不同焙烧温度下的纳米纤维和 Nd³⁺:YAG 纳米粒子的 XRD 图

Fig. 3 XRD results of the nanofibers obtained by calcination of PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃] composite fibers at different temperatures and Nd³⁺:YAG nanoparticles

3.2 X 射线衍射分析

图 3 为 PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]复合纤维在不同温度下焙烧,和 Nd³⁺:YAG 纳米粒子(900 °C)的 X 射线衍射(XRD)分析图。从图可见,随着煅烧温度的升高纤维由无定型逐渐过渡到晶态。600 °C 时,还没有形成晶态,纤维为无定型,没有明显衍射峰。当焙烧温度达到 900 °C 时,Nd³⁺:YAG 纳米纤维和 Nd³⁺:YAG 纳米

粒子都出现明显的衍射峰,且无其他杂相。通过对比,其 *d* 值和相对强度与 JCPDS(33-40) 标准卡片所列 *d* 值和相对强度基本吻合,属于立方晶系,空间群为 I₃d。说明此时可以得到发育完好的晶态 Nd³⁺:YAG 纳米纤维。从图 3 也可见,Nd³⁺:YAG 纳米粒子的衍射强度明显高于纳米纤维的衍射强度,表明纳米粒子的结晶性更好。

3.3 傅里叶变换红外光谱分析

图 4 为 PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]复合纤维以及 600 °C 和 900 °C 焙烧之后样品的傅里叶变换红外光谱。如图 4 曲线 a 所示,PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]复合纤维中属于 PVP 键的振动明显。在 3366 cm⁻¹ 附近出现的吸收峰属于羟基(-OH)的伸缩振动,1382 cm⁻¹ 和 1649 cm⁻¹ 处吸收峰为 PVP 中 C—H, C=O 键的振动吸收,属于 PVP 中各键的特征振动吸收峰。因为无机物的含量比较低,所以样品中并没有出现无机物的吸收峰。经过 600 °C 焙烧后,如图 4 曲线 b 所示,PVP 的特征吸收峰消失;1532 cm⁻¹ 附近碳酸盐振动吸收明显,在 671 cm⁻¹ 附近吸收峰代表金属-氧键的初步形成。经过 900 °C 焙烧后,在低波数段 792 cm⁻¹, 715 cm⁻¹ 和 466 cm⁻¹ 附近的吸收峰分别对应于 Al—O 键和 Y—O 键的振动,3450 cm⁻¹ 和 1599 cm⁻¹ 附近的吸收峰为样品吸收空气中的水和 CO₂ 所致。说明经过 900 °C 焙烧后,得到的样品为晶态的 Nd³⁺:YAG 纳米纤维。

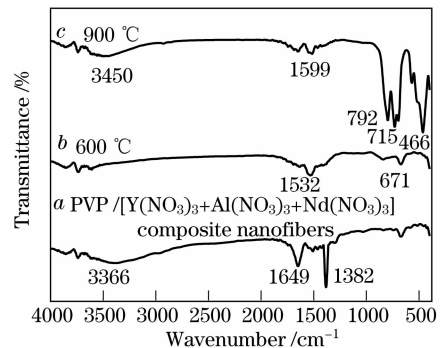


图 4 PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]在不同焙烧温度下样品的 FTIR 图

Fig. 4 FTIR spectra of the samples obtained by calcination of the composite fibers at different temperatures

3.4 扫描电子显微镜分析

图 5 分别为 PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]复合纤维以及在 600 °C, 900 °C 焙烧和 Nd³⁺:YAG 纳米粒子的扫描电子显微镜照片。可以看出,PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃]

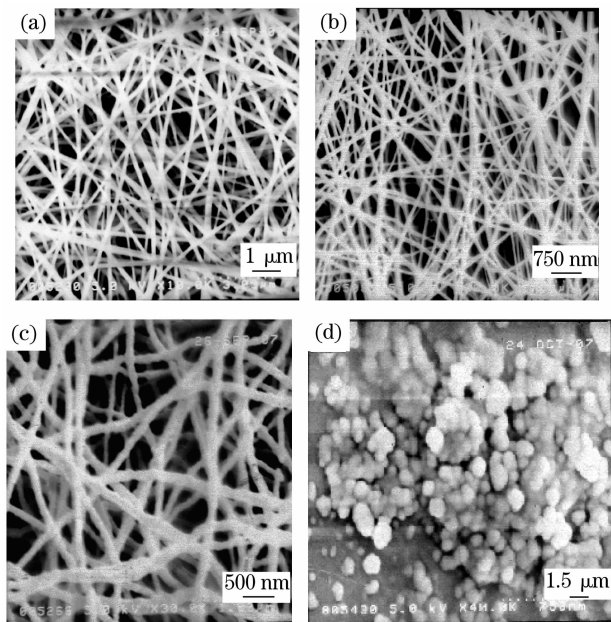


图 5 复合纤维在不同焙烧温度下样品的扫描电镜照片

Fig. 5 SEM images of the samples acquired by calcination of the composite fibers at various temperatures for PVP/[Y(NO₃)₃ + Al(NO₃)₃ + Nd(NO₃)₃] composite nanofibers (a); nanofibers (600 °C) (b); nanofibers (900 °C) (c); and nanoparticles (900 °C) (d)

复合纤维的表面非常光滑,平均直径约150 nm,如图5(a)所示。随着焙烧温度的升高,纤维表面的粗糙程度增加。当焙烧温度达到600 °C时,有机物和硝酸盐已经分解,并且直径趋于均匀化,平均直径为120 nm左右,如图5(b)所示。通过XRD和FTIR分析已知此时晶格发育尚不完全,属于无定型。当焙烧温度达到900 °C时,纤维直径进一步减小,平均直径约75 nm,长度大于100 μm,如图5(c),所示。纤维由纳米颗粒构成(如图6所示),纤维并没有因为高分子的失去而断裂,颗粒之间相互连接形成纤维。由XRD分析可知,此时已获得单相石榴石型Nd³⁺:YAG纳米纤维。图5(d)为Nd³⁺:YAG纳米粒子的SEM照片,从照片上可以看到,Nd³⁺:YAG纳米粒子的平均直径为140 nm。

3.5 透射电子显微镜分析

图6为900 °C时Nd³⁺:YAG纳米纤维的透射电子显微镜(TEM)和电子衍射照片。从图中可以看出,纤维由纳米颗粒构成,纳米颗粒的平均直径约30 nm;从电子衍射照片可知,Nd³⁺:YAG纤维为结晶结构。

3.6 荧光光谱分析

图7为Nd³⁺:YAG纳米粒子和Nd³⁺:YAG纳

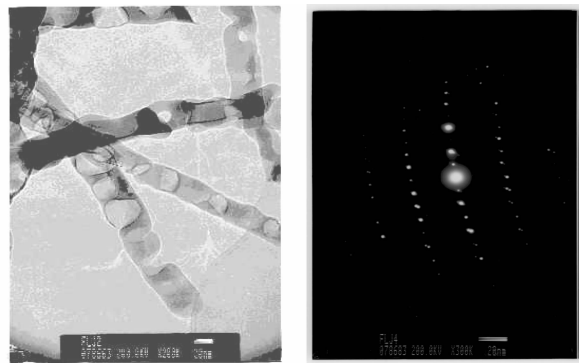


图 6 Nd³⁺:YAG 纳米纤维的透射电镜照片和电子衍射照片(900 °C)

Fig. 6 TEM and electron diffraction images of Nd³⁺:YAG nanofibers(900 °C)

米纤维的发射光谱。由图可见主要有3个发射峰,中心波长分别为890 nm,1062 nm(1065 nm)和1339 nm,对应Nd³⁺离子的⁴F_{3/2}→⁴I_{9/2},⁴F_{3/2}→⁴I_{11/2}和⁴F_{3/2}→⁴I_{13/2}跃迁。发射光谱的最强峰位于1062 nm(1065 nm)处,是Nd³⁺的⁴F_{3/2}→⁴I_{11/2}能级跃迁导致的荧光发射。比较Nd³⁺:YAG纳米纤维和纳米粒子的发射光谱,可以看出峰位没有明显变化,但Nd³⁺:YAG纳米粒子的发射光谱强度明显增加。这是由于Nd³⁺:YAG纳米纤维表面积大,表面缺陷也相应增多,形成许多非辐射弛豫中心,导致非辐射跃迁增强,发射光强急剧减小。因此,对纤维进行适当的表面修饰,或提高热处理温度,进一步提高结晶程度,改善其表面状态,提高发光效率,是今后仍需研究的方向。

3.7 Nd³⁺:YAG 纳米纤维的形成机理

图8为Nd³⁺:YAG纳米纤维的形成机理示意图。Y³⁺,Al³⁺,Nd³⁺,NO₃⁻,PVP与水混合形成溶液,在高电压作用下进行静电纺丝得到PVP/[Y(NO₃)₃+Al(NO₃)₃+Nd(NO₃)₃]复合纳米纤维,其中Y³⁺,Al³⁺,Nd³⁺,NO₃⁻,H₂O与PVP混合或吸附在PVP分子上。在Nd³⁺:YAG发光纳米纤维形成过程中,PVP分子起到了导向模板作用。由于每根PVP/[Y(NO₃)₃+Al(NO₃)₃+Nd(NO₃)₃]复合纤维较细,其中的Y³⁺,Al³⁺和Nd³⁺含量有限,并且Y³⁺,Al³⁺和Nd³⁺离子主要沿着复合纤维长度方向分布,而沿着复合纤维径向分布很少。当将PVP/[Y(NO₃)₃+Al(NO₃)₃+Nd(NO₃)₃]复合纳米纤维进行热处理过程中,复合纤维中的溶剂(DMF)挥发,同时PVP和NO₃⁻氧化分解后挥发,由于热运动,金属离子之间的距离缩短,Y³⁺,Al³⁺和Nd³⁺离子在空气气氛中氧化形成Nd³⁺:YAG纳

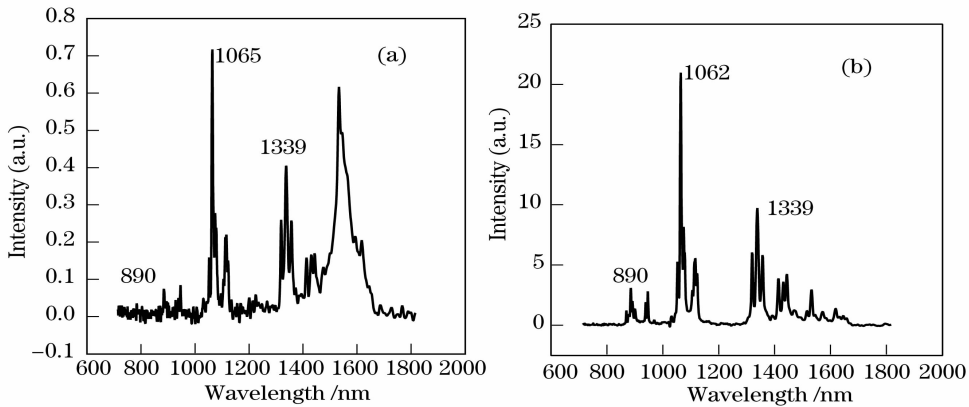


图 7 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维(a)和纳米粒子(b)的发射光谱

Fig. 7 Emission spectra of $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ nanofibers (a) and nanoparticles (b)

米颗粒。在高温下, $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米颗粒沿着原来复合纤维伸展的方向相互连接, 最终形成了直径较小的 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 发光纳米纤维。进一步工作正在进行中。

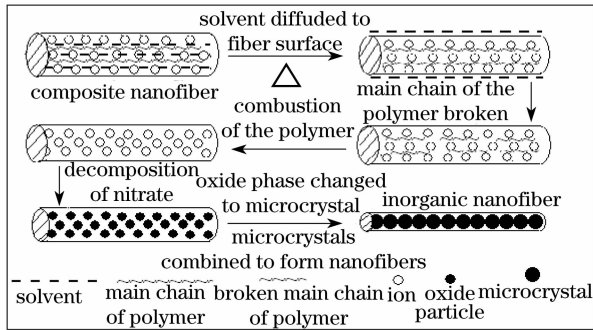


图 8 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维的形成机理

Fig. 8 Formation mechanism of $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ nanofibers

4 结 论

1) 采用静电纺丝技术制备了 $\text{PVP}/[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 + \text{Al}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 复合纳米纤维, 将其进行热处理, 获得了 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 发光纳米纤维。XRD 分析表明, $\text{PVP}/[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 + \text{Al}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 复合纤维为无定型, 焙烧温度达到 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 得到纯净的 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维, 属于立方晶系, 空间群为 I_a3d 。

2) SEM 分析表明, 随着焙烧温度的升高, 纤维直径逐渐减小, 并趋于均匀化。经过 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 焙烧后, 得到直径分布均匀的晶态 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维, 平均直径约 75 nm , 长度大于 $100\text{ }\mu\text{m}$ 。

3) TEM 分析表明, $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维由纳米颗粒构成; 电子衍射分析表明, $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维为结晶结构。

4) TG-DTA 分析表明, $\text{PVP}/[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 +$

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 复合纤维随着热处理温度的升高, 其中的水分和有机物会逐步除去, 然后硝酸盐也全部分解, 在 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 以后 DTA 曲线和 TG 曲线都趋于平稳, 不再失重, 总失重率为 84.7% 。

5) FTIR 分析表明, 当焙烧温度达到 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 时, $\text{PVP}/[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 + \text{Al}(\text{NO}_3)_3 + \text{Nd}(\text{NO}_3)_3]$ 复合纤维中的 DMF, 硝酸盐及 PVP 完全分解, 得到了晶态单相的 $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维。

6) 荧光光谱分析表明, $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ 纳米纤维荧光发射的最强峰位于 1065 nm 处, 属于 Nd^{3+} 的 ${}^4F_{3/2} \rightarrow {}^4I_{11/2}$ 能级跃迁导致的荧光发射。

参 考 文 献

- 1 Shao Changlu, Guan Hongyu. A novel method for making ZrO_2 nanofibres via an electrospinning technique [J]. *J. Crystal Growth*, 2004, **267**(1,2): 380~384
- 2 Won Keun Sona, Ji Ho Youk. The effects of solution properties and polyelectrolyte on electrospinning of ultrafine poly(ethylene oxide) fibers[J]. *Polymer*, 2004, **45**(9): 2959~2966
- 3 Periasamy Viswanathamurthi, Narayan Bhattarai. Vanadium pentoxide nanofibers by electrospinning[J]. *Scripta Materialia*, 2003, **49**(6): 577~581
- 4 J. Hu, Y. Bando, J. Zhan. Single-crystalline submicrometer-sized ZnSe tubes[J]. *Advanced Materials*, 2005, **17**(8): 975~979
- 5 H. Dai. Carbon nanotubes: opportunities and challenges[J]. *Surface Science*, 2002, **50**(1~3): 218~241
- 6 A. K. Pradhan, K. Zhang, G. B. Loutts. Synthesis of neodymium-doped yttrium aluminum garnet (YAG) nanocrystalline powders leading to transparent ceramics [J]. *Materials Research Bulletin*, 2004, **39**(9): 1291~1298
- 7 Ji Jianghua, Qi Yunfeng, Zhu Xiaolei et al.. High-power quasi-continuous-wave Nd:YAG ceramic laser [J]. *Acta Optica Sinica*, 2006, **26**(3): 415~418
- 8 纪江华, 漆云凤, 朱小磊等. 大功率准连续 Nd:YAG 陶瓷激光器研究[J]. *光学学报*, 2006, **26**(3): 415~418
- 9 Yao Zhenyu, Jiang Jianfeng, Tu Bo et al.. 1.5 kW laser diode-pumped Nd:YAG disk laser [J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(1): 37~40
- 10 姚震宇, 蒋建锋, 涂波等. 1.5 kW 激光二极管抽运 Nd:YAG

- 薄片激光器[J]. 中国激光, 2007, **34**(1): 37~40
- 9 Li Xia, Liu Hong, Wang Jiyang *et al.*. Preparation and properties of YAG : Nd nona-sized powders by co-precipitation method[J]. *Piezoelectrics & Acousto-optics*, 2005, **27**(4): 398~400
- 李霞, 刘宏, 王继扬等. Nd : YAG 纳米粉体的制备与性能表征[J]. 压电与声光, 2005, **27**(4): 398~400
- 10 Liu Wei, Xia Yuanqin, Li Xiaohui *et al.*. Properties of sol-gel and polymer host for solid-state dye lasers [J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(5): 707~710
- 刘维, 夏元钦, 李晓晖等. 溶胶-凝胶和聚合物固体激光染料特性[J]. 中国激光, 2007, **34**(5): 707~710
- 11 Mao Yanli, Qiu Hongwei, Xu Jun *et al.*. Spectra and laser characteristics of high-doped Nd : YAG laser crystals[J]. *Acta Optica Sinica*, 2001, **21**(10): 1264~1267
- 毛艳丽, 邱宏伟, 徐军等. 高浓度掺钕钇铝石榴石(Nd : YAG)晶体的光谱与激光特性[J]. 光学学报, 2001, **21**(10): 1264~1267
- 12 Song Qiong, Su Chunhui, Zhang Hongbo *et al.*. Study on Nd : YAG transparent laser ceramic materials prepared by the homogeneous precipitation method[J]. *Laser & Infrared*, 2006, **36**(1): 44~46
- 宋琼, 苏春辉, 张洪波等. 均相沉淀法制备 Nd : YAG 透明激光陶瓷材料研究[J]. 激光与红外, 2006, **36**(1): 44~46
- 13 V. I. Chani, Yoshikawa. Growth of $Y_3Al_5O_{12}$: Nd fiber crystal by micro-pulling-down technique[J]. *J. Crystal Growth*, 1999, **204**(1): 155~162
- 14 A. Medvid, Y. Fukudab, A. Michko *et al.*. 2D lattice formation by YAG : Nd laser on the surface of Ge single crystal [J]. *Applied Surface Science*, 2005, **244**(12): 120~123
- 15 Rashmi Singh, R. K. Khardekar, Arun Kumar *et al.*. Preparation and characterization of nanocrystalline Nd-YAG powder[J]. *Materials Letters*, 2007, **61**(3): 921~924
- 16 Wan Yanfen, Cao Shuangxi, Li Shuangchun *et al.*. Fabricating of nanometer powders for Nd : YAG ceramic laser materials[J]. *Chinese Journal of Sensors and Actuators*, 2006, **19**(5): 2365~2368
- 万艳芬, 曹全喜, 李双春等. Nd : YAG 激光陶瓷纳米粉体的制备方法研究[J]. 传感技术学报, 2006, **19**(5): 2365~2368
- 17 Zhang Junji, Huang Liping, Xu Jun. Preparation and microstructure of Nd : YAG transparent ceramics[J]. *J. Chinese Ceramic Society*, 2005, **33**(6): 678~682
- 张俊计, 黄莉萍, 徐军. Nd : YAG 透明陶瓷的烧成及其显微结构[J]. 硅酸盐学报, 2005, **33**(6): 678~682
- 18 Xia Li, Qiang Li, Jiyang Wang. Effect of process parameters on the synthesis of YAG nanocrystallites in supercritical solvent[J]. *J. Alloys and Compounds*, 2006, **421**(1,2): 298~302
- 19 Cui Qizheng, Dong Xiangting, Yu Weili *et al.*. New developments of inorganic nanofibers fabricated by electrospinning [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2006, **35**(7): 1167~1171
- 崔启征, 董相廷, 于伟利等. 静电纺丝技术制备无机物纳米纤维的最新研究进展[J]. 稀有金属材料与工程, 2006, **35**(7): 1167~1171
- 20 P. K. Panda, S. Ramakrishna. Electrospinning of alumina nanofibers using different precursors[J]. *J. Materials Science*, 2007, **42**(6): 2189~2193
- 21 Rong Yin, Xiaohui Guan, Jian Gong *et al.*. Evaluation of swelling capacity of poly(vinyl alcohol) fibrous mats dealt with polyoxometalate containing vanadium[J]. *J. Applied Polymer Science*, 2007, **106**(3): 1677~1682
- 22 Zhang Shuanghu, Dong Xiangting, Xu Shuzhi *et al.*. Preparation and characterization of $TiO_2 @ SiO_2$ submicron-scaled coaxial cables via a static electricity spinning technique[J]. *Acta Chimica Sinica*, 2007, **65**(23): 2675~2679
- 张双虎, 董相廷, 徐淑芝等. 静电纺丝技术制备 $TiO_2 @ SiO_2$ 亚微米同轴电缆与表征[J]. 化学学报, 2007, **65**(23): 2675~2679