

## ANALYSIS OF CRYSTALLIZATION PROCEDURE OF ZN-DOPED TITANIA GELS BY DSC, XRD AND HRTEM METHODS

© **Tana Bao**, College of Physics and Electronic Information,  
Inner Mongolia Normal University,  
Inner Mongolia Key Laboratory for Physics and Chemistry  
of Functional Materials  
Hohhot, China  
E-mail: tana029@163.com

© **Zhiming Shi**, School of Materials Science and Engineering,  
Inner Mongolia University of Technology  
Hohhot, China  
E-mail: tana029@163.com

The crystallization procedure of  $Zn^{2+}$ -doped titania gels was characterized using high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM), X-ray diffractometer (XRD) and differential scanning calorimetry (DSC). The XRD and HRTEM measurements confirmed that the small anatase crystals appeared in the 25mol%  $Zn^{2+}$  doped titania gel when sintered at 200 °C for 2 h, which is earlier than that detected by the DSC method. The XRD results indicated that 25mol%  $Zn^{2+}$ -doping improved the transformation of the gel to anatase and suppressed the transformation of anatase to rutile;  $Zn_2Ti_3O_8$  occurred at 600°C and then completely transformed into  $ZnTiO_3$  at 700°C, and the lattice constant *c* of anatase crystals gradually increased with the sintering temperature and stabilized at temperatures of 600–700 °C, the lattice strain *e* decreased with the increase of sintering temperature for pure and Zn-doped  $TiO_2$ . The lattice strain of the Zn-doped sample was greater than that in pure  $TiO_2$ .

**Keywords:**doping, titania, phase transformation, HRTEM, XRD, DSC.

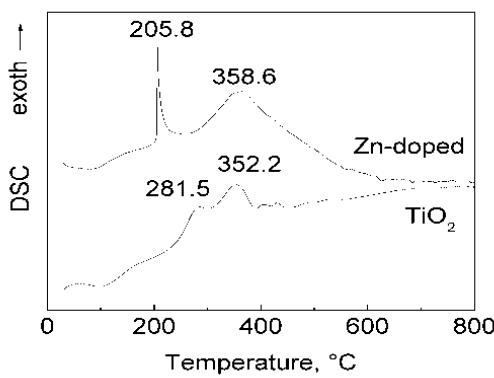


Fig.1 DSC curves of undoped and 25mol% $\text{Zn}^{2+}$  doped titania gels

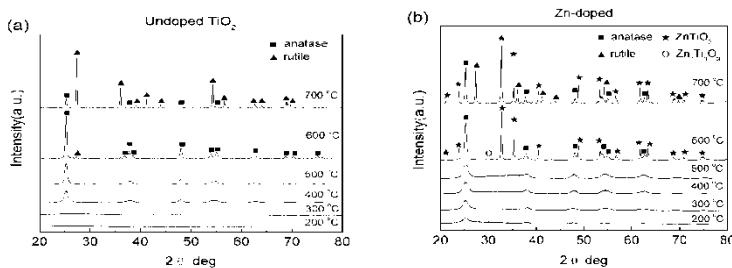


Fig. 2 XRD patterns of samples sintered at different temperatures for 2 h

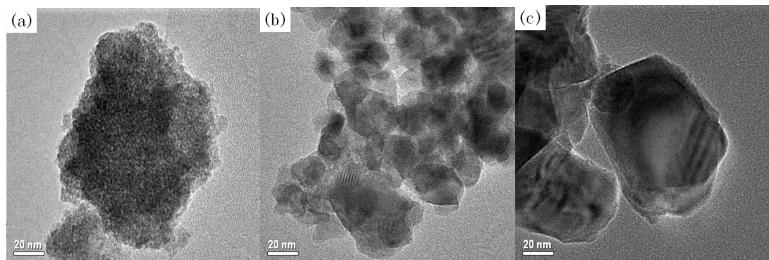


Fig. 3 TEM images of 25mol%  $\text{Zn}^{2+}$  doped samples revealing the shape of crystals; (a) 200°C; (b) 600°C; (c) 700°C

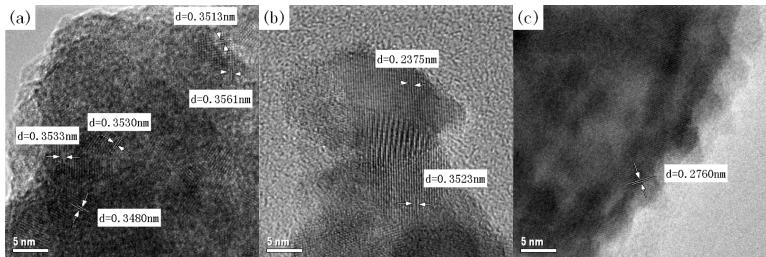


Fig. 4 HRTEM images of 25mol%  $Zn^{2+}$  doped samples revealing the lattice fringes of crystals.

### Acknowledgements

*This work is supported by Natural Science Foundation of Inner Mongolia (Grant No. 2015BS0515); Scientific Research Foundation of Inner Mongolia Normal University (Grant No. 2014ZRYB02); Startup Foundation for Advanced Talents of Inner Mongolia Normal University (Grant No. 2014YJRC011).*

Процедура кристаллизации геля оксида титана легированного  $Zn^{2+}$  характеризовалась использованием высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВПЭМ), рентгеновского дифрактометра (XRD) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Измерения подтвердили, что мелкие кристаллы анатаза появились при 25% содержании  $Zn^{2+}$  в геле при спекании 200 °C в течение 2 ч, что быстрее, чем было показано методом ДСК. Результаты РФА показали, что 25% содержание  $Zn^{2+}$  улучшило превращение геля в анатаз и подавляет превращение анатаза в рутил;  $Zn_2Ti_3O_8$  происходит при 600°C, а затем полностью превращается в  $ZnTiO_3$  при 700°C, а постоянная решетки кристаллов анатаза постепенно увеличивается с температурой спекания и стабилизируется при температурах 600-700°C, решетка деформации уменьшается с увеличением температуры спекания для чистых и  $Zn$ -легированных  $TiO_2$ . Штамм решетка  $Zn$ -легированного образца был больше, чем в чистом  $TiO_2$ .

**Ключевые слова:** легирование, диоксид титана, фазовые превращения, высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия, дифференциальная сканирующая калориметрия.