

<http://dx.doi.org/10.17703/JCCT.2023.9.3.593>

JCCT 2023-5-67

Nickel(II) nitrate hexahydrate를 전구체로 사용한 산화니켈(NiO) 나노입자의 합성

Synthesis of Nickel Oxide (NiO) nanoparticles using nickel(II) nitrate hexahydrate as a precursor

김수종

Soo-Jong Kim

요약 질산니켈육수화물염(nickel(II) nitrate hexahydrate) 수용액을 공업용 펄프에 함침시킨 전구체를 이용하여 세라믹스 분말을 제조하는 간단한 액상 합성법으로 산화니켈(NiO) 나노입자를 성공적으로 합성하였다. 질산니켈육수화물염 수용액이 함침된 전구체의 미세구조를 주사전자현미경(SEM)으로 확인하였고, 전구체의 열처리온도 증가에 따라 생성되는 산화니켈(NiO) 입자의 결정구조 및 입자크기를 X선회절분석(XRD) 및 SEM으로 분석하였다. 그 결과 전구체의 유기물질이 완전하게 열분해되는 온도는 495-500°C이며, 열처리 온도의 증가에 따라 생성되는 산화니켈 입자의 크기 및 결정성이 증가하는 것을 XRD, SEM 분석을 통하여 확인하였다. 500-800°C에서 각각 1시간 동안 열처리하여 얻어진 산화니켈 입자의 크기는 50-200nm였다. 열처리 온도 380°C에서 NiO 결정상이 형성되고, 800°C까지는 NiO 단일상만 존재하며, 열처리 온도가 높아짐에 따라 생성되는 입자의 크기가 커지고 있음을 XRD 및 SEM 분석으로 확인하였다.

주요어 : 산화니켈, 펄프, 액상전구체법, 질산니켈6수화물, 나노입자

Abstract Nickel oxide (NiO) nanoparticles were successfully synthesized by a simple liquid phase process for producing ceramics powder using a precursor impregnated with a nickel(II) nitrate hexahydrate aqueous solution in an industrial pulp. The microfibrile structure of the precursor impregnated with nickel nitrate hexahydrate aqueous solution was confirmed by scanning electron microscope (SEM), and the crystal structure and particle size of nickel oxide (NiO) particles produced as the heat treatment temperature of the precursor were analyzed by X-ray diffraction (XRD) and SEM. As a result, it was confirmed through XRD and SEM analysis that the temperature at which the organic material of the precursor is completely thermally decomposed was 495-500°C, and the size and crystallinity of the nickel oxide particles produced increased as the heat treatment temperature increased. The size of the nickel oxide particles obtained by heat treatment at 500-800°C for 1 hour was 50-200 nm. It was confirmed by XRD and SEM analysis that a NiO crystal phase was formed at a heat treatment temperature of 380°C, only a single NiO phase existed until 800°C.

Key words : Nickel oxide, industrial pulp, liquid phase precursor method, nickel(II) oxide hexahydrate, nanoparticles

*정회원, 한라대학교 신소재화학공학과 교수 (제1저자)
접수일: 2023년 5월 1일, 수정완료일: 2023년 5월 10일
게재확정일: 2023년 5월 15일

Received: May 1, 2023 / Revised: May 10, 2023

Accepted: May 15, 2023

*Corresponding Author: sjkim@halla.ac.kr

Dept. of Advanced Materials & Chemical Engineering, Halla University, Korea

I. 서 론

금속산화물 나노입자의 전기적, 광학적, 기계적, 열적, 자기적 성질은 그것들의 벌크상태의 물질에 비해 매우 다른 우수한 특성을 가지고 있다. 금속산화물 나노입자의 이런 전기·전자적 특성들을 이용한 전자소자들이 활발하게 개발·연구되고 있다[1,2]. 또한 넓은 비표면적과 흡착특성을 가지고 있기 때문에 촉매 및 의료, 건강관련 산업에 활발하게 응용되고 있다. 특히 NiO 나노입자는 최근 항곰팡이, 항박테리아, 항암특성이 보고되었다[3]. 산화니켈(NiO)은 3.6-4.0 eV의 밴드 갭 에너지를 가지는 p형 반도체이다[4, 5]. 산화니켈(NiO) 나노입자도 다른 금속산화물 나노입자와 마찬가지로 벌크상태의 산화니켈에 비해 기계적, 자기적, 전기적, 광학적 성질 등에서 뚜렷한 차이를 나타낸다[6-7]. NiO 나노입자는 일렉트로크로믹재료, p-형 투명도전막, 가스센서, 자성재료, 촉매, 광전자 소자, 슈퍼커패시터의 전극재료 그리고 고체형 연료전지의 음극재 등으로 응용되고 있다[8-15].

NiO 나노입자를 합성하기 위해서 Sol-gel법, 수열합성법, 마이크로에멀전법, 침전법 등 여러 가지 액상합성방법이 시도되었다[16-19]. 이러한 합성법에는 필수적으로 전구체의 침전공정이 적용되고 있다. 이 침전 조작은 많은 양의 용매를 사용하게 되며, 니켈의 수산화염의 형태로 수산화니켈 침전물이 얻어진다. 침전된 수산화니켈을 여과, 탈수, 열처리 과정을 거쳐 산화니켈 나노입자를 제조하기 때문에 이때 발생하는 다량의 폐 용매를 회수 또는 처리해야 하며, 이때 발생하는 비용이 문제가 된다[20]. 따라서 이런 여러 가지 액상합성 방법에서 제일 중요한 점은 공정이 간단하면서도 폐수용액 등이 발생하지 않는 방법으로 제조 원가를 줄이는 것이라고 할 수 있다. 금속 산화물 나노 입자의 제조에 사용되는 다양한 공정 중에서, 마이크로피브릴구조를 가지는 식물성 고분자에 금속염수용액을 스며들게 한 다음 생성된 전구체를 건조, 하소하여 합성하는 방법은 생성되는 나노입자의 모양, 결정형태 및 입자크기를 제어할 수 있다[21]. 이 합성법은 침전 공정과 같은 다량의 용매를 사용하는 작업을 포함하지 않으며, 알칼리성 수용액도 포함하지 않는다[22]. 따라서 본 연구에서는 비교적 저온에서 간단하면서도 폐수용액을 발생시키지 않는 방법으로 NiO 나노입자를 합성하기 위하여 액상전구체법을 선택하였다. 출발

원료인 질산니켈육수화물염[Ni(NO₃)₂·6H₂O]을 물에 용해시킨 후 펄프에 함침하여 산화니켈(NiO) 나노입자의 전구체를 제조하였다. 이 전구체를 온도별로 열처리하여 하소온도에 따라 생성되는 NiO 입자의 크기와 결정성 등을 조사하였다.

II. 실험

1. NiO 나노입자의 제조

NiO 나노입자 제조를 위한 출발물질로는 Figure 2(a)에 사진으로 나타낸 바와 같이 니켈의 금속염인 Nickel(II) nitrate hexahydrate [(Ni(NO₃)₂·6H₂O), Daejung Chemicals & Metals, 97.0%]를 사용하였다. 함침 매개체로는 식물성 고분자인 펄프(Nippon Paper Industries Co.)를 사용했으며, α-피브린 함량은 90.2%, β-피브린 함량은 5.4%였다. 니켈의 금속염이 용해되어 있는 액상의 전구체를 식물성 고분자에 함침하는 공정에 의해 제조되는 NiO 나노입자의 합성과정을 Figure 1에 나타내었다.

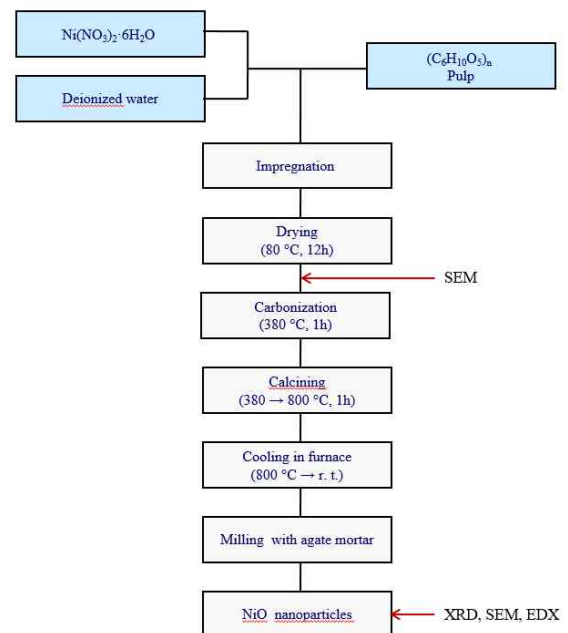


그림 1. NiO 나노입자 합성과정

Figure 1. Experimental procedure of preparing NiO nanoparticles.

먼저 Nickel(II) nitrate hexahydrate 10.0g (3.44×10^{-2} mole)을 이온이 제거된 증류수 50mL에 넣고 20°C에서 1시간 동안 magnetic stirrer로 교반하여 니켈금속염수

용액을 제조하였다. 전구체를 제조하기 위한 매개체로 사용하는 펄프는 가로, 세로 각각 5mm의 작은 조각으로 자른 후, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 가 녹아 있는 수용액에 함침시켰다. 함침조작에 사용되는 이 수용액과 펄프의 중량비는 1:1.2로 하였다. 이 함침된 혼합물을 오븐에 넣고 80°C에서 12시간 동안 건조시켜 Figure 2(b)와 같이 수분이 완전히 제거된 전구체가 얻어졌다. 건조된 전구체는 380°C부터 800°C의 온도 범위에서 하소하였다. 380°C, 500°C, 600°C, 700°C 및 800°C의 온도에서 수행한 모든 실험에 대한 승온속도는 5°C/min로 하였고, 각각의 목표온도에서의 하소 시간은 각각 1시간으로 설정하였다.

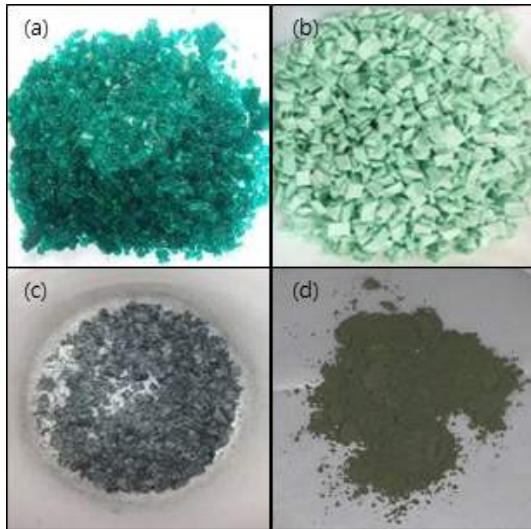


그림 2. 금속염(a), 함침시킨 전구체(b), 하소 결과물(c) 및 분쇄한 NiO 나노분말
 Figure 2. Metal salt(a), Impregnated precursor(b), calcination results(c) and milled NiO nano powders(d).

Figure 2(c)는 온도 별로 얻어진 생성물 중에서 700°C에서 1시간 하소한 것을 나타낸 것이며, 이것을 마노유발 및 볼밀로 분쇄한 NiO 나노분말의 사진을 Figure 2(d)에 나타내었다.

2. 분석

열처리한 시료의 결정성을 확인하기 위해서 Rigaku사의 DMAX-2200V/PC High power X-ray Diffractometer로 X-선 회절패턴을 조사하였다. 이때 Ni 필터를 장착한 Cu-K α 를 사용하여 20~90°의 회절각 (2 θ) 범위에서 스캔속도 5°/min, 가속전압 40 kV, 가속전류 40 mA로 측정하였다. 온도 별로 합성한 시료 분체의 입자크기 및

형태를 주사전자현미경 (FE-SEM, 모델 JSM-6700, JEOL, 가속전압 15 kV)을 사용하여 관찰하였다. 온도별로 얻어진 시료들의 정확한 입자크기 및 입도분포의 비교 분석을 위해 모든 시료의 배율을 각각 10,000배, 50,000배 및 100,000배로 설정하여 측정하였다. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 수용액에 함침시킨 펄프를 건조하여 얻어진 전구체의 열적 특성은 열중량분석기(Scinco TGAN-1000)와 시차주사열량분석기(Scinco DSC N-650)를 사용하여 측정하였다. 질소분위기에서 가열 속도 10°C min⁻¹로 측정하였다.

III. 결과 및 고찰

Figure 3(a)는 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 수용액을 함침하기 전에 순수한 펄프의 표면구조를 주사전자현미경 (Scanning Electron Microscopy; SEM)으로 분석한 것이다. Figure 3(b)는 전구체 수용액을 펄프에 함침시킨 후에 건조한 시료의 SEM 분석 결과를 나타낸 것이다. Figure 3(a)에서는 펄프 내 셀룰로오스 섬유구조가 선명하게 나타나고 있다. 그러나 질산니켈 전구체 수용액을 함침시킨 후에 건조한 시료의 사진 Figure 3(b)에서는 셀룰로오스 섬유소인 피브린의 계면이 명확하게 보이지 않고 다소 부푼 상태로 보인다. 이 사실로부터 금속염이 녹아있는 전구체 수용액이 천연 고분자인 펄프의 미세한 마이크로피브린 섬유조직에 균일하게 스며들었음을 알 수 있다.

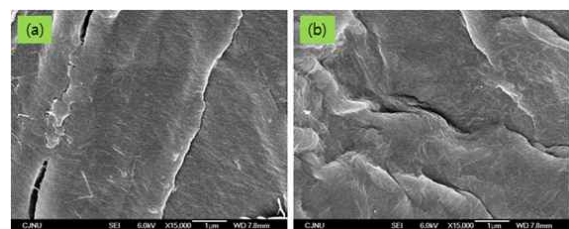


그림 3. 순수한 펄프(a)와 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 수용액을 함침시킨 후 건조한 펄프(b)의 SEM 사진
 Figure 3. SEM micrographs of (a)Pulp and (b) Dry pulp after impregnating $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ aqueous solution.

함침조작을 완료한 후 오븐에서 건조하여 수분이 제거된 전구체의 열적 특성을 조사하기 위하여 측정된 열중량분석(Thermo Gravimetry Analysis; TGA) 결과를 Figure 4에 나타내었다. 140°C에서 200°C 사이에서

는 전구체 내 결정수분의 증발로 인한 중량 감소가 나타났다. Figure 4의 TGA 곡선 152°C에서 나타난 급격한 중량 감소와 Figure 5의 DSC 곡선 152°C에서 나타난 급격한 발열피크는 전구체 내부에 존재하는 결정수분의 증발에 의한 것이다. Figure 4의 TGA 곡선의 200°C-493°C의 온도 범위에서 전구체에 포함된 유기물의 열분해로 인한 중량 감소가 관찰된 후, 600°C까지 점차적인 중량 감소가 관찰되었다. 380°C-493°C 온도범위에서는 기울기가 완만한 중량 감소가 나타났다. 493°C의 온도이상에서는 중량감소가 거의 나타나지 않아 전구체를 구성하고 있는 Ni(NO₃)·6H₂O에 포함된 유기 성분과 펄프의 섬유성분이 완전히 열분해 되는 것을 알 수 있다.

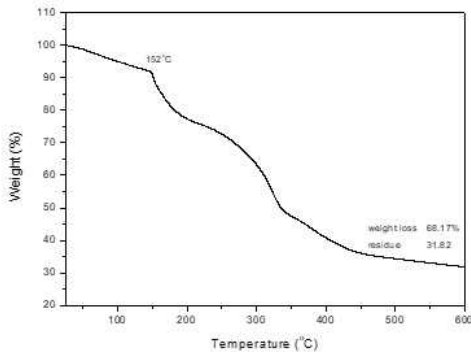


그림 4. 함침시켜 건조한 전구체의 열중량분석 곡선
Figure 4. TGA curve of impregnated and dried precursor

Figure 5는 함침된 전구체의 시차주사열량분석 (Differential Scanning Calorimetry;DSC) 곡선을 나타낸 것이다. 350-500°C 사이에서는 NiO 구조의 생성으로 인한 발열 피크가 나타났다. 이 사실로부터 전구체의 하소 온도를 350°C 이상으로 설정하였다. 하소과정에서 유기물의 열분해 및 NiO의 생성은 아래 식과 같이 진행되는 것으로 추정할 수 있다.

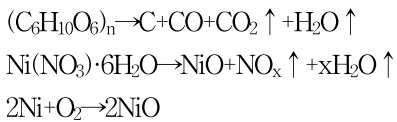


Figure 6은 700°C에서 하소한 시료의 Energy Dispersive X-ray Spectrometer;EDX) 스펙트럼을 나타낸 것이다. EDX 분석 결과 시료 중에는 니켈(Ni)과 산소(O) 원소가 함유된 것으로 확인되었으며, 니켈(Ni)의 함유량은 78.45%, 산소(O) 함유량은 13.75%였다.

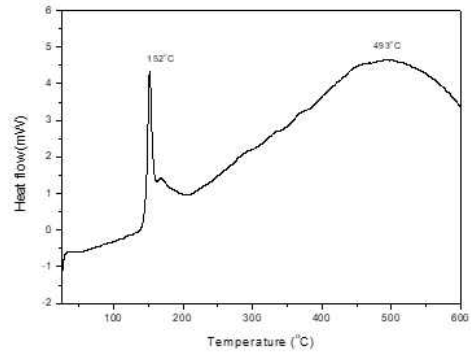


그림 5. 함침시켜 건조한 전구체의 시차주사열량분석 곡선
Figure 5. DSC analysis of impregnated precursor

이 사실로부터 분석 시료 내부에 다른 불순물이 없으며 Ni과 O 원소가 적정 비율로 존재하여 목적하는 물질인 NiO가 존재하고 있음을 알 수 있다. EDX 분석에서 탄소(C)함량이 약 5.0% 이하인 경우 탄소는 전혀 포함되지 않은 것으로 보며, 일반적인 EDX 분석에서 탄소(C)함량은 약 15% 내외인 것으로 알려져 있다. 또한, 중심부에 있는 기호가 표시되지 않는 EDX 피크는 시료를 전처리할 때 코팅된 백금(Pt)의 피크이다.

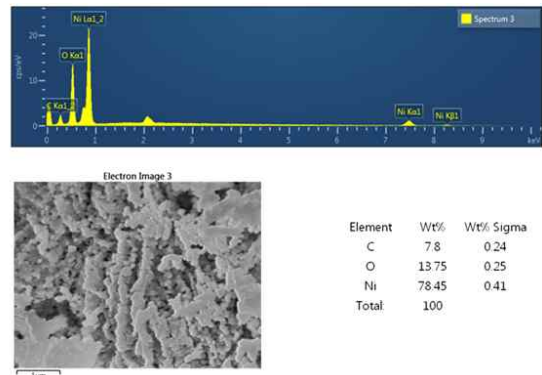


그림 6. 700°C에서 하소하여 얻은 NiO 분말의 EDX 분석
Figure 6. EDX analysis of NiO powder obtained by calcination at 700 °C.

Figure 7에 380-800°C의 온도에서 각각 1시간 동안 하소한 시편의 XRD결과를 나타냈다. XRD 분석 결과 나타난 모든 회절피크가 NiO 구조(ICSD 01-078-0429)와 일치하는 것을 확인하였고, 하소 후 얻어진 결정상은 cubic 구조를 가지고 있는 것을 알 수 있었다[23]. 380-800°C의 모든 온도 조건에서 합성한 NiO의 X선 회절특성에서는 2θ값 및 이에 대응하는 밀러지수가 각각 37°(111), 43°(200), 63°(220), 75°(311), 79°(222)인 것으로 나타났다. 2θ값 37, 43, 63, 75, 79°에서 NiO를 특징하는 5개의 뚜렷한 회절 피크가 관찰되었는데, 이들

피크 위치는 순수한 입방체 NiO의 피크와 정확하게 일치한다[4]. 모든 시료의 데이터에서 NiO를 특징하는 피크 이외의 것은 나타나지 않은 것으로 보아 순수한 NiO가 얻어졌음을 확인할 수 있다. 또한 하소온도가 높아질수록 NiO피크의 강도가 상대적으로 높게 나타났으며, 각각 피크의 반치폭(Full Width at Half Maximum;FWHM)은 하소온도가 증가함에 따라 점차적으로 좁아지는 것을 확인하였다. 이런 사실로부터 하소온도가 높아질수록 생성되는 NiO입자의 결정성이 높아지는 것이 확인되었다. 380°C의 저온에서 하소한 시료도 NiO 결정이 형성되어 있음을 Figure 7(a)의 XRD데이터에서 확인할 수 있다. 일반적인 현상의 입자 크기에 따라 하소 온도가 상승하였다.

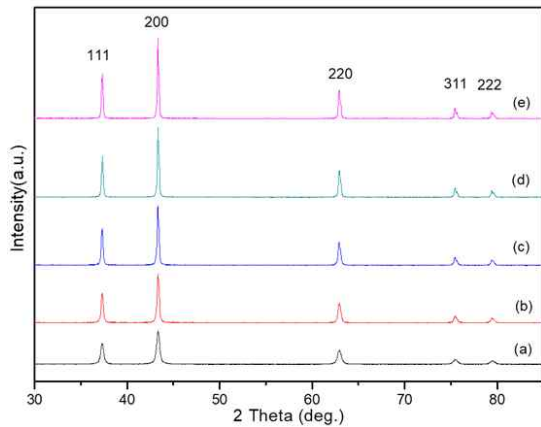


그림 7. 여러 온도에서 하소한 NiO분말의 XRD패턴, (a)380°C, (b)500°C, (c)600°C, (d)700°C, and (e)800°C.
 Figure 7. XRD pattern of NiO powder with various calcining temperature, (a)380°C, (b)500°C, (c)600°C, (d)700°C, and (e)800°C.

Figure 8은 500-800°C에서 각각 1시간 동안 하소한 시료의 SEM 사진을 나타낸 것이다. 온도 별로 얻어진 시료의 형태는 모두 입상(granule)의 형태를 가지고 있으며, 하소온도가 입자크기에 큰 영향을 미친다는 것을 나타내고 있다. 또한 하소온도가 높아질수록 생성된 입자의 결정성이 증가하는 것을 확인할 수 있으며, 이것은 XRD 분석 결과와 잘 일치한다. 500°C에서 하소한 Figure 8(a)에서는 입자가 아직 소결되지 않은 상태이며, 입자간의 응집이 관찰되었다.

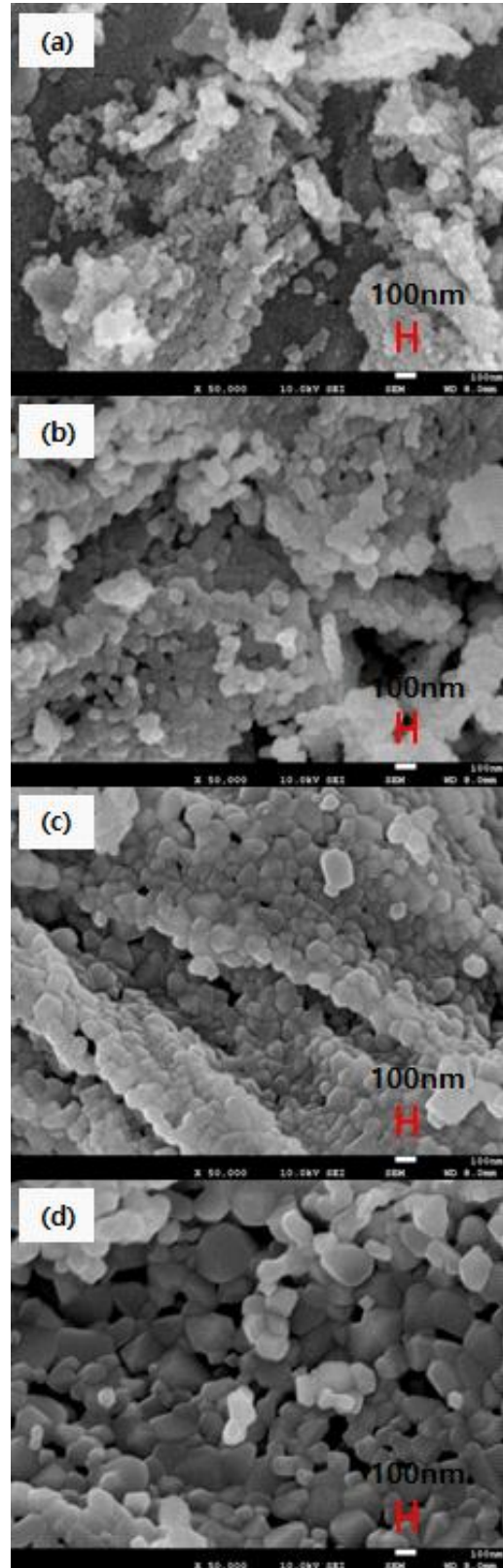


그림 8. 여러 온도에서 하소한 NiO분말의 SEM사진, (a)500°C, (b)600°C, (c)700°C, and (d)800°C.
 Figure 8. SEM micrographs of calcined powders with various temperatures.(a)500°C, (b)600°C, (c)700°C, and (d)800°C.

Figure 8(c)의 하700°C에서 하소한 시료 입자의 크기는 100nm 였으며, 800°C에서 하소한 Figure 7(d)의 SEM 사진에서는 입자 크기가 100nm 이상으로 성장하면서 결정성이 증가하였다.

IV. 결론

질산니켈육수화물 수용액을 공업용 펄프에 함침시킨 조성물을 전구체로 사용한 액상 함침법으로 NiO 나노입자를 합성하였다. 침전법과 같은 기존의 액상 합성법처럼 폐 수용액이 발생하지 않으며, 비교적 낮은 온도인 380°C 부근에서부터 나노입자가 생성되기 시작하는 것을 확인하였다. 500-800°C의 온도에서 하소시킨 시료의 입자크기는 50-200nm 였으며, 모두 cubic 구조를 가진 단일상의 순수한 NiO가 합성되었다. 하소 온도가 증가함에 따라 결정화가 가속화되었고, 입자의 크기가 성장하였다.

References

- [1] A. M. Negrescu, M. S. Killian, S. N. V. Raghu, P. Schmuki, A. Mazare, and A. Cimpean, "Metal Oxide Nanoparticles: Review of Synthesis, Characterization and Biological Effects," *Journal of Functional Biomaterials(JFB)*, Vol. 13, No. 4, pp. 274(1-47), December 2022. <https://doi.org/10.3390/jfb13040274>
- [2] G. Oskam, "Metal oxide nanoparticles: synthesis, characterization and application," *Journal of Sol-Gel Science and Technology(JSST)*, Vol. 37, No. 3, pp. 161-164, March 2006. DOI:10.1007/s10971-005-6621-2
- [3] T. Tsuzuki, "Mechanochemical synthesis of metal oxide nanoparticles," *Communications Chemistry*, Vol. 4, No. 143, pp. 1-11, 2021. <https://doi.org/10.1038/s42004-021-00582-3>
- [4] M. El-Kemary, N. Nagy, I. El-Mehasseb, "Nickel oxide nanoparticles: Synthesis and spectral studies of interactions with glucose," *Materials Science in Semiconductor Processing*, Vol. 16, No. 6, pp. 1747-1752, December 2013. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2013.05.018>
- [5] S. Chatterjee, R. Maiti, M. Miah, S. K. Saha, and D. Chakravorty, "NiO Nanoparticle Synthesis Using a Triblock Copolymer: Enhanced Magnetization and High Specific Capacitance of Electrodes Prepared from the Powder," *American Chemical Society Omega(ACS Omega)*, Vol. 2, pp. 283-289, January, 2017. DOI:10.1021/acsomega.6b00384
- [6] N. N. M. Zorkipli, N. H. M. Kaus, and A. A. Mohamad, "Synthesis of NiO Nanoparticles through Sol-gel Method," *Procedia Chemistry* Vol. 19, pp. 626-631, March, 2016. doi:10.1016/j.proche.2016.03.062
- [7] I. Manna and M. Bandyopadhyay, "Engineered Nickel Oxide Nanoparticle Causes Substantial Physicochemical Perturbation in Plants," *Frontiers Chemistry(FCHEM)*, Vol. 6, Article No. 92, pp. 1-14, November 2017. doi: 10.3389/fchem.2017.00092
- [8] S. Pereira, A. Gonçalves, N. Correia, J. Pinto, L. Pereira, R. Martins, and E. Fortunato, "Electrochromic behavior of NiO thin films deposited by e-beam evaporation at room temperature," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Vol. 120, Part A, pp. 109-115, January 2014. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2013.08.024>
- [9] H. Sato, T. Minami, S. Takata, and T. Yamada, "Transparent conducting p-type NiO thin films prepared by magnetron sputtering," *Thin Solid Films*, Vol. 236, No. 1-2, pp. 27-31, December, 1993. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(93\)90636-4](https://doi.org/10.1016/0040-6090(93)90636-4)
- [10] M. M. Goma, M. H. Sayed, V. L. Patil, M. Boshta, P. S. Patil, "Gas sensing performance of sprayed NiO thin films toward NO₂ gas," *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 885, 160908, June, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160908>
- [11] M. Ghosh, K. Biswas, A. Sundaresana, and C. N. R. Rao, "MnO and NiO nanoparticles: Synthesis and magnetic properties," *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 16, pp. 106-111, December, 2006. DOI: 10.1039/B511920K
- [12] D.-K. Ban, W.-H. Park, S. W. Eun, and J. Kim, "NiO-transparent Metal-oxide Semiconductor Photoelectric Devices," *Journal of the Korean Institute of Electrical and Electronic Material Engineers(KIEEME)*, Vol. 29, No. 6, pp. 359-364, June, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.4313/JKEM.2016.29.6.359>
- [13] J. Park, E. Kang, S. U. Son, H. M. Park, M. K. Lee, J. Kim, K. W. Kim, H.-J. Noh, J.-H. Park, C. J. Bae, J.-G. Park, and T. Hyeon, "Monodisperse Nanoparticles of Ni and NiO: Synthesis, Characterization, Self-Assembled Superlattices, and Catalytic Applications in the Suzuki Coupling Reaction," *Advanced Materials*, Vol. 17, No. 4, pp. 429-434, February, 2005. DOI:10.1002/adma.200400611
- [14] S. D. Dhas, P. S. Maldar, M. D. Patil, A. B. Nagare, M. R. Waikar, R. G. Sonkawade, and A. V. Moholkar, "Synthesis of NiO nanoparticles for

- supercapacitor application as an efficient electrode material," *Vacuum*, Vol. 181, No. 109646, November, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109646>
- [15]B. Park, and E. J. Cairns, "Electrochemical performance of TiO₂ and NiO as fuel cell electrode additives," *Electrochemistry Communications*, Vol. 13, No. 1, pp. 75–77, January, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2010.11.017>
- [16]M. Szindler, M.M Szindler, L.A. Dobrzański, and T. Jung, "NiO nanoparticles prepared by the sol-gel method for a dye sensitized solar cell applications," Vol. 92, No. 1, pp. 15–21, July, 2018.
- [17]S. Safa, R. Hejazi, M. Rabbani, and R. Azimirad, "Hydrothermal synthesis of NiO nanostructures for photodegradation of 4-nitrophenol," *Desalination and Water Treatment*, Vol. 57, No. 46, pp. 21982–21989, 2016.<https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1125799>
- [18]Y. Du, W. Wang, X. Li, J. Zhao, J. Ma, Y. Liu, and G. Lu, "Preparation of NiO nanoparticles in microemulsion and its gas sensing performance," *Materials Letters*, Vol. 68, pp. 168–170, February, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.10.039>
- [19]N. Kaur¹, J. Singh¹, G. Kaur, S. Kumar, D. Kukkar, and M. Rawat, "CTAB assisted co-precipitation synthesis of NiO nanoparticles and their efficient potential towards the removal of industrial dyes," *Micro & Nano Letters*, Vol. 14, No. 8, pp. 856 - 859, March, 2019. doi:10.1049/mnl.2018.5489
- [20]S.J. Kim and H.S. Kwon, "Synthesis and Photo Luminescent Characteristics of SrAl₂O₄:Eu²⁺, Dy³⁺ Phosphor using Polymer Matrix," *Journal of the Korean Institute of Electrical and Electronic Material Engineers*, Vol. 20, No. 8, pp. 671–679, January, 2007. DOI:10.4313/JKEM.2007.20.8.671
- [21]Y. L. Song, S. H. Choi, S. J. Kim, Y. H. Song, T. Masaki, and D. H. Yoon, "Synthesis of nano sized Eu³⁺ doped Y(P,V)O₄ phosphors by using cellulose assisted liquid phase precursor process," *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 17, No. 3, pp. 202–204, 2016. DOI : 10.36410/jcpr.2016.17.3.202
- [22]S.J. Kim and C.H. Han, "Synthesis of MgO nanoparticles using starch as precursor medium," *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 19, No. 2, pp. 130~133, April, 2018.
- [23]S. Nakagomi, T. Yasuda, and Y. Kokubun, "Crystal Orientation of Cubic NiO Thin Films Formed on Monoclinic β -Ga₂O₃ Substrates," *Basic Solid State Physics*, Vol. 257, No. 5, 1900669, May, 2020. <https://doi.org/10.1002/pssb.201900669>