

Diss. ETH N° 19254

Microwave Promoted Synthesis and Processing of Inorganic Nanoparticles in Organic Solvents

Dissertation submitted to the

**SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY
ETH ZURICH**

for the degree of
Doctor of Sciences

presented by

Idalia Joanna Bilecka

Master of Science in Chemistry
from University of Geneva - Switzerland

4th November 1974
citizen of Cracow

accepted on the recommendation of

Prof. Markus Niederberger
Prof. Ralph Spolenak
Prof. Petr Novák

Zurich, 2010

Abstract

This dissertation establishes the use of dielectric heating as an alternative heating tool for the preparation and processing of inorganic nanoparticles. More specifically, it has the aims to identify the opportunities offered by microwave irradiation in terms of energy transfer efficiency, heating rapidity and selectivity leading to a more sustainable and controlled approach to nanomaterials. The main contributions of this doctoral thesis are: The development of synthetic routes based on the sol-gel process and involving dielectric heating, the study of the reaction mechanism and the identification of potential applications. This work lead to the development of fast and energy efficient routes for the preparation of different types of binary, ternary and doped metal oxide nanoparticles, lithium transition metal phosphates, and the extension of the process to thin film depositions. Moreover, based on ZnO as an example, the formation and growth of the nanoparticles were described by combined kinetic analysis of the precursor consumption and increase of crystallite size. By allowing the correlation of the organic and inorganic reactions, these observations offer the opportunity of better understanding nanoparticle formation at a molecular level and open up new possibilities such as reaction monitoring or development of rational synthesis strategies.

Resumé

Cette thèse promeut l'utilisation du chauffage diélectrique en tant qu'outil de chauffage alternatif pour la préparation et le traitement des nanoparticules inorganiques. Plus précisément, elle a pour objectif d'identifier les opportunités offertes par le chauffage par micro-ondes en termes d'efficacité de transfert d'énergie, de rapidité de chauffage et de sélectivité permettant une approche durable et contrôlée des nanomatériaux. Les principales contributions de cette thèse sont les suivantes: le développement des voies de synthèse basées sur le procédé sol-gel et impliquant un chauffage diélectrique, l'étude du mécanisme de réaction ainsi que l'identification des applications potentielles. Ce travail a conduit à l'élaboration de synthèses rapides et optimisées en termes de consommation d'énergie pour la préparation de différents types de nanoparticules tels que les oxydes de métaux binaires, ternaires et dopés, les phosphates de métaux de transition lithiés ainsi que l'extension du procédé à des dépôts de couches minces. En outre, sur la base de l'exemple du ZnO, la formation et la croissance des nanoparticules ont été décrites par analyse cinétique impliquant la consommation des précurseurs et l'augmentation de la taille des cristaux. En permettant la corrélation des réactions organiques et inorganiques, ces observations offrent la possibilité de mieux comprendre la formation des nanoparticules au niveau moléculaire et d'ouvrir de nouvelles possibilités telles que le suivi de réactions, le design et la synthèse rationnelle.