

Nämnden för prövning av oredlighet i forskning
Box 2110
750 02 Uppsala

Sakkunnigutlåtande i ärende 20/0025

Undertecknad har på uppdrag av Nämnden för prövning av oredlighet i forskning (Dnr. 3.1-20/0025) granskat eventuell oredlighet i fyra vetenskapliga artiklar författade av forskare vid Linköpings universitet. Ärendet rör misstänkt fabricering av röntgendifraktogram i sammanlagt fem figurer i fyra artiklar publicerade mellan 2014 och 2019:

Figur 2 och Figur 13b i artikel [1]

Mahsa Pirhashemi, Sami Elhag, Aziz Habibi-Yangjeh, Galia Pozina, Magnus Willander and Omer Nur.

Polyethylene glycol-doped BiZn₂VO₆ as a high-efficiency solar-light-activated photocatalyst with substantial durability toward photodegradation of organic contaminations.

RSC Advances, 8 (2018) 37480-37491.

doi: 10.1039/c8ra06896h

Figur 4 i artikel [2]

Azam Khan, Jesper Edberg, Omer Nur and Magnus Willander.

A novel investigation on carbon nanotube/ZnO, Ag/ZnO and Ag/carbon nanotube/ZnO nanowires junctions for harvesting piezoelectric potential on textile.

Journal of Applied Physics, 116 (2014) 034505.

doi: 10.1063/1.4890306

Figur 2 i artikel [3]

Mushtaque Hussain, Zafar Hussain Ibupoto, Mazhar Ali Abbasi, Omer Nur and Magnus Willander.

Effect of anions on the morphology of Co₃O₄ nanostructures grown by hydrothermal method and their pH sensing application.

Journal of Electroanalytical Chemistry, 717-718 (2014) 78-82.

doi: 10.1016/j.jelechem.2014.01.011

Figur 3 i artikel [4]

Elfatih Mustafa, Aneela Tahira, Rania E. Adam, Zafar Hussain Ibupoto, Sami Elhag, Magnus Willander and Omer Nur.

Efficient Ni-Fe layered double hydroxides/ZnO nanostructures for photochemical water splitting.

Journal of Solid State Chemistry, 273 (2019) 186-191.

doi: 10.1016/j.jssc.2019.03.004

Metod

Originalartiklarna [1]-[4] har laddats ner med hjälp av respektive doi-länk den 1 juli 2020. De fem aktuella figurerna i dessa artiklar har med figurtext därefter kopierats in i detta dokument. De fem figurerna har dessutom kopierats in som bilder i PowerPointdokument där de har förstörats, beskurits och i tre fall omgrupperats. För varje figur har samma grad av förstoring använts för samtliga röntgendiffraktogram i figuren. Vertikala och horisontella stömlinjer samt i ett fall gröna rektanglar har därefter lagts in i bilderna. Slutligen har olikfärgade pilar lagts in som markerar identiskt brus i de olika röntgendiffraktogrammen i varje figur. De undersökta röntgendiffraktogrammen har därefter kopierats in i detta dokument och jämförts med avseende på absolut och relativ intensitet för diffraktionstopparna samt, framför allt, med avseende på bruset mellan diffraktionstopparna.

Bedömning av Figur 2 i artikel [1] (RSC Adv. 8 (2018) 37480)

Figur 2 nedladdad från doi: 10.1039/c8ra06896h

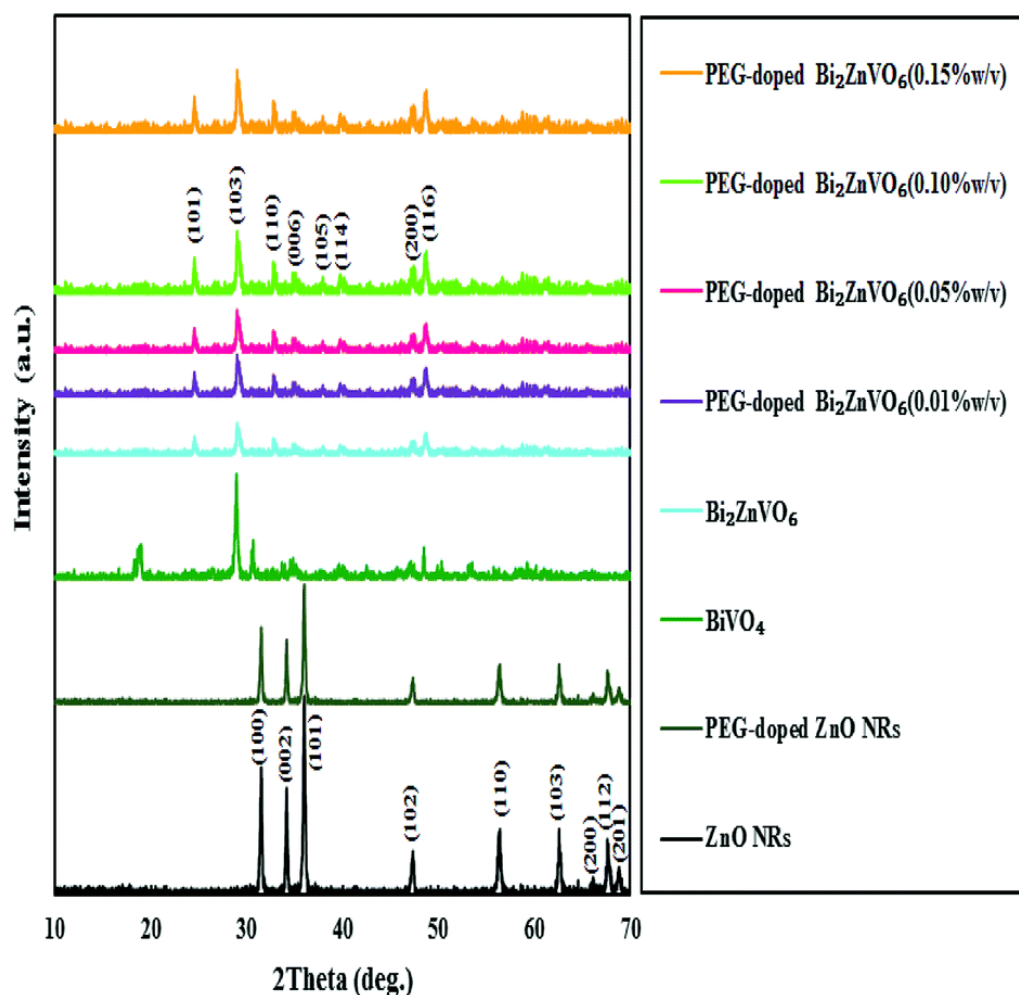
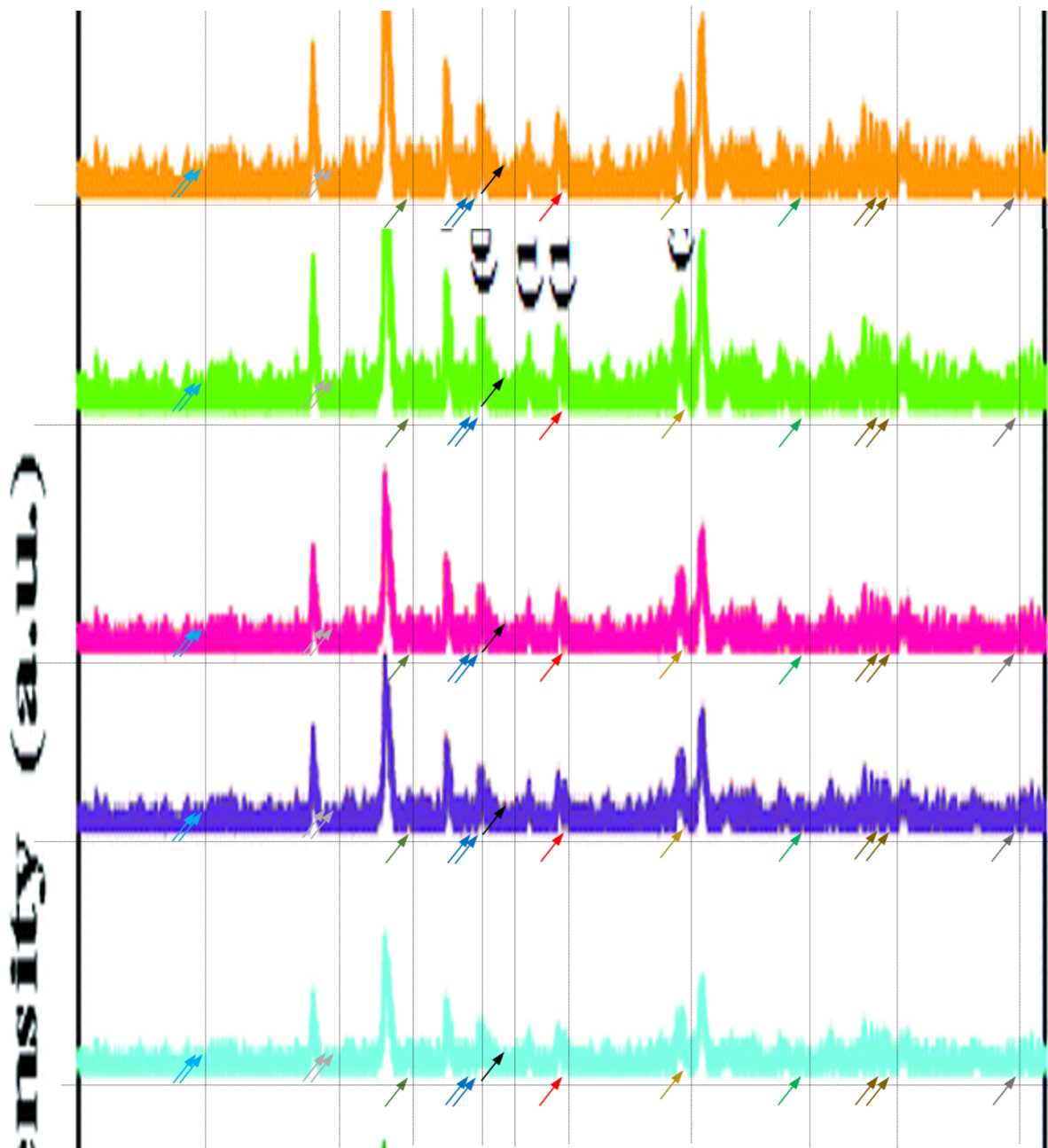


Fig. 2 XRD patterns for ZnO NRs, PEG-doped ZnO NRs, BiVO_4 , BiZn_2VO_6 , and PEG-doped BiZn_2VO_6 with different (w/v) percentages of PEG.

Enligt artikel [1] visar Figur 2 röntgendiffraktogram av åtta olika prover; ZnO NRs (svart), PEG-dopad ZnO NRs (mörkgrönt), BiVO_4 (grönt), Bi_2ZnVO_6 (ljusblått) och PEG-dopad Bi_2ZnVO_6 med 0,01 (lila), 0,05 (rött), 0,10 (ljusgrönt) och 0,15 (orange) procent PEG.

Figuren visar röntgendiffraktogram med typiska diffraktionstoppar för kristallina material. Dessa toppar varierar i intensitet, position (2Theta) och breddning beroende på vilken kemisk sammansättning, kristallstruktur och partikelstorlek de kristallina faserna i det analyserade provet har. För det understa provet i figuren (ZnO NRs) ses tydliga diffraktionstoppar markerade för respektive kristallplan i provet, t.ex. (100), (002) och (101). Mellan diffraktionstopparna syns så kallat brus (noise) som alltid uppkommer i experimentellt framtagna röntgendiffraktogram. Bruset är stokastiskt (slumpvist) fördelat vid denna typ av mätningar och varierar för varje mätning både för olika prover och om samma prov mäts om flera gånger. Bruset är således *aldrig identiskt* i två olika mätningar.



Analys av de fem översta röntgendiffraktogrammen i Figur 2 med stömlinjer och pilar inlagda. Bilden är en förstoring av en del av Figur 2. Det översta röntgendiffraktogrammet (orange) har flyttats vertikalt närmare de övriga för att underlätta jämförelse av diffraktogrammen.

Om man jämför de fem översta röntgendiffraktogrammen i Figur 2 för Bi_2ZnVO_6 , och PEG-dopad Bi_2ZnVO_6 med 0,01, 0,05, 0,10 och 0,15 procent PEG, kan man se att respektive diffraktionstopp, t.ex. (101), (103), (110) ligger vid samma 2θ -position i de fem olika proverna. Det är väntat eftersom samtliga prover uppges bestå av samma kristallina fas av Bi_2ZnVO_6 . Om man jämför den relativa intensiteten mellan två diffraktionstopp i varje prov, t.ex. (101) jämfört med (103) så är den exakt lika hög för samtliga Bi_2ZnVO_6 -prover. Det är anmärkningsvärt eftersom den relativa intensiteten brukar variera något mellan olika mätningar.

Om man jämför den absoluta intensiteten för och samma diffraktionstopp t.ex. (101) för de fem proverna i bilden ovan med det understa provet (ljusblått diffraktogram) som referens (1,0) är den 1,3 gånger så hög för det näst understa provet (lila) och för provet i mitten (rött) samt 1,9 gånger så hög i de bägge översta proverna (ljusgrönt och orange). Vidare är den absoluta intensiteten för samtliga övriga diffraktionstoppar 1,3 gånger så hög i de lila och röda diffraktogrammen samt 1,9 gånger så hög i de ljusgröna och orangea diffraktogrammen jämfört med motsvarande diffraktionstoppar i det ljusblå röntgendiffraktogrammet. Detta tyder starkt på att samma rådata multiplicerad med en faktor 1,3 respektive 1,9 har använts för att plotta röntgendiffraktogrammen för samtliga fem prover.

Betydligt mer anmärkningsvärt är utseendet på bruset mellan diffraktionstopparna för de fem översta proverna i Figur 2. I bilden ovan är bruset vid 14 olika 2θ -positioner i dessa röntgendiffraktogram markerade med olivfärgade pilar samt stömlinjer inlagda. Pilarna visar att bruset är identiskt för de fem olika Bi_2ZnVO_6 -proverna. Vidare saknas 2θ -positioner där bruset mellan de fem röntgendiffraktogrammen skiljer sig åt. Det tyder mycket starkt på att diffraktogrammen för samtliga dessa prov är framtagna från samma rådata, d.v.s. från en och samma mätning.

Slutsats: Eftersom röntgendiffraktogrammen för de fem olika Bi_2ZnVO_6 -proverna i Figur 2 i artikel [1] är *identiska* (med avseende på position och relativ intensitet mellan diffraktionstopparna för varje prov, absolut intensitet för en och samma topp för de olika proverna multiplicerad med en faktor 1,3 och 1,9 samt, framför allt, med avseende på brus) kan de inte komma från fem olika mätningar. Minst fyra av de fem översta röntgendiffraktogrammen i Figur 2 måste därför vara fabricerade.

Bedömning av Figur 13b i artikel [1] (*RSC Adv.* 8 (2018) 37480)

Figur 13 nedladdad från doi: 10.1039/c8ra06896h

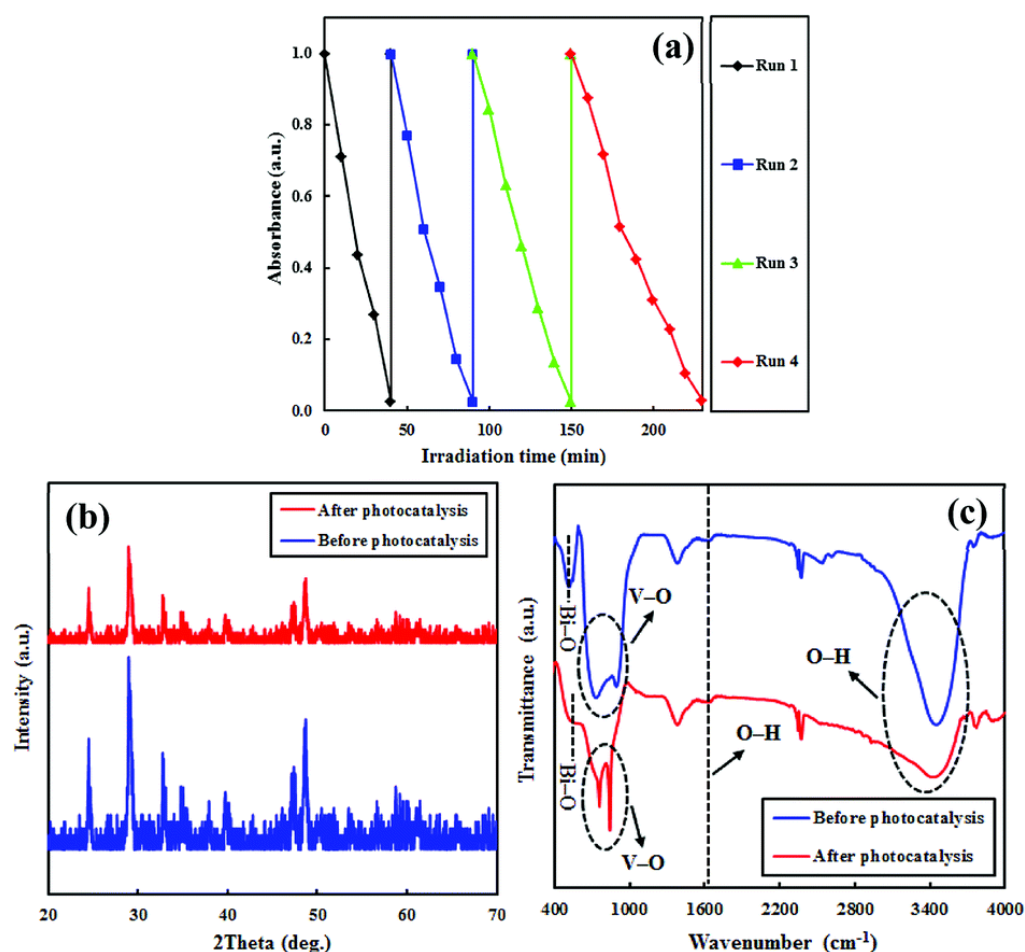
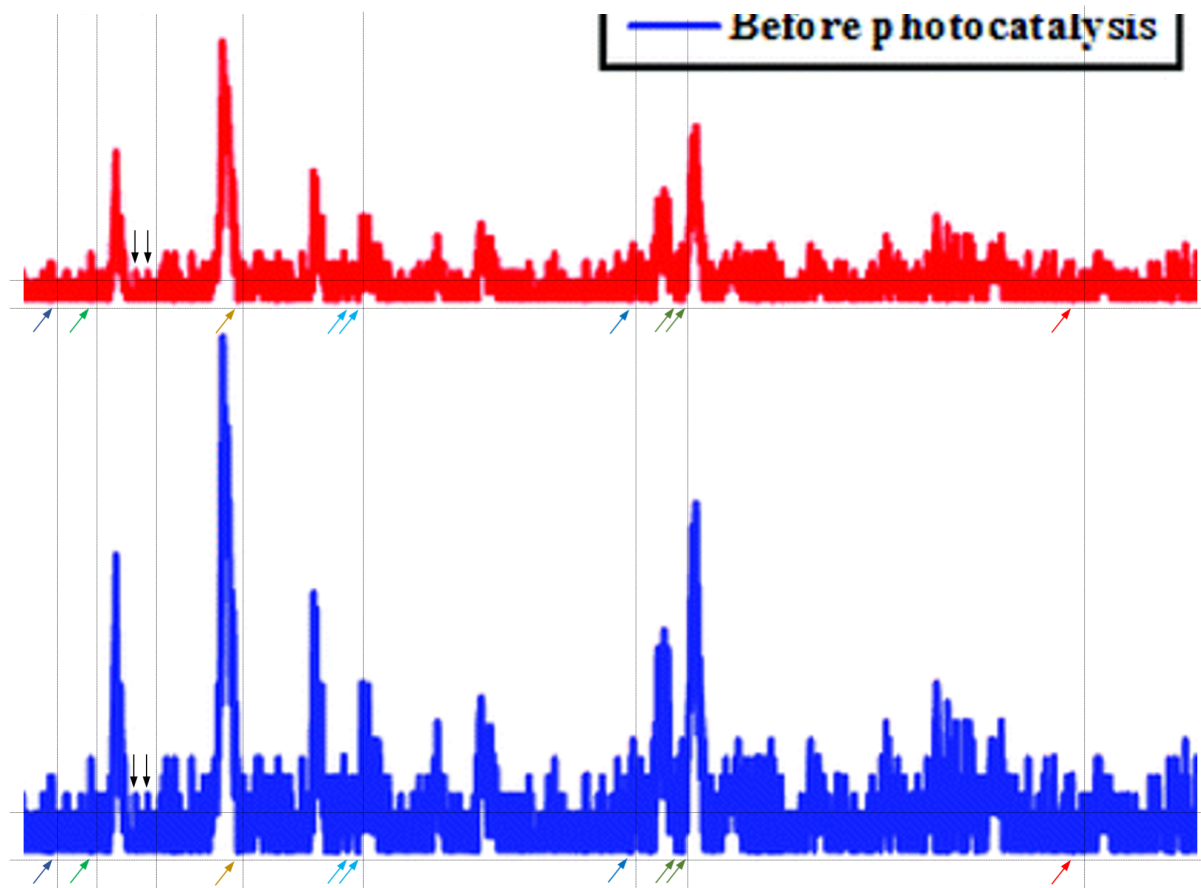


Fig. 13 (a) Reusability of the PEG-doped BiZn₂VO₆ (0.10% w/v) photocatalyst; (b and c) XRD patterns and Ft-IR spectra of the photocatalyst before and after four successive runs.

Enligt artikel [1] visar Figur 13b röntgendiffraktogram av PEG-dopad BiZn₂VO₆ med 0,10 % PEG före (blått) respektive efter (rött) fotokatalysförsök.

Bägge röntgendiffraktogrammen i Figur 13b visar typiska diffraktionstoppar för kristallina material och mellan topparna syns brus. Diffraktogrammen är mycket lika varandra förutom att de absoluta intensiteterna för diffraktionstopparna skiljer sig åt mellan de bägge diffraktogrammen. Om man mäter den absoluta intensiteten av en och samma diffraktionstopp (t.ex. den högsta toppen vid 2Theta = 29°) för provet före (blått) respektive efter (rött) fotokatalysförsök är den dubbelt så hög i det blå jämfört med det röda diffraktogrammet. På samma sätt är den absoluta intensiteten av en och samma topp vid övriga 2Theta-positioner dubbelt så hög i det blå jämfört med det röda diffraktogrammet. Om man jämför den relativa intensiteten mellan två diffraktionstoppar i de bägge diffraktogrammen så är den exakt lika hög för provet före respektive efter fotokatalysförsök. Detta tyder starkt på att samma rådata har använts för att plotta röntgendiffraktogrammen för de bägge proverna.



Analys av Figur 13b med stödlinjer och pilar inlagda. Bilden är en förstoring av en del av Figur 13b.

I bilden ovan är bruset vid 11 olika 2Theta-positioner i de bägge röntgendiffraktogrammen markerade med olikfärgade pilar. Pilarna visar att bruset är identiskt (vad man kan se utifrån den relativt låga upplösningen av diffraktogrammen) för BiZn_2VO_6 -provet före och efter fotokatalysförsök. Det tyder mycket starkt på att de två diffraktogrammen är framtagna från samma rådata, d.v.s. från en och samma mätning.

Slutsats: Eftersom röntgendiffraktogrammen för BiZn_2VO_6 -provet före och efter fotokatalysförsök i Figur 13b i artikel [1] är *identiska* (med avseende på position och relativ intensitet mellan diffraktionstopparna för de bägge proven, absolut intensitet för en och samma topp för de två proverna multiplicerad med en faktor 2,0 samt, framför allt, med avseende på brus) kan de inte komma från två olika mätningar. Minst ett av röntgendiffraktogrammen i Figur 13b måste därför vara fabricerat.

Bedömning av Figur 4 i artikel [2] (*J. Appl. Phys.* 116 (2014) 034505)

Figur 4 nedladdad från doi: 10.1063/1.4890306

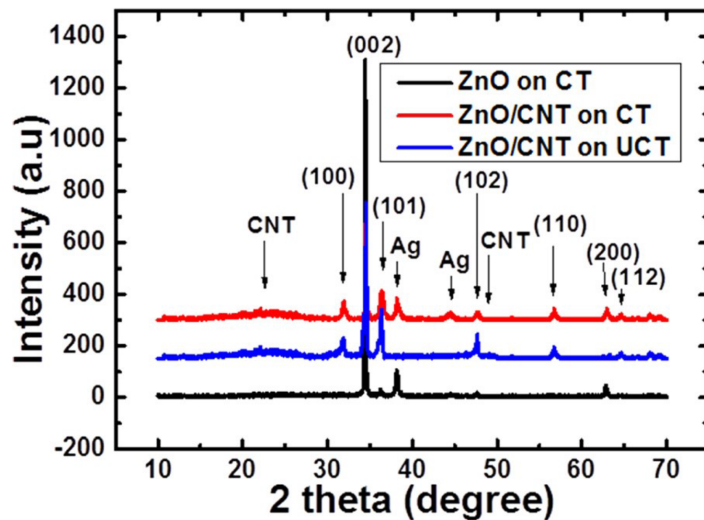
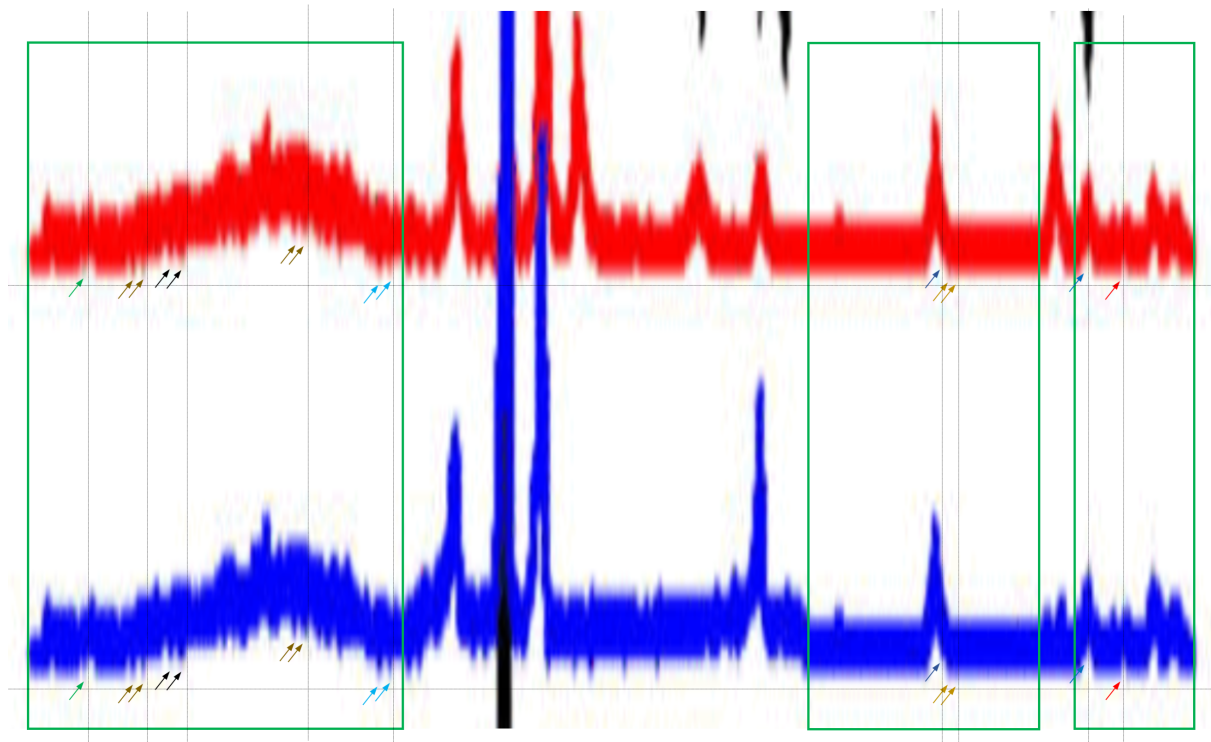


FIG. 4. Typical XRD pattern of ZnO NWs grown on CNTs film (blue) coated non-conductive textile (UCT) fabric, XRD pattern of as grown ZnO NWs directly on CT (black), and XRD pattern ZnO NWs grown on CNTs film coated CT fabric (red).

Enligt artikel [2] visar Figur 4 röntgendiffraktogram av tre olika prover; ZnO NW på CNT-UCT (blått), CNT-CT (rött) och CT (svart).

Om man jämför de två översta röntgendiffraktogrammen i Figur 4 för ZnO NW på CNT-UCT och ZnO på CNT-CT kan man se diffraktionstoppar vid samma 2Theta-position, t.ex. (110) och (112) i de bägge proverna. Man kan även se diffraktionstoppar som skiljer sig mellan proverna, t.ex. (102) och (200). Det tyder på att det är röntgendiffraktogram från två olika prover.



Analys av de två översta röntgendiffraktogrammen i Figur 4 med stödlinjer och pilar inlagda. Bilden är en förstoring av en del av Figur 4. I figuren är tre områden som är identiska i de bägge röntgendiffraktogrammen markerade med gröna rektanglar.

Vid en närmare granskning av de förstörade röntgendiffraktogrammen för ZnO NW på CNT-UCT (blått) och ZnO på CNT-CT (rött) i bilden ovan ser man dock att de har tre områden som ser mycket lika ut med avseende på diffraktionstoppar och brus. Dessa områden är markerade med gröna rektanglar. I områdena mellan de gröna rektanglarna är det röda och det blå röntgendiffraktogrammet olika.

I bilden ovan är bruset vid 14 olika 2θ -positioner i de bägge röntgendiffraktogrammen markerade med olivfärgade pilar samt stödlinjer inlagda. Pilarna visar att bruset i de tre markerade områdena är identiskt (vad man kan se utifrån den relativt låga upplösningen av diffraktogrammen) för de två olika ZnO NW-proverna. Tydligast kan detta ses i det grönmärkade området längst till vänster. Vidare saknas 2θ -positioner där bruset i de tre markerade områdena skiljer sig åt mellan de två olika proverna. Det tyder starkt på att de grönmärkade delarna av diffraktogrammen för de bägge proverna är framtagna från samma rådata, d.v.s. från en och samma mätning. I de två områdena mellan de grönmärkade områdena har annan rådata använts för att plotta åtminstone ett av diffraktogrammen.

Slutsats: Eftersom röntgendiffraktogrammen för de bägge proverna ZnO NW på CNT-UCT och ZnO NW på CNT-CT i Figur 4 i artikel [2] innehåller betydande områden som är *identiska* (med avseende på position och relativ intensitet mellan diffraktionstopparna för de bägge proven, absolut intensitet för en och samma topp för de två proverna samt, framför allt, med avseende på brus) kan de inte komma från två olika mätningar. Minst ett av dessa röntgendiffraktogram måste därför vara fabricerat.

Bedömning av Figur 2 i artikel [3] (*J. Electroanal. Chem.* 717-718 (2014) 78)

Figur 2 nedladdad från doi: 10.1016/j.jelechem.2014.01.011

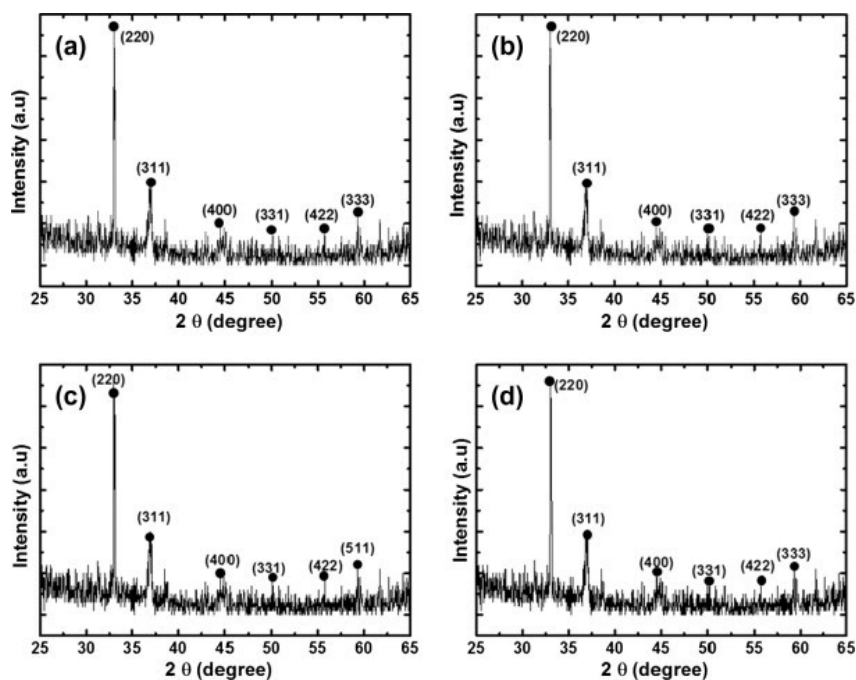
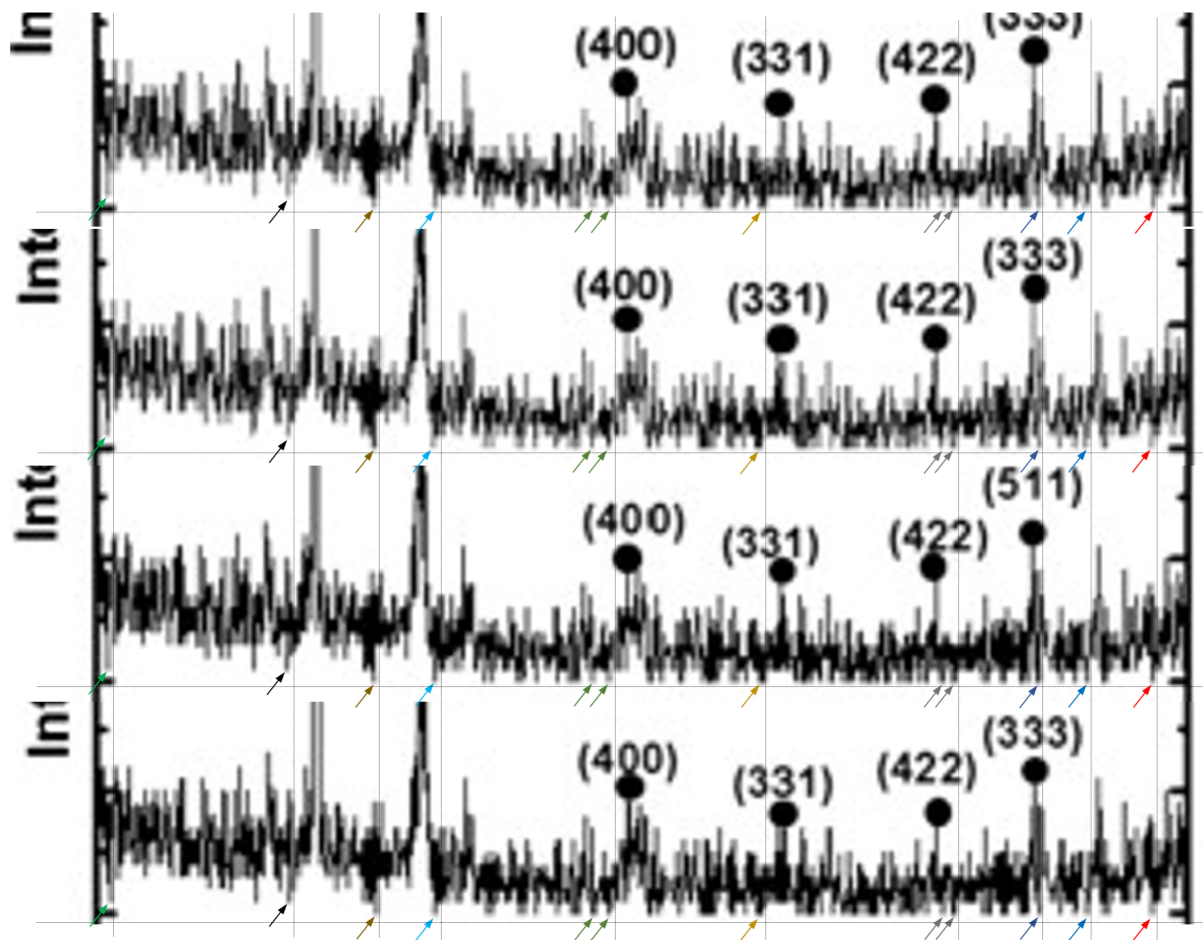


Fig. 2. XRD spectra of cobalt oxide nanostructures grown in different growth mediums. (a) Cobalt nitrate, (b) cobalt chloride, (c) cobalt acetate and (d) cobalt sulfate.

Enligt artikel [3] visar Figur 2 röntgendiffraktogram av fyra olika koboltoxidprover, syntetiserade med hjälp av; koboltnitrat (a), koboltklorid (b), koboltacetat (c) och koboltsulfat (d).

Röntgendiffraktogrammen i Figur 2 visar typiska diffraktionstoppar för kristallina material och mellan topparna syns brus. Samtliga fyra diffraktogram är mycket lika varandra.



Analys av röntgendiffraktogrammen i Figur 2 med stödlinjer och pilar inlagda. Bilden är en förstoring av en del Figur 2. För att underlätta jämförelse har röntgendiffraktogrammen flyttats så att de ligger vertikalt ovanför varandra i ordningen överst (a), näst överst (b), näst underst (c) och underst (d).

Vid en närmare granskning av de förstörade röntgendiffraktogrammen för de fyra olika koboltoxidproverna i bilden ovan ser man att de är identiska både med avseende på den absoluta intensiteten för en och samma topp i samtliga prover samt den relativa intensiteten mellan diffraktionstopparna för varje prov.

I bilden ovan är brusets vid 12 olika 2Theta-positioner för de fyra olika röntgendiffraktogrammen markerade med olikfärgade pilar samt stödlinjer inlagda. Pilarna visar att brusets i de fyra olika röntgendiffraktogrammen är identiskt. Det tyder mycket starkt på att diffraktogrammen för samtliga fyra prover är framtagna från samma rådata, d.v.s. från en och samma mätning.

Slutsats: Eftersom röntgendiffraktogrammen för de fyra olika koboltoxidproverna i Figur 2 i artikel [3] är *identiska* (med avseende på position och relativ intensitet mellan diffraktionstopparna för varje prov, absolut intensitet för en och samma topp för de fyra olika proverna samt, framför allt, med avseende på brus) kan de inte komma från fyra olika mätningar. Minst tre av röntgendiffraktogrammen i Figur 2 måste därför vara fabricerade.

Bedömning av Figur 3 i artikel [4] (*J. Solid State Chem.* 273 (2019) 186)

Figur 3 nedladdad från doi: 10.1016/j.jssc.2019.03.004

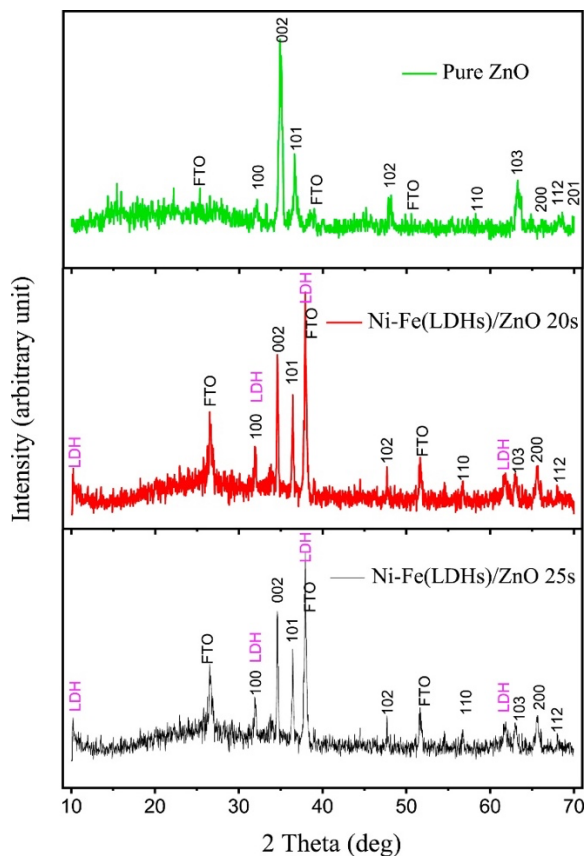
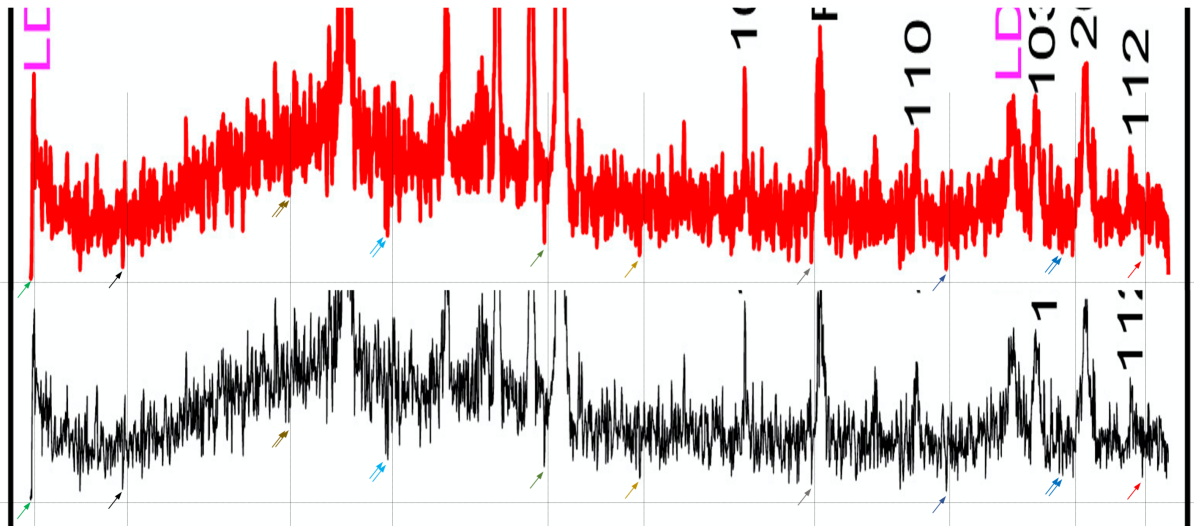


Fig. 3. XRD patterns of pure ZnO, and Ni-Fe(LDHs)/ZnO heterostructures.

Enligt artikel [4] visar Figur 3 röntgendiffraktogram av tre olika prover; rent ZnO (grönt), samt Ni-Fe (LDH) på ZnO med 20 (rött) respektive 25 (svart) sekunders deponeringstid.

Röntgendiffraktogrammen i Figur 3 visar typiska diffraktionstoppar för kristallina material och mellan topparna syns brus. De två understa diffraktogrammen (rött och svart) är mycket lika varandra.



Analys av de två understa röntgendiffraktogrammen i Figur 3 med stödlinjer och pilar inlagda. Bilden är en förstoring av en del Figur 3. Det övre röntgendiffraktogrammet (rött) har flyttats vertikalt så att det ligger närmare det understa (svart) för att underlätta jämförelse av diffraktogrammen.

Vid en närmare granskning av de förstörade röntgendiffraktogrammen för de två olika Ni-Fe (LDH) på ZnO-proverna i bilden ovan ser man att de är identiska med avseende på relativ intensitet mellan de olika diffraktionstopparna.

Vidare är den absoluta intensiteten för samtliga diffraktionstoppar 1,1 gånger så hög i diffraktogrammet för Ni-Fe (LDH) på ZnO 20 s (rött) jämfört med motsvarande toppar i diffraktogrammet för Ni-Fe (LDH) på ZnO 25 s (svart). Detta tyder starkt på att samma rådata har använts för att plotta röntgendiffraktogrammen för de bägge proverna.

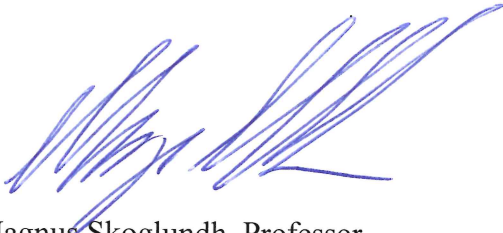
I bilden ovan är bruset vid 13 olika 2Theta-positioner för de två olika röntgendiffraktogrammen markerade med olikfärgade pilar samt stödlinjer inlagda. Pilarna visar att bruset i de två olika röntgendiffraktogrammen är identiskt. Det tyder mycket starkt på att diffraktogrammen för de två olika proverna är framtagna från samma rådata, d.v.s. från en och samma mätning.

Slutsats: Eftersom röntgendiffraktogrammen för de två olika Ni-Fe (LDH) på ZnO-proverna i Figur 3 i artikel [4] är *identiska* (med avseende på position och relativ intensitet mellan diffraktionstopparna för de bägge proven, absolut intensitet för en och samma topp för de två proverna multiplicerad med en faktor 1,1 samt, framför allt, med avseende på brus) kan de inte komma från två olika mätningar. Minst ett av dessa röntgendiffraktogram måste därför vara fabricerat.

Utlåtande

De undersökta röntgendiffraktogrammen i de fem aktuella figurerna har jämförts med avseende på absolut och relativ intensitet för diffraktionstopparna samt, framför allt, med avseende på bruset mellan diffraktionstopparna. Efter noggrann analys av dessa röntgendiffraktogram är min bedömning att:

- I artikel [1] är minst fyra av de fem översta röntgendiffraktogrammen i Figur 2 samt minst ett av de två röntgendiffraktogrammen i Figur 13b fabricerade.
- I artikel [2] är minst ett av de två översta röntgendiffraktogrammen i Figur 4 fabricerat.
- I artikel [3] är minst tre de fyra röntgendiffraktogrammen i Figur 2 fabricerade.
- I artikel [4] är minst ett av de två understa röntgendiffraktogrammen i Figur 3 fabricerat.



Magnus Skoglundh, Professor
Avdelningen för Tillämpad kemi
Institutionen för Kemi och kemiteknik
Chalmers tekniska högskola