



液相微波介电加热法制备纳米粒子的研究进展

王 辉 朱俊杰*

(介观材料科学实验室, 南京大学化学系, 南京 210093)

随着纳米科技的飞速发展, 合成纳米材料的新方法层出不穷。在这些新方法当中, 液相微波介电加热法近年来得到了飞速的发展, 引起了科学界越来越多的关注。本文介绍了近年来液相微波介电加热法制备纳米粒子的一些研究进展, 主要是该方法在制备金属、过渡金属氧化物和金属硫族化合物纳米粒子中的应用, 并且对该领域未来的发展作了一些展望。

关键词: 纳米粒子 微波介电加热 液相法
分类号: O61

0 引言

富有挑战性的 21 世纪把人类带进一个关键性的历史时期, 一场以节省资源和能源、保护生态环境为主题的新的工业革命正在兴起, 正像 20 世纪 70 年代的微米技术一样, 纳米技术将成为 21 世纪的主导技术。元器件的超微化, 高密度集成和高空间分辨要求材料的尺寸越来越小, 性能越来越高, 纳米材料在这场革命中将充当极其重要的角色。纳米材料科学是原子物理、凝聚态物理、胶体化学、固体化学、配位化学、化学反应动力学和表面界面科学等多种学科交叉汇合而出现的新的学科生长点。纳米材料中涉及的许多未知过程和新奇现象, 很难用传统的物理、化学理论进行解释。从某种意义上说, 纳米材料研究的进展势必把物理学、化学领域的许多学科推向一个新的层次, 也必将给 21 世纪的物理和化学研究带来新的机遇。

制备纳米材料的方法总体上可分为气相法、液相法和机械粉碎法三大类。气相法主要包括气相冷凝法、溅射法、混合等离子法、激光诱导化学气相沉积法 (LICVD) 和化学气相沉积法 (CVD) 等。液相法包括化学沉积法、水热法、微乳液法、溶胶凝胶法和 γ 射线辐照法等^[1]。这些方法相对而言研究得较多,

而且各有优势, 但依然存在一些缺点, 应用范围也有一定的限制。探寻方便、快捷、高效的制备纯度高、粒径分布窄而且形态均一的纳米材料的新方法一直是合成化学家和材料科学家共同努力的方向。近些年来, 一些新的方法被用于纳米材料的制备并初步显示了其优越性。这其中包括超声化学方法^[2-5]、超声电化学方法^[6-10]、溶剂热方法^[11-13]和低温固相反应法^[14]等。这些方法的出现, 大大扩展了纳米材料的制备研究, 并极大地推动了纳米材料科学的进一步发展, 为纳米科学技术注入了新的活力。

微波是电磁波, 包括电场和磁场。电场运用带电粒子开始迁移或旋转而具有的一种力可使极化粒子进一步极化。由于电和磁部分的相关力的方向快速变化, 而分子聚集体如液体或半固体随电场和磁场方向的变化相对滞后, 从而产生摩擦使其自身温度升高而成为热体。微波介电加热的效应可分为两类: 热效应和非热效应^[15]。人们已观察到当化学反应在微波介电电场中进行时, 存在着大量离子存在时的过热、快速达到反应温度以及有效的界面混合等现象, 这些现象可被归纳为快速加热效应、热点或表面效应和压力蒸煮器效应, 统称为微波的温度效应。微波介电加热过程中还伴随着非热效应, 但这方面的研究才刚刚起步并且争论颇多。尽管有一个共识就

收稿日期: 2001-12-04。收修改稿日期: 2002-02-28。

江苏高新计划资助项目 (No. BG2001039) 和国家自然科学基金资助项目 (No. 50072006)。

* 通讯联系人。E-mail: jjzhu@nju.edu.cn

第一作者: 王 辉, 男, 23 岁, 硕士研究生; 研究方向: 纳米材料的合成与表征。

是微波每摩尔质子包含 1J 的能量,但却具有特别的效应,如较低的反应活化能、具有与传统加热方式不同的活化参数等。微波介电加热已经被广泛地应用于化学领域,包括分子筛制备、放射性药物的合成、无机配合物的合成与嵌入反应、干燥条件下的有机反应、等离子体化学及分析化学中的样品预处理等^[15]。

近年来,微波技术应用于纳米材料合成的研究刚刚起步,微波加热因其具有特殊效应已引起了材料科学界的极大关注。与传统方法相比,微波辐射法具有反应速度快、反应条件温和、反应效率高等优点,而且产品具有较高的纯度、窄的粒径分布和均一的形态,并适于推广到大规模的工业生产中去,因而在纳米材料合成领域里显示了良好的发展态势和广阔的应用前景。但是到目前为止,微波介电加热在纳米材料合成方面的研究报道不多,在微波合成纳米材料领域里尚无系统性的研究,有许多工作有待于合成化学家和材料科学家们去共同完成。

1 液相微波介电加热法制备金属纳米粒子

纳米金属粒子由于其重要的理论研究价值和潜在的应用价值而成为材料科学研究的热点。探寻方便、快捷的制备具有特定功能的纳米金属粒子或胶体的新路径是我们当前所面临的巨大挑战。Wada 等^[16]用微波介电加热的方法成功地制备了平均粒径为 7nm 的 Ni 纳米颗粒。他们选择用 Ni(OH)₂ 作 Ni 源,以乙二醇为溶剂和还原剂,在 2.45GHz、200W 的微波辐射下反应得到 Ni 纳米粒子。在这一过程中,他们还加入了 HPtCl₄ 和 PVP。HPtCl₄ 在金属 Ni 的成核过程中起着 Pt 催化剂的作用,可使 Ni 在短时间内迅速成核,PVP 则是 Ni 小粒子的分散剂和稳定剂,可以有效地抑制晶核的聚集和成长,这有利于小尺寸、高分散性的 Ni 纳米颗粒的形成。在此之前,Hedge 等^[17]用传统的加热方法,采用相同的反应体系也制备出了 Ni 金属颗粒。对比发现,微波介电加热得到的产物比传统加热得到的尺寸要小许多。这可能是微波的加热速率远大于传统加热方法而造成 Ni 成核速率大大增加的结果。值得注意的是,微波介电加热的产物是立方体形的,而传统加热方法得到的则是球形粒子。虽然微波加热条件下 Ni 纳米颗粒成长过程的细节还有待于进一步研究,但有一

点可以肯定,由于微波在存在热效应的同时,还存在着非热和过热等特殊效应,Ni 颗粒的成长过程与传统加热条件下是不同的。

Liu 等^[18,19]把微波技术成功地应用到 Pt、Ir、Rh、Ru、Au 和 Pd 等纳米金属团簇的制备中。他们以 HPtCl₄、HlrcCl₄、HAuCl₄ 以及 RhCl₃、RuCl₃ 和 PdCl₂ 作为前体物质,选择甲醇或乙二醇作为还原剂,分别在微波介电加热和油浴加热条件下还原得到相应的金属纳米粒子。研究发现,微波加热条件下,前体物质的还原和金属晶核的形成,其速率比油浴加热要快得多。文章指出,微波的均匀和快速加热的特性导致了产物具有小的尺寸和均匀的分散度。均一的粒子的形成需要一个均一的成核环境。在微波介电加热液相反应过程中,温度和浓度的偏析可以有效地避免,这就为晶粒成核提供了一个均匀的环境。也正是基于这一点,微波介电加热作为一种快速制备粒径分布窄、形态均一的纳米粒子的方法,具有着一些其他方法不可比拟的优越性。

2 液相微波介电加热法制备过渡金属氧化物纳米粒子

过渡金属氧化物如氧化铁、氧化锌、二氧化铈和二氧化钛等是一类重要的半导体材料,它们在磁存储介质、太阳能转换、电子器件和催化等领域里有着广泛的应用。微波液相法制备过渡金属氧化物纳米粒子主要是通过金属盐的水解途径来实现的。

氧化铁纳米粒子有着广泛的应用,可以用作制备催化剂、陶瓷、颜料和磁性记录材料等的原料,所以它的制备已成为一个很活跃的领域。张文敏等^[20]采用了微波辐射的方法通过水解途径制备了 α -Fe₂O₃ 纳米粒子。研究发现,微波辐射加速了成核反应,使陈化时间大大缩短,所制得的 α -Fe₂O₃ 纳米粒子比传统加热法制得的粒子小,产率高,有较好的工业化前景。表面活性剂对产品的尺寸和形貌有影响。CTAB 阳离子表面活性剂有利于均分散的 α -Fe₂O₃ 假立方体的形成。随着反应物浓度的降低和陈化时间的缩短,粒子体积也将减小,粒子形状逐渐从假立方体过渡到纺锤体形。他们^[21,22]还研究了当体系中 Fe³⁺ 浓度一定时,加入不同量的三乙醇胺、乙二胺、六氢吡啶或三乙烯四胺对 α -Fe₂O₃ 纳米粒子尺寸和形态的影响。实验结果表明,体系中加入少量胺可加速水解速度,形成更多的晶核,使粒子变

小。但当体系中加入较大的胺时, Fe^{3+} 水解大大加强, 当晶核数一定或变化不大时, 最终产物 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粒子也就越大。由此可见, 用微波水解法制备 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子的过程中, 通过在体系中加入不同量的胺可以控制产物的粒径。这就为在一定范围内制备一定尺寸的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子提供了选择条件。 Fe^{3+} 在微波介电加热条件下水解生成 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子的过程中, pH 值对产品的粒径和形貌也有着很大的影响。Li 等^[23] 在 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 的水溶液中加入 HNO_3 、 NaOH 或 NaH_2PO_4 来调节 pH 值, 成功地制备出了一系列不同尺寸和形态的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子, 通过适当改变条件, 可以制备出球形、立方体形或纺锤体形的单分散粒子。我们^[24] 在体系中加入尿素和聚乙二醇通过 FeCl_3 的微波水解路径制备了无定形的 Fe_2O_3 纳米粒子。产品加热到 400°C 时将逐步晶化, 形成 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子。用相同的方法还可以制备无定形的 Cr_2O_3 纳米粒子。

TiO_2 、 CeO_2 和 SnO_2 是重要的光电材料和催化材料, 其纳米粉体的制备颇受关注。Ayllon 课题组^[25] 通过钛酸丁酯的微波水解路径合成了锐钛矿型的 TiO_2 纳米粒子。在该体系中, 他们加入了 F^- 使其与 $\text{Ti}(\text{IV})$ 络合形成配合物前体, 该配合物在微波辐射下再水解生成 TiO_2 纳米粒子。产品的粒径和团聚程度与前体物质的浓度和微波辐射的时间有关。最佳的反应物浓度为 $0.034\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 最合适的反应时间为 2 小时。随着反应时间的缩短, 产率有所下降, 产品的晶化程度降低, 产品中的含氟量上升。所制备的 TiO_2 纳米粒子并不显示光催化活性, 作者认为这可能是产品中含氟造成的。我们^[26] 以 $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ 作为前体物质, 通过微波水解法制备了单分散的 CeO_2 纳米粒子。在这一过程中, 聚乙二醇被加入到体系中作为一种分散剂, 可以有效地抑制团聚, 这对于单分散的纳米粒子的形成是至关重要的。Cirera 和他的合作者^[27, 28] 成功地用微波加热的方法合成了 SnO_2 纳米晶并用所制备的材料制备了气敏传感器, 研究了掺杂和未掺杂 Pt 和 Pd 的 SnO_2 对 CO 和 NO 的传感作用。我们^[29] 也用微波加热的方法制备了 SnO_2 , 通过 HRTEM 观察到了更加细微的直径为 3nm 的 SnO_2 晶体, 并且发现该纳米晶有明显的量子尺寸效应。

Komarneni 课题组用微波水热的方法制备了一系列尺寸和形态各异的纳米金属氧化物。他们^[30] 让

$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 水溶液在封闭体系中通过微波介电加热发生水解反应形成纳米级和亚微米级的 ZnO 粉体。通过改变加热时间、体系的压力和调节 pH 值, 可以对产品的尺寸和形状进行有效的控制。他们^[31] 还用微波水热法成功地合成了 CoFe_2O_4 、 ZnFe_2O_4 、 NiFe_2O_4 、 MnFe_2O_4 等三元金属氧化物的纳米粒子。

Gedanken 课题组^[32] 在敞开体系中用液相微波介电加热法合成了 BaTiO_3 、 BaZrO_3 和 PbTiO_3 等铁电体材料的纳米粒子。所不同的是它们并不是通过微波水解路径得到的。他们选择了乙二醇作为溶剂。乙二醇在整个过程中同时扮演着溶剂、修饰剂和配位剂的角色。该体系对 pH 值相当敏感, 实验发现, 最佳的 pH 值在 11 左右。在高 pH 值条件下, 前体物质将被还原成金属。微波加热大大增加了反应速率, 缩短了反应时间, 并且克服了传统方法必须在高压下才能制备这类材料的弱点。

3 液相微波介电加热法制备金属硫属化合物纳米粒子

金属硫族化合物 M_nE_m (M = 金属, E = S, Se, Te) 是一大类重要的半导体材料, 它们在非线形光学器件、光电池、光能储存介质和催化等领域里有广泛的应用。近年来, 人们在纳米相金属硫族化合物的制备上倾注了极大的关注。传统的制备方法主要包括: (1) 相应的元素或化合物与气相 H_2S 、 H_2Se 、 H_2Te 之间的气相反应; (2) 固相反应; (3) 化学溶沉积和沉淀; (4) 前体物质的分解。一般说来, 这些方法需要较高的反应温度或是要用到有毒试剂或高度敏感的前体物质。液相微波介电加热法提供了一条方便、快捷、高效的制备 M_nE_m 纳米材料的方法, 近年来得到迅速的发展并显示了良好的发展态势和广阔的发展前景。

水具有较高的极性, 对于微波介电加热反应而言是一种很好的溶剂。我们^[33] 以水作为溶剂, 以硫代乙酰胺 (TAA) 作为硫源, 用微波介电加热的方法成功地合成了平均粒径为 9nm 的 CdS 和 3nm 的 ZnS 纳米粒子。所制备的产品具有粒径分布窄和纯度高的优点, 而且显示了明显的量子尺寸效应。我们^[34] 用福尔马林溶液作为溶剂、以 TAA 为硫源用微波加热法制备了一系列纳米尺寸的金属硫化物, 研究发现, 制备出的硫化物纳米粒子具有不同的尺寸和形态。 CdS 、 ZnS 和 HgS 是球形粒子, PbS 是片状

的,而 Bi_2S_3 则呈现出棒状的形态,这表明在该体系中微波辐射对不同硫化物的成核及生长速率的影响是具有选择性的。有关这一过程的动力学研究有待于进一步开展。Gedanken 课题组^[35]报道了用微波加热在水体系中以 Na_2SeSO_3 为硒源来制备硒化物 (CdSe 、 PbSe 和 Cu_{2-x}Se) 纳米粒子的方法。研究发现,在这一体系中溶液的 pH 值和所加入的络合剂等因素对硒化物纳米粒子的成核和生长都具有很大的影响。值得一提的是,通过改变微波加热时间,可以得到不同相态的 CdSe 纳米粒子。当反应时间为 10 分钟时,得到的产品为纯的立方相 CdSe 。如果反应时间延长至 30 分钟以上, CdSe 则由先前的立方相转变为纯六角相的。

一维纳米材料的合成近年来一直是研究的热点。当纳米晶体结构存在着各向异性的时候,就有可能表现出其在不同方向上生长速率的差异。如果对其生长过程进行有效的控制,就可以制备出纳米棒或纳米线。微波辐射过程中,极性分子会被进一步极化,这对于纳米粒子的一维生长将产生很大的影响。我们^[36]以福尔马林溶液为溶剂,通过微波辐射诱导生长的方法成功地制备了 Bi_2S_3 纳米棒。选择硫脲和 TAA 分别作为硫源,可以得到不同直径和长度的纳米棒。文章指出, Bi_2S_3 棒状形态的形成是由于 Bi_2S_3 晶核结构存在各向异性而造成的倾向性一维生长的结果,微波辐射正是诱导这一过程的能量来源。当分别选择硫脲和 TAA 作为硫源时,由于遵循不同的反应历程,因而得到的产品的尺寸有所不同。前者遵循的是一条铋-硫脲配合物在微波辐射下分解的机理,而后者则是 TAA 分解后产生的 H_2S 与铋离子反应生成 Bi_2S_3 的反应历程。我们还用微波介电加热的方法在开放体系中一步合成了 CdS 纳米带。所得到的产品为均匀的直径为 4nm 的、长度达数百个纳米的弯曲缠绕的带状一维结构 CdS 。

在微波液相法制备纳米粒子的过程中,溶剂对产品的尺寸和形态有着决定性的影响。不同溶剂的介电常数不同,因而在微波辐射下分子间的碰撞频率不同,加热的速率也就必然存在差异。通过溶剂的选择,可以实现对纳米粒子的尺寸控制合成。我们^[37]报道了 $\beta\text{-HgS}$ 纳米粒子的微波液相制备方法,通过选择乙醇、四氢呋喃、水和二甲基乙酰胺等作为溶剂,实现了对 $\beta\text{-HgS}$ 纳米粒子的尺寸控制。Murugan 及其合作者^[39]通过微波溶剂热的方法制备

了 CdS 纳米晶。他们发现,当选用不同极性的溶剂时,不仅得到的纳米晶尺寸有差别,而且形态亦有所变化。当选择水和乙二醇作为溶剂时,产品为 CdS 纳米棒,若选择乙二胺和乙醇为溶剂,产品的形态则为球形。

在 S、Se 和 Te 当中,Te 的反应活性最低,碲化物的制备相对于硫、硒化物而言是比较困难的。Palchik 等^[39]把金属醋酸盐、碲粉加入到乙二胺当中在微波辐射中加热回流,成功地制备出了 Cu_{2-x}Te 和 HgTe 纳米粒子。文章对该体系中金属碲化物的形成机理进行了探讨。作者认为在这一过程中,可能存在着两条机理:一条机理是碲粉在微波加热过程中由于微波过热效应而使其达到某一高于乙二胺沸点的温度,这一温度足以使碲粉活化,与乙二胺反应生成 Te^{2-} , Te^{2-} 再与金属离子反应生成相应的碲化物。另一条机理则是金属离子在微波辐射中被还原到 0 价态的金属活性中间体。这种中间体具有很高的反应活性,可以与碲粉直接化合生成碲化物纳米粒子。

早在二十世纪八十年代, Fievet 等用乙二醇作为溶剂和还原剂制备了亚微米级的过渡金属。这一过程称之为多羟基过程^[40-43]。但遗憾的是这一反应历程的细节到目前为止人们还知之甚少。以色列 Bar-Ilan 大学的以 Gedanken 教授为首的课题组将这一多羟基过程引入到金属硫族化合物纳米粒子的制备当中,以多羟基醇为溶剂,以 S (Se 或 Te) 粉为 S (Se 或 Te) 源,通过微波介电加热的方法成功地合成了一系列金属硫族化合物纳米粒子。Palchik 等^[44]首先用微波介电加热来激发多羟基还原反应,制备出了 CdSe 纳米球团簇。微结构分析发现这些球状团簇是由一些 CdSe 基本纳米粒子组装而成的。当选择乙二醇作为溶剂时,制备得到的是六角相 CdSe 。若选择丙三醇作为溶剂,产品则是立方相的。Kerner 等^[45]用这一方法合成了 PbSe 和 PbTe 纳米粒子。所制备的 PbSe 和 PbTe 纳米粒子分别是球形和立方体形的,团聚现象比较严重。值得一提的是,他们发现同样的反应若是在超声辐射条件下进行,同样可以合成 PbSe 和 PbTe 纳米粒子,而且这些粒子是单分散的。这表明多羟基还原路径生成金属硫族化合物的反应不仅可以在微波介电加热条件下可以进行,而且在超声辐射中同样也可以进行。但由于微波辐射和超声辐射的作用机制不同,故生成的纳米粒子

的尺寸和形态也不相同。Grisaru 等^[46, 47]将醋酸镉、醋酸锌和硒粉同时加入到乙二醇中在微波加热下进行反应制备得到单分散的 Cd_{1-x}Zn_xSe 纳米粒子,这项工作将微波介电加热多羟基过程制备金属硫属化合物纳米粒子的研究由二元化合物成功地推进到了三元化合物的制备当中,大大扩展了这一方法的应用范围。

4 总结与展望

液相微波介电加热法制备纳米粒子的研究在近几年里得到了相当迅速的发展。但是,由于起步较晚,与其他一些制备纳米粒子的方法相比,这一方法还不成熟,在这一领域里尚还缺乏系统性研究,有许多工作有待于合成化学家和材料科学家去共同完成。与传统方法相比,微波辐射液相法具有一些其他方法不可比拟的优点,如反应速度快、反应条件温和、反应效率高等,而且产品具有较高的纯度、窄的粒径分布和均一的形态。正因为如此,这一方法显示了良好的发展态势和广阔的应用前景。今后这一领域里的研究将在以下几个方面寻求突破:

(1) 将这一方法拓展到 III ~ VI 族半导体(如 GaN, AlN, InP 等)或金属合金纳米材料的制备中去,而不仅是局限于金属、氧化物以及金属硫族化合物的制备。

(2) 在合成纳米粒子的基础上,寻求微波辐射条件下对这些粒子进行有序组装的途径。

(3) 探讨微波介电加热条件下纳米粒子形成的机理,提出合理的反应模型。

(4) 由于具有反应时间短这一特殊的优点,有望推广到大规模的工业生产中去。

参 考 文 献

- [1] ZHANG Li-De(张立德), Mou Ji-Mei(牟季美) *Science for Nanocrystals*(纳米材料科学), Liaoning: Liaoning Science and Technology Press, 1994.
- [2] Mdleleni M. M., Hyeon T., Suslick K. S. *J. Am. Chem. Soc.*, 1998, 120, 6189.
- [3] Katoh R., Tasaka Y., Sekreta E., Yumura M., Ikazaki F., Kakudate Y., Fujiwara S. *Ultrason. Sonochem.*, 1999, 6(4), 185.
- [4] Zhu J. J., Koltypin Y., Gedanken A. *Chem. Mater.*, 2000, 12, 73.
- [5] Zhu J. J., Lu Z. H., Aruna S. T., Aurbach D., Gedanken A. *Chem. Mater.*, 2000, 12, 2557.
- [6] Kegelaers Y., Delplancke J. L., Reisse J. *Chimica*, 2000, 54(1-2), 48.
- [7] Mastai Y., Polsky R., Koltypin Y., Gedanken A., Hodes G. *J. Am. Chem. Soc.*, 1999, 121, 10047.
- [8] Mastai Y., Homyonfer M., Gedanken A., Hodes G. *Adv. Mater.*, 1999, 11, 1010.
- [9] Delplancke J. L., Dille J., Reisse J., Long G. J., Mohan A., Grandjean F. *Chem. Mater.*, 2000, 12, 946.
- [10] Zhu J. J., Aruna S. T., Koltypin Y., Gedanken A. *Chem. Mater.*, 2000, 12, 143.
- [11] Li B., Xie Y., Huang J. X., Su H. L., Qian Y. T. *J. Solid State Chem.*, 1999, 146, 47.
- [12] Yang J., Yu S. H., Yang X. L., Qian Y. T. *Chem. Lett.*, 1999, 839.
- [13] Xie Y., Li B., Su H. L., Liu X. M., Qian Y. T. *Nanostruct. Mater.*, 1999, 11, 539.
- [14] Xu J. F., Ji W., Shen Z. X., Tang S. H., Ye X. R., Jia D. Z., Xin X. Q. *J. Solid State Chem.*, 2000, 147, 516.
- [15] Saskia A. G. *Chem. Soc. Rev.*, 1997, 26, 233.
- [16] Wada Y., Kuramoto H., Mori H., Sumida T., Kitamura T., Yanagida S. *Chem. Lett.*, 1999, 607.
- [17] Hedge M. S., Larcher D., Dupont L., Neaudoin B., Tekciai-Ehlsissen K., Tarascon J. *Solid State Ionics*, 1997, 93, 33.
- [18] Yu W., Tu W., Liu H. *Langmuir*, 1999, 15, 6.
- [19] Tu W., Liu H. *J. Mater. Chem.*, 2000, 10, 2207.
- [20] FU Zhong(傅中), HAO Xue-Shi(郝学士), WU Zheng-Cui(吴正翠), ZHANG Wen-Min(张文敏) *Huaxue Wuli Xuebao*(*Chin. J. Chem. Phys.*), 1999, 12, 219.
- [21] TANG Yong-Zheng(汤勇铮), ZHANG Wen-Min(张文敏) *Huaxue Yanjiu Yu Yingyong*(*Chem. Res. Appl.*), 1998, 10, 419.
- [22] TANG Yong-Zheng(汤勇铮), YANG Hong(杨红), ZHANG Wen-Min(张文敏) *Huaxue Tongbao*(*Chemistry*), 1998, 9, 52.
- [23] Li Q., Wei Y. *Mater. Res. Bull.*, 1998, 33, 779.
- [24] Liao X. H., Zhu J. J., Zhong W., Chen H. Y. *Mater. Lett.*, 2001, 50, 341.
- [25] Allyon J. A., Peiro A. M., Saadoun L., Vigil E., Domenech X., Peral J. *J. Mater. Chem.*, 2000, 10, 1911.
- [26] Liao X. H., Zhu J. M., Zhu J. J., Xu J. Z., Chen H. Y. *Chem. Commun.*, 2001, 937.
- [27] Cirera A., Vila A., Dieguez A., Cabot A., Cornet A., Morante J. R. *Sensors and Actuators B*, 2000, 64, 65.
- [28] Cirera A., Vila A., Cornet A., Morante J. R. *Mater. Sci. Eng. C*, 2001, 15, 203.

- [29]Zhu J. J., Zhu J. M., Liao X. H., Fang J. L., Zhou M. G., Chen H. Y. *Mater. Lett.*, **2002**, *53*, 12.
- [30]Komarneni S., Bruno M., Mariani E. *Mater. Res. Bull.*, **2000**, *35*, 1843.
- [31]Komarneni S., D'Arrigo M. C., Leonelli C., Pellaccani C. C., Katsuki H. *J. Am. Ceram. Soc.*, **1998**, *81*, 3041.
- [32]Palchik O., Zhu J. J., Gedanken A. *J. Mater. Chem.*, **2000**, *10*, 1251.
- [33]Zhu J. J., Zhou M. G., Xu J. Z., Liao X. H. *Mater. Lett.*, **2001**, *47*, 25.
- [34]Liao X. H., Zhu J. J., Chen H. Y. *Mater. Sci. Eng. B*, **2001**, *85*, 85.
- [35]Zhu J. J., Palchik O., Chen S. G., Gedanken A. *J. Phys. Chem. B*, **2000**, *104*, 7344.
- [36]Liao X. H., Wang H., Zhu J. J., Chen H. Y. *Mater. Res. Bull.*, **2001**, *36*, 2339.
- [37]Wang H., Zhang J. R., Zhu J. J. *J. Crystal Growth*, **2001**, *233*, 829.
- [38]Murugan A. V., Sonawane R. S., Kale B. B., Apte S. K., Kulkarni A. V. *Mater. Chem. Phys.*, **2001**, *71*, 98.
- [39]Palchik O., Kerner R., Zhu J. J., Gedanken A. *J. Solid State Chem.*, **2000**, *154*, 530.
- [40]Fievet F., Lagier J. P., Figlarz M. *MRS Bull.*, **1989**, Dec, 29.
- [41]Viau G., Fievet-Vincent F., Fievet. F. *J. Mater. Chem.*, **1996**, *6*, 1047.
- [42]Viau G., Fievet-Vincent F., Fievet. F. *Solid State Ionics*, **1996**, *84*, 259.
- [43]Sub S., Murray C. B., Weller D., Folks L., Moser A. *Science*, **2000**, *287*, 1989.
- [44]Palchik O., Kerner R., Gedanken A., Weiss A. M., Slifkin M. A., Palchik V. *J. Mater. Chem.*, **2001**, *11*, 874.
- [45]Kerner R., Palchik O., Gedanken A. *Chem. Mater.*, **2001**, *13*, 1413.
- [46]Grisaru H., Palchik O., Gedanken A., Palchik V., Slifkin M. A., Weiss A. M., Hachon Y. R. *Inorg. Chem.*, **2001**, *40*, 4814.
- [47]Grisaru H., Palchik O., Gedanken A., Palchik V., Slifkin M. A., Weiss A. M. *J. Mater. Chem.*, **2002**, *12*, 339.

The Research Progress in the Preparation of Nanosized Particles by Microwave Dielectric Heating Method of Liquid Phase

WANG Hui ZHU Jun-Jie*

(Laboratory of Mesoscopic Materials Science, Department of Chemistry, Nanjing University, Nanjing 210093)

Currently, the microwave dielectric heating method of liquid phase has been widely used in various fields of chemistry. Microwave irradiation has shown very rapid growth in its application to materials science due to its unique reaction effects. Compared with the conventional methods, the microwave synthesis has the advantages of short reaction time, small particle size, narrow size distribution and high purity. In this paper, we report the progress in the preparation of nanosized materials including metals, oxides and chalcogenides by microwave dielectric heating method of liquid phase.

Keywords: nanoparticles microwave dielectric heating liquid phase method