

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ELÉTRICA DO ÓXIDO DE CÉRIO DOPADO COM LANTÂNIO OBTIDO PELA SÍNTESE POR COMBUSTÃO.

Nome: Evandro Garske Scarabelot

Local de trabalho: LABIOMAT (Laboratório de biomateriais e Cerâmicas Avançadas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Departamento de Materiais, Av. Bento Gonçalves, 9500, Setor IV, Prédio 74, sala 125 - Agronomia, 91501970 - Porto Alegre, RS – Brasil;
e-mail: evandroscarabelot@gmail.com.

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo a caracterização microestrutural e elétrica do óxido de cério dopado com lantânio variando um fator primordial do processo de síntese de combustão, o teor de combustível utilizado, sacarose. Os pós obtidos foram analisados pelas seguintes técnicas: DRX, TGA, MEV, MET, BET e EIS. Os materiais utilizados se baseiam em nitrato de Lantânio (99,0 % de pureza) e cério (99,0 % de pureza) como reagentes oxidantes, ambos da marca VETEC e sacarose (C₁₂H₂₂O₁₁- 99,3 % de pureza) como reagente redutor. Os resultados obtidos nos mostraram que o excesso de combustível utilizado nas amostras trouxeram características positivas nos pós-confeccionados na síntese, tal como maior área superficial (de 21,09 m²/g para 25,14 m²/g), pequena perda residual de massa específica com a calcinação assim como uma menor resistência elétrica das amostras.

Palavras-chaves: CeLaO₃, microestrutura, síntese por combustão, sacarose.

INTRODUÇÃO

As células a combustível nada mais são que um transdutor eletroquímico, de operação contínua, que converte energia química em energia elétrica. O princípio de funcionamento se resume em combinar um átomo de oxigênio a dois átomos de hidrogênio produzindo água, energia elétrica e energia térmica [01].

Os materiais a base de céria dopada têm sido considerada como elemento promissor para aplicações em células a combustível de óxido sólido, visto que podem apresentar condutividade iônica e eletrônica em altas temperaturas (maiores que 500°C). O óxido de cério pode ser classificado como um condutor misto, apresentando condutividade iônica e eletrônica, sendo suas propriedades elétricas dependentes da temperatura, da pressão parcial de oxigênio, concentração de dopantes e do teor de impurezas. Nesse tipo de material a condutividade iônica

ocorre devido à mobilidade das vacâncias de oxigênio, em temperaturas suficientemente elevadas [02].

O tipo de dopante também exerce grande influência nas propriedades elétricas da céria dopada, segundo Yahiro et al [03]. Logo, o estudo do tipo de dopante a ser utilizado no processo de síntese é de grande importância [04]. Estudos recentes demonstram que os dopantes mais empregados na céria são os íons lantanídeos ou alcalinos terrosos [05].

As características microestruturais também exercem influência direta nas propriedades elétricas dos sólidos condutores iônicos. Sendo assim o método de síntese dos pós tem grande importância nesse processo, visto que ele interfere diretamente nas características microestrutural do material obtido, pois as obtenções de pós em escala nanométrica com distribuição controlada dos tamanhos de aglomerados favorecem o processo de sinterização diminuindo a temperatura necessária para a densificação do material [06].

Na literatura, atualmente, vemos a obtenção de pós nanométricos de óxido de cério por diversas técnicas, tais como: co-precipitação [07, 08, 09], sol-gel [10,11] e o método de síntese por combustão [12, 13, 14]. O método de síntese por combustão se torna uma técnica promissora visto que possibilita a obtenção rápida de pós (em poucos minutos) com partículas nanométricas, bem dispersa e de elevada homogeneidade. Estudos no ramo de síntese por combustão relataram a utilização de glicina e ureia com glicina como combustível [15,16].

O principal objetivo dessa pesquisa está na caracterização microestrutural e elétrica do óxido de cério dopado com lantânio (10%) via síntese por combustão variando o teor de combustível (sacarose), indo do estequiométrico a 100% em excesso deste, afim de que as amostras sintetizadas possuam características apropriadas para uso em células a combustível de óxido sólido.

MATERIAIS E MÉTODOS

Utilizando o método de síntese de combustão, foram utilizados nitratos de Lantânio (99,0 % pureza) e cério (99,0 % de pureza) como reagentes oxidantes, ambos da marca VETEC e sacarose ($C_{12}H_{22}O_{11}$ - 99,3 % de pureza) como reagentes redutores.

A composição estequiométrica da solução precursora para a síntese por combustão, assim como a quantidade molar de combustível a ser adicionada na solução foi determinada pelo método proposto por Jain et. al [13] demonstrado pela Equação abaixo (Equação 1).

$$\varphi e = \frac{\Sigma(\text{Coef.do elemento oxidante}) \cdot (\text{valência})}{\Sigma(\text{Coef.do elemento redutor}) \cdot (\text{valência})} \quad \text{Equação 1}$$

Nessa equação o φe representa a composição estequiométrica elementar. Por meio desta foi possível calcular também a quantidade molar de combustível a ser adicionado na solução em questão.

Após os cálculos da composição estequiométrica dos reagentes e do combustível utilizado na síntese por combustão os nitratos e os combustíveis foram misturados variando a proporção estequiométrica de sacarose. A mistura foi aquecida sobre uma manta térmica a 250°C onde ocorreu a reação. Mantendo uma concentração fixa de dopante (10% de lantânio) e variando a concentração de sacarose.

A caracterização dos pós se dividiu em 2 etapas, uma logo após a síntese onde realizamos as análises de: DRX e ATG para assim averiguar a influência do tratamento térmico sobre a formação das fases das amostras assim como sua cristalinidade e intensidade dos picos gerados. E uma segunda etapa após a calcinação (800°C) com o intuito de eliminar fases orgânicas e termos um pó monofásico, realizamos o tratamento térmico e analisamos as amostras obtidas da síntese por meio das técnicas de: Os pós obtidos foram analisados pelas seguintes técnicas: difração de raios- X (DRX), análise termogravimétrica (TGA), microscopia eletrônica de varredura (MEV), teoria de absorção multimolecular (BET) e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS)..

Análise da fase do óxido em questão foi caracterizado por DRX, utilizando o difratometro Philips (modelo X'Pert MPD), equipado com um monocromador de grafite, radiação Cu-K α ($\lambda=1,5406$). Nas análises foram utilizados uma faixa angular (2θ) entre 20° e 70°, passo de 0,05°, tempo de contagem de 2 segundos e fendas 1/2. Os resultados com o difratogramas foi realizado por meio do programa X'pert Highscore, com a base de dados da international Centre for Diffraction Data (ICDD).

Para a determinação da área superficial específica (BET) das amostras foi utilizado o equipamento QUANTA CRHOME NOVA 1000. As amostras foram dispersadas e secas por 40 minutos em uma estufa a 100°C, para evitar que elas se aglomerassem.

A variação da massa remanescente das amostras após a síntese por combustão foi realizada pela análise termogravimétrica (ATG). O equipamento utilizado foi TGA Q50 V20.13 BUILD 39, usando como gás o nitrogênio numa vazão de 90ml/min numa faixa de temperatura que variou de 20 a 900°C, com uma taxa de aquecimento de 20°C por minuto.

Já a análise morfológica, assim como o tamanho de cristalito, foi realizada pela técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET), JEM-1400, acoplado com microsonda de EDS, com capacidade de operação de 120 keV.

Por fim, analisamos o comportamento elétrico das amostras por meio da espectroscopia por impedância eletroquímica (EIS), técnica muito difundida e de grande importância. A faixa de frequência utilizada foi de 0,1 Hz a 100 kHz. O equipamento utilizado na análise foi o forno FTR-1100 conectado ao METROHM-AUTOLAB, sendo que os resultados foram obtidos por meio do software NOVA 1.10.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Durante a reação por combustão no processo de confecção dos pós se observou que as amostras que tinham uma quantidade estequiométrica de combustível demonstraram ter uma combustão mais completa com pouca geração de carbono residual. Após o término da síntese por combustão o produto resultante das amostras em geral consistia em um pó de coloração amarelo fraco, com bastantes aglomerados e com aspecto esponjoso e pulverulento.

Já nas amostras que usaram excesso de combustível, se observou durante o processo de síntese uma diferença visual em seu desenvolvimento, onde tivemos uma reação de combustão incompleta com muito carbono residual, contudo se observou a geração de muitos gases durante a combustão sendo ainda o processo um pouco mais lento quando comparado às amostras estequiométricas.

Após o término da síntese por combustão notou-se que com o aumento do teor de combustível as amostras iam ficando com uma coloração mais escura, possivelmente devido a um excesso de carbono residual nas amostras, já após a calcinação todas as amostras apresentavam um aspecto esbranquiçado, com uma característica mais amarelada à medida que se aumentava o teor de combustível utilizado, além é claro de apresentar amostras com bastantes aglomerados e com aspecto esponjoso e pulverulento.

A fase cristalina dos pós não calcinados e calcinados foi verificada por meio da análise de difração de raios-X. Os difratogramas das amostras são apresentados

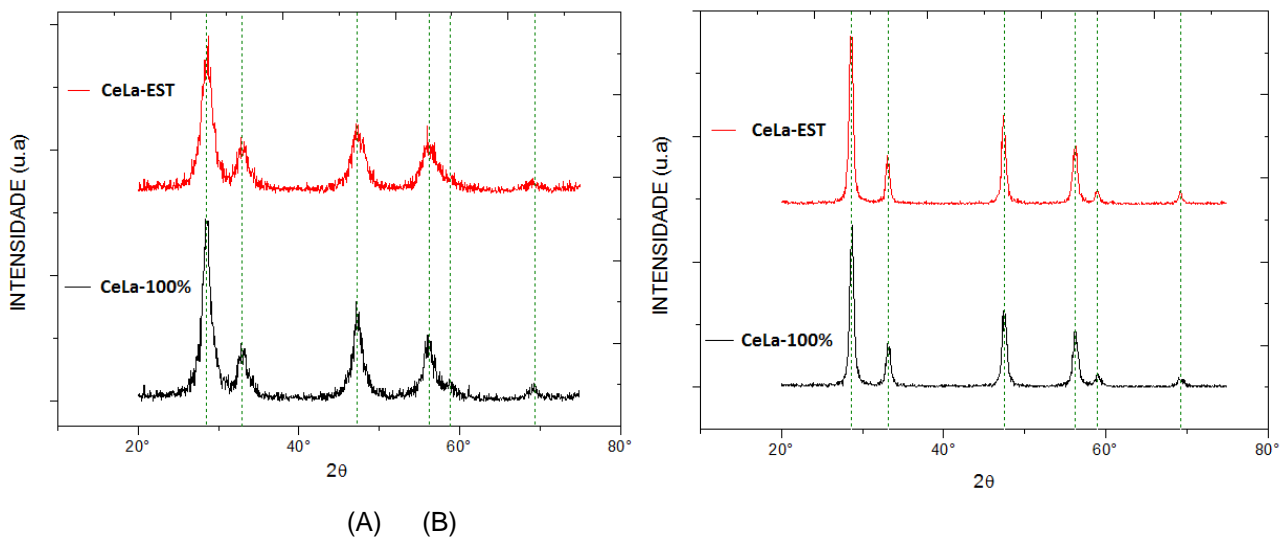


Figura 01: Difratograma dos pós não calcinados de céria-lantânio (A) e dos pós calcinados de céria-lantânio (B).

Os difratogramas, da Figura 01, obtidos via análise por raios-X (DRX), tanto antes do tratamento térmico (calcinação) como depois apresentaram estrutura cúbica do tipo fluorita (AX_2). Os dados de referencia das amostras de oxido de cério dopado com lantânio tiveram como código de referência -01-081-0792- e com fórmula química CeO_2 e ICSD name: Cerium Oxide; dados esses retirados da biblioteca do software X'Pert HighScore.

Segundo os resultados adquiridos logo após a síntese observamos que as amostra tiveram um comportamento diferente com o aumento do teor de combustível utilizado. O excesso de combustível contribuiu para a obtenção de picos mais largo gerando um tamanho de cristalito menor quando comparado com a amostra

estequiométrica, Por meio da equação de Scherrer (Equação 1) foi possível determinar do tamanho médio dos cristalitos, tanto antes da calcinação como depois. (Tabela 1)

$$d = 0,95\lambda / \Delta\theta \cdot \cos\theta \quad (\text{Equação 1})$$

Após a calcinação observamos que todas as amostras apresentaram picos mais intensos e mais cristalinos que os pós obtidos logo após síntese por combustão que não foram calcinados. Ainda podemos destacar que os resultados não deferiram em relação ao excesso de combustível utilizado nas amostras de cério-lantânio. Foi observado ainda que com o aumento da cristalinidade após o tratamento térmico tivemos o crescimento do diâmetro dos cristalitos das amostras, devido à elevada taxa de coalescência em função da temperatura do processo térmico. A diminuição do grau de cristalinidade é evidenciada no DRX pela diminuição da intensidade e aumento da largura a meia-altura dos picos de difração.

Tabela 01: Obtenção do tamanho de cristalito tanto antes como depois da calcinação, obtidos pela equação de Scherrer.

AMOSTRAS	TAMANHO DE CRISTALITO ANTES DA CALCINAÇÃO (nm)	TAMANHO DE CRISTALITO DEPOIS DA CALCINAÇÃO (nm)
LANTANIO-ESTEQ	9,11	15,93
LANTANIO-100%	7,09	15,93

Após o processo de síntese por combustão realizamos a análise termogravimétrica das amostras, a fim de observar o teor de resíduos presentes assim como a temperatura de calcinação destas.

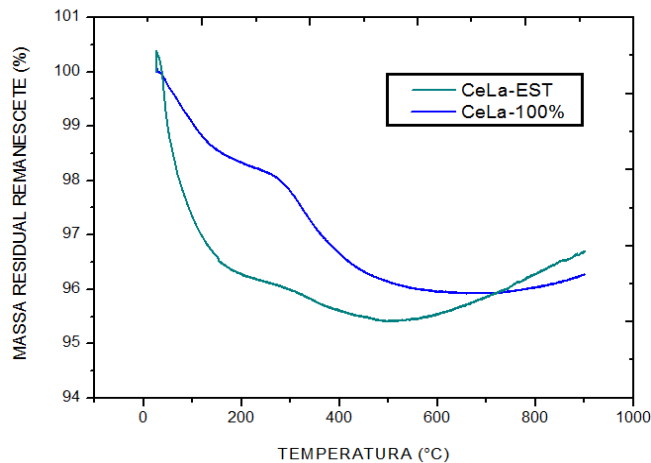


Figura 02: Análise termogravimétrica das amostras após o processo de síntese por combustão.

Tabela 02: Resultados obtidos das análises por TGA das amostras após o processo de síntese por combustão.

AMOSTRA	MASSA REMANESCENTE	PERDA DE MASSA
CeLa-EST	95,41	4,59
CeLa-100%	94,86	5,14

Por meio do gráfico gerado assim como da tabela construída, observamos as características das amostras logo após o processo de síntese por combustão. Os resultados obtidos mostraram que o teor de combustível utilizado no processo de síntese interfere diretamente na perda de massa em função da temperatura das amostras de céria-lantânio.

Tivemos um menor teor de massa remanescente com o excesso de sacarose, indo de 95,41% para 94,86%. Foi observada também um aumento da temperatura de inflexão da curva com o aumento de combustível, indo de 500°C para 700°C na amostra com excesso de sacarose.

Após o processo de calcinação realizamos a análise por BET. Essa teoria matemática tem com objetivo descrever a adsorção física de moléculas de gás sobre uma superfície sólida e serve como base para uma técnica de análise importante para medição de área superficial específica de um material. Os resultados obtidos por meio dessa técnica são demonstrados na tabela 03.

Tabela 03: Área superficial específica do grupo amostral.

AMOSTRA	ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA (m ² /g)
CeLa-EST	21,09
CeLa-100%	25,14

Segundo os dados analisados observamos que as amostras tiveram um ganho significativo de área superficial com o aumento do teor de sacarose, sendo a amostra de CeLa-100% a com maior ganho: 19,2% em relação à de CeLa-EST.

A possibilidade mais provável de ter ocorrido esse fato, ganho de área superficial específica com o aumento do teor de combustível, está no fato de que

temos uma maior geração de gases no processo de síntese por combustão com o aumento de combustível, fato este observado visualmente durante o processo de síntese.

Em relação às análises das micrografias do MEV, microscópio eletrônico de varredura, os resultados obtidos foram os seguintes:

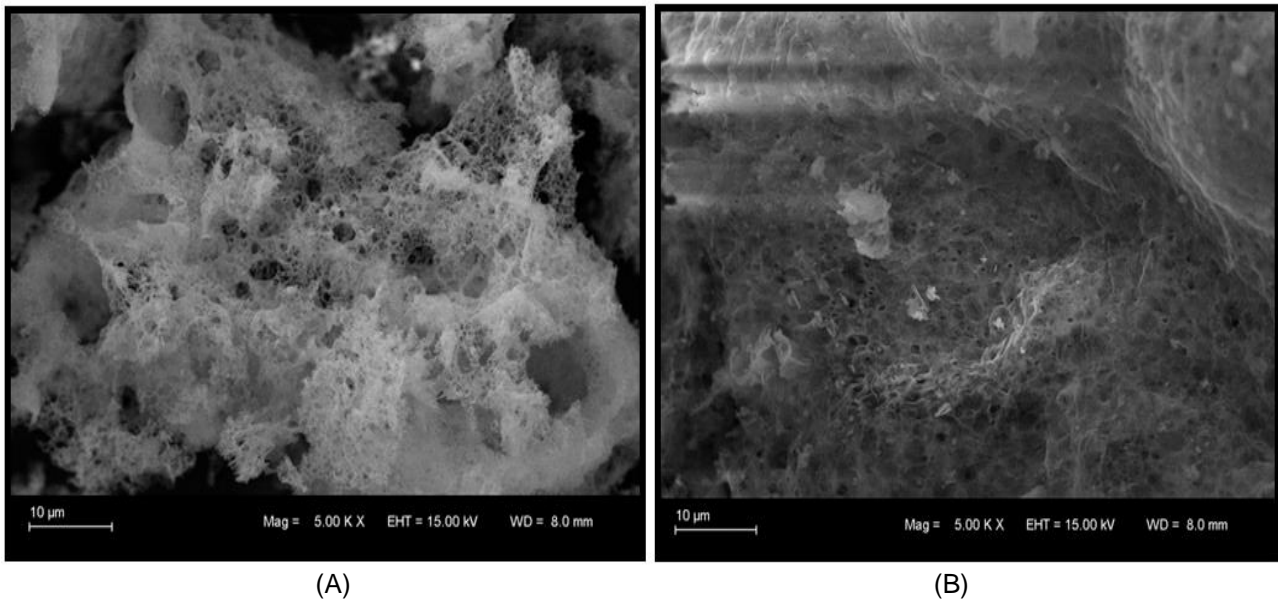


Figura 03: Micrografia dos pós-sintetizados, após calcinação, das amostras de CeLa-EST (A) e CeLa-100% (B) com ampliação de 5.000X .

A partir das micrografias obtidas foi possível observar o tamanho, a forma e o estado de aglomeração das amostras analisadas. As amostras que utilizaram um teor estequiométrico de combustível no processo de síntese por combustão tiveram um aspecto morfológico diferente das amostras em excesso (100%). As primeiras tiveram um aspecto mais esponjoso demonstrando uma estrutura cavernosa mais distribuída e bem dispersa com formação de poros com pós de aparência bem pulverulenta na ampliação de 5.000x.

Outro fato importante de se destacar está no fato que as amostras com excesso de combustível tinha uma solução precursora com aspecto mais viscoso, retendo gases e causando a expansão do gel que durante o processo de combustão proporcionou a formação da estrutura característica observada nas micrografias analisadas. Com a formação dessa solução mais viscosa, durante a síntese a

geração de gases pode ter retirado calor da reação e diminuído a energia disponível, dando origem a um pó com menos aglomerados e mais compacto.

O estudo elétrico das amostras foi realizado por meio da técnica de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS). Onde foi possível observar o espectro de impedância na representação tipo Nyquist, além e claro do circuito equivalente formando por cada análise obtida em diferentes temperaturas.

Já os resultados para as amostras de lantânio foram as seguintes:

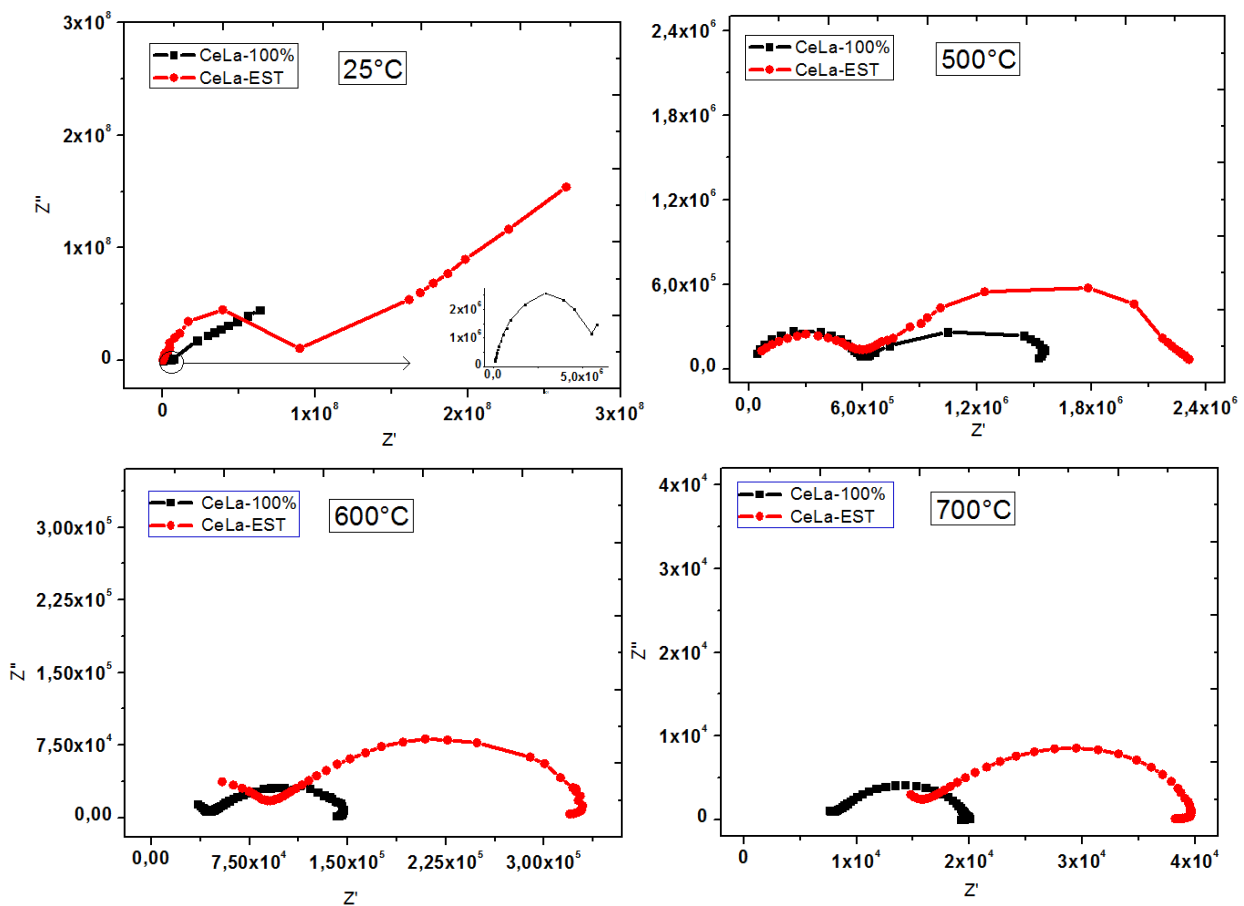


Figura 5.2.18: Espectros de impedâncias e circuito equivalente da céria dopada com lantânio nas temperaturas de 25°C, 500°C, 600°C e 700°C.

As medidas de impedância foram realizadas na faixa de frequência de 0,1 Hz a 100kHz utilizando uma tensão de 10milivolts. Os eixos dos diagramas de Nyquist são representados da seguinte maneira: a parte real da impedância é referente ao eixo das abscissas (y) e a parte imaginária ao eixo das ordenadas (x). Os dados de alta frequência correspondem aos pontos do lado esquerdo do gráfico e os de baixa frequência ao do lado direito.

É importante ressaltar que a condutividade obtida neste estudo é o valor da condutividade do poro e do material estudado (Céria-lantânio), visto que a amostra não foi sinterizadas, sendo, portanto somente analisado o comportamento elétrico dos pós obtidos após a calcinação. Como esperado, a resistividade da amostra diminui com a temperatura, ou seja, aumenta sua condutividade. Este fato se deve ao aumento do número de defeitos na amostra, gerados pelo fenômeno da agitação térmica devido ao aumento da temperatura. Com relação ao efeito do teor de sacarose nas amostras vimos que o excesso de combustível proporcionou uma diminuição significativa da resistividade da amostra de cério lantânio, mesmo após o tratamento térmico de calcinação. Assim o excesso de sacarose durante a síntese por combustão produziu mudanças na resistência do pó, gerando um diminuição do semicírculo de alta frequência, com o aumento da temperatura, proporcionando uma menor resistência final.

Comparando os resultados das análises realizadas com as obtidas em pesquisas, observamos que os resultados estão em conformidade com as análises reportados na literatura. Com relação ao tamanho médio dos cristalitos das amostras, vemos que na literatura esse parâmetro esteve na faixa dos 15 a 20 nanômetros, já área superficial específica obtida pelo BET, que esteve na casa dos 15 a 20 m²/g [17, 18, 19 e 20], contudo o tipo de combustível utilizado no processo de combustão nesses casos acima citados foram glicina e não sacarose.

CONCLUSÃO

O método de síntese por combustão, utilizado na confecção de pós de cério-lantânio, resultou ser um método simples e fácil, com o qual se obtém um pó com distribuição homogênea de particulados com bastantes aglomerados e com aspecto esponjoso e pulverulento.

A fase obtida foi à esperada, fluorita. Sendo ainda não detectado picos de lantânio, demonstrando a troca substitucional do lantânio na rede do óxido de cério. O tamanho de cristalito também demonstrou que este estava em escala nanométrica.

A medida de análise térmica mostrou que o composto obtido é estável em atmosfera ambiente, assim como em altas temperaturas, entre 25° a 700°C, onde foram realizadas as medidas de espectroscopia de impedância eletroquímica.

Com base nos resultados obtidos da síntese, tanto antes como depois da calcinação, foi possível concluir que o composto de cério dopado com 10% de lantânio pode ser diretamente influenciado em suas características morfológicas e elétricas dos pós pelo teor de combustível utilizado.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro através do projeto, o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e o Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGE3M). Ao CEME-SUL por me proporcionar a análise de microscopia eletrônica de transmissão (MET).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [01] STEFANELLI; EDUARDO, 2012, **Célula a Combustível – energia elétrica a partir do hidrogênio.**
- [02] MOGENSEN, M.; SAMMES, N. M.; TOMPSETT, G. A. **Physical, chemical and electrochemical properties of pure and doped ceria.** Solid State Ionics, v. 129, p. 63–94, 2000.
- [03] PRABHAKARAN, K.; JOSEPH, J.; GOKHALE, N.M.; SHARMA S.C.; LAL, R. **Sucrose combustion synthesis of $\text{La}_x\text{Sr}(1-x)\text{MnO}_3$ ($x \leq 0,2$) powders.** Ceramics International, v.31, p.327, 2005.
- [04] YAHIRO, H. et al. **Oxygen ion conductivity of the ceria-samarium oxide system with fluorite structure.** Journal of Applied Electrochemistry, Springer Netherlands, v. 18, p. 527– 531, 1988.
- [05] CIVERA, A.; PAVESE, M.; SARACCO, G.; SPECCHIA, V. **Combustion Synthesis of Perovskite-Type Catalysts for Natural Gas Combustion,** Catalysis Today 83, p.199-211, 2003.
- [06] SOUZA, E. C. C. de. **Relação microestrutura propriedades do eletrólito sólido $\text{Ce}_{1-x}\text{Sm}_x\text{O}_{2-x}$ preparado a partir de nanopartículas.** Tese (Doutorado) — Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares/USP, 2008.
- [07] MORI, T.; YAMAMURA, H. **Preparation of an alkali-element or alkali-earth-element-doped $\text{CeO}_2\text{-Sm}_2\text{O}_3$ system and its operation properties as the electrolyte in planar solid oxide fuel cells.** Journal of Materials Synthesis and Processing, v. 6, n. 3, p.175–179, 1998.
- [08] MORI, T. et al. **Oxide ionic conductivity and microstructures of Sm- or La-doped CeO_2 -based systems.** SOLID STATE IONICS, 154, n. Part B Sp. Iss. SI, p. 461–466, DEC 2002.
- [09] DUDEK, M. et al. **Electrical and mechanical properties of CeO_2 -based electrolytes in the $\text{CeO}_2\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-M}_2\text{O}_3$ ($\text{M}=\text{La}, \text{Y}$) system.** SOLID STATE IONICS, 179, n. 1-6, p.164–167, MAR 31 2008.

- [10] SHA, X. et al. **Preparation and properties of rare earth co-doped Ce_{0.8}Sm_{0.2}-xYxO_{1.9} electrolyte materials for SOFC.** JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, 424, n. 1-2, p. 315–321, NOV 9 2006.
- [11] SHA, X. et al. **Study on La and Y co-doped ceria-based electrolyte materials.** JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, 428, n. 1-2, p. 59–64, JAN 31 2007.
- [12] RAJENDRAN, M.; MALLICK, K. K.; BHATTACHARYA, A. K. **Combustion synthesis, powder characteristics and crystal structure of phases in ce-pr-o system.** Journal of Materials Science, Springer Netherlands, v. 33, p. 5001–5006, 1998.
- [13] PUROHIT, R. et al. **Ultrafine 12éria powders via glycine-nitrate combustion.** MATERIALS RESEARCH BULLETIN, 36, n. 15, p. 2711–2721, DEC 1 2001.
- [14] LI, B. et al. **Electrical properties of ceria co-doped with sm³⁺ and nd³⁺.** Journal of Power Sources, v. 195, p. 969–976, 2010.
- [15] SINGH, K.; ACHARYA, S. A.; BHOGA, S. S. **Glycine-nitrates combustion synthesis and properties of nano-sized Ce_{1-x}GdxO₂-delta solid solution for solid oxide fuel cell viewpoint.** INDIAN JOURNAL OF ENGINEERING AND MATERIALS SCIENCES, 13, n. 6, p. 525–530, DEC 2006.
- [16] LENKA, R. K. et al. **Combustion synthesis of gadolinia-doped ceria using glycine and urea fuels.** JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, 466, n. 1-2, p. 326–329, OCT 20 2008.
- [17] PUROHIT, R. et al. **Ultrafine ceria powders via glycine-nitrate combustion.** MATERIALS RESEARCH BULLETIN, 36, n. 15, p. 2711–2721, DEC 1 2001.
- [18] SINGH, K.; ACHARYA, S. A.; BHOGA, S. S. **Glycine-nitrates combustion synthesis and properties of nano-sized Ce_{1-x}GdxO₂-delta solid solution for solid oxide fuel cell viewpoint.** INDIAN JOURNAL OF ENGINEERING AND MATERIALS SCIENCES, 13, n. 6, p. 525–530, DEC 2006.
- [19] LENKA, R. K. et al. **Combustion synthesis of gadolinia-doped ceria using glycine and urea fuels.** JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, 466, n. 1-2, p. 326–329, OCT 20 2008.
- [20] PRASAD, D. H. et al. **A significant enhancement in sintering activity of nanocrystal-line Ce_{0.9}Gd_{0.1}O_{1.95} powder synthesized by a glycine-nitrate-process.** JOURNAL OF CERAMIC PROCESSING RESEARCH, 11, n. 2, p. 176–183, APR 2010.

TITLE

MICROSTRUCTURAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF THE CERIA ÓXIDE DOPED WITH LANTHANUM OBTAINED BY COMBUSTION SYTHESIS

ABSTRACT

This work aims to microstructural and electrical characterization of cerium-doped oxide with lanthanum varying the most important parameter during the combustion synthesis, the fuel content used, in this case, sucrose. The powders were analyzed by the following techniques: XRD, TGA, SEM, TEM, BET and EIS. Materials used are based on lanthanum nitrate (99.0% purity) and cerium (99.0% purity) as oxidizing reagents, both of VETEC mark and sucrose (C₁₂H₂₂O₁₁- 99.3% purity) as a reducing reagent. The results showed that the excess fuel used in the samples brought positive characteristics in the post-synthesis prepared as increased surface area (21.09 m² / g to 25.14 m² / g), small residual mass loss specifies calcination and a lower electric resistance of the samples.

Keywords: CeLaO₃, microstructure, combustion synthesis, sucrose.