

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DEL CARBURO TERNARIO NÍQUEL-ZINC

Juan Manuel Quintana-Melgoza^a, Luis Antonio Flores-Sánchez^a, René Obeso-Estrella^a, Carolina Silva-Carrillo^a, Ricardo Valdez-Castro^b, María Guadalupe Moreno-Armenta^c, Miguel Avalos-Borja^d

^aUniversidad Autónoma de Baja California, Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería. 14418, Parque Industrial Internacional Tijuana, C.P. 22390, Tijuana B.C., México.

^bTecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana, Centro de Graduados e Investigación en Química, Blvd. Alberto Limón Padilla S/N, Mesa de Otay, C.P. 22500, Tijuana, Baja California, México.

^cCentro de Nanociencias y Nanotecnología (CNyN)-UNAM, Apartado Postal 14, Ensenada, B. C., C.P. 22800, México.

^dInstituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, División de Materiales Avanzados. Camino a la Presa San José 2055, Lomas 4ta sec., C.P.78216, San Luis Potosí, S.L.P., México.

RESUMEN

En este trabajo experimental se realiza la síntesis del carburo-níquel-zinc, (Ni_3ZnC). La síntesis de Ni_3ZnC se lleva a cabo mediante la pirolisis de los reactivos: nitrato de níquel hexahidratado ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), nitrato de zinc hexahidratado ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) y carbono grafitico (C), en atmósfera de hidrógeno (H_2) 5% en nitrógeno (N_2) a la temperatura de 575 °C durante 45 minutos de reacción de acuerdo a la siguiente estequiometría 3:1:X para níquel, zinc y carbono, en ese orden, donde X se varia de 1 a 9. Las condiciones de síntesis se optimizan para la obtención de Ni_3ZnC cristalino con alto rendimiento de 98 % y alta área superficial de 143 m^2/g . La fase Ni_3ZnC se identifica por difracción de rayos-X (XRD). El análisis elemental químico se realiza por espectroscopía de dispersión de energía (EDS), y la morfología superficial del material cristalino se observa por microscopía electrónica de barrido (SEM). Se calcula el tamaño promedio de cristal (método Scherrer) a partir de los difractogramas por XRD, además se determina la área superficial por el método de Brunauer-Emmett-Teller (BET).

Palabras Clave: Síntesis, caracterización, Ni_3ZnC , cristal, área superficial.

SUMMARY

In this experimental work, the synthesis of carbide-nickel-zinc (Ni_3ZnC) is carried out. The synthesis of Ni_3ZnC is achieved by pyrolysis of the reactants: nickel nitrate hexahydrate ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), zinc nitrate hexahydrate ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and graphitic carbon (C), in an

atmosphere of hydrogen (H_2) 5% in nitrogen (N_2) at a temperature of 575 °C for 45 minutes of reaction according to the following 3:1:X stoichiometry for nickel, zinc and carbon, in that order, where X varies from 1 a 9. The synthesis conditions are optimized to obtain crystalline Ni_3ZnC with a high yield of 98% and a high surface area of 143 m^2/g . The Ni_3ZnC phase is identified by X-ray diffraction (XRD). Chemical elemental analysis is performed by energy dispersive spectroscopy (EDS), and the surface morphology of the crystalline material is observed by scanning electron microscopy (SEM). The average crystal size is calculated (Scherrer method) from the XRD diffractograms, and the surface area is determined by the Brunauer-Emmett-Teller (BET) method.

Keywords: Synthesis, characterization, Ni_3ZnC , crystal, surface area.

1. INTRODUCCIÓN

Los carburos de metales de transición (CMT) han sido materiales interesantes, debido a sus características únicas, estructuralmente presentan buena conductividad y estabilidad, son; duros, refractarios, resistentes a la corrosión y envenenamiento catalítico, las cuales son propiedades deseables en los materiales catalizadores que requieren resistencia al envejecimiento y a la sinterización bajo condiciones de reacción extremas [1, 2, 3, 4]. Los carburos ternarios de metales de transición CTMT Co-Sn-C, Fe-Sn-C, Ni-Zn-C, Co-Zn-C, Fe-Zn-C, y otros han sido preparados por H. H. Stadelmaier *et al.* [5], actualmente existe mucho interés en estudiar los CTMT debido a que han demostrado ser activos en diferentes reacciones, tales como: electrocátalisis de agua, detección electroquímica de compuestos fenólicos en agua, ciclación de compuestos orgánicos, producción de hidrógeno, hidrotratamientos, y descomposición de contaminantes atmosféricos [6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13]. Además, los CTMT han presentado otras aplicaciones como material de almacenamiento de hidrógeno para su ciclo adsorción-desorción por la fase mixta $Ni_3ZnC_{0.7}/Ni/ZnO$ [14], reacciones de desprendimiento de hidrógeno/oxígeno sobre Ni_3ZnC [15], material $Ni_3ZnC_{0.7}$ absorbente de la radiación electromagnética [16], aumento de la capacidad de iones litio en electrodos de ZnO por incorporación de $Ni_3ZnC_{0.7}$ [17], aumento en la capacidad de materiales abrasivos $Ni_3ZnC_{0.7}$ [18], y obtención de materiales con alta área superficial [10, 11, 12, 13, 19]. Por lo anterior, se ha continuado proponiendo diferentes metodologías para la obtención de CTMT, algunos métodos reportados, son los siguientes: liberación de los metales compatibles de estructuras metalorgánicas [6], método hidrotermal [7, 8], pirólisis de precursores [9, 5, 10, 11, 12, 13], calcinación de estructuras metalorgánicas, [14], reducción a temperatura programada [17], mecanosíntesis en molino de bolas [19], síntesis por

exposición a vapores de hidrocarburos [20] y otros. No obstante, una limitante del estudio de la mayoría de estos sistemas de CTMT es su síntesis, ya que se reportan condiciones de alta temperatura, alta presión, y mucho tiempo de reacción. Debido a la creciente utilización de los CTMT como materiales catalizadores para diferentes reacciones de interés industrial, y por la dificultad para su obtención, es necesario desarrollar métodos de síntesis utilizando precursores baratos con respecto a los metales escasos, por ejemplo, rutenio, rodio, platino, paladio, plata, oro, principalmente, reportados en la literatura especializada. En este trabajo experimental se tiene como propósito la síntesis de la fase cristalográfica del carburo de níquel zinc Ni_3ZnC , la identificación y caracterización del material cristalino por difracción de rayos-X (XRD), microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopia por dispersión de energía (EDS), la medición de área superficial por método de Brunauer-Emmett-Teller (BET) [21], y el tamaño de cristal por el método de Scherrer [22].

2. EXPERIMENTAL

La síntesis de Ni_3ZnC se llevó a cabo por la pirolisis de la mezcla de reactivos de acuerdo con la estequiometría 3:1:X (X= 1 a 9), respectivamente para nitrato de níquel hexahidratado ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Aldrich 244074-500G), nitrato de zinc hexahidratado ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Aldrich 228737-500G) y carbono grafitico (C grado reactivo al 99.99 % Aldrich 484164-50G). La reacción se realizó a 575 °C en atmósfera de H_2 balance N_2 (Infra H_2 (5 % g/mol), balance N_2 (95 % g/mol)) a 120 cc/min, durante 45 minutos, variándose la estequiometría de carbono de 1 a 9 moles. La composición elemental y la morfología superficial se analizaron por espectroscopía de dispersión de energía (EDS) en un microscopio electrónico de barrido XL-30. Se utilizó difracción de rayos-X (XRD) para identificar, calcular el tamaño promedio de cristal, y determinar el rendimiento de reacción del Ni_3ZnC . Para el análisis por XRD, se utilizó un difractómetro Philips X'pert usando una radiación CuK_α (40 KV, 30 mA), $\lambda = 0.154$ nm. El tamaño promedio de cristal del Ni_3ZnC se calculó a partir del ancho medio de pico máximo usando el análisis de Scherrer. La área superficial se determinó utilizando un Gemini 2360 Micromeritics por adsorción de nitrógeno a -198 °C usando la isoterma de Brunauer-Emmett-Teller (BET) [21]. Las muestras primero fueron desgasificadas usando un flujo de argón 20 cc/min a 200 °C hasta alcanzar peso constante.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1 se muestra la comparación de los difractogramas obtenidos en función de la estequiometría de C desde 1 mol (C-1) hasta 9 moles (C-9) a 575 °C durante 45 minutos de reacción y

los patrones de difracción para C, NiO, Ni, ZnO, y Ni₃ZnO reportados en la base de datos cristalográficos (JCPDS-ICDD) [23]. Los patrones de difracción correspondientes a la estequiometría de los moles de carbono desde C-9 hasta C-1, resultaron estar compuestos por las mismas fases cristalinas de Ni₃ZnC (01-071-6079) y C grafitico (89-8487), principalmente, excepto C-1 que no contiene las señales características de carbono, pero si contiene níquel Ni (04-0850) en forma significativa (33 %). En todos los difractogramas se logra observar la fase mayoritaria es Ni₃ZnC con (98 a 64) %, también se logra apreciar cambios significativos en las señales de C, ya que disminuye la intensidad de sus señales disminuye desde el espectro C-9 hasta el C-2. En los patrones de difracción C-8, C-7, C-5, C-3, y C-1 se observa otras señales en menor proporción, correspondientes a la fase ZnO (89-0510). Por otra parte, no se observó la fase NiO (44-1159) en los difractogramas C-1 a C-9, ver la Tabla I. A lo largo del análisis, se confirmó la presencia de las fases cristalinas de la fase cristalina Ni₃ZnC y los subproductos: ZnO, Ni y C provenientes de la reacción variando la estequiometría de C, en acuerdo con los resultados obtenidos por XRD, tal como se muestra en la Figura 1. Con base en estos resultados, podemos sugerir que, al disminuir la estequiometría de C en la reacción (Ni: Zn/ 3:1) de 9 a 1 mol, se presentó disminución en la intensidad de la señal característica de C, obteniéndose el mejor rendimiento experimental para la formación de Ni₃ZnC en 98 %, utilizando 2 moles de carbono grafitico (C-2), tal como se muestra en el difractograma C-2.

En la Figura 2 se muestra los espectros por EDS que se obtuvieron al analizar la serie de experimentos C-1 a C-9. Todos los espectros de los experimentos C-1 a C-9, presentaron las mismas señales características, las cuales corresponden con los elementos: níquel, zinc, oxígeno y carbono. Los resultados del análisis elemental por EDS concuerdan con la composición química de la fase Ni₃ZnC identificada por XRD, sin embargo, en los espectros por EDS de C-1 a C-9 se observa trazas de la señal característica de oxígeno, esto no coincide del todo con lo obtenido por XRD ya que no se identificó la presencia de algún óxido como fase cristalográfica por esta técnica de análisis. No obstante, en el análisis por EDS la detección de oxígeno puede ser el caso de níquel y zinc como óxidos remanentes NiO y ZnO, ambos provenientes de la reacción incompleta durante la formación de la fase Ni₃ZnC, cuyos rendimientos de reacción se encuentran entre 64 % y 98 %, estos resultados y la composición del material remanente (Ni, ZnO, y C) después de la reacción, se presentan en la Tabla I. Con respecto a la señal correspondiente a aluminio, esta se debe a la influencia de la composición del porta-muestra utilizado con este metal.

En la Tabla I se expone la estequiometría de Ni:3, Zn:1, y C con variación de 1 a 9 moles, analizada por XRD, y etiquetadas como material de las muestras C-1, C-2, C-3, C-4, C-5, C-6, C-7, C-

8, y C-9. En todas las muestras se obtuvo la fase Ni_3ZnC con variación del rendimiento porcentual de reacción en el intervalo de 98 a 64, en buen acuerdo con el análisis por XRD. Es por lo anterior, que podemos confirmar que la estequiometría en moles para Ni y Zn, propuesta al inicio de la reacción, para Ni (3) y para Zn (1) si se cumple. No obstante, el carbono se agregó en exceso desde C-2 hasta C-9, es por esto, que se encuentra en exceso en las muestras de C-3 a C-9. Por otra parte, las muestras C-1 y C-2, en las cuales se agregó 1 y 2 moles de carbono grafítico como reactivo, en ese orden, no muestran exceso de carbono y se obtuvieron rendimientos de 64 % y 98 %, respectivamente. Por lo tanto, podemos indicar que la mezcla de reactivos Ni: Zn: C en la relación de moles 3: 1: 2 es la que favorece mayoritariamente la formación de Ni_3ZnC , en acuerdo con el análisis obtenido por XRD.

En la Figura 3 se muestra las micrografías por SEM de los experimentos C-1 a C-9. En las imágenes de la superficie de las muestras C-9, C-8, C-7 y C-6 presentan zonas con morfologías lisa, rugosa y esféricas, se logra observar aglomeración de partículas con tamaños promedio de 1414 x 1087 nm, 1648 x 1318, 77 x 58, 46 x 32 nm, respectivamente. Las muestras C-5, C-4, C-3, C-2 y C-1 presentaron morfología muy similar entre ellas, ya que se encontraron zonas lisas, rugosas y porosas, también se presentó aglomeración de partículas con tamaños promedio de (41 x 30, 52 x 41, 45 x 34, 48 x 34, 47 x 33) nm, respectivamente. Las zonas lisas de los materiales presentaron nanopartículas sobre su superficie, lo que puede indicar la presencia de alguno de los precursores en la síntesis, tales como Ni, ZnO, y C, lo cual puede ser indicativo de una reacción incompleta. En general, se puede observar que, al modificar el contenido de C en la reacción, la morfología superficial de los materiales C-1 a C-9 puede alternar cambios significativos en la composición química de los materiales.

En la Figura 4 se expone el gráfico de la estequiometría del carbono en (eje x), versus área superficial (eje y, lado izquierdo) y tamaño de cristal (eje y, lado derecho), estos resultados son correspondientes a los materiales de C-1 a C-9. Las muestras C-9, C-6 y C-2 presentan la tendencia en la que a medida que disminuye la cantidad de C en la estequiometría de reacción inicial, la área superficial aumenta, así en estos experimentos C-9 presenta área superficial de 99 m^2/g , C-6 de 110 m^2/g y C-2 de 143 m^2/g (Tabla 1). Esta disminución de área superficial al pasar de C-2 a C-6 y a C-9 puede ser debido a que el C se encuentra en mayor proporción C-2 (C 2 %), C-6 (C 6 %), y C-9 (C 11 %), depositándose sobre la superficie del material, tal como se observa en las micrografías de la Figura 3. Por otra parte, el rendimiento de reacción de Ni_3ZnC aumenta con la disminución de carbono residual C-9 (89 %), C-6 (94 %), y C-2 (98 %), asimismo, aumenta la área superficial, esto se observa porque la área superficial más alta de C-2 es de 143 m^2/g con el mayor rendimiento de reacción para Ni_3ZnC del 98 %, ver la Tabla I. En forma general, en la Figura 4, para los materiales C-1 a C-9 se

encuentra una relación inversa del tamaño de cristal con respecto a la área superficial, es decir a mayor área superficial menor tamaño de cristal. Para los experimentos C-8, C-7 C-5, C-4, C-3, C-1 no es recomendable hacer una comparación de área superficial debido a la presencia de Ni, y ZnO en mezcla con Ni₃ZnC y C, por lo que no es posible atribuir la área superficial obtenida a una fase en particular. No obstante, si se observa que en el experimento C-1 se produce el menor rendimiento de reacción (64 %) para la fase Ni₃ZnC con la área superficial más baja del conjunto de muestras (57 m²/g) y al hacer la comparación con el experimento C-3 que presenta las mismas fases pero con mayor contenido de Ni₃ZnC (86 %) tiene un área superficial de 105 m²/g, confirmándose que donde hay mayor contenido de Ni₃ZnC se favorece mayor área superficial, ver la Tabla 1.

4. CONCLUSIONES

Se confirmó la síntesis del carburo ternario Ni₃ZnC por XRD. La metodología óptima para la obtención de Ni₃ZnC se realizó mediante la reacción química pirolítica de la mezcla de los reactivos nitrato de níquel hexahidratado, nitrato de zinc hexahidratado y carbono grafitico utilizando la relación estequiométrica 3:1:2, en ese orden, durante 45 minutos a la temperatura de 575 °C. Este proceso presenta ventajas para la obtención de carburos ternarios de metales de transición, debido a su fácil y rápida obtención con rendimiento del 98 % y alta área superficial de 143 m²/g. Por lo anterior, se recomienda esta metodología para la síntesis del material Ni₃ZnC con potencial aplicación industrial.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el financiamiento de esta investigación a través de los proyectos CB-2010-01-151551, UABC-300/6/N/84/19, UABC-300/1474, UABC-300/1377. Agradecemos a E. Aparicio, E. Flores, I. Gradilla, G. Labrada y P. Riley por su asistencia técnica. Agradecemos a las instituciones FCQI-UABC, ITT-CGIQ, CNYN-UNAM, y LINAN-IPICYT.

6. REFERENCIAS

- [1] Jinguang G. Chen. Carbide and Nitride Overlayers on Early Transition Metal Surfaces: Preparation, Characterization, and Reactivities. *Chemical Reviews*. 96 (4), 1477-1498, 1996.
- [2] Yoichi Fukumiya, Yumiko Haga, Osamu Nittono. Thermal stability and hardness of metastable Co-C composite alloy films. *Materials Science and Engineering*. A312, 248-252, 2001.

- [3] Walid M. Daoush, Hee S. Park, Kyong H. Lee, Sayed F. Moustafa, Soon H. Hong. Effect of binder compositions on microstructure, hardness and magnetic properties of (Ta, Nb)C–Co and (Ta, Nb)C–Ni cemented carbides. *Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials*. 27, 669–675, 2009.
- [4] A.I. Reyes de la Torre, J.M. Dominguez, J.A. Melo-Banda, C.E. Ramos G., G. Sandoval, R.C. Angeles, M. Torres Rodriguez. Synthesis of hybrid (Ni-Mo)carbides/carbon-coated mesoporous materials and their catalytic properties for hydrocracking of intermediate paraffins (n-C8). *Catalysis Today*. 148, 55–62, 2009.
- [5] H. H. Stadelmaier and L. J. Huetter. Ternary Carbides Of The Transition Metals Nickel, Cobalt, Iron, Manganese With Zinc And Tin. *Acta Metallurgica*. 7, 415-419, 1959.
- [6] Chenfeng Wang, Zengyao Wang, Zhiqiang Yao, Huixiang Liu, Xuanyang Li, Melchizedek Lord Kwesi Essandoh, Pei Dong, Mingxin Ye and Jianfeng Shen. A MOF derived bifunctional electrocatalyst $\text{Ni}_3\text{ZnCo}_{0.7}\text{-Mo}_2\text{C}$ with enhanced performance for overall water splitting. *Dalton Transactions*. 17, 6654-6662, 2022.
- [7] Manman Zhang, Yangguang Li, Fanpeng Ma, Yanhong Niu, Xuan Chen, Bang-Ce Ye. Metal-organic-framework-derived $\text{Ni}_3\text{ZnCo}_{0.7}$ materials for highly sensitive electrochemical detection of catechol. *Inorganic Chemistry Communications*. 149, 110419, 2023.
- [8] Xinhui Sun, Yanjie Chen, Mengmeng Ji, Weiya Zhang, Zhizhong Sun, Wenyi Chu, Xin Wang. Design and synthesis of $\text{Ni}_3\text{ZnCo}_{0.7}$ catalyst derived from a bimetallic Ni/Zn metal-organic frameworks for efficient synthesis of 2-arylbenzimidazole. *Applied Surface Science*. 628, 157353, 2023.
- [9] Liangliang Feng, Hongyan Yin, Lina Dai, Yonghui Zhang, Changle Fu, Liyun Cao, Yuhang Li, Dan Zhao, Yajie Xie, Jianfeng Huang. Interfacial electronic engineering of a $\text{Ni}_3\text{ZnCo}_{0.7}$ /Ni heterostructure embedded in N-doped carbon nanotubes for efficient alkaline electrocatalytic hydrogen evolution. *Inorganic Chemistry Frontiers*. 21 (10), 6294-6302, 2023.
- [10] Hamid A. Al-Megren, Tiancun Xiao, Sergio L. Gonzalez-Cortes, Soliman H. Al-Khowaiter, Malcolm L.H. Green. Comparison of bulk CoMo bimetallic carbide, oxide, nitride and sulfide catalysts for pyridine hydrodenitrogenation. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 225, 143–148, 2005.
- [11] C. Charles Yu, S. Ramanathan, B. Dhandapani, J. G. Chen, and S. Ted Oyama. *J. Phys. Chem. B* 101, 512-518, 1997.
- [12] Tian-Cun Xiao, Andrew P. E. York, Hamid Al-Megren, Cliff V. Williams, Hai-Tao Wang, and Malcolm L. H. Green. Preparation and Characterisation of Bimetallic Cobalt and Molybdenum Carbides. *Journal of Catalysis*. 202, 100–109, 2001.

- [13] Tiancun Xiao, Haitao Wang, Andrew P. E. York, V. Cliff Williams, and Malcolm L. H. Green. Preparation of Nickel–Tungsten Bimetallic Carbide Catalysts. *Journal of Catalysis*. 209, 318–330, 2002.
- [14] Xiubo Xie, Bing Zhang, Hideo Kimura, Cui Ni, Ronghai Yu, Wei Du. Morphology evolution of bimetallic Ni/Zn-MOFs and derived $\text{Ni}_3\text{ZnC}_{0.7}$ /Ni/ZnO used to destabilize MgH_2 . *Chemical Engineering Journal*. 464, 142630, 2023.
- [15] Sen Lian, Lei He, Congcong Li, Xue Chen, Mingyue Wang, Jikang Yin, Junfeng Ren, Meina Chen. Investigation on bifunctional catalytic performance of Anti-Perovskite Ni_3ZnC , Co_3ZnC and Ni_3FeN for Hydrogen/Oxygen evolution reactions. *Applied Surface Science*. 598, 153814, 2022.
- [16] Xueqin Sun, Yukun Wang, Hideo Kimura, Cui Ni, Chuanxin Hou, Baolei Wang, Yuping Zhang, Xiaoyang Yang, Ronghai Yu, Wei Du, Xiubo Xie. Thermal stability of $\text{Ni}_3\text{ZnC}_{0.7}$: As tunable additive for biomass-derived carbon sheet composites with efficient microwave absorption. *Journal of Colloid and Interface Science*. 642, 447-461, 2023.
- [17] Xudong Tang, Qinmin Pan, and Jia Liu. Enhancing Lithium Storage Capacity of ZnO Anodes Through $\text{Ni}_3\text{ZnC}_{0.7}$ Incorporation. *Journal of The Electrochemical Society*. 157 (1), A55-A59, 2010.
- [18] L. X. Zhang, J. C. Feng and H. B. Liu. High frequency induction brazing of TiC cermets to steel with Ag–Cu–Zn foil. *Materials Science and Technology*. 24 (5), 623-626, 2008.
- [19] Scott Korlann, Brian Diaz, and Mark E. Bussell. Synthesis of Bulk and Alumina-Supported Bimetallic Carbide and Nitride Catalysts. *Chem. Mater*. 14, 4049-4058, 2002.
- [20] J. J. Zhu, Jianzhong Jiang, C. J. H. Jacobsen and X. P. Lin. Preparation of Fe–Mo–C ternary carbide by mechanical alloying. *J. Mater. Chem*. 11, 864–868, 2001.
- [21] Stephen Brunauer, P. H Emmett And Edward Teller. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. Contribution from the Bureau of Chemistry and Sons and George Washington University. 60, 309-319, 1938.
- [22] A. L. Patterson. The Scherrer Formula for X-Ray Particle Size Determination. *PHYSICAL REVIEW*. 56, 978-982, 1939.
- [23] Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) – International Centre for Diffraction. Data (ICDD) (2010). Ni_3ZnC 01-071-6079, ZnO 89-0510, Ni 04-0850, NiO 44-1159, C 89-8487.

FIGURAS 1, 2, 3, 4 y TABLA I.

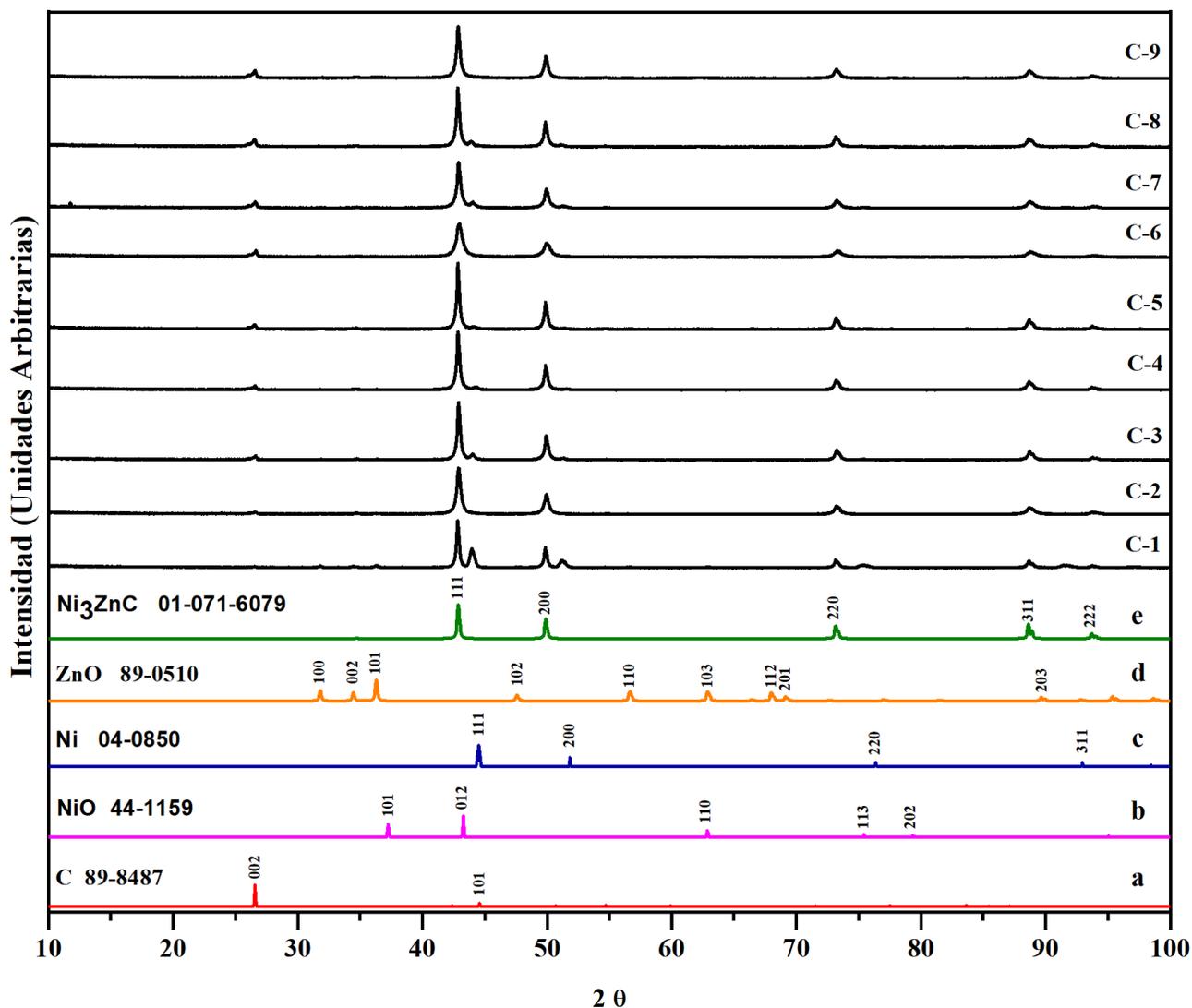


Figura 1. Indica la comparación de 9 difractogramas experimentales por XRD correspondientes a la fase Ni_3ZnC y sus precursores, preparados a $575\text{ }^\circ\text{C}$ durante 45 minutos con estequiometría de 1 a 9 moles para carbono gráfico (C-1 a C-9) y 5 difractogramas de referencia reportados en la base de datos JCPDS-ICDD de las fases Ni_3ZnC (01-071-6079), ZnO (89-0510), Ni (04-0850), NiO (44-1159), y C (89-8487).

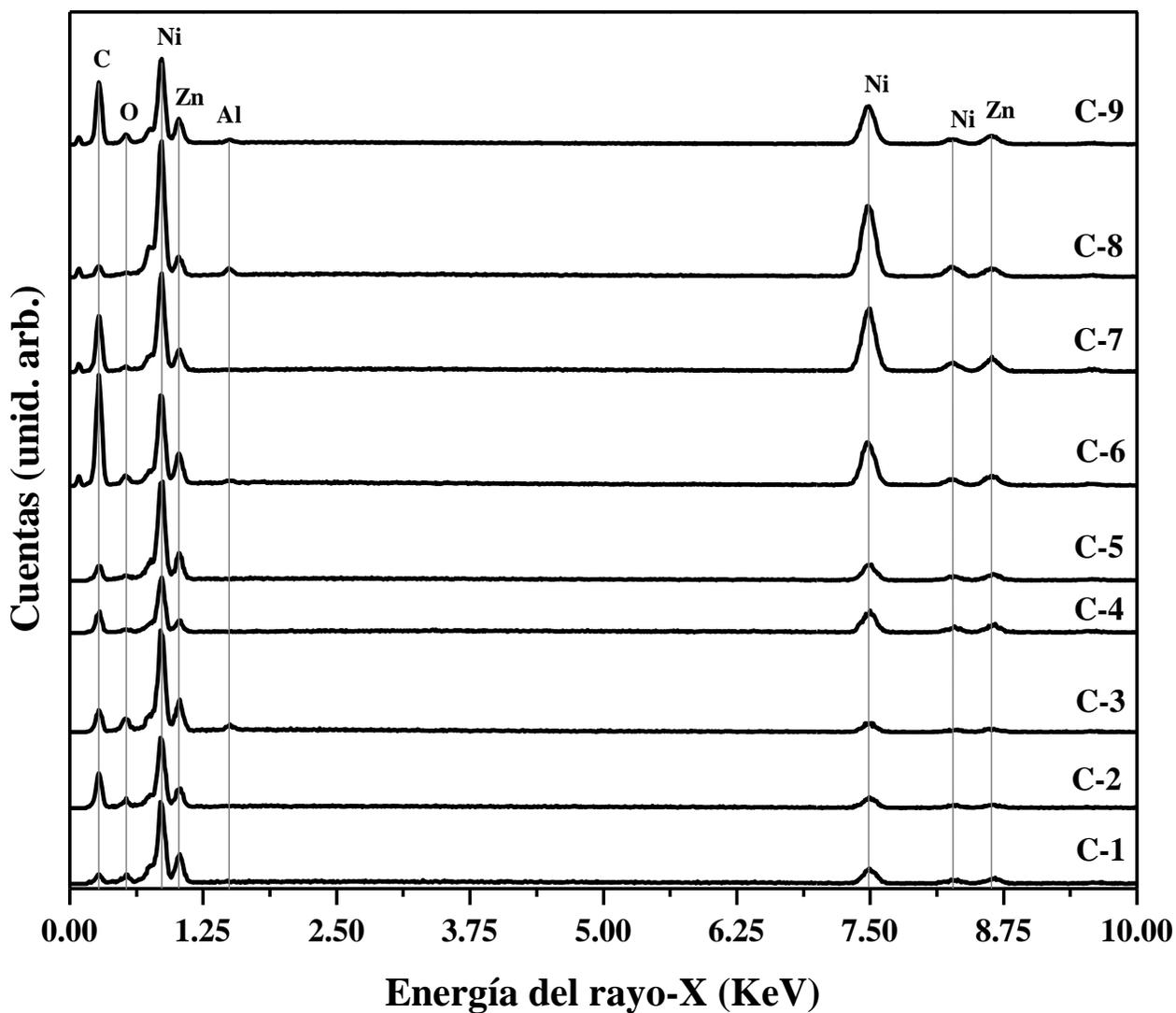


Figura 2. Comparación de los espectros por EDS correspondientes a los elementos Ni, Zn, C y O encontrados en los materiales preparados a 575 °C por 45 minutos de tiempo de reacción con variación de la estequiometría de 1 a 9 moles para carbono gráfico.

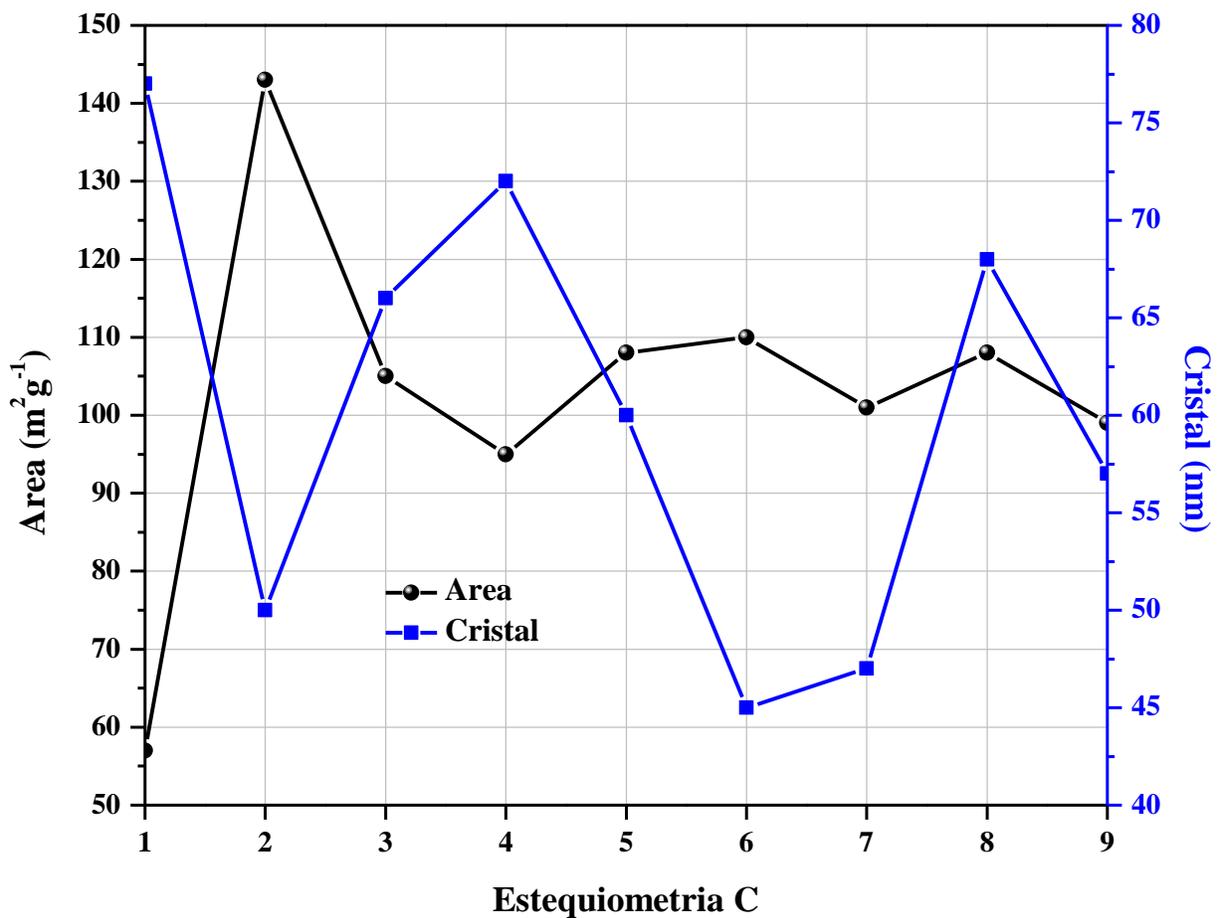


Figura 4. Comparación de área superficial y tamaño de cristal contra la variación de la estequiometria de carbono grafítico de 1 a 9 moles (C_1 - C_9) de los materiales preparados a $575\text{ }^\circ\text{C}$ durante 45 minutos.

Tabla I. Rendimiento experimental (%), tamaño promedio de cristal (nm), área superficial (m^2/g), tamaño de partícula (nm, donde l es largo, a es ancho, y σ es desviación estándar) de los materiales Ni_3ZnC obtenidos variando la estequiometría de carbono de 1 a 9 moles (C_1 - C_9) con un tiempo de reacción de 45 minutos a 575°C .

Material	Estequiometría Ni: Zn: C	Área m^2g^{-1}	Cristal Ni_3ZnC (111) nm	Rendimiento % Ni_3ZnC : Ni: ZnO: C	Partícula $l \pm \sigma \times a \pm \sigma$ nm
C-1	3:1:1	57	77	64: 33: 2: 1	$47 \pm 20 \times 33 \pm 12$
C-2	3:1:2	143	50	98: 0: 0: 2	$48 \pm 16 \times 34 \pm 9$
C-3	3:1:3	105	66	86: 5: 1: 8	$45 \pm 11 \times 34 \pm 10$
C-4	3:1:4	95	72	88: 8: 0: 4	$52 \pm 20 \times 41 \pm 16$
C-5	3:1:5	108	60	87: 7: 2: 4	$41 \pm 14 \times 30 \pm 10$
C-6	3:1:6	110	45	94: 0: 0: 6	$46 \pm 13 \times 32 \pm 6$
C-7	3:1:7	101	47	78: 15: 1: 6	$77 \pm 18 \times 58 \pm 12$
C-8	3:1:8	108	68	78: 13: 2: 7	$1648 \pm 973 \times 1318 \pm 1078$
C-9	3:1:9	99	57	89: 0: 0: 11	$1414 \pm 569 \times 1087 \pm 553$