

TEHNOLOŠKO-METALURŠKI FAKULTET

UNIVERZITET U BEOGRADU

35/134
(Broj zahteva)
27.05.2013.
(datum)

VEĆE NAUČNIH OBLASTI TEHNIČKIH NAUKA

(naziv veća naučne oblasti kome se zahtev upućuje)

Beograd, Studentski trg br. 1

ZAHTEV

za davanje saglasnosti na referat o urađenoj doktorskoj disertaciji

Molimo da, shodno članu 46. st.5 Statuta Univerzitetu u Beogradu ("Glasnik Univerziteta" broj 131/06), date saglasnost na referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata

Mr MILICE POŠARAC MARKOVIĆ
(ime, ime jednog od roditelja i prezime)

KANDIDAT: Mr MILICA POŠARAC MARKOVIĆ prijavila je doktorsku disertaciju pod nazivom:

„SINTEZA I KARAKTERIZACIJA KOMPOZITNOG KERAMIČKOG MATERIJALA NA BAZI SILICIJUM KARBIDA I KORDIJERITA“

Iz naučne oblasti: HEMIJA I HEMIJSKA TEHNOLOGIJA

Univerzitet je dana 09.10.2009. godine, svojim aktom 612-25/144/09, dao saglasnost na predlog teme doktorske disertacije koja je glasila:

„SINTEZA I KARAKTERIZACIJA KOMPOZITNOG KERAMIČKOG MATERIJALA NA BAZI SILICIJUM KARBIDA I KORDIJERITA ”

Komisija za ocenu i odbranu doktorske disertacije kandidata:

Mr MILICE POŠARAC MARKOVIĆ
(ime, ime jednog od roditelja i prezime)

obrazovana je na sednici održanoj 28.03.2013. odlukom fakulteta pod br. 35/104, u sastavu:

Ime i prezime člana komisije	Zvanje	Naučna oblast
1. Dr Tatjana Volkov Husović	Redovni profesor	Metalurgija
2. Dr Branko Matović	Naučni savetnik	Nauka o materijalima
3 Dr Radmila Jančić-Heinemann	Vanredni profesor	Inženjerstvo materijala
4. Dr Sanja Martinović	Naučni saradnik	Metalurgija
5. Dr Anja Došen	Naučni saradnik	Prirodno-matematičke nauke (geonauka i astronomija)

Nastavno-naučno veće fakulteta prihvatilo je izveštaj Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije na sednici održanoj dana 25.04.2013. godine.

DEKAN FAKULTETA

Prof. dr Đorđe Janačković

Prilog:

1. Doktorska disertacija
2. Izeštaj Komisije sa predlogom
3. Akt Nastavno-naučnog veća Fakulteta o usvajanju izveštaja

Na osnovu čl. 128. Zakona o visokom obrazovanju i čl. 129. Statuta TMF, na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta od 25.04.2013. godine, doneta je

O D L U K A

o prihvatanju Referata o oceni doktorske disertacije

Prihvata se referat Komisije u sastavu: dr Tatjana Volkov Husović, redovni profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta, dr Branko Matović, naučni savatnik INN Vinča, dr Radmila Jančić-Heinemann, vanredni profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta, dr Sanja Martinović, naučni saradnik ITNMS, dr Anja Došen, naučni saradnik INN Vinča, o pregledu i oceni urađene doktorske disertacije pod nazivom: „**SINTEZA I KARAKTERIZACIJA KOMPOZITNOG KERAMIČKOG MATERIJALA NA BAZI SILICIJUM KARBIDA I KORDIJERITA**“ koju je podnela **mr MILICA POŠARAC MARKOVIĆ** i upućuje se na saglasnost Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu.

Veće naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu dalo je saglasnost na predlog teme doktorske disertacije **mr MILICE POŠARAC MARKOVIĆ** pod nazivom „**SINTEZA I KARAKTERIZACIJA KOMPOZITNOG KERAMIČKOG MATERIJALA NA BAZI SILICIJUM KARBIDA I KORDIJERITA**“ Odlukom broj 612-25/144/09 od 09.10.2009. godine.

M 21- Rad u vrhunskom međunarodnom časopisu

1. **M. Posarac**, M. Dimitrijevic, T. Volkov -Husovic, A. Devecerski, B. Matovic, Determination of Thermal Shock Resistance of Silicon Carbide / Cordierite Composite Material Using Nondestructive Test Methods, Journal of European Ceramic Society, 28 (2008) 1275–1278.

Citiran: 10 puta

2. Dimitrijevic M., **Posarac M.**, Majstorovic J., Volkov-Husovic T., Matovic B., Behavior of silicon carbide/cordierite composite material after cyclic thermal shock, CERAMICS INTERNATIONAL, (2009) vol.35 br.3 str. 1077-1081.

Citiran: 15 puta

M 22- Rad u istaknutom međunarodnom časopisu

1. Dimitrijevic Marija, **Posarac Milica**, Majstorovic Jelena, Volkov-Husovic Tatjana, Devecerski Aleksandar, Matovic Branko, Thermal shock damage characterization of high temperature ceramics by non destructive test methods, CERAMICS-SILIKATY, (2008) vol.52 br.2 str. 115-119.

Citiran: 3 puta

2. **Posarac Milica B.**, Dimitrijevic Marija M, Volkov-Husovic Tatjana D, Majstorovic Jelena, Matovic Branko Z, The ultrasonic and image analysis method for non-destructive quantification of the thermal shock damage in refractory specimens, MATERIALS & DESIGN, (2009), vol. 30 br. 8, str. 3338-3343, IF=1.518 (rang 80/214)

Citiran: 6 puta

Odluku dostaviti: Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta, mentoru, Službi za nastavno-studentske poslove, Biblioteci i Arhivi fakulteta.

D E K A N

Prof. dr Đorđe Janačković

**NASTAVNO-NAUČNOM VEĆU
TEHNOLOŠKO-METALURŠKOG FAKULTETA
UNIVERZITETA U BEOGRADU**

Predmet: Referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata mr Milice Pošarac-Marković, dipl. fizikohemičara

Odlukom o imenovanju Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije br. 35/04 od 2.4.2013. godine, imenovani smo za članove Komisije za pregled, ocenu i odbranu doktorske disertacije kandidata mr Milice Pošarac Marković, dipl. fizikohemičara pod naslovom

„Sinteza i karakterizacija kompozitnog keramičkog materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita”

Posle pregleda dostavljene Disertacije i drugih pratećih materijala i razgovora sa Kandidatom, Komisija je sačinila sledeći

R E F E R A T

1. UVOD

1.1. Hronologija odobravanja i izrade disertacije

- 25.6.2009. godine - Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta doneta je Odluka o prihvatanju predloga teme doktorske disertacije mr Milice Pošarac, dipl. fizikohemičara, pod nazivom „**Sinteza i karakterizacija kompozitnog keramičkog materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita**” i za mentora ove doktorske disertacije imenovana je dr Tatjana Volkov Husović, red. prof. TMF.

- 9.10.2009. godine -Na sednici Veća naučnih oblasti tehničkih nauka (Univerzitet u Beogradu) data je saglasnost na predlog teme doktorske disertacije mr Milice Pošarac, dipl. fizikohemičara, pod nazivom „**Sinteza i karakterizacija kompozitnog keramičkog materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita**”.

- 28.3.2013. godine – Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta doneta je Odluka o imenovanju članova Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije mr Milice Pošarac-Marković, dipl. fizikohemičara, pod nazivom „**Sinteza i karakterizacija kompozitnog keramičkog materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita**”.

1.2. Naučna oblast disertacije

Istraživanja u okviru ove doktorske disertacije pripadaju oblasti Hemija i hemijska tehnologija za koju je matičan Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu.

1.3. Biografski podaci o kandidatu

Kandidat mr Milica Pošarac-Marković, dipl.fizikohemičar, je rođena 16.1.1977. godine u Sremskoj Mitrovici. Osnovnu školu i Gimnaziju je završila u Rumi. Fakultet za fizičku hemiju je upisala 1995. godine. Diplomirala je 2004. godine. Magistarski rad pod nazivom "Uticaj Y_2O_3 na fizičko-hemijska svojstva spinelne keramike", odbranila je 2009. godine i stekla zvanje magistra fizičko-hemijskih nauka. Od januara 2006. godine radi kao istraživač u Laboratoriji za materijale Instituta za nuklearne nauke "Vinča" na projektu osnovnih istraživanja Ministarstva za nauku i tehnološki razvoj, projekat 142016 "Nanostrukturni neoksidni keramički i karbonski materijali i njihovi kompoziti" i projektu III 45012: Sinteza, procesiranje i karakterizacija nanostrukturnih materijala za primenu u oblasti energije, mehaničkog inženjerstva, zaštite životne sredine i biomedicine, Ministarstva prosvete i nauke Republike Srbije.

2. OPIS DISERTACIJE

2.1. Sadržaj disertacije

Doktorska disertacija kandidata mr Milice Pošarac-Marković, dipl. fizikohemičara, napisana je na 147 strana, u okviru kojih se nalazi 89 slika, 5 tabela, 57 izraza i 182 literaturna navoda, i organizovana je u četiri celine: Teorijski deo, Eksperimentalni deo, Diskusija i Zaključak. Na početku disertacije dat je Rezime na srpskom i engleskom jeziku, dok su na kraju svakog poglavlja dati navodi literature, a na samom kraju data je i biografija autora.

2.2. Kratak prikaz pojedinačnih poglavlja

U okviru teorijskog dela se nalazi devet podpoglavlja: Keramički materijali, Keramički kompozitni materijali, Silicijum karbid, Metode sinteze silicijum karbida, Keramički materijali na bazi silicijum karbida, Keramički materijali na bazi kordijerita, Keramički materijali na bazi kordijerita i silicijum karbida, Zeoliti-molekulska sita i Termostabilnost.

Teorijski deo se odnosi na osnovne pojmove vezane za keramičke materijale kao i podgrupu keramičkih kompozitnih materijala, sa posebnim osvrtom na materijale na bazi silicijum karbida, materijale na bazi kordijerita, materijale na bazi silicijum karbida i kordijerita i mogućnosti sinteze ovih materijala. U okviru metoda sinteze silicijum karbidnih materijala razmatrane su metode: direktna sinteza iz elemenata, karbotermalna redukcija u gasnoj fazi kao i sol-gel proces. U okviru keramičkih materijala na bazi kordijerita date su kristalne strukture kordijerita, polimorfni oblici kordijerita, kao i metode sinteze, u okviru kojih su razmatrane: Sinteza kordijerita iz prirodnih materijala, Sinteza kordijerita iz oksida, Sinteza kordijerita sol-gel postupkom, Sinteza kordijerita reakcionim raspršivanjem, i Sinteza kordijerita kristalizacijom stakala kordijeritnog sastava. U okviru poglavlja koje se odnosi na materijale na bazi silicijum karbida i kordijerita dat je istorijski pregled razvoja ove grupe materijala, njihova primena, kao i prednosti i mane pojedinih načina dobijanja. U okviru poglavlja koje se odnosi na zeolite objašnjena je struktura zeolita, kao i njihova osnovna svojstva i primena. U okviru poglavlja koje se odnosi na termostabilnost dati su osnovni pojmovi, istorijski razvoj metoda ispitivanja, dat je prikaz parametara na lom i oštećenje, kao i temperaturske razlike koje se takođe koriste radi definisanja termostabilnosti.

Eksperimentalni deo disertacije se sastoji iz Eksperimentalnih metoda i Eksperimentalnog rada i rezultata.

U poglavlju Eksperimentalne metode ukratko su opisane metode koje su korišćene u disertaciji.

Poglavlje Eksperimentalni rad i rezultati se sastoji iz sledećih podpoglavlja: Sinteze koridijerita, Sinteze i karakterizacije kompozitnih materijala, Ispitivanja termostabilnosti, Sinteze i karakterizacije poroznih kompozitnih materijala.

U okviru podpoglavlja koje se odnosi na Sintezu kordijerita data je Sinteza i karakterizacija kordijerita sintetisanog polazeći od zeolita LTA (KZ 30 i KZ 50), Sinteza i karakterizacija kordijerita sintetisanog iz spinela (KS 30 i KS 50) kao i karakterizacija materijala primenom različitih metoda.

Takođe, posebno podpoglavlje se odnosi na sintezu i karakterizaciju kompozitnih materijala KS30 i KS50, kao i KZ30, KZ50. Rezultati koji se odnose na Ispitivanje termostabilnosti kompozitnih materijala KS30 i KS50, kao i KZ30, KZ50 dati su u okviru podpoglavlja 2.3. U okviru metoda ispitivanja termostabilnosti korišćene su: standardna metoda ispitivanja naglim hladjenjem u vodi (ICS 81.080 SRPS B. D8. 319 ranije JUS B. D8. 319.), promena stepena oštećenja prilikom ispitivanja termostabilnosti je praćena promenom brzine prostiranja transverzalnih i longitudinalnih talasa kroz analizirane materijale (ultrazvučna metoda određivanja Jungovog modula elastičnosti), promenom Jungovog modula elastičnosti, kao i praćenjem stepena oštećenja uzorka metodom analize slike. Dobijeni rezultati su ukazali da materijal KS30 pokazuje najbolju termostabilnost, pošto je kod njega zapažen najmanji stepen oštećenja posle 40 ciklusa ispitivanja i najmanja promena brzine prostiranja ultrazvučnih talasa. U okviru ovog podpoglavlja predloženi su i modeli za predviđanje smanjena čvrstoće uzorka tokom ispitivanja termostabilnosti bazirani na praćenoj promeni stepena oštećenja, kao i brzine ultrazvučnih talasa. Materijali su poređeni i u smislu modelovanja smanjenja čvrstoće i na osnovu tih rezultata isti materijal, KS30, je pokazao najmanje smanjenje čvrstoće posle 36 ciklusa ispitivanja.

Na osnovu dobijenih rezultata za materijal KS30, on je uzet kao polazna osnova za drugu seriju eksperimenata u cilju dobijanja poroznih keramičkih kompozitnih materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita, sa dodatkom grafita. Dodatak grafita u intervalu 10-30 mas% je korišćen radi dobijanja različitih stepena poroznosti uzoraka. Ista ispitivanja termostabilnosti, kao i za prethodne uzorke (KS30, KS50, KZ30 i KZ50), su primenjena i na uzorke S3G1, S3G2 i S3G3 (dodatak ugljenika 10, 20 i 30 mas %). Na osnovu dobijenih rezultata je zapaženo da se za uzorke S3G1, S3G2 i S3G3 dobijaju slični rezultati, odnosno nivo oštećenja površine posle 40 ciklusa 15,8-17,7 % u odnosu na originalnu površinu, respektivno.

U okviru Diskusije dobijenih rezultata razmatrani su dobijeni eksperimentalni rezultati, u smislu sinteze dobijenih uzoraka, odnosno njihovih termomehaničkih svojstava, posebno termostabilnosti. Data je analiza mikrostrukture koja je povezana sa dobijenim svojstvima. Data je uporedna analiza uzoraka KS30 i KS50, kao i KZ30 i KZ50: promena brzina prostiranja ultrazvučnih talasa, Jungovog modula elastičnosti, stepena oštećenja površine dobijenih analizom slike. Takođe, predloženi su modeli za određivanje kritičnog broja ciklusa na bazi sličnih modela koji su predstavljeni u prethodnom poglavlju. Modeli su takođe bazirani na promeni brzina ultrazvučnih talasa, kao i promeni stepena oštećenja tokom termošoka. Na osnovu dobijenih rezultata za kritičan broj ciklusa, sa pretpostavkom da je kritično smanjenje čvrstoće 50 % od originalne vrednosti, što je u skladu sa preporukama standardne metode,

ustanovljeno je da uzorak KS30 pokazuje najbolje rezultate, odnosno izdržao bi najveći broj ciklusa, preko 350, u zavisnosti od korišćene metode.

Takođe, dati su uporedni dijagrami za ponašanje druge serije materijala, poroznih uzoraka S3G1, S3G2 i S3G3. Na osnovu dobijenih rezultata je zapaženo da se dobijaju slični rezultati, odnosno nivo oštećenja površine posle 36 ciklusa je najniži za S3G1 materijal, dok se za S3G2 i S3G3 materijale zapažaju slični rezultati.

U okviru Zaključka dati su osnovni zaključci koji se odnose na dobijene rezultate vezane za sintezu uzoraka kao i dalje ispitivanje termostabilnosti. Na osnovu analize dobijenih rezultata može se konstatovati da su svi analizirani materijali pokazali dobru termostabilnost. Materijal KS30 se karakteriše najvećom otpornošću prema termošoku. Kod uzoraka ovog materijala je uočena najmanja promena brzina prostiranja ultrazvučnih talasa, Jungovog modula elastičnosti i stepena oštećenja sa porastom broja ciklusa ispitivanja termostabilnosti. Ukoliko se analiziraju dobijeni rezultati za predviđen kritičan broj ciklusa koji uzorci mogu da izdrže, u slučaju materijala KS30 se dobija najveća izdržljivost koja iznosi $N_{krit} = 395$ ciklusa. Uspešno je izvedena sinteza kompozitnog materijala na bazi SiC i kordijerita. Reakcionim sinterovanjem SiC sa smešom spinela, kvarca i alumine, koja prema stehiometrijskom odnosu odgovara kordijeritu, na temperaturi od 1300°C u toku 3h formiran je kordijerit koji je vezao čestice SiC. Sintetisani su kompozitni materijali sa 30 i 50 mas.% kordijerita. Pored kordijerita i SiC kao treća kristalna faza u kompozitnom materijalima je detektovan safirin. Predloženo praćenje dopunskih parametara je pokazalo da se dopunske metode karakterizacije mogu veoma dobro iskoristiti za postavljanje modela za praćenje smanjenja čvrstoće kao i modela za predviđanje kritičnog broja ciklusa termošoka koji uzorak može da izdrži do pojave oštećenja 50 % (prema standardnoj metodi ispitivanja). Metodologija kreirana i korišćena u okviru ove doktorske disertacije je primenjiva i na uzorke drugačijeg sastava, a gde je termostabilnost značajna i potrebno je pratiti i odrediti vek trajanja (kritičan broj ciklusa termostabilnosti) pri uslovima naglih promena temperature. U okviru disertacije su dati predlozi za primenu metoda kvantifikacije oštećenja površine (stepen oštećenja) i zapremine uzoraka (ultrazvučne brzine i Jungov modul elastičnosti) koji se mogu primeniti i na druge metode ispitivanja (eroziona otpornost, otpornost na hemijsko dejstvo i slično) koje dovode do oštećenja uzoraka.

3. OCENA DISERTACIJE

3.1. Savremenost, originalnost i značaj

U literaturi postoji značajan broj radova koji se odnosi na problematiku vezanu za keramičke materijale na bazi silicijum karbida i kordijerita. Međutim, u okviru ove doktorske disertacije izazov u istraživanjima pre svega je predstavljala sinteza materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita, imajući u vidu dva načina dobijanja kordijerita.

Silicijum karbid, SiC, je kovalentno jedinjenje male gustine, velike tvrdoće, odlične termičke stabilnosti, dobre toplotne provodljivosti, dobre otpornosti prema termošoku. Ovakva svojstva omogućavaju njegovu brojnu primenu u raznim oblastima. Zbog kovalentne prirode veze, dobijanje guste SiC keramike je nemoguće bez dodatka aditiva. Dosadašnja ispitivanja su pokazala da se dodatkom smese oksida, kao aditiva, dobija gusta SiC keramika na temperaturama ispod 2100°C. Kordijerit, $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$, poseduje odličnu termičku stabilnost, nizak koeficijent toplotnog širenja i dobru otpornost prema termošoku. U ovom radu

je izvršeno dobijanje kordijerita iz dva izvora: iz spinela, MgAl_2O_4 , i iz Mg-izmenjenog zeolita LTA. Keramički kompozitni materijali mogu ispoljavati prednosti svojih komponenata ukoliko se komponente pomešaju u odgovarajućem odnosu. Kompozitni materijali su dobijeni mehaničkim mešanjem SiC sa 30 i 50 masenih procenata kordijerita.

U toku izrade ove disertacije je sintetisan SiC/ kordijeritni kompozitni materijal. Izvršena je sinteza kordijerita, iz dva različita izvora. Posebna pažnja je posvećena proučavanju procesa sinterovanja u cilju dobijanja keramike sa poboljšanim fizičko-hemijskim svojstvima variranjem parametara sastav-temperatura-pritisak. Praćen je uticaj sadržaja dodatog kordijerita na termostabilnost SiC/kordijeritnog kompozitnog materijala pošto poznavanje otpornosti vatrostalnih materijala prema termošoku određuje njihovu primenu. Dodatak grafita je omogućio formiranje pora tokom sinterovanja. Sadržaj dodatog grafita značajno utiče na poroznost i čvrstoću kompozitnog materijala pa je praćen uticaj poroznosti na termostabilnost kompozitne keramike. U okviru predviđenih istraživanja korišćena je i analiza mogućnosti primene nedestruktivnih metoda karakterizacije: ultrazvučne metode određivanja dinamičkog Jungovog modula elastičnosti i čvrstoće tokom termošoka, kao i primena programa za analizu slike (Image pro Plus program) radi određivanja stepena oštećenja uzoraka pre i tokom ispitivanja termostabilnosti. Ovakav pristup je doveo do razvoja modela za predviđanje smanjenja čvrstoće usled termošoka na osnovu promena brzine prostiranja ultrazvučnih talasa kroz materijal kao i stepena oštećenja površine uzoraka. Takođe, ovaj pristup je iskorišćen za razvijanje modela koji određuju kritični broj ciklusa na osnovu promena posmatranih parametara (brzina ultrazvuka i stepena oštećenja).

Dobijeni rezultati (merenje brzina prostiranja ultrazvučnih talasa, stepena oštećenja tokom termošoka), njihova analiza kao i predloženi modeli za određivanje smanjenja čvrstoće tokom termošoka, kao i određivanje kritičnog broja ciklusa koje uzorak može da izdrži a da ne dodje do razaranja 50 % čeoone površine (prema standardnoj metodi ispitivanja) se mogu primeniti i na druge materijale čija se termostabilnost ispituje, Takođe, ovi rezultati se mogu koristiti i prilikom sinteze drugih materijala, koristeći rezultate uticaja pojedinih parametara, kao i pojedinih komponenti sastava u cilju dobijanja materijala poboljšane termostabilnosti.

3.2. Osvrt na referentnu i korišćenu literature

U ovoj disertaciji navedeno je 182 literaturna navoda, korišćena prilikom izrade. Navedeni naučni radovi su sa tematikom od značaja za izradu doktorske disertacije. Ovi radovi sadrže eksperimentalne rezultate istraživanja, analizu i diskusiju dobijenih rezultata, izvedene zaključke kao i teorijske osnove primenjenih metoda ispitivanja, njihove mogućnosti i ograničenja, omogućili su da se prikaže stanje u ispitivanim oblastima kao i da se na osnovu njihovih nedostataka uoče smernice za istraživanja sprovedena u okviru ove disertacije. Iz obrazloženja predložene teme doktorske disertacije i objavljenih radova u prijavi koju je kandidatkinja podnela, kao i iz popisa literature koja je korišćena u istraživanju, uočava se adekvatno poznavanje predmetne oblasti istraživanja i aktuelnog stanja u ovoj oblasti u svetu.

3.3. Opis i adekvatnost primenjenih naučnih metoda

Da bi se uspešno ostvarili ciljevi postavljeni u okviru ove disertacije primenjene su sledeće metode:

Hemijski sastav Mg-izmenjenog zeolita, u daljem tekstu Mg-LTA, je određen metodom atomske apsorpcione spektroskopije.

Ponašanje Mg-LTA tokom zagrevanja u temperaturskom intervalu od 25°C do 1000°C praćeno je diferencijalno-termičkom i termogravimetrijskom analizom,

Promene dimenzija uzorka su praćene termomikroskopom Leitz Wetzlar sa termoparom Pt-Pt-Rh ($T_{\max}=1600^{\circ}\text{C}$) u intervalu temperatura od 25–1460°C.

Gustine sinterovanih uzoraka su određene Arhimedovom metodom, merenjem u ksilolu.

Određivanje mikrostrukture uzoraka izvršeno je skenirajućim elektronskim mikroskopom (SEM), JEOL JSM-5800 sa EDX

Fazni sastav uzoraka je određen rendgeno-strukturnom analizom.

Termostabilnost uzoraka je određivana standardnom laboratorijskom metodom (ICS 81.080 SRPS B.D8.319 ranije JUS B. D8. 319.).

Pored standardne metode ispitivanja termostabilnosti su korišćene i nedestruktivne metode kao što su ultrazvučna metoda za određivanje Jungovog modula elastičnosti i analiza slike korišćenjem programa Image Pro Plus. Tokom određivanja Jungovog modula elastičnosti praćena je promena brzine prostiranja ultrazvučnih talasa da bi se utvrdio efekat destrukcije usled ispitivanja termostabilnosti. Na osnovu dobijenih rezultata za promenu brzine prostiranja ultrazvuka, utvrđena je korelacija između smanjenja čvrstoće tokom ispitivanja termostabilnosti. Takođe, dati su modeli za predviđanja promene čvrstoće. Metoda analize slike je korišćena radi analize morfoloških promena na uzorcima, a u cilju utvrđivanja stepena oštećenja uzoraka. Na osnovu dobijenih rezultata predložen je model predviđanja promene čvrstoće materijala na osnovu stepena oštećenja uzoraka tokom ispitivanja termostabilnosti.

Analiza primenjenih naučnih metoda i njihova adekvatnost za sprovedeno istraživanje

Metodologija istraživanja u okviru doktorske disertacije sastoji se u sledećem:

- Sinteza i karakterizacija kompozitnog materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita.
- Dobijanje kordijerita iz dva izvora: iz spinela, MgAl_2O_4 , i iz Mg- izmenjenog zeolita LTA.
- Standardna metoda ispitivanja termostabilnosti;
- Primena nedestruktivnih metoda ispitivanja radi praćenja promena koje nastaju kao posledica naglog hlađenja (ispitivanja termostabilnosti);
- Primena rezultata nedestruktivnih metoda ispitivanja radi postavljanja modela predviđanja smanjenja čvrstoće uzorka tokom ispitivanja termostabilnosti, kao i analiza pojedinih modela.

3.4. Primenjivosti ostvarenih rezultata

Verifikacija ostvarenih rezultata se ogleda u velikom broju rezultata koji predstavljaju deo ove disertacije, a publikovani su u većem broju međunarodnih časopisa, kao i saopšteni na međunarodnim i domaćim konferencijama.

Očekivana primenjivost rezultata u praksi

Na osnovu rezultata predstavljenih u okviru ove doktorske disertacije može se reći da se nadamo da će postojati interesovanje za istraživanja i rezultate koji su vezani za sintezu materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita, kao i materijala zadate poroznosti, iz grupe sa dodatkom grafita.

Korišćenje metodologije praćenja stepena oštećenja prilikom naglih promena temperature za materijale na bazi silicijum karbida i kordijerita će imati svoju primenu u daljem praćenju ponašanja ove grupe materijala u uslovima naglih promena temperature. Posebna karakteristika ove grupe materijala, kao i cilj same sinteze baš ovakvih uzoraka, je bio postizanje određenog nivoa poroznosti materijala, koji kasnije opredeljuje njihovu primenu u praktičnim uslovima.

Takođe, deo primenjene metodologije ispitivanja uzoraka, radi određivanja stepena razaranja uzoraka tokom ispitivanja termostabilnosti, biće od pomoći u praćenju ponašanja ove grupe materijala, kao i povezivanje stepena razaranja sa smanjenjem čvrstoće materijala, koje je od presudnog značaja za konstrukcione materijale. Ova metodologija koja je data za porozne keramičke kompozitne materijale sa keramičkom matricom se može primeniti i na ispitivanja drugih vrsta materijala. Smatramo da je, na predloženi način, moguća kvantifikacija stepena razaranja materijala koja se može povezati na osnovu raznih modela sa relevantnim mehaničkim svojstvima, pre svega čvrstoćom materijala.

Na osnovu dobijenih rezultata i modela koji su analizirani moguće je dati modele za predviđanje veka trajanja uzoraka pri termošoku, izraženog preko broja ciklusa termostabilnosti koje materijal može da izdrži. Mišljenja smo da bi ova istraživanja, koja idu u pravcu razvijanja modela baziranih na parametrima koji predstavljaju rezultat nedestruktivnih metoda ispitivanja, mogla da imaju značajnu primenu u praksi i da na relativno brz i jednostavan način daju procenu veka trajanja materijala u uslovima praćenja termostabilnosti.

Takođe, očekuju se i dalja ispitivanja ove grupe poroznih keramičkih materijala u cilju korišćenja njihovih prednosti u određenim svojstvima koja će odrediti dalje mogućnosti primene.

3.5. Ocena dostignutih sposobnosti kandidata za samostalan naučni rad

U svom dosadašnjem istraživačkom i stručnom radu, mr Milica Pošarac-Marković, dipl. Fizikohemičar, pokazala je samostalnost u pretraživanju literature, kreiranju i realizaciji eksperimenata i obradi rezultata. Pored navedenog, poznavanje engleskog jezika, korišćenje PC-a (Microsoft Office, Microcal Origin, Image-Pro-Plus) sa internet konekcijom u svakodnevnom radu, kvalifikuju kandidata za samostalni naučni rad.

4. OSTVARENI NAUČNI DOPRINOS

4.1. Prikaz ostvarenih naučnih doprinosa

Ostvaren je naučni doprinos kroz nove metode:

- Razvijena su dva načina sinteze materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita, u cilju dobijanja materijala dobre termostabilnosti na nižim temperaturama sinterovanja.
- Razvijeni su novi načini sinteze materijala iz ove grupe, sa dodatkom grafita, radi dobijanja materijala zadate poroznosti i dobre termostabilnosti.
- Korišćene su nedestruktivne metoda praćenja ponašanja materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita, što pretavlja novinu za ovu grupu materijala i njihovu karakterizaciju.
- Primenjene su metode ultrazvučnog određivanja Jungovog modula elastičnosti sa praćenjem promene brzina prostiranja longitudinalnih i tranverzalnih talasa, kao i praćenje stepena oštećenja na bazi analize slike.

- Na bazi primenjenih metoda razvijeni su novi modeli za predviđanje smanjenja čvrstoće uzoraka, kao i modeli za određivanje kritičnog broja ciklusa termošoka koji uzorak može da izdrži. Ovi modeli su bazirani na parametrima određenim nedestruktivnim metodama.

4.2. Kritička analiza rezultata istraživanja

Cilj ove doktorske disertacije je in-situ sinteza keramičkih kompozitnih materijala na bazi silicijum-karbida i kordijerita i njihova karakterizacija. Sinterovanje silicijum-karbidne keramike zahteva visoke temperature pa je u cilju smanjenja troškova proizvodnje, uz istovremeno zadržavanje svojstava silicijum-karbidne keramike, neophodno izabrati pogodnu fazu koja će vezati zrna silicijum-karbida. U eksperimentu je kao vezivna faza korišćen kordijerit koji je sintetisan iz dva različita izvora. Najveća pažnja je posvećena ispitivanju termostabilnosti kompozitnih materijala. Eksperiment je izveden kroz pet faza:

I faza-sinteza i karakterizacija kordijerita

II faza-sinteza i karakterizacija kompozitnih materijala

III faza-ispitivanje termostabilnosti kompozitnih materijala

IV faza-sinteza i karakterizacija poroznog kompozitnog materijala

V faza-ispitivanje termostabilnosti poroznih kompozitnih materijala

Pri sintezi kordijerita kao izvor MgO korišćen je Mg-izmenjeni zeolit LTA i komercijalni spinel, MgAl_2O_4 . Odgovarajuća stehiometrija kordijerita je postignuta dodacima alumine, Al_2O_3 , i kvarca, SiO_2 . Kompozitni materijali su dobijeni reakcionim sinterovanjem u toku tri sata na temperaturama 1300°C , materijal KS30, a materijal KS50 sinterovanjem na 1250°C , temperatura sinterovanja je znatno snižena u odnosu na one kojima se dobija kordijerit a koje su postignute drugim metodologijama sinteze, prema literaturnim navodima temperature sinterovanja su preko 1500°C .

Metode koje su korišćene za karakterizaciju uzoraka i modeli korišćeni za opis i kvantifikaciju stepena destrukcije uzoraka tokom ispitivanja, u skladu su sa metodama iz literature. Uvidom u dostupnu literaturu iz ove oblasti istraživanja i rezultate istraživanja dobijene primenom odabrane metodologije u okviru ovog rada, može se primetiti da su korišćene metodologije koje do sada nisu bile primenjivane na ovoj vrsti materijala. Ovo se pre svega odnosi na primenu ultrazvučnih ispitivanja, kao i snimanja uzoraka tokom ispitivanja i naknadnu obradu snimljenih površina radi određivanja stepena destrukcije uzoraka primenom Image Pro Plus programa za analizu slike primenjeno na materijale na bazi silicijum karbida i kordijerita.

4.3. Verifikacija rezultata u časopisima i saopštenjima na konferencijama

M 21- Rad u vrhunskom međunarodnom časopisu

1. **M. Posarac**, M. Dimitrijevic, T. Volkov -Husovic, A. Devecerski, B. Matovic, Determination of Thermal Shock Resistance of Silicon Carbide / Cordierite Composite Material Using Nondestructive Test Methods, Journal of European Ceramic Society, ISSN: 0955-2219, 28 (2008) 1275–1278 IF =1.580 (rang 2/24)

Citiran:10 puta

2. Dimitrijevic M., **Posarac M.**, Majstorovic J., Volkov-Husovic T., Matovic B., Behavior of silicon carbide/cordierite composite material after cyclic thermal shock, CERAMICS INTERNATIONAL, ISSN 0272-8842, 2009. 35 (3), pp. 1077-1081 , IF =1.650(rang 5/24)

3.

Citiran: 15 puta

M 22- Rad u istaknutom međunarodnom časopisu

1. Dimitrijevic Marija, **Posarac Milica**, Majstorovic Jelena, Volkov-Husovic Tatjana, Devecerski Aleksandar, Matovic Branko, Thermal shock damage characterization of high temperature ceramics by non destructive test methods, CERAMICS-SILIKATY, ISSN 0862-5468, 32 (2) 2008. pp 115-119, IF =0.644 (rang 10/24)

Citiran: 3 puta

3. **Posarac Milica B.**, Dimitrijevic Marija M., Volkov-Husovic Tatjana D., Majstorovic Jelena, Matovic Branko Z., The ultrasonic and image analysis method for non-destructive quantification of the thermal shock damage in refractory specimens, MATERIALS & DESIGN, ISSN: 0261-3069 (2009), vol. 30 br. 8, str. 3338-3343, IF=1.518 (rang 80/214)

Citiran: 6 puta

M 23- Rad u međunarodnom časopisu

1. **M. Pošarac**, M. Dimitrijević, J. Majstorović, T. Volkov-Husović, B. Matović, Nondestructive Testing of thermal Shock Resistance of Cordierite/Silicon Carbide Composite Materials after Cyclic Thermal Shock, Research in Nondestructive Evaluation, (2010), vol. 21 br. 1, str. 48-59, Taylor&Frensis, ISSN 0934-9847, IF =0.480 (rang 20/32)
2. A. Devečerski, **M. Pošarac**, M. Dimitrijević, M. Rosić, T. Volkov-Husović, G. Branković, SiC Synthesis Using Natural Mg-Silicates, Science of Sintering, 44 (2012) 81-94, Međunarodni Institut za nauku o sinterovanju, ISSN 0350-820X, doi: 10.2298/SOS1201081D, IF =0.318, rang 20/25

Naučni radovi objavljeni u časopisima nacionalnog značaja, M52 =1.5

1. **M. Posarac**, M. Dimitrijevic, J. Majstorovic, T. Volkov -Husovic, A. Devecerski and B. Matovic, An Improved Method for Thermal Stability behavior characterization of Silicon Carbide / Cordierite Composite Material , Metalurgija/Journal of Metallurgy, ISSN 0354-6306, Vol 13. No 3. 2007, pp 203-213.

5. ZAKLJUČAK I PREDLOG

Kratak osvrt na disertaciju u celini

Na osnovu svega napred iznetog Komisija smatra da doktorska disertacija kandidata mr Milice Pošarac-Marković, dipl. fizikohemičara, pod nazivom „**Sinteza i karakterizacija kompozitnog keramičkog materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita**” predstavlja značajan i originalni naučni doprinos u oblasti hemijske tehnologije, što je potvrđeno radovima

objavljenim u časopisima od međunarodnog značaja. Predmet i ciljevi istraživanja su jasno navedeni i ostvareni.

Komisija, takođe, smatra da doktorska disertacija pod nazivom, „**Sinteza i karakterizacija kompozitnog keramičkog materijala na bazi silicijum karbida i kordijerita**” u potpunosti ispunjava sve zahtevane kriterijume i da je kandidat ispoljio izuzetnu naučno-istraživačku sposobnost u svim fazama izrade ove disertacije.

Predlog komisije Nastavno-naučnom veću

Imajući u vidu kvalitet, obim i naučni doprinos postignutih rezultata Komisija predlaže Nastavno-naučnom veću TMF-a da prihvati ovaj Izveštaj i da ga, zajedno sa podnetom disertacijom mr Milice Pošarac-Marković, dipl. fizikohemičara, da na uvid javnosti u zakonski predviđenom roku, kao i da, nakon završetka procedure, pozove kandidata na usmenu odbranu disertacije pred Komisijom u istom sastavu.

Komisija za ocenu i odbranu doktorske disertacije:

1. dr Tatjana Volkov Husović, red.prof.- mentor
2. dr Branko Matović, naučni savetnik, INN Vinča
3. dr Radmila Jančić- Heinemann, vanr.prof.
4. dr Sanja Martinović, naučni saradnik, ITNMS
5. dr Anja Došen, naučni saradnik, INN Vinča.

Beograd, 10.4. 2013.god.