

RF ve DC Magnetron Püskürtme Tekniği ile Büyütülmüş Ni Katkılı α -Fe₂O₃ İnce Filmin Optik, Yapısal ve Morfolojik Özellikleri

Maryam ABDOLAHPOUR SALARI¹, Günay MERHAN MUĞLU², Volkan ŞENAY^{3*}, Sevda SARITAŞ⁴

¹Atatürk Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, Erzurum

²Atatürk Üniversitesi, Hınıs Meslek Yüksekokulu, Tıbbi Hizmetler ve Teknikler Bölümü, Optisyenlik Programı, Hınıs, Erzurum

³Bayburt Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu, Tıbbi Hizmetler ve Teknikler Bölümü, Optisyenlik Programı, Bayburt

⁴Atatürk Üniversitesi, İspir Hamza Polat Meslek Yüksekokulu, Elektrik ve Enerji Bölümü, İspir, Erzurum

¹ <https://orcid.org/0009-0002-1199-5632>

² <https://orcid.org/0000-0002-4664-1482>

³ <https://orcid.org/0000-0002-6579-2737>

⁴ <https://orcid.org/0000-0002-7274-3968>

*Sorumlu yazar: vsenay@bayburt.edu.tr

Araştırma Makalesi

Makale Tarihi:

Geliş tarihi: 03.08.2024

Kabul tarihi: 01.12.2024

Online Yayınlanma: 12.03.2025

Anahtar Kelimeler:

RF ve DC magnetron püskürtme

α -Fe₂O₃

XRD

SEM

AFM

ÖZ

Bu çalışmada, doğru akım (DC) ve radyo frekansı (RF) magnetron püskürtme tekniği kullanılarak cam alttaş üzerinde Ni katkılı hematit (α -Fe₂O₃) ince film sentezlenmiştir ve üretilen filmin birçok fiziksel özellikleri araştırılmıştır. Elde edilen Ni katkılı α -Fe₂O₃ ince filmin optik, yapısal ve morfolojik analizleri, UV-VIS spektroskopisi, EDX, X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) kullanılarak belirlenmiştir. Absorbsiyon ölçümüne dayanarak, ince filmin bant aralığı enerji değeri 2,12 eV olarak hesaplanmıştır. XRD analizi, incelenen ince filmin nanokristalin yapıya sahip olduğunu göstermiştir. SEM görüntüsüne göre ince film alttaş boyunca düzgün bir yüzey morfolojisi sergilemiştir. Ayrıca AFM görüntüleri, düşük bir RMS pürüzlülük değeri ortaya koymuştur ve bu da Ni katkılı Fe₂O₃ ince filminin pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğunu göstermektedir.

Optical, Structural, and Morphological Properties of Ni Doped α -Fe₂O₃ Thin Film Grown by RF and DC Magnetron Co-Sputtering Technique

Research Article

Article History:

Received: 03.08.2024

Accepted: 01.12.2024

Published online: 12.03.2025

Keywords:

RF and DC magnetron co-sputtering

α -Fe₂O₃

XRD

SEM

AFM

ABSTRACT

In this research, a Ni-doped hematite (α -Fe₂O₃) thin film was synthesized on a glass substrate using direct current (DC) and radio frequency (RF) magnetron co-sputtering technique, and several physical properties of the film were investigated. The optical, structural, and morphological characteristics of the obtained Ni-doped α -Fe₂O₃ thin film were determined using UV-VIS spectroscopy, EDX, X-ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM), and atomic force microscopy (AFM). Based on the absorption measurement, the band gap energy value of the thin film was calculated to be 2,12 eV. XRD analysis indicated that the thin film has a nanocrystalline structure. According to the SEM image, the thin film exhibited a smooth surface morphology across the substrate. Additionally, AFM images revealed a low RMS roughness value, indicating that the Ni-doped Fe₂O₃ thin film has a smooth surface.

To Cite: Salari MA., Merhan Muğlu G., Şenay V., Saritaş S. RF ve DC Magnetron Püskürtme Tekniği ile Büyütülmüş Ni Katkılı α -Fe₂O₃ İnce Filmin Optik, Yapısal ve Morfolojik Özellikleri. Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 2025; 8(2): 580-597.

1. Giriş

Demir (Fe), değişken pozitif değerlikli bir geçiş metalidir. Demirin önemli dezavantajlarından biri yüksek yüzey reaktivitesi ve atmosferde oksitlenme eğilimidir (Kalyanaraman ve ark., 1998). Ancak teknolojik uygulamalarda yüzey reaktivitesini önlemek için demir parçacıklarının oksitlenmiş hallerinden yararlanılmaktadır (Can ve ark., 2006). Temel araştırma literatüründe demir (III) oksit, polimorfizm ve nanopartiküllerin manyetik ve yapısal faz geçişlerinin genel çalışması için uygun bir malzemedir. Amorf Fe_2O_3 'ün ve dört polimorfun alfa (α), beta (β), gama (γ) ve epsilon (ϵ) varlığı iyi bilinmektedir (Zboril ve ark., 2002). En yaygın polimorflar, doğada hematit ve maghemit mineralleri olarak bulunan altıgen korundum yapısı " α " ve kübik spinel yapısı " γ "dır. Kübik biksbyit yapısı " β " ve ortorombik yapı " ϵ " gibi diğer polimorfların yanı sıra, tüm formlardaki nanopartiküller son yıllarda sentezlenmiş ve kapsamlı bir şekilde araştırılmıştır (Zboril ve ark., 2002; Al-Kuhaili ve ark., 2012). Son zamanlarda demir oksit, ultra yüksek manyetik depolama cihazları (Namai ve ark., 2012), magneto-optik sensörler (Ortega ve ark., 2008), nem ve gaz sensörleri (Chen ve ark., 2005; Chueh ve ark., 2006) ve alan emisyon cihazları gibi çeşitli teknolojik gelişmelere yol açan çeşitli yapısal ve morfolojik formları nedeniyle büyük ilgi görmüştür (Sun ve ark., 1996).

Farklı özelliklere sahip en iyi bilinen demir oksitlerden bazıları arasında wustit (FeO), hematit ($\alpha-Fe_2O_3$) ve maghemit ($\gamma-Fe_2O_3$) yer alır (Ma ve ark., 2021). $\alpha-Fe_2O_3$ eşkenar dörtgen kristal yapıya sahipken (Zboril ve ark., 2002), Fe_3O_4 ve $\gamma-Fe_2O_3$ kübik hücrelere sahiptir (Randrianantoandro ve ark., 2001). Her form, parçacık içi ve parçacıklar arası etkileşimler nedeniyle farklı manyetik davranışlar (Kojima ve Hanada, 1980; Morales ve ark., 1997; Morales ve ark., 1999; Vasquez-Mansilla ve ark., 1999; Özdemir ve ark., 2002; Mørup ve ark., 2003) sergiler (Can ve ark., 2012). Spesifik olarak, $\alpha-Fe_2O_3$ antiferromanyetiktir, Fe_3O_4 ve $\gamma-Fe_2O_3$ ise ferromanyetiktir (Hamed ve ark., 2020). Bunların arasında, $\alpha-Fe_2O_3$ ve $\gamma-Fe_2O_3$ kapsamlı bir şekilde incelenmiştir ve doğada bulunan yaygın polimorflardır (Li ve ark., 2016). $\alpha-Fe_2O_3$ doğada var olan en önemli polimorftur (Basavegowda ve ark., 2017). $\gamma-Fe_2O_3$ ile karşılaştırıldığında $\alpha-Fe_2O_3$ daha karardır (Han ve ark., 2014) ve çeşitli alanlarda daha fazla uygulamaya sahiptir (Mirzaei ve ark., 2016). Hematit ($\alpha-Fe_2O_3$), optik ve manyetik özelliklerine göre Nikel gibi başka bir fraksiyon elementi ile birçok uygulamada kullanılmıştır. Optik açıdan bakıldığında, $\alpha-Fe_2O_3$, görünür aralıkta yer alan bir bant aralığına ($\sim 2,2$ eV) sahiptir ve nispeten yüksek bir kırılma indisine sahiptir. Bu nedenle, güneş enerjisi dönüşümü, elektrokromizm, fotokataliz, girişim filtreleri ve suyun foto-oksidasyonu ve gaza duyarlı malzemeler dâhil olmak üzere çeşitli uygulamalar için çekici kılmaktadır (Beermann ve ark., 2000; Miller ve ark., 2004; Dghoughi ve ark., 2006; Al-Kuhaili ve ark., 2012). $\alpha-Fe_2O_3$ toprakta bol miktarda bulunması, yüksek korozyon direnci, toksik olmaması, düşük maliyeti (Miyashiro, 1964; Chen ve ark., 2005; Hahn ve ark., 2010) ve önemli miktarda görünür ışığı absorbe etmesini sağlayan küçük bant aralığı nedeniyle gelecek vaat eden bir malzemedir (Beermann ve ark., 2000; Tahir ve ark., 2009; Sahoo ve ark., 2010; Mishra ve Chun, 2015; Wang ve ark., 2019). Ek olarak, son raporlar nanoyapılı $\alpha-Fe_2O_3$ ince filmlerinin hidrojen üretimi için çok eklemli hibrit fotoelektrotlar oluşturmaya uygun olduğunu göstermiştir (Miller ve ark., 2005). Fe_2O_3 nanoyapıları, son

zamanlarda nanopartiküller, nanoçubuklar, nanotabakalar, nanoteller ve kuantum noktaları gibi çeşitli morfolojilerde büyük ilgi görmüştür (Gmucová ve ark., 2008; Khedr ve ark., 2008; Chiriță ve Grozescu, 2009; Guo ve ark., 2009; Gurmen ve ark., 2009; Gurmen ve Ebin, 2010; Durães ve ark., 2011; Ge ve ark., 2011; Hiralal ve ark., 2011; Aydın ve ark., 2012; Shen ve ark., 2012; Vincent ve ark., 2012; Al-Gaashani ve ark., 2013; Garrido-Ramírez ve ark., 2013; Saravanan ve ark., 2013). Ancak Fe_2O_3 'ün soğurma katsayısı ve taşıyıcı hareketliliği düşüktür (Emin ve ark., 2016). Bu sınırlamaların üstesinden gelmek için çeşitli elementlerle doping yapmak veya nanopartiküller kullanmak gibi çeşitli stratejiler kullanılır. (Hu ve ark., 2008; Wang ve ark., 2013; Annamalai ve ark., 2015). Katkısız ve katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmleri üretmek için spreylendirme (Congolo ve ark., 2020), magnetron püskürtme (Huang ve ark., 2015), moleküler ışın epitaksisi (MBE) (Zhao ve ark., 2011), sol-jel (Hjiri, 2020), kimyasal buhar biriktirme (CVD) (Sharma ve Sharma, 2021) darbeli lazer biriktirme (PLD) (Bhowmik ve ark., 2022), döndürerek kaplama (Grine ve ark., 2022), elektrodepozisyon (Hessam ve Najafisayar, 2019), reaktif buharlaştırma, atomik katman biriktirme ve metal organik kimyasal buhar biriktirme (MOCVD) gibi çeşitli yöntemler rapor edilmiştir (Bohra ve ark., 2007; Nielsch ve ark., 2007; Shen ve ark., 2012). Bu yöntemler arasında, magnetron püskürtme tekniği, düşük maliyeti ve endüstriyel uygulamalar için çeşitli alt tabakalar üzerine ince film biriktirme yeteneği nedeniyle son birkaç on yılda önemli ölçüde ilgi görmüştür. Magnetron püskürtme, yüksek hızlı biriktirme, yoğun film yapısı ve filmde alt tabakaya mükemmel yapışma sunar.

Bu çalışmanın temel motivasyonu, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmlerinin üretimi ve karakterizasyonu üzerindeki literatürdeki eksiklikleri gidermektir. Özellikle, radyo frekans (RF) ve doğru akım (DC) magnetron püskürtme yöntemleri ile elde edilen bu ince filmlerin özellikleri üzerine sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Mevcut literatürde, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmlerinin farklı yöntemlerle üretilmesi üzerine bazı çalışmalar yapılmış, ancak RF ve DC magnetron ortak püskürtme tekniği ile bu spesifik kombinasyonun detaylı bir şekilde incelenmesi eksik kalmıştır. Önceki çalışmalarda, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmleri, genellikle sol-jel, kimyasal buhar biriktirme (CVD) veya diğer yöntemlerle sentezlenmiş ve çeşitli uygulamalar için optik ve manyetik özellikleri araştırılmıştır (Kamal ve ark., 2024). Örneğin, bazı araştırmalar Ni'nin, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 'ün manyetik özelliklerini geliştirebileceğini ve bu sayede potansiyel uygulamalarda (örneğin, manyetik depolama, sensörler) avantaj sağlayabileceğini göstermiştir.

Bu çalışmada, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmin, X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı X-ışını (EDX) analizi, UV-VIS spektroskopisi ve X-ray fotoelektron spektroskopisi (XPS) gibi kapsamlı karakterizasyon teknikleri ile incelenmesi, daha önceki çalışmalarda elde edilen verilerin üzerine yeni bulgular eklemeyi amaçlamaktadır. Ayrıca, elde edilen sonuçların, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmlerinin potansiyel uygulamaları için daha fazla bilgi sağlaması beklenmektedir. Bildiğimiz kadarıyla, magnetron ortak püskürtme yöntemiyle elde edilen Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmlerin yüzey özellikleri üzerine yapılan araştırmalarda eksiklik bulunmaktadır. Sonuç olarak, bu çalışma, literatürdeki boşlukları doldurarak, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmlerinin özelliklerini daha iyi

anlamayı ve bu malzemelerin çeşitli teknolojik uygulamalardaki potansiyelini ortaya koymayı hedeflemektedir.

Bu çalışma, RF ve DC magnetron ortak püskürtme tekniği ile cam üzerinde üretilen Ni katkılı α -Fe₂O₃ ince filmin yapısal ve yüzeysel özelliklerini XRD, SEM ve EDX ile karakterize ederken, optik özelliklerini ise soğurma spektrumu ile incelemiştir.

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada, RF ve DC magnetron püskürtme tekniği kullanılarak 450 °C alttaş sıcaklığında Ni katkılı α -Fe₂O₃ ince film, cam altlık üzerine biriktirilmiştir. Her biri 2 inçlik Fe (%99,99 saflık) ve Ni (%99,99 saflık) püskürtme hedefleriyle büyütülmüştür. Bu püskürtme tabancaları, 13,56 MHz frekansında çalışan bir RF plazma kaynağına bağlanmıştır. Fe hedefine 200 W'lık sabit bir RF gücü uygulanırken, Ni hedefindeki DC püskürtme voltajı 80 W uygulanmıştır. Biriktirmeden önce, alttaş ile ince film, tabakası arasında güçlü yapışmayı sağlamak için alttaşa ultrasonik temizleme uygulanmıştır. Hedef ile alttaş arasındaki mesafe her iki hedef için de 57 mm olarak ayarlanmıştır; alttaş plakası vakum odasının tepesine yerleştirilmiştir. Büyütme sırasında alttaşın 3 rpm hızında döndürülmesi sağlanmıştır. Vakum odası, mekanik bir pompa ve turbo moleküler pompa kullanılarak 2×10^{-6} Torr'a boşaltılmıştır ve ardından yüksek saflıkta (%99,99) Ar gazı ile doldurulmuştur. Ar ve O₂ akışları, büyütme esnasında sırasıyla 41 sccm ve 4 sccm akış hızları olarak ayarlanmıştır. Oda basıncı $7,7 \times 10^{-3}$ Torr' da tutulmuştur. Büyütme işlemi 35 dakika sürmüştür ve alttaşın yalnızca üst yüzeyi Ni katkılı α -Fe₂O₃ ile kaplanmıştır. Elde edilen Ni katkılı α -Fe₂O₃ ince filmi, UV-VIS-NIR spektrofotometrisi, EDX, X-ışını kırınımı, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile karakterize edilmiştir. Specs-Flex sistem kullanılarak 1486,6 elektron volt X-ışını enerjisinde XPS ölçümü gerçekleştirilmiştir. Ölçüm için X-ışınlarının kaynağı olarak görev yapan bir alüminyum anot 15 kV ve 400 W'da çalıştırılmıştır. İnce film yapısını incelemek amacıyla XRD ölçümü için CuK α 1 ($\lambda = 1,5406$ Å) kaynağına sahip bir Panalytical Empyrean cihaz kullanılmıştır. İnce filmin optik karakteristiği LAMBDA 1050 UV/VIS/NIR spektrofotometresi kullanılarak değerlendirilmiştir. Yüzey analizi için Zeiss Sigma300 model taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. AFM-500II kullanılarak ince film yüzey topografisi incelenmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

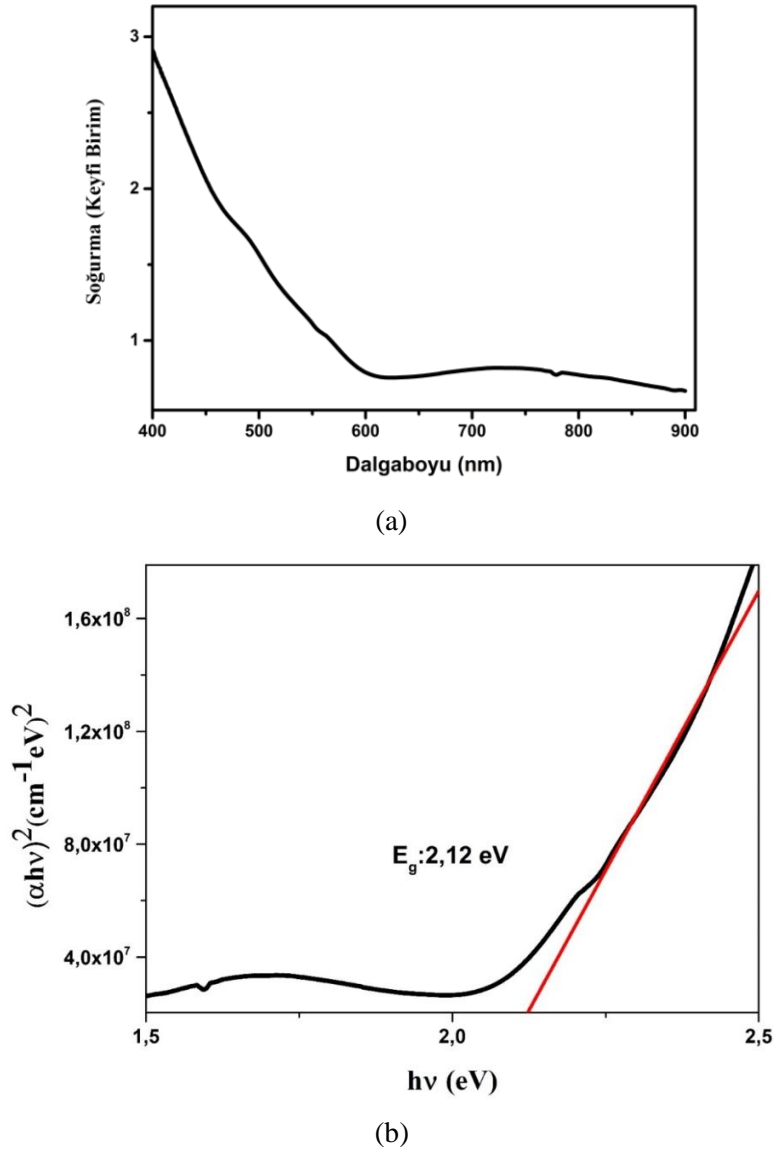
İnce filmin 400-900 nm dalga boyu aralığında yakalanan optik soğurma spektrumu Şekil 1a'da gösterilmektedir. Yarıiletken malzemelerde kenarlara yakın optik absorpsiyon için standart bir bağlantı kullanılarak veriler analiz edilmiştir. Absorpsiyon katsayısı (α) aşağıdaki formül kullanılarak belirlenmiştir;

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \frac{1}{T}$$

Burada d , ince filmin kalınlığını temsil eder ve T , geçirgenliği belirtir. İnce filmin optik bant aralığı enerjisi (E_g) değeri, yerleşik Tauc denklemi kullanılarak hesaplanmıştır (Tauc ve ark., 1966).

$$\alpha hv = A(hv - E_g)^n$$

Bu denklemde n , optik geçişin türüne göre belirlenen üstür (doğrudan ve dolaylı geçiş için sırasıyla $n=0,5$ ve 2), h Planck sabitidir, hv fotonun enerjisini temsil eder, E_g bant aralığı enerjisini belirtir ve A , yük taşıyıcıların etkin kütlelerine bağlı bir sabittir. Eğrinin doğrusal kısmının ekstrapolasyonu bant aralığı enerjisi (E_g) değeri $(\alpha hv)^2$ ve hv grafiği kullanılarak belirlenmiştir. Birlikte püskürtülmüş ince film için hesaplanan bant aralığı enerji değeri, Şekil 1b'de gösterildiği gibi 2,12 eV olarak hesaplanmıştır. Bu değer, mevcut literatürde rapor edilen deneysel doğrudan optik bant aralığı değeriyle uyumludur (Kayani ve ark., 2015; Demircioğlu ve Demir, 2021).



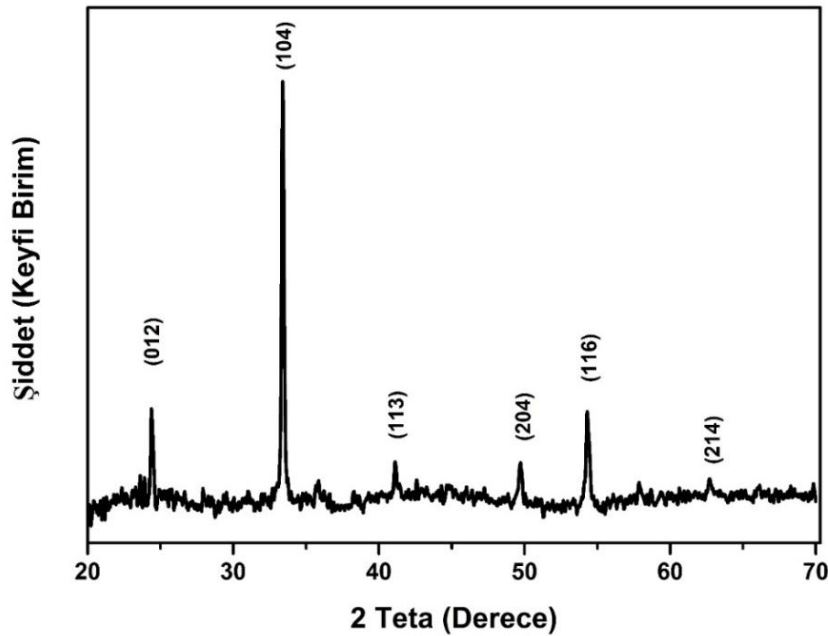
Şekil 1. Üretilen Ni katkılı Fe₂O₃ ince filmin a) soğurma spektrumu b) Tauc eğrisi.

Üretilen Fe₂O₃ ince filmin 20° ila 70° 2θ açısı aralığında X-ışını kırınım modeli Şekil 2'de gösterilmektedir. (JCPDS Kart No. 33-0664'e göre), yaklaşık olarak belirgin 2θ tepe modelleri 24°, 33°, 41°, 49°, 53° ve 63° (012), (104), (113), (204), (116) ve (214)'e karşılık gelmektedir. Fe₂O₃'ün tipik hematit fazını temsil eden düzlemler hem a hem de b'nin 5,034 Å ve c'nin 13,721 Å olduğu yapısal boyutları içerir (More ve ark., 2017; Tian ve ark., 2019; Mokhtari ve ark., 2020; Dayanand ve ark., 2021; Li ve ark., 2021). Pik şiddetlerindeki farklılıklar ve piklerin konumlarındaki kaymalar, Ni atomlarının hematit yapısına girdiği şeklinde yorumlanabilir. Ni ve Fe iyonlarının iyonik yarıçapları oldukça yakındır; sırasıyla 0,069 nm ve 0,064 nm değerlerine sahiptirler. Ancak, değerlikleri farklıdır: Ni +2, Fe ise +3 değerindedir. Bu nedenle, yük dengesinin sağlanması için her iki Fe⁺³ iyonunun üç Ni⁺² iyonuyla yer değiştirmesi gerekecektir. Bu durum, yapıda dislokasyonlar (kusurlar) oluşmasına yol açabilir (Ateş ve ark., 2021).

Ana kırınım pikinin genişliğinin yarısına dayalı olarak ince filmdeki ortalama kristalit boyutunu belirlemek için Scherrer formülü uygulanmıştır (Salari ve ark., 2019a; Salari ve ark., 2019b):

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta}$$

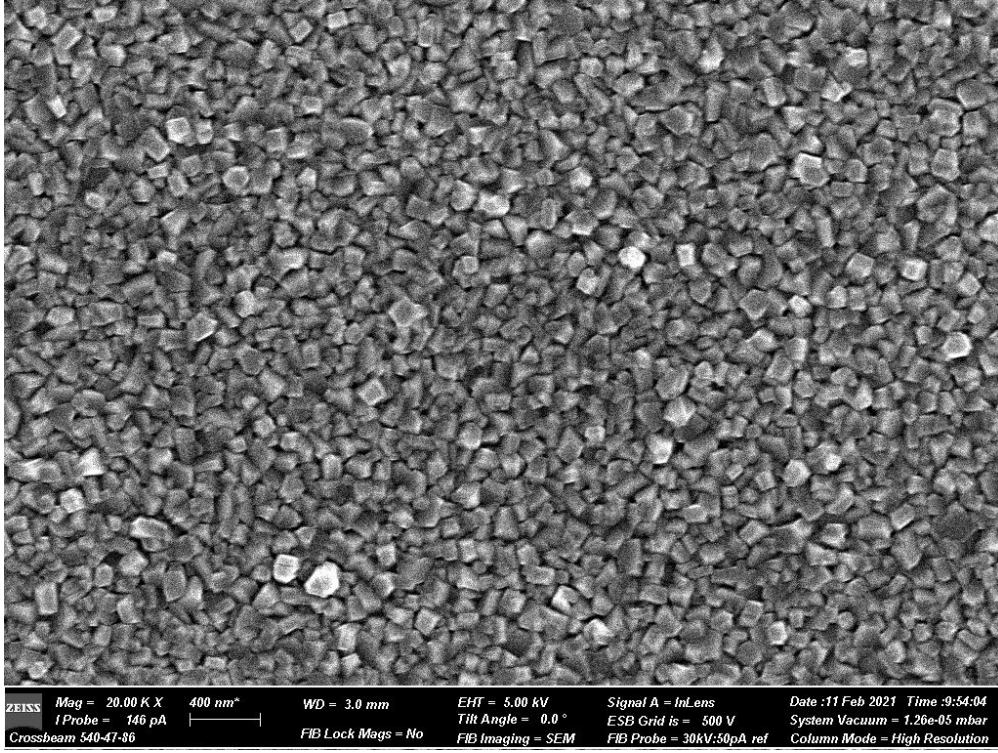
Burada λ, X-ışını dalga boyudur (1,5406 Å), β, kırınım desenindeki (radyan cinsinden) pikin yarı maksimumundaki tam genişliğidir (FWHM), θ kırınım açısıdır ve D kristalit çapıdır. 18 nm'lik ortalama kristalit boyutu, filmin yapısının nanokristalin olduğunu göstermektedir.



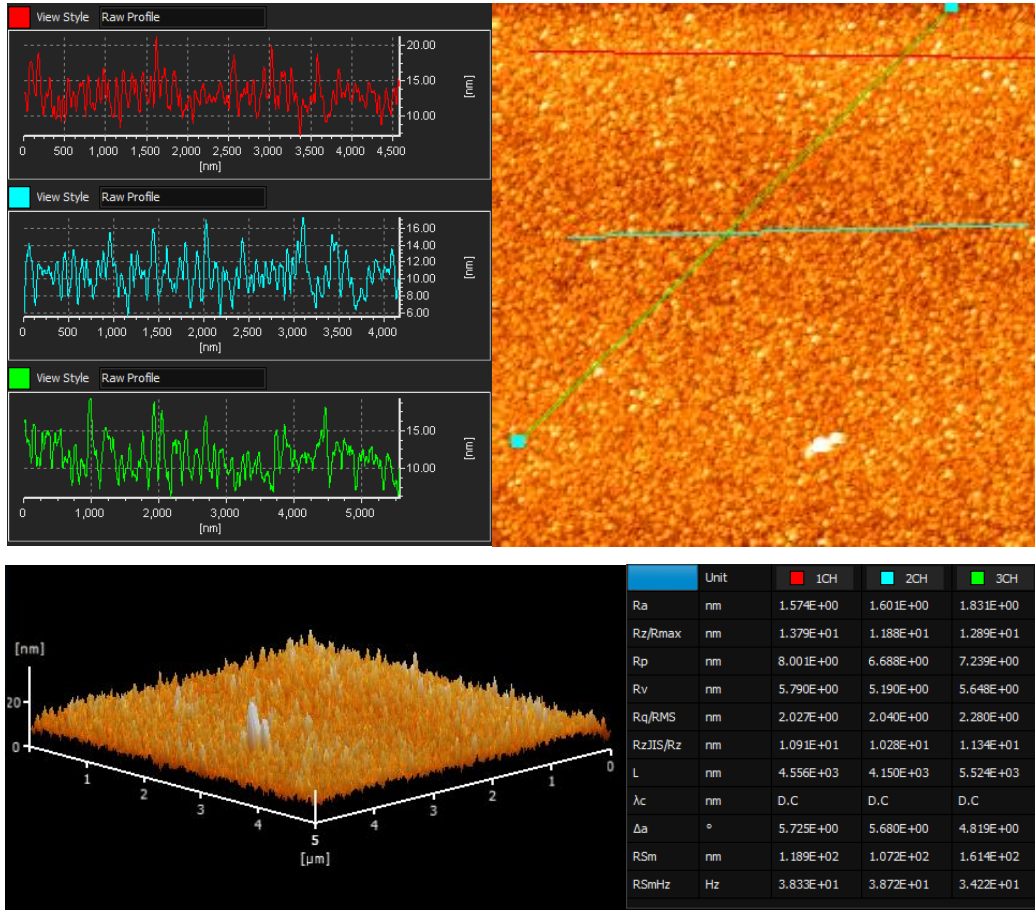
Şekil 2. Üretilen Ni katkılı Fe₂O₃ ince filmin X-ışını kırınımı (XRD) spektrumu.

Ni katkılı Fe_2O_3 ince filmin yüzey morfolojisini araştırmak için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır ve Şekil 3(a)'da elde edilen SEM görüntüsü sunulmuştur. Ni katkılı hematit filmdeki parçacık boyutu, magnetron püskürtme yoluyla üretilen Ni katkılı hematit ince filmlerde gözlemlenen boyutlarla aynı mertebede olup ortalama 80 nm civarındadır (Glasscock ve ark., 2007). Şekil, ince filmin, cam alttaşı net tane sınırları ile karakterize edilen nanoyapılarla etkili bir şekilde kaplayan yoğun bir yapı sergilediğini göstermektedir. Kristal parçacıklarının iyi organize edilmiş hizalanması, büyüyen filmde yüksek kaliteli bir kristal yapı olduğunu göstermiştir. Numunenin yüzey yapısının boş alanlar olmadan genellikle farklı boyut ve morfolojilere sahip nano boyutlu parçacıklardan oluşan kümelenmiş bir düzenlenme sergilediği görülmüştür.

İnce film yüzey özellikleri Şekil 3(b)'de gösterildiği gibi AFM kullanılarak da analiz edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü ince filmdeki yük taşınımı için çok önemlidir ve ince film cihaz uygulamalarında herhangi bir yüzey arası katmanın özelliklerini belirler. 2D AFM mikrografları SEM görüntülerine benzerlikler gösterir. 3D gösterimlerde ince film, iğne şeklindeki yapıların tutarlı bir şekilde varlığını göstermektedir. Mikroskobik tepe ve vadilerin yüzey ölçümlerinin kök ortalama karesi, RMS veya yüzey pürüzlülüğünü verir. Bu filmin RMS yüzey pürüzlülüğü yaklaşık 2,12 nm'dir, bu da Ni: Fe_2O_3 filminin düşük bir pürüzlülüğe ve pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğunu gösterir. Bu değer, aynı zamanda ince filmin düzgün ve homojen bir yüzey morfolojisine sahip olduğunu göstermektedir. Literatürde, farklı yöntemler ve malzemeler kullanılarak elde edilen ince film yüzey pürüzlülük değerleri genellikle 1 nm ile 10 nm arasında değişmektedir (Bhowmik ve ark., 2020). Örneğin, benzer ince filmlerde pürüzlülük değerlerinin 3 nm'den yüksek olduğu gözlemlenmiştir (Ubale ve Belkhedkar, 2015). Dolayısıyla, bu çalışma, pürüzlülük açısından, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 'ün iyi bir yüzey kalitesine sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Ni katkılı Fe_2O_3 numunesi, Enerji Dağılımlı X-ışını analizi kullanılarak bir element analizine de tabi tutulmuştur. Şekil 4, hazırlanan numunenin demir, oksijen ve nikel elementlerini içerdiğini göstermektedir.



(a)



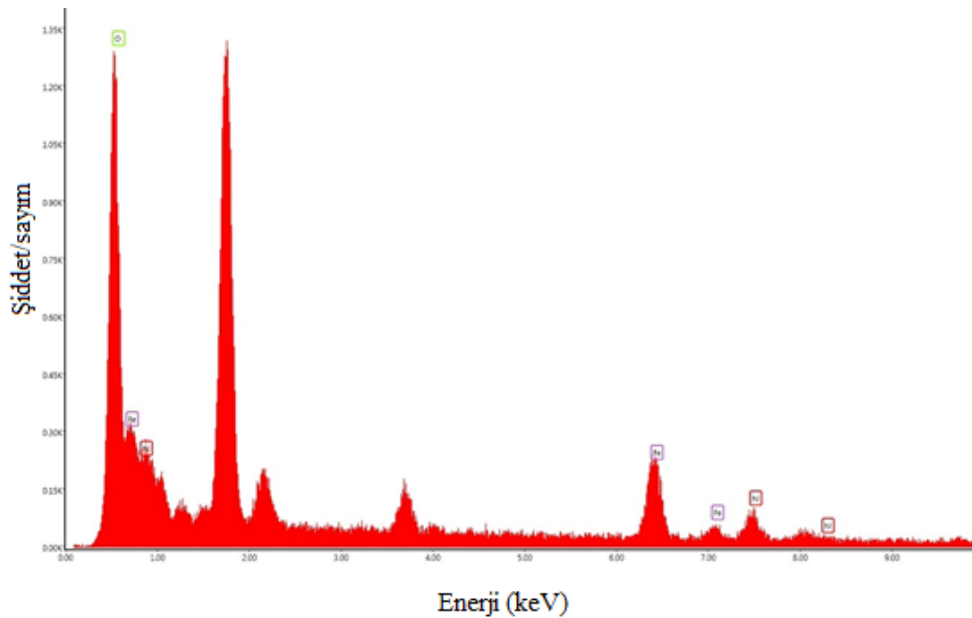
(b)

Şekil 3. Üretilen Ni katkılı Fe₂O₃ ince filmin a) SEM ve b) AFM özellikleri.

İnce filmin kimyasal bileşimi enerji dağılımlı X-ışını (EDX) analizi kullanılarak doğrulanabilir. Elde edilen spektrum Şekil 4'te gösterilmiştir. Tablo 1, element bileşimi sonuçlarını yüzde olarak sunmaktadır. EDX analizi, ince filmin iyi kalitede olduğunu ve XRD sonuçlarıyla tutarlı olarak yaygın olarak karşılaşılan herhangi bir safsızlıktan arınmış olduğunu ortaya koymaktadır. Ni katkılı Fe₂O₃ ince filminde, demir, oksijen ve nikelin atom yüzdeleri (% at) sırasıyla %23,92, %69,79 ve 6,29'dur (Şekil 4). EDX tepeleri ayrıca nikel katkısının varlığını da göstermektedir. Nikelin nominal katkılama oranı, nikelin bir alaşım veya metalurjik süreçteki katkı oranını ifade eder. Bu çalışmada Ni nominal katkılama oranı %6,3'tür.

Tablo 1. EDX spektrumunun sonucu.

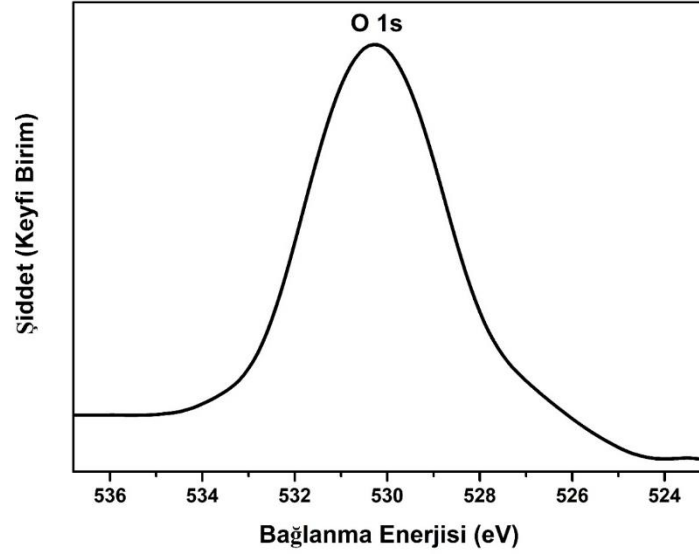
Element	Ağırlık %	Atomik %
O K	39,23	69,79
Ni K	17,74	6,29
Fe K	43,03	23,92



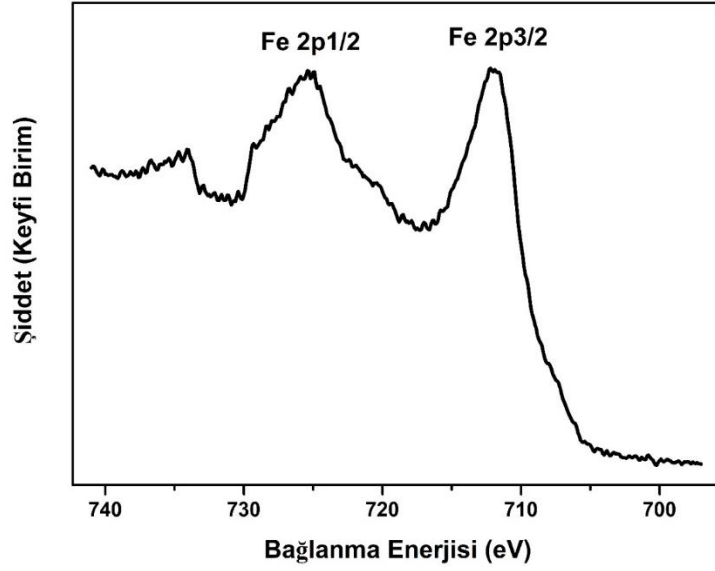
Şekil 4. Üretilen Ni katkılı Fe₂O₃ ince filmin EDX spektrumu.

XPS spektrumu, Ni katkılı Fe₂O₃ ince filmin elektronik bilgilerini analiz etmek için kullanılmıştır. Spektrumdan (Şekil 5) filmlerde Fe, O ve Ni' in mevcut olduğu bulunmuştur. Filmde Fe 2p_{3/2}, Ni 2p_{3/2} ve O 1s'lerin güçlü sinyalleri yakalandı. Şekilde sırasıyla Fe 2p_{3/2} ve Fe 2p_{1/2} ile tutarlı olan 711,50 eV ve 725,62 eV' de pikler gözlemlenmiştir. Fe 2p_{3/2} pikinin, spin-orbital eşleşmesinin neden olduğu Fe 2p_{1/2} pikinden daha keskin ve daha güçlü olduğu açıklanmıştır (Aragón ve ark., 2016). Fe 2p_{3/2} ve Fe 2p_{1/2} arasındaki 14,12 eV'lik enerji farkı literatürle iyi bir uyum içindedir (Zhao ve ark., 2014). Bu iki tepe noktası Fe₂O₃'teki tipik Fe³⁺ durum tepe noktalarıdır (Jiang ve ark., 2015). α-Fe₂O₃'ün oksijen

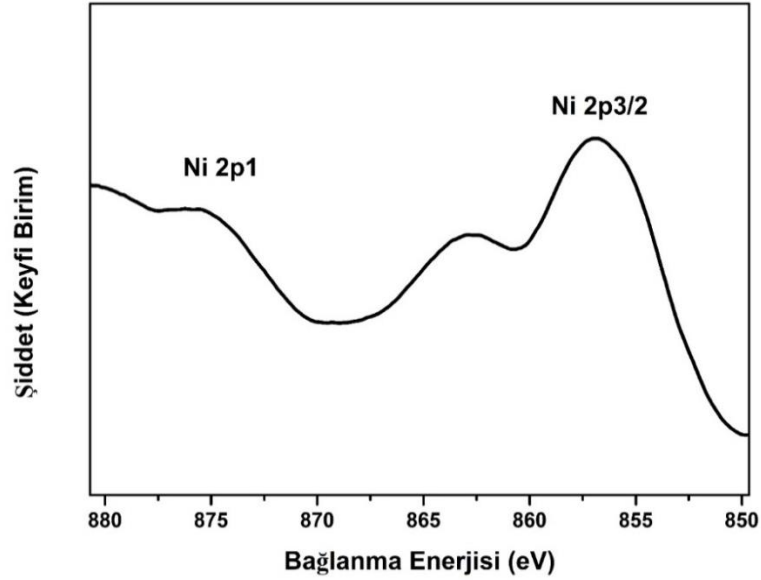
atomları, O1s spektrumunun Şekil 5'te bir tepe noktası (530,30 eV) olarak temsil edilmiştir. Ayrıca şekilde sırasıyla Ni 2p_{3/2} ve Ni 2p₁ ile tutarlı olan 857 eV ve 876 eV'de pikler gözlemlenmiştir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 5. Üretilen Ni katkılı Fe_2O_3 ince filmin a) O, b) Fe ve c) Ni için XPS araştırması.

4. Sonuç

Bu çalışmada, radyo frekans (RF) ve doğru akım (DC) magnetron ortak püskürtme yöntemi kullanılarak Ni katkılı Fe_2O_3 'ün ince bir filmi başarıyla sentezlenmiştir. X-ışını kırınımı (XRD) analizi, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filminde nanokristal bir yapıya işaret ederken, Raman ölçümleri hematit yapısının varlığını doğrulamıştır. Hematit ince filmin enerji bant aralığı 2,12 eV olarak belirlenmiştir. Bu yönden çalışma, Ni katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 'ün nanokristal yapısı ve enerji bant aralığı gibi parametreleri detaylandırarak mevcut literatüre yeni veriler eklemektedir. Özellikle enerji bant aralığının belirlenmesi, malzemenin optik özelliklerini ve potansiyel uygulamalarını anlamak için kritik öneme sahiptir. AFM ve SEM araştırmaları, tüm yüzeyi kaplayan, ince taneli, 80 nm tanecik boyutuna ve 2,12 nm RMS pürüzlülüğe sahip tutarlı bir yüzey morfolojisi ortaya çıkarmıştır. İnce taneli yapının ve düşük pürüzlülüğün varlığı, bu filmlerin elektronik ve optoelektronik uygulamalardaki potansiyelini artırmaktadır. Sonuç olarak, bu çalışma, basit bir teknik kullanılarak Fe_2O_3 'ü Ni safsızlığı ile katılama süreci hakkında bilgiler sağlamaktadır.

Teşekkür

Çalışma, herhangi bir kurum ya da kuruluş tarafından desteklenmemiştir.

Çıkar Çatışması Beyanı

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Arařtırmacıların Katkı Oranı Beyan Özeti

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan ederler.

Kaynakça

- Abdolahpour Salari M., Merhan Muđlu G., řenay V., Saritař S., Kundakçı M. Analysis of optical, structural, and morphological properties of a Ti-doped α -Fe₂O₃ thin film produced through RF and DC magnetron Co-sputtering. *Ceramics International* 2024; 50(20): 39221-39225.
- Al-Gaashani R., Radiman S., Tabet N., Daud A. Rapid synthesis and optical properties of hematite (α -Fe₂O₃) nanostructures using a simple thermal decomposition method. *Journal of Alloys and Compounds* 2013; 550: 395-401.
- Al-Kuhaili M., Saleem M., Durrani S. Optical properties of iron oxide (α -Fe₂O₃) thin films deposited by the reactive evaporation of iron. *Journal of Alloys and Compounds* 2012; 521: 178-182.
- Annamalai A., Shinde PS., Subramanian A., Kim JY., Kim JH., Choi SH., Lee JS., Jang JS. Bifunctional TiO₂ underlayer for α -Fe₂O₃ nanorod based photoelectrochemical cells: enhanced interface and Ti⁴⁺ doping. *Journal of Materials Chemistry A* 2015; 3(9): 5007-5013.
- Aragón FF., Ardisson JD., Aquino JC., Gonzalez I., Macedo WA., Coaquira JA., Mantilla J., da Silva SW., Morais PC. Effect of the thickness reduction on the structural, surface and magnetic properties of α -Fe₂O₃ thin films. *Thin Solid Films* 2016; 607: 50-54.
- Ateř T., Köytepe S., Bulut N., & Kaygili O. Ni katkısının Fe₂O₃'ün yapısal özellikleri üzerine etkilerinin araştırılması. *International Journal of Innovative Engineering Applications*, 2021; 5(2), 81-87.
- Aydın C., Mansour SA., Alahmed Z., Yakuphanođlu F. Structural and optical characterization of sol-gel derived boron doped Fe₂O₃ nanostructured films. *Journal of Sol-gel Science and Technology* 2012; 62: 397-403.
- Basavegowda N., Mishra K., Lee YR. Synthesis, characterization, and catalytic applications of hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles as reusable nanocatalyst. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology* 2017; 8(2): 025017.
- Beermann N., Vayssieres L., Lindquist SE., Hagfeldt A. Photoelectrochemical studies of oriented nanorod thin films of hematite. *Journal of the Electrochemical Society* 2000; 147(7): 2456.
- Bhowmik R., Choudhary R., Mitra P., Reddy V., Sinha A. Dimensionality induced enhancement of ferromagnetic spin order and ferroelectric polarization in Ga doped α -Fe₂O₃ thin films. *Applied Surface Science* 2022; 573: 151609.
- Bohra M., Venkataramani N., Prasad S., Kumar N., Misra DS., Sahoo SC., Krishnan R. RF sputter deposited nanocrystalline (110) magnetite thin film from α -Fe₂O₃ target. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 2007; 7(6): 2055.

- Can MM., Coşkun M., Fırat TA. Comparative study of nanosized iron oxide particles; magnetite (Fe_3O_4), maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) and hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), using ferromagnetic resonance. *Journal of Alloys and Compounds* 2012; 542: 241-247.
- Can MM., Özcan Ş., Fırat T. Magnetic behaviour of iron nanoparticles passivated by oxidation. *Physica Status Solidi C* 2006; 3(5): 1271-1278.
- Chen J., Xu L., Li W., Gou X. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanotubes in gas sensor and lithium-ion battery applications. *Advanced Materials (Weinheim)* 2005; 17: 582-586.
- Chiriță M., Grozescu I. Fe_2O_3 -nanoparticles, physical properties and their photochemical and photoelectrochemical applications. *Chemical Bulletin of Politehnica* 2009; 54(68).
- Chueh YL., Lai MW., Liang JQ., Chou LJ., Wang ZL. Systematic study of the growth of aligned arrays of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and Fe_3O_4 nanowires by a vapor–solid process. *Advanced Functional Materials* 2006; 16(17): 2243-2251.
- Congolo S., Madito M., Paradzah AT., Harrison AJ., Elnour HMAM., Krüger T., Diale M. Reduction of recombination rates due to volume increasing, annealing, and tetraethoxysilicate treatment in hematite thin films. *Applied Nanoscience* 2020; 10: 1957-1967.
- Dayanand Chahar, M., Pathak DK., Thakur O., Vankar V., Kumar, R. Deposition of single phase polycrystalline $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ thin film on silicon and silica substrates by spray pyrolysis. *Silicon* 2021; 13: 3361-3366.
- Demircioğlu A., Demir KÇ. Effects of annealing on structural, morphological, and corrosion properties of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ thin films. *Journal of Electronic Materials* 2021; 50(5): 2750-2760.
- Dghoughi L., Elidrissi B., Bernede C., Addou M., Lamrani MA., Regragui M., Erguig H. Physico-chemical, optical and electrochemical properties of iron oxide thin films prepared by spray pyrolysis. *Applied Surface Science* 2006; 253(4): 1823-1829.
- Durães L., Moutinho A., Seabra IJ., Costa BF., de Sousa HC., Portugal A. Characterization of iron (iii) oxide/hydroxide nanostructured materials produced by sol–gel technology based on the $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} - \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} - \text{CH}_3\text{CO}_2\text{CH}_2\text{O}$ system. *Materials Chemistry and Physics* 2011; 130(1-2): 548-560.
- Emin S., De Respinis M., Mavrič T., Dam B., Valant M., Smith W. Photoelectrochemical water splitting with porous $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ thin films prepared from Fe/Fe-oxide nanoparticles. *Applied Catalysis A: General* 2016; 523: 130-138.
- Garrido-Ramírez E., Mora M., Marco J., Ureta-Zañartu M. Characterization of nanostructured allophane clays and their use as support of iron species in a heterogeneous electro-fenton system. *Applied Clay Science* 2013; 86: 153-161.
- Ge J., Tian J., Zhuo L., Chen H., Tang B. Fabrication of self-assembled iron oxide hierarchical nanostructures and their application in water treatment. *Solid State Sciences* 2011; 13(8): 1554-1559.

- Glasscock JA., Barnes PR., Plumb IC., Savvides N. Enhancement of photoelectrochemical hydrogen production from hematite thin films by the introduction of Ti and Si. *The Journal of Physical Chemistry C* 2007; 111(44): 16477-16488.
- Gmucová K., Weis M., Nádaždy V., Capek I., Šatka A., Chitu L., Cirák J., Majkova E. Effect of charged deep states in hydrogenated amorphous silicon on the behavior of iron oxides nanoparticles deposited on its surface. *Applied Surface Science* 2008; 254(21): 7008-7013.
- Grine A., Zehani F., Khennaoui B., Bouremmad F., Zaioune H. Effect of precursor concentration and annealing temperature on the structural, optical and electrical properties of pure α -Fe₂O₃ thin films elaborated by the spin-coating method. *Materials Chemistry and Physics* 2022; 276: 125367.
- Guo Z., Shin K., Karki AB., Young DP., Kaner RB., Hahn HT. Fabrication and characterization of iron oxide nanoparticles filled polypyrrole nanocomposites. *Journal of Nanoparticle Research* 2009; 11: 1441-1452.
- Gurmen S., Ebin B. Production and characterization of the nanostructured hollow iron oxide spheres and nanoparticles by aerosol route. *Journal of Alloys and Compounds* 2010; 492(1-2): 585-589.
- Gurmen S., Ebin B., Stopić S., Friedrich B. Nanocrystalline spherical iron–nickel (Fe–Ni) alloy particles prepared by ultrasonic spray pyrolysis and hydrogen reduction (USP-HR). *Journal of Alloys and Compounds* 2009; 480(2): 529-533.
- Hahn NT., Ye H., Flaherty DW., Bard AJ., Mullins CB. Reactive ballistic deposition of α -Fe₂O₃ thin films for photoelectrochemical water oxidation. *ACS Nano* 2010; 4(4): 1977-1986.
- Hamed MH., Mueller DN., Müller M. Thermal phase design of ultrathin magnetic iron oxide films: from Fe₃O₄ to γ -Fe₂O₃ and FeO. *Journal of Materials Chemistry C* 2020; 8(4): 1335-1343.
- Han R., Li W., Pan W., Zhu M., Zhou D., Li FS. 1D magnetic materials of Fe₃O₄ and Fe with high performance of microwave absorption fabricated by electrospinning method. *Scientific Reports* 2014; 4(1): 7493.
- Hessam R., Najafisayar P. The effects of applied current density and bath concentration on the morphology, crystal structure and optical properties of electrodeposited hematite thin films. *Thin Solid Films* 2019; 692: 137633.
- Hiralal P., Saremi-Yarahmadi S., Bayer BC., Wang H., Hofmann S., Wijayantha KU., Amaratunga GA. Nanostructured hematite photoelectrochemical electrodes prepared by the low temperature thermal oxidation of iron. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 2011; 95(7): 1819-1825.
- Hjiri M. Highly sensitive NO₂ gas sensor based on hematite nanoparticles synthesized by sol–gel technique. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 2020; 31(6): 5025-5031.
- Hu YS., Kleiman-Shwarscstein A., Forman AJ., Hazen D., Park JN., McFarland EW. Pt-doped α -Fe₂O₃ thin films active for photoelectrochemical water splitting. *Chemistry of Materials* 2008; 20(12): 3803-3805.

- Huang MC., Chang WS., Lin JC., Chang YH., Wu CC. Magnetron sputtering process of carbon-doped α -Fe₂O₃ thin films for photoelectrochemical water splitting. *Journal of Alloys and Compounds* 2015; 636: 176-182.
- Jiang Z., Jiang D., Wei W., Yan Z., Xie J. Natural carbon nanodots assisted development of size-tunable metal (Pd, Ag) nanoparticles grafted on bionic dendritic α -Fe₂O₃ for cooperative catalytic applications. *Journal of Materials Chemistry A* 2015; 3(46): 23607-23620.
- Kalyanaraman R., Yoo S., Krupashankara M., Sudarshan T., Dowding R. Synthesis and consolidation of iron nanopowders. *Nanostructured Materials* 1998; 10(8): 1379-1392.
- Kamal A., Razia ET., Zahra M., Sardar S., Mumtaz A. Monitoring the synergistic effect of Mn/Ni Co-doping and morphological engineering in α -Fe₂O₃ for energy storage capacity as battery type electrode material. *International Journal of Hydrogen Energy* 2024; 88, 1280-1292.
- Kayani ZN., Afzal A., Butt MZ., Batool I., Arshad S., Ali Y., Riaz S., Naseem S. Structural, optical and magnetic properties of iron oxide nano-particles. *Materials Today: Proceedings* 2015; 2(10): 5660-5663.
- Khedr M., Halim KA., Soliman N. Effect of temperature on the kinetics of acetylene decomposition over reduced iron oxide catalyst for the production of carbon nanotubes. *Applied Surface Science* 2008; 255(5): 2375-2381.
- Kojima H., Hanada K. Origin of coercivity changes during the oxidation of Fe₃O₄ to γ -Fe₂O₃. *IEEE Transactions on Magnetism* 1980; 16(1): 11-13.
- Li M., Liu H., Pang S., Yan P., Liu M., Ding M., Zhang B. Facile fabrication of three-dimensional fusiform-like α -Fe₂O₃ for enhanced photocatalytic performance. *Nanomaterials* 2021; 11(10): 2650.
- Li SS., Li WJ., Jiang TJ., Liu ZG., Chen X., Cong HP., Liu JH., Huang YY., Li LN., Huang XJ. Iron oxide with different crystal phases (α - and γ -Fe₂O₃) in electroanalysis and ultrasensitive and selective detection of lead (II): an advancing approach using XPS and EXAFS. *Analytical Chemistry* 2016; 88(1): 906-914.
- Ma Y., Xie XY., Chen HY., Zhang TH., Debela TT. The growth mode of α -Fe₂O₃ thin films by DC magnetron sputtering. *Vacuum* 2021; 194: 110625.
- Miller EL., Paluselli D., Marsen B., Rocheleau RE. Low-temperature reactively sputtered iron oxide for thin film devices. *Thin Solid Films* 2004; 466(1-2): 307-313.
- Miller EL., Paluselli D., Marsen B., Rocheleau RE. Development of reactively sputtered metal oxide films for hydrogen-producing hybrid multijunction photoelectrodes. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 2005; 88(2): 131-144.
- Mirzaei A., Hashemi B., Janghorban K. α -Fe₂O₃ based nanomaterials as gas sensors. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 2016; 27: 3109-3144.
- Mishra M., Chun DM. α -Fe₂O₃ as a photocatalytic material: A review. *Applied Catalysis A: General* 2015; 498: 126-141.

- Miyashiro A. Oxidation and reduction in the Earth's crust with special reference to the role of graphite. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 1964; 28(5): 717-729.
- Mokhtari S., Dokhan N., Omeiri S., Berkane B., Trari M. Influence of pretreatment on the properties of α -Fe₂O₃ and the effect on photocatalytic degradation of methylene blue under visible light. *Water Science and Technology* 2020; 82(11): 2415-2424.
- Morales M., Serna C., Bødker F., Mørup S. Spin canting due to structural disorder in maghemite. *Journal of Physics: Condensed Matter* 1997; 9(25): 5461.
- Morales MDP., Veintemillas-Verdaguer S., Montero M., Serna C., Roig A., Casas L., Martínez B., Sandiumenge F. Surface and internal spin canting in γ -Fe₂O₃ nanoparticles. *Chemistry of Materials* 1999; 11(11): 3058-3064.
- More P., Jadhav P., Ghanwat A., Dhole I., Navale Y., Patil V. Spray synthesized hydrophobic α -Fe₂O₃ thin film electrodes for supercapacitor application. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 2017; 28: 17839-17848.
- MØrup S., Frandsen C., BØdker F., Klausen SN., Lefmann K., LindgÅrd PA., Hansen MF. Magnetic properties of nanoparticles of antiferromagnetic materials. Paper presented at the Mössbauer Spectroscopy: Proceedings of the Fifth Seeheim Workshop, held in Seeheim, Germany 2003, 21–25 May 2002.
- Namai A., Yoshikiyo M., Yamada K., Sakurai S., Goto T., Yoshida T., Miyazaki T., Nakajima M., Suemoto T., Tokoro H., Ohkoshi S. Hard magnetic ferrite with a gigantic coercivity and high frequency millimetre wave rotation. *Nature Communications* 2012; 3(1): 1035.
- Nielsch K., Bachmann J., Daub M., Jing J., Knez M., Gösele U., Barth S., Mathur S., Escrig J., Altbir D. Ferromagnetic nanostructures by atomic layer deposition: From thin films towards core-shell nanotubes. *ECS Transactions* 2007; 11(7): 139.
- Ortega D., Garitaonandia J., Barrera-Solano C., Dominguez M. Thermal evolution of the ferromagnetic resonance in Fe₂O₃/SiO₂ nanocomposites for magneto-optical sensors. *Sensors and Actuators A: Physical* 2008; 142(2): 554-560.
- Özdemir Ö., Dunlop DJ., Moskowitz BM. Changes in remanence, coercivity and domain state at low temperature in magnetite. *Earth and Planetary Science Letters* 2002; 194(3-4): 343-358.
- Randrianantoandro N., Mercier A., Hervieu M., Greneche J. Direct phase transformation from hematite to maghemite during high energy ball milling. *Materials Letters* 2001; 47(3): 150-158.
- Sahoo S., Agarwal K., Singh A., Polke B., Raha K. Characterization of γ - and α -Fe₂O₃ nano powders synthesized by emulsion precipitation-calcination route and rheological behaviour of α -Fe₂O₃. *International Journal of Engineering, Science and Technology* 2010; 2(8): 118-126.
- Salari M., Sağlam M., Baltakesmez A., Güzeldir B. Effect of electron radiation on electrical parameters of Zn/n-Si/Au–Sb and Zn/ZnO/n-Si/Au–Sb diodes. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 2019a; 319: 667-678.

- Salari M., Sağlam M., Güzeldir B. The protection from the effects of gamma rays of metal-semiconductor diodes by means of ZnO thin interface layer. *Radiation Physics and Chemistry* 2019b; 165: 108416.
- Saravanan P., Hsu JH., Sivaprahasam D., Kamat S. Structural and magnetic properties of γ -Fe₂O₃ nanostructured compacts processed by spark plasma sintering. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 2013; 346: 175-177.
- Sharma B., Sharma A. Enhanced surface dynamics and magnetic switching of α -Fe₂O₃ films prepared by laser assisted chemical vapor deposition. *Applied Surface Science* 2021; 567: 150724.
- Shen S., Jiang J., Guo P., Kronawitter CX., Mao SS., Guo L. Effect of Cr doping on the photoelectrochemical performance of hematite nanorod photoanodes. *Nano Energy* 2012; 1(5): 732-741.
- Sun HT., Cantalini C., Faccio M., Pelino M., Catalano M., Tapfer L. Porous silica-coated α -Fe₂O₃ ceramics for humidity measurement at elevated temperature. *Journal of the American Ceramic Society* 1996; 79(4): 927-937.
- Tahir AA., Wijayantha KU., Saremi-Yarahmadi S., Mazhar M., McKee V. Nanostructured α -Fe₂O₃ thin films for photoelectrochemical hydrogen generation. *Chemistry of Materials* 2009; 21(16): 3763-3772.
- Tauc J., Grigorovici R., Vancu A. Optical properties and electronic structure of amorphous germanium. *Physica Status Solidi* 1966; 15(2): 627-637.
- Tian J., Xue Y., Yu X., Pei Y., Zhang H., Wang J. Binding Fe₂O₃ nanoparticles in polydopamine-reduced graphene as negative electrode materials for high-performance asymmetric supercapacitors. *Journal of Nanoparticle Research* 2019; 21: 1-12.
- Ubale A., Belkhedkar M. Size dependent physical properties of nanostructured α -Fe₂O₃ thin films grown by successive ionic layer adsorption and reaction method for antibacterial application. *Journal of Materials Science & Technology* 2015; 31(1): 1-9.
- Vasquez MM., Zysler R., Arciprete C., Dimitrijewits M., Saragovi C., Greneche J. Magnetic interaction evidence in α -Fe₂O₃ nanoparticles by magnetization and Mössbauer measurements. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 1999; 204(1-2); 29-35.
- Vincent T., Gross M., Dotan H., Rothschild A. Thermally oxidized iron oxide nanoarchitectures for hydrogen production by solar-induced water splitting. *International Journal of Hydrogen Energy* 2012; 37(9): 8102-8109.
- Wang H., Mao J., Zhang Z., Zhang Q., Zhang L., Zhang W., Li P. Photocatalytic degradation of deoxynivalenol over dendritic-like α -Fe₂O₃ under visible light irradiation. *Toxins* 2019; 11(2): 105.
- Wang L., Lee CY., Schmuki P. Ti and Sn co-doped anodic α -Fe₂O₃ films for efficient water splitting. *Electrochemistry Communications* 2013; 30: 21-25.

- Zboril R., Mashlan M., Petridis D. Iron (III) oxides from thermal processes synthesis, structural and magnetic properties, Mössbauer spectroscopy characterization, and applications. *Chemistry of Materials* 2002; 14(3): 969-982.
- Zhao B., Kaspar T., Droubay T., McCloy J., Bowden M., Shutthanandan V., Heald S., Chambers S. Electrical transport properties of Ti-doped Fe₂O₃ (0001) epitaxial films. *Physical Review B—Condensed Matter and Materials Physics* 2011; 84(24): 245325.
- Zhao P., Li W., Wang G., Yu B., Li X., Bai J., Ren Z. Facile hydrothermal fabrication of nitrogen-doped graphene/Fe₂O₃ composites as high performance electrode materials for supercapacitor. *Journal of Alloys and Compounds* 2014; 604: 87-93.