

## 环氧树脂改性自发凝固成型制备 YAG 透明陶瓷

母利成<sup>1,2,3</sup>, 杨金萍<sup>1</sup>, 王俊平<sup>2</sup>, 赵瑾<sup>2</sup>, 刘梦玮<sup>2</sup>, 汪德文<sup>2</sup>, 章健<sup>2</sup>

(1. 华北理工大学 材料科学与工程学院, 唐山 063210; 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 201899; 3. 固体激光技术重点实验室, 北京 100015)

**摘要:** YAG 透明陶瓷具有良好的光学和力学性能, 广泛应用于激光增益介质与光学窗口等领域, 制备大尺寸/复杂形状 YAG 透明陶瓷是目前研究的热点与难点。作为一种新型胶态成型技术, 自发凝固成型在制备大尺寸陶瓷方面已显示出一定优势, 然而该体系存在浆料固化速率慢、素坯强度低等问题。本工作以水溶性环氧树脂乙二醇二缩水甘油醚(EGDGE)对自发凝固成型体系进行改性, 采用高温固相合成法制备了不同 EGDGE 含量的 YAG 透明陶瓷, 研究 EGDGE 对浆料流变性、凝胶强度、素坯孔隙率和烧结后陶瓷微结构与光学性能的影响。结果表明: 添加 EGDGE 有效增强了浆料的凝胶固化能力, 解决了 YAG 素坯干燥变形和开裂等问题。当 EGDGE 添加量为质量分数 0.8% 时, 在 1700 °C 下真空烧结 6 h 并在 1650 °C 下 180 MPa 热等静压烧结 3 h, 成功制备了 90 mm×30 mm×4.5 mm 的 YAG 透明陶瓷, 它在 1064 nm 处直线透过率为 80.8%。这为大尺寸/复杂形状 YAG 透明陶瓷的制备提供了新途径。

**关键词:** YAG; 环氧树脂; 自发凝固成型; 透明陶瓷

中图分类号: TQ174 文献标志码: A

## Preparation of YAG Transparent Ceramics by Epoxy Resin Modified Spontaneous Coagulation Casting

MU Licheng<sup>1,2,3</sup>, YANG Jinping<sup>1</sup>, WANG Junping<sup>2</sup>, ZHAO Jin<sup>2</sup>,  
LIU Mengwei<sup>2</sup>, WANG Dewen<sup>2</sup>, ZHANG Jian<sup>2</sup>

(1. College of Materials Science and Engineering, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China; 2. The State Key Laboratory of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure, Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201899, China; 3. Science and Technology on Solid-state Laser Laboratory, Beijing 100015, China)

**Abstract:** YAG transparent ceramics have been widely used in the fields of laser medium and optical windows due to their excellent optical and mechanical property. The research of large-scale and complex shape YAG transparent ceramics has become a hot and difficult point of current research. As an important colloidal based forming method, spontaneous coagulation casting has shown big potentials for preparing large-scale ceramics. However, long gel curing time and low green strength are main challenges for applications. Here, water soluble epoxy glycol diglycidyl ether (EGDGE) was used to modify the spontaneous solidification forming system, and YAG transparent ceramics with different EGDGE contents were prepared by high temperature solid phase synthesis method. The influence of EGDGE

收稿日期: 2021-12-27; 收到修改稿日期: 2022-03-03; 网络出版日期: 2022-06-16

基金项目: 固体激光技术重点实验室开放基金(6142404190201); 国家自然科学基金(52130207)

Science and Technology on Solid-State Laser Laboratory (6142404190201); National Natural Science Foundation of China (52130207)

作者简介: 母利成(1997-), 男, 硕士研究生. E-mail: mulicheng1997@163.com

MU Licheng (1997-), male, Master candidate. E-mail: mulicheng1997@163.com

通信作者: 杨金萍, 副教授. E-mail: imjp\_yang@163.com; 章健, 研究员. E-mail: jianzhang@mail.sic.ac.cn

YANG Jinping, associate professor. E-mail: imjp\_yang@163.com; ZHANG Jian, professor. E-mail: jianzhang@mail.sic.ac.cn

addition on slurry rheology, gel strength, green porosity, ceramic microstructure, and optical property after sintering was analyzed. The results showed that the addition of EGDGE enhanced the gel curing ability of the slurry, and deformation and cracking of YAG ceramic green body were overcome. The prepared YAG green body with 0.8% (in mass) EGDGE can be sintered at 1700 °C for 6 h in vacuum, followed by hot isostatic press sintering at 1650 °C for 3 h, under 180 MPa argon pressure. The obtained YAG transparent ceramic with dimension of 90 mm×30 mm×4.5 mm has an in-line transmittance of 80.8% at 1064 nm. This research provides a new way for the preparation of YAG transparent ceramics with large-size/complex structure.

**Key words:** YAG; epoxy resin; spontaneous coagulation casting; transparent ceramics

钇铝石榴石( $Y_3Al_5O_{12}$ , 简称 YAG)是石榴石结构, 属于立方晶系, 具有良好的光学性能、化学稳定性、热稳定性等优点。掺杂稀土离子后, YAG 是最常用的固体激光增益介质之一。传统的固体激光增益介质包括激光单晶、激光玻璃和激光陶瓷。相较于激光陶瓷, 玻璃的热机械性能差, 不适合用于高平均功率、高重复频率系统; 单晶受制备工艺条件的影响, 难以制备复合结构和大尺寸的样品, 且制备周期长, 成本高<sup>[1-4]</sup>。自 1995 年日本科学家 Ikesue 等<sup>[5]</sup>采用固相反应烧结方法, 制备出光学质量接近单晶且可实现激光输出的 Nd: YAG 透明陶瓷以来, YAG 基透明陶瓷的研究得到了广泛关注。利用透明陶瓷材料的制备优势, 不仅能获得比单晶尺寸更大的增益介质, 还易于制成各种复合结构, 透明陶瓷材料成为继单晶和玻璃之后, 又一种优秀的激光增益介质<sup>[6-12]</sup>。目前, 激光陶瓷除了要求光学性能高, 在高功率、大能量激光输出方面, 也需要不断增大增益介质的尺寸<sup>[13]</sup>, 这对陶瓷成型提出了新的挑战。

干压-冷等静压成型是制备 YAG 透明陶瓷的传统成型方法, 该成型方法制备的 YAG 透明陶瓷烧结温度高, 力学性能和光学性能较差, 且难以制备出复杂结构陶瓷部件。相对于干压成型-冷等静压成型, 注凝成型(Gel-casting)和直接凝固成型(DCC)等为代表的胶态成型技术具有成型素坯密度高、微观均匀性好、可近净尺寸成型等优点, 适合制备复杂结构陶瓷部件, 并且成本低, 操作简便, 对模具要求低, 可控性好<sup>[14-15]</sup>。自发凝固成型作为一种新型的胶态成型技术, 近年来在陶瓷领域的应用引起了人们的关注。2011 年, 杨燕等<sup>[16]</sup>首次使用异丁烯-马来酸酐的交替共聚物(商品名: Isobam)实现  $Al_2O_3$  陶瓷的自发凝固成型。该方法具有添加剂用量少、无金属杂质污染、无毒无害等优点, 仅需一种有机物就可实现陶瓷浆料从分散到固化。自发凝固成型技术被成功用于多种陶瓷材料体系<sup>[17-19]</sup>。

2014 年, Qin 等<sup>[20]</sup>使用该方法成功制备了光学

质量较高的 YAG 透明陶瓷。但在大尺寸 YAG 的成型过程中, 该方法暴露出凝胶固化时间长、湿坯和素坯强度较低、易出现干燥变形甚至开裂的问题<sup>[21-23]</sup>。乙二醇二缩水甘油醚(EGDGE)是一种具有良好水溶性的环氧树脂, 能与自发凝固体系的诱导剂 Isobam 发生酯化加成反应形成三维聚合物网络。Sun 等<sup>[24]</sup>利用 EGDGE 为交联剂, 提高了自发凝固成型制备  $Al_2O_3$  陶瓷的素坯强度。为了解决自发凝固成型制备大尺寸 YAG 透明陶瓷过程中凝胶固化速率慢、素坯开裂等问题, 本研究采用 EGDGE 对 Isobam 自发凝固成型体系进行交联改性, 以提高浆料的凝胶固化性能, 并分析了添加 EGDGE 对 YAG 透明陶瓷的浆料、凝胶、素坯、微观结构和光学性能的影响。

## 1 实验方法

### 1.1 原料

选用高纯  $\alpha-Al_2O_3$  粉末(纯度 99.99%, TM-DAR, 日本大明化学工业株式会社, 粒径 100~200 nm)和  $Y_2O_3$ (纯度 99.999%, 型号 5N-Y, 江阴加华新材料资源有限公司, 平均粒径~1  $\mu m$ )作为原料粉末。根据 YAG( $Y_3Al_5O_{12}$ )的化学计量比称重, 以正硅酸四乙酯(TEOS, 质量分数 0.1%)和 MgO(质量分数 0.5%)作为烧结助剂。

### 1.2 成型与制备

以超纯水为溶剂, 添加 Isobam 600AF(分子量 5500~6500, Kuraray Polymer, 日本; 简称 Ib600)和 Isobam104(分子量 55000~65000, Kuraray Polymer, 日本; 简称 Ib104)作为分散剂和固化剂; 其中 Ib600 分散性较强, 添加量固定为质量分数 0.55%(相对于粉体), 而 Ib104 固化能力较强, 添加量为质量分数 0.25%。通过逐步添加粉体的方式制备成固含量为质量分数 80%的浆料, 在行星式球磨机中球磨混合 0.5 h, 然后分别向浆料中添加 0、0.4%、0.8%和

1.6%(质量分数)的 EGDGE (Hajin Chemtech, 韩国), 继续球磨 0.5 h。球磨后的浆料经真空脱气后浇注至模具中, 在 25 °C 下固化 48 h; 将凝胶置于恒温恒湿箱(温度 25 °C, 湿度 80%)干燥 48 h, 再放入 110 °C 烘箱干燥 24 h 得到素坯。干燥后的素坯在空气中以 1 °C/min 升至 800 °C 保温 10 h, 排出有机物。在 1700 °C 下真空烧结 6 h, 再在 1650 °C、180 MPa 氩气气压下进行热等静压烧结 3 h, 然后置于 1400 °C 空气中退火处理 10 h, 最后将制备的 YAG 透明陶瓷双面抛光至 4.5 mm 用于光学性能测试。

### 1.3 测试与表征

采用流变仪(Haake Viscotester iQ Air, Themo Electron GmbH, 德国)对浆料的黏度以及储能模量进行测试。通过万能试验机(Instron-5566, Norwood, 美国)结合球形压头(直径 5 mm), 行进速率 1 mm/min, 测试凝胶载荷位移曲线表征浆料的固化能力(图 1<sup>[25]</sup>)。采用全自动压汞仪(Poremaster 60, Anton paar, 美国)测量成型后素坯的孔隙率以及孔径分布。通过阿基米德排水法测试排胶后陶瓷素坯的密度。采用扫描电子显微镜(SU8220, HITACHI, 日本)观察陶瓷真空烧结以及热等静压烧结后的显微结构。用紫外-分光光度计(V-770, JASCO, 日本)测试双面抛光后陶瓷的直线透过率。

## 2 结果与讨论

### 2.1 EGDGE 对浆料流变性的影响

图 2(a)为环氧树脂 EGDGE 的流变曲线。EGDGE 具有较大的黏度, 在 100 s<sup>-1</sup> 剪切速度下黏度为 8.6 Pa·s。图 2(b)为添加 EGDGE 后浆料的黏度曲线, 在 100 s<sup>-1</sup> 剪切速度下, 未添加 EGDGE 的浆料黏度为 0.4 Pa·s, 添加 0.4%、0.8% 和 1.6%(质量分

数)的 EGDGE 后, 浆料黏度分别为 0.57、0.51 和 0.48 Pa·s。EGDGE 具有较大的黏度, 添加后使浆料黏度增大。EGDGE 具有良好的水溶性, 添加量较少时, 在浆料球磨过程中能充分溶解, 浆料整体呈现剪切变稀的趋势, 对浆料的浇注并未产生明显影响。

凝胶固化时间很大程度上决定了成型素坯的均匀性, 若凝胶固化反应时间过长, 浇注后静置浆料发生沉降, 固化后密度分布不均匀, 导致干燥、烧结过程中素坯变形, 陶瓷性能降低。图 2(c)为加入不同含量 EGDGE 后浆料的储能模量曲线。从储能模量测试结果可知, 添加量为质量分数 0.4% 时, 储能模量上升速率低于未添加的浆料, 少量的 EGDGE 无法与 Isobam 发生有效反应, 反而阻碍了 Isobam 对浆料的固化效果; 添加量为质量分数 0.8% 时, 储能模量上升速率高于未添加的浆料, EGDGE 与 Isobam 充分反应, 提升浆料的固化性能; 当添加量为质量分数 1.6% 时, 储能模量的上升速率明显高于未添加的浆料, 在 14400 s 时达到 20000 Pa, 当 EGDGE 添加量足够多时, EGDGE 和 Isobam 会较快地发生酯化加成, 形成三维凝胶网络, 从而更快实现浆料的固化。

因储能模量测试无法完成更长时间对浆料固化能力的表征, 而添加质量分数 0.8% EGDGE 的浆料储能模量上升速率有所提升, 所以与未添加 EGDGE 的浆料在前期区别不明显。为了表征浆料长时间的固化情况, 本研究通过载荷-位移曲线表征浆料固化能力, 弥补储能模量测试的不足。采用万能试验机结合红宝石单晶压头(直径 5 mm), 以 1 mm/min 的速率从浆料上表面开始向下位移, 得到浆料的载荷-位移曲线如图 2(d)所示。在第 20 h 时, 未添加 EGDGE 的浆料在位移为 2 mm 处所施加的压力几乎为 0, 浆料未发生固化; 而添加质量分数 0.8% EGDGE 的浆料在位移为 2 mm 处, 需要施加 0.2 N 的压力, 浆料已经开始形成凝胶。第 44 h 时, 位移为 2 mm 处, 需要施加的压力为 0.2 N, 未添加 EGDGE 的浆料形成微弱的凝胶; 添加质量分数 0.8% EGDGE 的浆料则需要施加 3.9 N 的压力, 形成强度较高的凝胶。这表明, 添加 EGDGE 可以提高浆料的固化能力。EGDGE 和 Isobam 可以发生酯化加成反应<sup>[24]</sup>, 在浆料固化初期, EGDGE 添加量较少, 并未体现出固化速率的明显区别; 随着时间延长, 浆料中除了 Ib104 和 Ib600 附着在颗粒表面自发凝固成型, 还伴有酯化加成反应形成的三维网络辅助浆料的固化, 该反应形成的网络有一定强度, 反应相对较为迅速, 从而缩短凝胶固化时间并提高凝胶的强度。

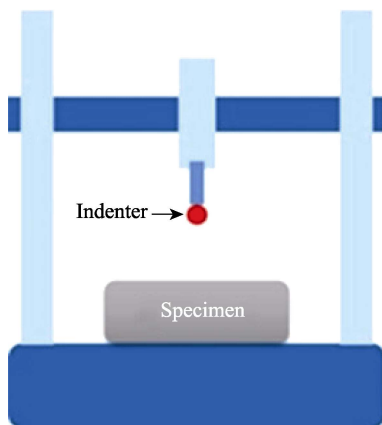


图 1 浆料固化能力测试示意图<sup>[25]</sup>

Fig. 1 Schematic diagram of slurry consolidation test<sup>[25]</sup>

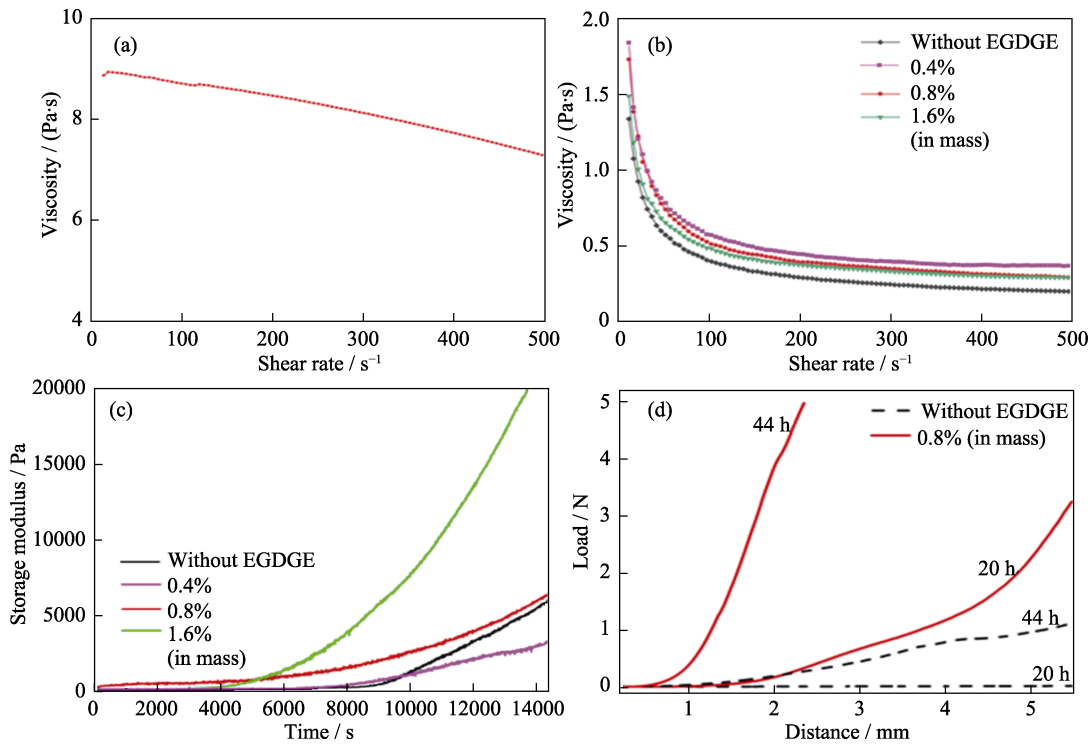


图 2 EGDGE 对浆料流变性的影响

Fig. 2 Effects of EGDGE on the rheology of slurry

(a) Viscosity curve of EGDGE; (b) Viscosity curves of the slurry after adding different contents of EGDGE; (c) Storage modulus of the slurry after adding different contents of EGDGE; (d) Load-displacement curves of the slurry (solid content 80%, Ib104 0.25%, Ib600 0.55% (in mass)). Colorful figures are available on website

## 2.2 EGDGE 对素坯的影响

将凝胶置于恒温恒湿箱(温度 25 °C, 湿度 80%)干燥 48 h, 再放入 110 °C 烘箱干燥 24 h 得到素坯, 图 3 为干燥后的样品照片。其中图 3(a, b)为未添加 EGDGE 的样品, 在干燥过程中发生了开裂和弯曲; 图 3(c, d)分别为添加质量分数 0.8% 和 1.6% EGDGE 的样品, 干燥后均未发生变形和开裂, 素坯能够保持良好的形状, 添加 EGDGE 后凝胶强度得到提升, 避免了干燥过程中发生开裂与形变。

样品在 800 °C 下保温 10 h, 使有机物充分排出, 未添加 EGDGE 的样品密度为 2.55 g/cm<sup>3</sup>; 添加质量分数 0.8% EGDGE 时, 素坯密度为 2.51 g/cm<sup>3</sup>, 添加 EGDGE 后素坯密度略有下降。EGDGE 使样品内部增加了一些三维网络结构, 导致颗粒堆积密度相对较低。对素坯进行压汞测试, 图 4(a)为素坯孔径分布, 图 4(b)为素坯累积孔隙率, 可以看出, 对不添加 EGDGE 制备的素坯, 气孔主要分布在 50~100 nm, 在 75 nm 处达到峰值, 添加质量分数 0.8% 的 EGDGE 后, 气孔主要分布在 55~110 nm, 在 85 nm 处达到峰值。添加 EGDGE 后素坯孔径略大, 因为素坯中有机物含量增多, 且 EGDGE 和 Isobam 通过酯化加成反应生成了一些网络状有机物大分子, 从而导致素坯在排出有机物后残留的气孔增多。加入

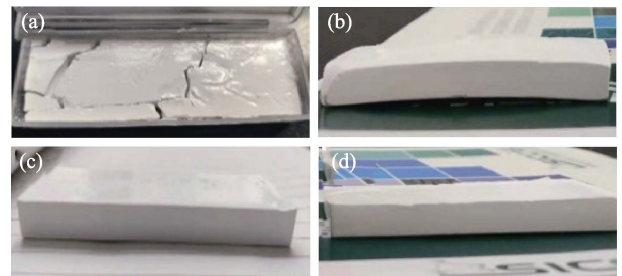


图 3 添加不同量 EGDGE 干燥后的样品照片

Fig. 3 Photographs of samples adding different EGDGE contents after drying

(a, b) 0; (c) 0.8%; (d) 1.6% (in mass)

质量分数 0.8% EGDGE 的样品, 累积孔隙率为 0.20 mL/g, 大于没有加入交联剂的样品(0.17 mL/g), 这与上述素坯密度的测量结果一致。

## 2.3 烧结后陶瓷的表征与测试

样品在 1700 °C 下真空烧结 6 h 然后在 1650 °C 下热等静压烧结 3 h 后, 双面抛光, 厚度为 4.5 mm。图 5 为 YAG 陶瓷的直线透过率。在 1064 nm 处, 未添加 EGDGE 的样品透过率为 81.9%; 当 EGDGE 添加量为质量分数 0.4% 时, EGDGE 无法与 Isobam 发生有效反应, 反而因为加入有机物降低了素坯的均匀性, 导致样品光学性能降低, 在 1064 nm 处透过率仅为 73.5%; 当添加量为质量分数 0.8% 时, 样

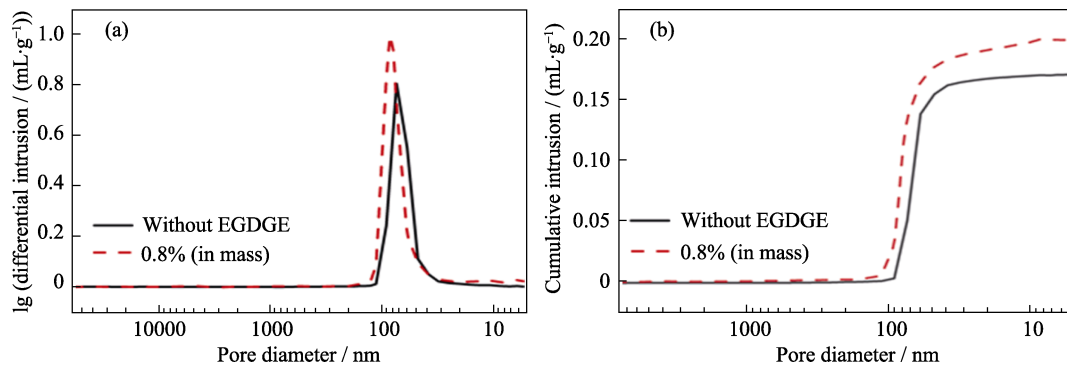


图 4 EGDGE 对素坯特性的影响  
Fig. 4 Influence of EGDGE on the green body property  
(a) Pore size distribution; (b) Porosity

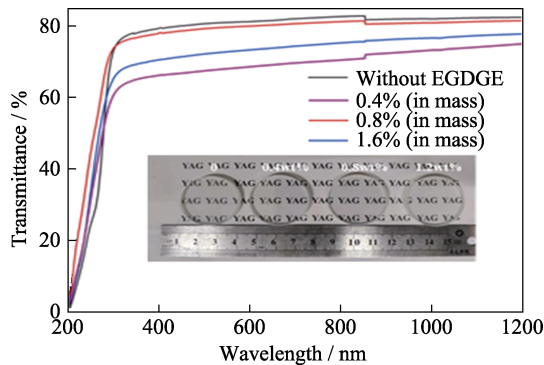


图 5 不同 EGDGE 含量的 YAG 透明陶瓷直线透过率  
Fig. 5 In-line transmittance curves of YAG ceramics adding different contents of EGDGE  
Colorful figures are available on website

品具有良好的光学性能, 在 1064 nm 处透过率为 80.8%; 当添加量为质量分数 1.6% 时, EGDGE 含量过高, 导致素坯的气孔率增加, 这些气孔在热等静压烧结后无法完全排出, YAG 陶瓷的光学性能劣化, 在 1064 nm 处透过率降低至 76.8%。

双面抛光的 YAG 陶瓷样品在 1500 °C 下热腐蚀 2 h 后进行显微结构观察, 图 6(a~d) 为不同 EGDGE 添加量的 YAG 透明陶瓷表面 SEM 照片。YAG 陶瓷经 1700 °C 下真空烧结 6 h 和热等静压烧结后, 晶粒均发生显著增长。通过划线法对样品平均晶粒尺寸进行统计, EGDGE 添加量为质量分数 0、0.4%、0.8% 和 1.6% 的陶瓷样品平均晶粒尺寸分别为 2.33、2.66、2.56 和 2.77 μm。从 SEM 照片可以看出, 添加量为质量分数 0、0.4% 和 0.8% 的样品在热等静压烧结后均不存在气孔, 但添加质量分数 1.6% 的 YAG 透明陶瓷经热等静压烧结后还残留一些微小气孔, 成为影响陶瓷光学性能的主要散射中心; 添加过多 EGDGE 使得样品存在一些无法排出的气孔, 从而导致光学性能明显降低。

实验结果表明, 添加适量 EGDGE 可以有效提高浆料的固化速率, 有利于 YAG 透明陶瓷成型与

制备, 但制备过程中仍存在影响透明陶瓷光学性能的诸多因素, 如: 粉体预处理、素坯干燥、脱黏和陶瓷烧结等环节。后期还需对 YAG 透明陶瓷制备过程的工艺进行优化, 以期制备出光学性能更优异的 YAG 透明陶瓷。

图 7 为 YAG 透明陶瓷样品双面抛光后的照片。在真空烧结和热等静压过程中, 陶瓷坯体不均匀导致未添加 EGDGE 的长条状陶瓷样品表面有裂纹 (图 7(a))。添加质量分数 0.8% 的 EGDGE 成功制备出 90 mm × 30 mm × 4.5 mm 光学性能良好的 YAG 透明陶瓷 (图 7(b))。

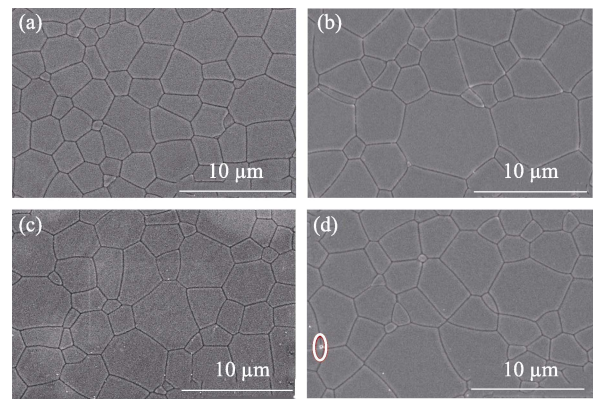


图 6 不同 EGDGE 含量的 YAG 透明陶瓷 SEM 照片  
Fig. 6 SEM images of YAG transparent ceramics adding different contents of EGDGE  
(a) 0; (b) 0.4%; (c) 0.8%; (d) 1.6% (in mass)

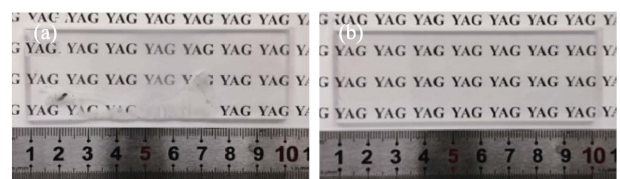


图 7 HIP 后不同 EGDGE 含量的 YAG 透明陶瓷照片  
Fig. 7 Photos of YAG transparent ceramics adding different contents of EGDGE  
(a) 0; (b) 0.8% (in mass)

### 3 结论

以商业氧化物粉体为原料, TEOS 和 MgO 为烧结助剂, 采用 Isobam 自发凝固成型体系制备陶瓷素坯, 以 EGDGE 为辅助交联固化剂, 加速凝胶速率和凝胶强度, 避免干燥变形和开裂。陶瓷素坯通过脱黏、真空烧结和热等静压烧结完成了 YAG 透明陶瓷的制备。当 EGDGE 添加量为质量分数 0.8% 时, 样品具有良好的固化性能和光学性能, 在 1700 °C 下真空烧结 6 h 并在 1650 °C 下 180 MPa 氩气气氛热等静压烧结 3 h, 得到的 YAG 透明陶瓷(厚度 4.5 mm)在 1064 nm 处透过率为 80.8%; 添加过多的 EGDGE 对 YAG 陶瓷光学质量具有一定负面影响。通过 EGDGE 增强自发凝固成型制备 YAG 透明陶瓷, 为大尺寸复杂结构 YAG 透明陶瓷的制备提供了新的途径, 也为后续原位固化成型制备激光陶瓷的研究奠定了基础。

#### 参考文献:

- [1] TACHIWAKI T, YOSHINAKA M, HIROTA K, *et al.* Novel synthesis of  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG) leading to transparent ceramics. *Solid State Communications*, 2001, **119**(10/11): 603–606.
- [2] WANG S F, ZHANG J, LUO D W, *et al.* Transparent ceramics: processing, materials and applications. *Progress in Solid State Chemistry*, 2013, **41**(1/2): 20–54.
- [3] YANG H, QIN X, ZHANG J, *et al.* Fabrication of Nd:YAG transparent ceramics with both TEOS and MgO additives. *Journal of Alloys and Compounds*, 2011, **509**(17): 5274–5279.
- [4] LU J, PRABHU M, SONG J, *et al.* Optical properties and highly efficient laser oscillation of Nd: YAG ceramics. *Applied Physics B*, 2000, **71**(4): 469–473.
- [5] IKESUE A, KINOSHITA T, KAMATA K, *et al.* Fabrication and optical properties of high-performance polycrystalline Nd:YAG ceramics for solid-state lasers. *Journal of the American Ceramic Society*, 1995, **78**(4): 1033–1040.
- [6] GEUSIC J E, MARCOS H M, UITERT L V. Laser oscillations in Nd-doped yttrium aluminum, yttrium gallium and gadolinium garnets. *Applied Physics Letters*, 1964, **4**(10): 182–184.
- [7] KOPF D, KRTNER F X, KELLER U, *et al.* Diode-pumped mode-locked Nd:glass lasers with an antiresonant Fabry-Perot saturable absorber. *Optics Letters*, 1995, **20**(10): 1169–1171.
- [8] FAN T Y. Heat generation in Nd:YAG and Yb:YAG. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 1993, **29**(6): 1457–1459.
- [9] LI J, WU Y, PAN Y, *et al.* Fabrication, microstructure and properties of highly transparent Nd: YAG laser ceramics. *Optical Materials*, 2008, **31**(1): 6–17.
- [10] SEKITA M, HANEDA H, YANAGITANI T, *et al.* Induced emission cross section of Nd:Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> ceramics. *Journal of Applied Physics*, 1990, **67**(1): 453–458.
- [11] SEKITA M, HANEDA H, SHIRASAKI S, *et al.* Optical spectra of undoped and rare-earth-(=Pr, Nd, Eu, and Er) doped transparent ceramic Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>. *Journal of Applied Physics*, 1991, **69**(6): 3709–3718.
- [12] YAGI H, YANAGITANI T, TAKAICHI K, *et al.* Characterizations and laser performances of highly transparent Nd<sup>3+</sup>: Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> laser ceramics. *Optical Materials*, 2007, **29**(10): 1258–1262.
- [13] LI M, HU H, GAO Q, *et al.* A 7.08-kW YAG/Nd: YAG/YAG composite ceramic slab laser with dual concentration doping. *IEEE Photonics Journal*, 2017, **9**(4): 1–10.
- [14] OMATETE O O, JANNEY M A, STREHLOW R A. Gelcasting: a new ceramic forming process. *American Ceramic Society Bulletin*, 1991, **70**(10): 1641–1649.
- [15] GAUCKLER L J, GRAULE T, BAADER F H. Ceramic forming using enzyme catalyzed reactions. *Materials Chemistry and Physics*, 1999, **61**(1): 78–102.
- [16] 杨燕, 岛井骏藏, 周国红, 等. 一种制备陶瓷坯体的方法. 中国, C04B35/622, CN103130509A. 2011.12.01.
- [17] WAN T, YAO D, YIN J, *et al.* A novel method for preparing Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics with unidirectional oriented pores from silicon aqueous slurries. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, **37**(10): 3285–3291.
- [18] ZHANG P, LIU P, SUN Y, *et al.* Aqueous gelcasting of the transparent MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, **646**: 833–836.
- [19] SUN Y, SHIMAI S, PENG X, *et al.* Fabrication of transparent Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics via aqueous gelcasting. *Ceramics International*, 2014, **40**(6): 8841–8845.
- [20] QIN X P, ZHOU G H, YANG Y, *et al.* Gelcasting of transparent YAG ceramics by a new gelling system. *Ceramics International*, 2014, **40**(8): 12745–12750.
- [21] YIN J, LI Y, WU Y. Near-net-shape processed ZnS ceramics by aqueous casting and pressureless sintering. *Ceramics International*, 2016, **42**(9): 11504–11508.
- [22] SUN Y, SHIMAI S, QIN X P, *et al.* A method for gelcasting high-strength alumina ceramics with low shrinkage. *Journal of Materials Research*, 2014, **29**(2): 247–251.
- [23] SUN Y, QIN X P, ZHOU G H, *et al.* Gelcasting and reactive sintering of sheet-like YAG transparent ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, **652**: 250–253.
- [24] SUN Y, QIN X P, SHIMAI S, *et al.* Improved strength of alumina ceramic gel and green body based on addition-esterification reaction. *Journal of Applied Ceramic Technology*, 2016, **13**(6): 1159–1163.
- [25] 章健, 刘梦玮, 赵瑾, 等. 一种陶瓷浆料凝胶固化行为的表征方法. 中国, 202110995468.9. 2021.08.27.