

ЗАХТЕВ
за давање сагласности на реферат о урађеној докторској дисертацији

Молимо да, сходно члану 46. ст. 5. Статута Универзитета у Београду (“Гласник Универзитета” број 131/06),
дате сагласност на реферат о урађеној докторској дисертацији кандидата

AYSNA ALI AHRIBESH, мастер инж. технологије

КАНДИДАТ: **AYSNA ALI AHRIBESH, мастер инж. технологије**

пријавила је докторску дисертацију под називом:

**„Синтеза, карактеризација и примена магнетних адсорбената на бази сепиолита и
зеолита (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on
sepiolite and zeolite)”**

Из научне области: **ТЕХНОЛОШКО ИНЖЕЊЕРСТВО**

Универзитет је дана **14.03.2016.** године, својим актом **02 број: 61206-1222/2-16,** дао сагласност на
предлог теме докторске дисертације која је гласила:

**„Синтеза, карактеризација и примена магнетних адсорбената на бази сепиолита и
зеолита (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on
sepiolite and zeolite)”.**

Комисија за оцену и одбрану докторске дисертације кандидата:

AYSNA ALI AHRIBESH, мастер инж. технологије

(име, име једног од родитеља и презиме)

образована је на седници одржаној **24.11.2016.** године Одлуком Факултета под бр. **35/516** у
саставу:

Име и презиме	Звање	Научна област
1. Др Рада Петровић	Редовни професор	Инжењерство неорганских хемијских производа
2. Др Ђорђе Јанаћковић	Редовни професор	Инжењерство неорганских хемијских производа
3. Др Јелена Роган	Ванредни професор	Неорганска хемија
4. Др Славица Лазаревић	Научни сарадник	Техничко-технолошке науке-Хемијска технологија
5. Др Љиљана Живковић	Научни саветник	Хемија и хемијска технологија

Наставно-научно веће Факултета прихватило је реферат Комисије за оцену и одбрану докторске
дисертације на седници одржаној дана **29.12.2016.** године.

ДЕКАН ФАКУЛТЕТА

Проф. др Ђорђе Јанаћковић

На основу чл. 30. став 3. Закона о високом образовању, чл. 40. Статута ТМФ и чл. 39. Правилника о докторским студијама ТМФ, на седници Наставно-научног већа Технолошко-металуршког факултета од 29.12.2016. године, донета је

О Д Л У К А

о прихватању Реферата о оцени докторске дисертације

Прихвата се Реферат Комисије у саставу: др Рада Петровић, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет, др Ђорђе Јанаћковић, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет, др Јелена Роган, ванредни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет, др Славица Лазаревић, научни сарадник Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет, др Љиљана Живковић, научни саветник Универзитета у Београду, Институт за нуклеарне науке „Винча“, о прегледу и оцени урађене докторске дисертације под називом: **„Синтеза, карактеризација и примена магнетних адсорбената на бази сепиолита и зеолита (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite)“** коју је поднела **AYSHA ALI AHRIBESH**, мастер. инж. технологије и упућује се на сагласност Већу научних области техничких наука Универзитета у Београду.

Веће научних области техничких наука Универзитета у Београду дало је сагласност на предлог теме докторске дисертације **Aysha Ali Ahribesh**, под називом **„Синтеза, карактеризација и примена магнетних адсорбената на бази сепиолита и зеолита (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite)“** Одлуком 02 број: 61206-1222/2-16 од 14.03.2016. године.

Верификација научних доприноса:

Категорија M21:

1. **Ahribesh A. A.**, Lazarević S., Janković-Častvan I., Jokić B., Spasojević V., Radetić T., Janačković Đ., Petrović R.: Influence of the synthesis parameters on the properties of the sepiolite-based magnetic adsorbents, -*Powder Technology*, Vol. 305, 2017, pp. 260–269. (IF(2015) = 2,759; ISSN 0032-5910).

Категорија M23:

1. **Ahribesh A. A.**, Lazarević S. S., Potkonjak B., Bjelajac A. Z., Janačković Đ. T., Petrović R. D.: Sorption of cadmium ions from saline waters onto Fe(III)-zeolite, -*Hemijska industrija*, Vol. 69, No. 3, 2015, pp. 253-260. (IF(2015) = 0,437; ISSN 0367-598X).

Категорија M34:

1. **Ahribesh A. A.**, Lazarević S., Janković-Častvan I., Jokić B., Janačković Đ., Petrović R.: *Synthesis of magnetic sepiolite nanocomposites for the removal of heavy metal ions from aqueous solutions*, - Programme and the book of abstracts of the 3rd Conference of the Serbian Society for Ceramic Materials, Beograd, 2015., p. 80. (ISBN 978-86-80109-19-0)

Докторска дисертација и Реферат о оцени докторске дисертације достављају се на увид јавности, а по истеку рока од 30 дана, на сагласност Већу научних области техничких наука Универзитета у Београду.

Одлуку доставити: Већу научних области техничких наука Универзитета, ментору, Служби за наставно-студентске послове, Библиотеци и Архиви факултета.

Д Е К А Н

Проф. др Ђорђе Јанаћковић

UNIVERZITET U BEOGRADU
TEHNOLOŠKO-METALURŠKI FAKULTET
NASTAVNO-NAUČNOM VEĆU

Predmet: Referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjera tehnologije

Odlukom br. 35/516 od 24. 11. 2016. imenovani smo za članove Komisije za pregled, ocenu i odbranu doktorske disertacije kandidata **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjera tehnologije, pod naslovom **„Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita”** (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite).

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

REFERAT

1. UVOD

1.1. Hronologija odobravanja i izrade disertacije

11. 01. 2016. – Kandidat **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjer tehnologije, predložila je temu doktorske disertacije pod nazivom: **„Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita”** (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite).

28. 01. 2016. – Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta u Beogradu doneta je Odluka br. 35/19 o imenovanju Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjera tehnologije, za izradu doktorske disertacije pod nazivom: **„Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita”** (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite).

03. 03. 2016. godine – Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta u Beogradu doneta je Odluka br. 35/73 o prihvatanju Referata Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata i odobravanju izrade doktorske disertacije **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjeru tehnologije, pod nazivom **„Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita”** (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite), a za mentora ove doktorske disertacije je imenovana dr Rada Petrović, redovni profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu.

14. 03. 2016. – Na sednici Veća naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu data je saglasnost na predlog teme doktorske disertacije **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjera tehnologije, pod nazivom „**Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita**” (**Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite**)

24. 11. 2016. godine - Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta doneta je Odluka br. 35/516 o imenovanju članova Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjera tehnologije, pod nazivom „**Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita**” (**Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite**).

Kandidat **Ayshe Ali Ahribesh**, master inženjer tehnologije, upisala je doktorske akademske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu, Univerziteta u Beogradu, smer Hemijsko inženjerstvo, školske 2013/2014. godine.

1.2. Naučna oblast disertacije

Istraživanja u okviru ove doktorske disertacije pripadaju naučnoj oblasti Tehnološko inženjerstvo, uža oblast Hemijsko inženjerstvo, za koju je matičan Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu. Za mentora je izabrana prof. dr Rada Petrović, redovni profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu.

Mentor dr Rada Petrović je do sada publikovala preko 70 radova u naučnim časopisima sa SCI liste i rukovodila izradom jedanaest odbranih doktorskih disertacija, što govori o kompetentnosti da rukovodi izradom ove doktorske disertacije.

1.3. Biografski podaci o kandidatu

Ayshe Ali Ahribesh je rođena 25. 03. 1981. u Khomsu u Libiji, gde je završila osnovnu i srednju školu. Tehnički fakultet, odsek Hemijsko inženjerstvo, na Univerzitetu "Al-Merghheb" u Khomsu upisala je 2000. godine i diplomirala 2004. godine. U periodu 2006-2009. godine radila je na istom fakultetu kao asistent na odseku za hemiju. Master studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu Univerziteta u Beogradu je upisala 2010. godine, na odseku Hemijsko inženjerstvo. Položila je sve ispite sa prosečnom ocenom 9,63. Master tezu pod naslovom „Adsorpcija jona kadmijuma iz prirodne morske vode i različitih vodenih rastvora na modifikovanom zeolitu” odbranila je 30. maja 2012. godine sa ocenom 10. Doktorske studije na studijskom programu Hemijsko inženjerstvo Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu upisala je školske 2013/2014. godine. U okviru doktorskih studija položila je sve ispite predviđene studijskim programom, sa prosečnom ocenom 10. Završni ispit na doktorskim studijama pod nazivom „Magnetni adsorbenti na bazi sepiolita i zeolita: sinteza, karakterizacija i adsorpcioni kapacitet (Magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite: preparation, characterization and adsorption capacity)” položila je takođe sa ocenom 10.

2. OPIS DISERTACIJE

2.1. Sadržaj disertacije

Doktorska disertacija kandidata Ayshe Ali Ahribesh, master inženjera tehnologije, pod naslovom: „**Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita**” (**Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite**) napisana je na 145 strana, u okviru kojih se nalazi 66 slika, 17 tabela i 148 literaturnih navoda. Doktorska disertacija sadrži sledeće celine: Uvod, Teorijski deo (sa 5 poglavlja), Eksperimentalnu proceduru, Rezultate i diskusiju i Zaključak. Pored toga, sadrži Izvod na engleskom i srpskom jeziku, Literaturu, Sadržaj, Zahvalnicu i dodatke propisane pravilima Univerziteta o podnošenju doktorskih disertacija na odobravanje. Disertacija je pisana na engleskom jeziku. Po formi i sadržaju, napisana disertacija zadovoljava sve standarde Univerziteta u Beogradu za doktorsku disertaciju.

2.2. Kratak prikaz pojedinačnih poglavlja

U *Uvodu* disertacije je obrazložen predmet istraživanja i definisani naučni ciljevi. Istaknut je značaj magnetnih adsorbenata, a posebno kompozitnih adsorbenata na bazi nanočestica magnetita i prirodnih minerala sepiolita i zeolita, za uklanjanje različitih zagađujućih supstanci iz vode. Ukazano je na neophodnost ispitivanja uticaja različitih parametara sinteze da bi se dobili adsorbenati dobrih magnetnih svojstava i velikog adsorpcionog kapaciteta.

U okviru *Teorijskog dela* dat je literaturni pregled predmetne oblasti, izložen kroz pet poglavlja: Struktura, svojstva, primena i modifikacija sepiolita i zeolita (Structure, properties, application and modification of sepiolite and zeolite); Sinteza, struktura, svojstva i primena magnetita (Synthesis, structure, properties and application of magnetite); Zagađivanje voda (Water pollution); Primena adsorpcije za uklanjanje zagađujućih materija iz vode (Application of adsorption for the water pollutants removal) i Sinteza, svojstva i primena magnetnih adsorbenata (Synthesis, properties and application of magnetic adsorbents).

U prvom poglavlju *Teorijskog dela* analizirane su strukture i svojstva minerala sepiolita i zeolita, kao i mogućnosti modifikacije ovih minerala u cilju dobijanja odgovarajućih nosača za deponovanje magnetnih nanočestica. U drugom delu je dat literaturni pregled postupaka sinteze nanočestičnog magnetita, sa posebnim osvrtom na uticaj nekih parametara sinteze na veličinu čestica, magnetna svojstva, teksturalne karakteristike i prisustvo drugih oksida gvožđa. U poglavlju „Zagađivanje voda“ analizirana je ekotoksičnost zagađujućih materija čija je adsorpcija ispitivana u eksperimentalnom delu: katjoni kadmijuma, hromatni i fosfatni anjoni, katjonska boja Basic Yellow 28 i anjonska boja C.I. Reactive Orange 16. Mehanizmi adsorpcije katjona i anjona iz vode, kao i modeli koji se koriste za opisivanje adsorpcione ravnoteže i kinetike procesa adsorpcije prikazani su u delu „Primena adsorpcije za uklanjanje zagađujućih materija iz vode“. U poslednjem poglavlju *Teorijskog dela* dat je literaturni pregled radova o sintezi, svojstvima i primeni magnetnih adsorbenata na bazi različitih nosača magnetnih nanočestica.

U poglavlju *Eksperimentalna procedura* opisani su postupci sinteze kompozitnih adsorbenata koprecipitacijom magnetita iz rastvora sa Fe^{2+} - i Fe^{3+} -jonima u prisustvu zeolita ili

sepiolita ili kiselinski aktiviranog sepiolita, variranjem: vrste i koncentracije baze za koprecipitaciju, količine i odnosa $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ -jona i redosleda mešanja reagenasa. Navedene su i opisane metode i postupci karakterizacije dobijenih adsorbenata. Detaljno su opisani postupci izvođenja adsorpcionih eksperimenata pri određivanju adsorpcionih izoterma i pri ispitivanju uticaja vremena kontakta i temperature na adsorpciju. Takođe, navedene su i metode određivanja koncentracije jona kadmijuma, hromatnih i fosfatnih jona, kao i boja Basic Yellow 28 i C.I. Reactive Orange 16.

U poglavlju *Rezultati i diskusija* prikazani su i diskutovani rezultati istraživanja. U ovom poglavlju su prvo prikazani rezultati karakterizacije svih sintetizovanih kompozitnih adsorbenata, pri čemu je analiziran uticaj vrste nosača magnetnih nanočestica (sepiolit, kiselinski aktiviran sepiolit ili zeolit), vrste baze za precipitaciju magnetita (NH_3 ili NaOH), odnosa $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ -jona i redosleda mešanja reagenasa na svojstva dobijenih adsorbenata. U drugom delu su dati rezultati ispitivanja adsorpcije, koji su analizirani korišćenjem rezultata karakterizacije adsorbenata.

Preliminarna procena magnetnih svojstava kompozita neposredno nakon sinteze je pokazala da nije moguće dobiti magnetni kompozit kada se koristi nosač sa kiselim površinskim funkcionalnim grupama, kao što je kiselinski aktiviran sepiolit, u slučaju kada se baza za koprecipitaciju dodaje u suspenziju nosača pre Fe^{2+} - i Fe^{3+} -jona. Utvrđeno je takođe da je magnetizacija kompozita dobijenih korišćenjem NH_3 za precipitaciju veća nego u slučaju korišćenja NaOH . Rendgenskom difrakcionom analizom (XRD) i infracrvenom spektroskopijom sa Furijeovom transformacijom (FTIR) je pokazano da tokom sinteze nije došlo do narušavanja osnovne strukture sepiolita/zeolita, ali je u slučajevima korišćenja jake baze za precipitaciju došlo do određenog izluživanja silicijuma. Nešto više vrednosti tačke nultog naelektrisanja kompozita dobijenih korišćenjem NaOH ukazuju na veću baznost površine, što je dodatni dokaz izluživanja silicijuma pri korišćenju jake baze za koprecipitaciju. XRD analizom je dokazano prisustvo nanokristalnog magnetita u sintetisanim kompozitima. Skenirajuća elektronska mikroskopija (SEM) i transmisiona elektronska mikroskopija (TEM) su pokazale da su u kompozitima zastupljene pojedinačne ili agregirane primarne čestice magnetita, odnosno kristaliti magnetita reda veličine 10 nm, pri čemu je kompozit sa najbolje dispergovanim česticama magnetita dobijen korišćenjem NH_3 za precipitaciju, dodatkom u suspenziju sepiolita/zeolita sa Fe^{2+} - i Fe^{3+} -jonima. Bez obzira na veću specifičnu površinu kiselinski aktiviranog sepiolita u odnosu na prirodni sepiolit, stepen agregacije samih čestica sepiolita je veći, pa je i disperznost čestica magnetita manja. Povećanje molskog odnosa $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ u odnosu na stehiometrijski nije uticalo na morfološke karakteristike kompozita, kao ni na teksturalne karakteristike, određene adsorpcijom gasovitog azota na temperaturi tečnog azota. Međutim, ostali parametri procesa imaju uticaj na vrednosti specifične površine i zapremine i raspodele veličine pora. Pokazano je da se u slučaju korišćenja kiselinski aktiviranog sepiolita kao nosača veće specifične površine u odnosu na sepiolit, pri ostalim konstantnim uslovima, obezbeđuje dobijanje kompozita veće specifične površine. Rezultati diferencijalno-termijske i termogravimetrijske analize (DTA i TGA) su pokazali razlike u količini i načinu oksidacije magnetita pri zagrevanju između uzoraka sintetisanih korišćenjem NH_3 i NaOH , pri čemu su uzorci dobijeni korišćenjem NaOH imali veći sadržaj magnetita. Razlike u količini magnetita pri istoj količini Fe^{2+} - i Fe^{3+} -jona za sintezu su posledica različitog sadržaja gvožđe(III)-oksida usled oksidacije tokom sinteze. S druge strane, određivanje magnetnih svojstava korišćenjem SQUID (superconducting quantum interference device) magnetometra je potvrdilo preliminarnu procenu, odnosno pokazalo je da je magnetizacija uzoraka dobijenih korišćenjem NH_3 veća nego uzoraka

dobijenih korišćenjem NaOH. Imajući u vidu da magnetizacija zavisi i od sadržaja i od veličine kristalita magnetita, pretpostavljeno je da se korišćenjem NaOH za koprecipitaciju, usled većeg broja centara nukleacije, formiraju i veoma male čestice ili slojevi amorfnog magnetita na površini nosača, koji se ne mogu uočiti skenirajućom i transmissionom elektronskom mikroskopijom. Takođe, korišćenjem kiselinski aktiviranog sepiolita dobijen je kompozit manje magnetizacije u odnosu na kompozit na bazi sepiolita, pri konstantnim ostalim uslovima, što ukazuje na značaj prirode nosača na svojstva dobijenog kompozita. Svi kompoziti pokazuju superparamagnetno ponašanje na sobnoj temperaturi, što znači da ne zadržavaju magnetizaciju u odsustvu magnetnog polja. Takvo ponašanje omogućava da čestice adsorbenta budu dobro dispergovane u rastvoru tokom adsorpcije, a da se lako uklanjaju pod dejstvom magnetnog polja.

Sintetisani adsorbenti su korišćeni za adsorpciju katjonskih (Cd^{2+} -joni i boja Basic Yellow 28) i anjonskih (hromati, fosfati i boja C.I. Reactive Orange 16) zagađujućih materija iz vode. Pokazano je da svi kompoziti imaju znatno veći kapacitet za katjone, nego za anjone, zahvaljujući afinitetu i nosača i magnetita za katjone. U slučaju adsorpcije Cd^{2+} -jona, svi kompoziti imaju veći adsorpcioni kapacitet (60 -100 mg/g) u odnosu na čist sepiolit/zeolit i magnetit (25-30 mg/g), što je rezultat veće dispergovanosti (manje agregiranosti) komponenti u kompozitima, a time i veće dostupnosti površine za adsorpciju. Dominantni mehanizam adsorpcije pri početnoj $\text{pH} = 7$ je formiranje kompleksa unutrašnje sfere između Cd^{2+} -jona i površinskih funkcionalnih grupa adsorbenta. Kompoziti dobijeni korišćenjem NaOH su imali veći kapacitet u odnosu na kompozite dobijene korišćenjem NH_3 za koprecipitaciju, što je potvrdilo zaključke proizašle iz rezultata karakterizacije. Pokazano je, takođe, da je adsorpcioni kapacitet kompozita na bazi zeolita veći od kapaciteta kompozita zeolita sa gvožđe(III)-oksidom, što je potvrdilo veći afinitet prema Cd^{2+} -jonima magnetita nego gvožđe(III)-oksida i objasnilo smanjenje kapaciteta adsorpcije usled oksidacije tokom stajanja u dužem vremenskom periodu. Adsorpcija jona kadmijuma je brza i najbolje se opisuje kinetičkim modelom pseudo-drugog reda. Sa povišenjem temperature, adsorpcioni kapacitet se smanjuje, što ukazuje da je proces adsorpcije endoterman. U slučaju adsorpcije katjonske boje Basic Yellow 28 pri početnoj $\text{pH} = 5$, prema kojoj nosači imaju znatno veći kapacitet od magnetita, prisustvo magnetita nije dovelo do značajnijeg smanjenja kapaciteta, pa su dobijeni jednako efikasni adsorbenti koji se mogu iz rastvora ukloniti magnetnom separacijom.

Adsorpcioni kapacitet magnetita za anjone nije značajno veliki, ali je veći nego sepiolita/zeolita, čiji kapaciteti su zanemarljivo mali, pogotovu pri višim pH -vrednostima. Pokazano je da je da sintetisani kompoziti imaju relativno veliki kapacitet za hromate (reda veličine 10 mg/g) samo pri početnoj $\text{pH} = 2$, zahvaljujući protonizaciji površinskih funkcionalnih grupa i formiranju kompleksa spoljašnje sfere između hromatnih anjona i pozitivno naelektrisanoe površine. Najveći adsorpcioni kapacitet su imali uzorci dobijeni sa sepiolitom kao nosačem, korišćenjem NaOH za koprecipitaciju, kada su $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ joni dodavani u suspenziju nakon dodatka baze. Adsorpciona ravnoteža se uspostavlja sporije nego u slučaju adsorpcije Cd^{2+} -jona, i opisuje se najbolje kinetičkim modelom pseudo-drugog reda. Proces adsorpcije je egzoterman, što je zaključeno na osnovu smanjenja adsorpcionog kapaciteta sa povišenjem temperature.

U poglavlju Zaključak taksativno su navedeni postignuti rezultati koji su u potpunosti saglasni sa postavljenim ciljevima disertacije. Na kraju rada, u poglavlju Literatura, navedena je literatura korišćena tokom izrade disertacije.

3. OCENA DISERTACIJE

3.1. Savremenost i originalnost

Nanočestični prahovi magnetita imaju veliki potencijal u oblasti tretmana voda zahvaljujući adsorpcionim i redukcionim svojstvima i mogućnosti da se iz tretirane vode izdvoje dejstvom magnetnog polja. Međutim, velika sklonost nanočestica ka aglomeraciji i laka oksidacija vazdušnim kiseonikom, dovode do smanjenja specifične površine, redukcione efikasnosti i adsorpcionog kapaciteta, što sve dovodi do smanjene efikasnosti uklanjanja zagađujućih supstanci iz vode. Da bi se smanjila sklonost ka agregaciji, nanočestice magnetita se nanose na odgovarajuće nosače, najčešće tako što se magnetit sintetiše u prisustvu odgovarajućeg nosača. Različiti nosači se koriste poslednjih godina za imobilizaciju magnetita, a prirodni minerali, kao što su zeolit i sepiolit, su od posebnog interesa zbog velike specifične površine za deponovanje nanočestica, ali i zbog dostupnosti u prirodi i niske cene. Da bi se površina dostupna za deponovanje nanočestica povećala, u ovoj doktorskoj disertaciji je korišćen, pored prirodnog, i kiselinski aktiviran sepiolit.

Za dobijanje kompozitnih magnetnih adsorbenata, korišćena je metoda koprecipitacije iz rastvora sa Fe^{2+} - i Fe^{3+} -jonima, u prisustvu zeolita ili sepiolita ili kiselinski aktiviranog sepiolita, pri različitim uslovima sinteze, u cilju optimizacije procesa za dobijanje adsorbenata dobrih magnetnih i adsorpcionih svojstava. Korišćene su dve baze, NaOH i NH_3 , variran je redosled mešanja reagenasa, odnos $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ - jona i odnos magnetit/nosač. Uticaj različitih parametara procesa na svojstva čistog magnetita sintetizovanog metodom koprecipitacije je ranije proučavan, ali su kompoziti na bazi sepiolita i zeolita sintetisani samo pod određenim uslovima, bez ispitivanja uticaja parametara procesa na svojstva dobijenih kompozita. Originalnost istraživanja u okviru ove doktorske disertacije se ogleda u utvrđivanju uticaja parametara procesa na morfološka, teksturalna i magnetna svojstva, kao i na adsorpcioni kapacitet dobijenih kompozita za hromatne anjone i katjone kadmijuma.

3.2. Osvrt na referentnu i korišćenu literaturu

Tokom izrade doktorske disertacije kandidatkinja je analizirala naučnu i stručnu literaturu iz predmetne oblasti, a u doktorskoj disertaciji je dato 148 literaturnih navoda, od kojih najveći broj čine radovi iz međunarodnih časopisa sa tematikom značajnom za izradu doktorske disertacije. Navedene reference sadrže eksperimentalne rezultate istraživanja mnogih istraživača, analizu i diskusiju dobijenih rezultata i izvedene zaključke, kao i teorijske osnove primenjenih metoda ispitivanja, njihove mogućnosti i ograničenja. Najveći broj navedenih referenci je novijeg datuma. Na osnovu pregledane literature, kandidatkinja je analizirala do sada poznata saznanja o metodama sinteze i karakterizacije magnetnih adsorbenata, primeni magnetnih adsorbenata za uklanjanje različitih zagađujućih materija iz vode, mehanizmima adsorpcije, kao i uticaju parametara adsorpcije na efiksanost uklanjanja jona iz vodene sredine pomoću prirodnih minerala i magnetnih kompozita na bazi ovih minerala. Detaljnim pregledom literature, uočeno je da nedostaju podaci o uticaju različitih parametara sinteze kompozitnih adsorbenata na svojstva i kapacitet adsorpcije za katjonske i anjonske zagađujuće supstance u vodi, na osnovu čega su definisani ciljevi naučnog istraživanja ove doktorske disertacije.

U okviru literaturnih navoda nalaze se i reference kandidatkinje Ayshe Ali Ahribesh, master inženjera tehnologije, proistekle iz sprovedenih istraživanja u oblasti doktorske disertacije, a koje su objavljene u časopisima međunarodnog značaja. Iz obrazloženja predložene teme doktorske disertacije i objavljenih radova koje je kandidatkinja priložila, kao i iz pregleda literature koja je korišćena u istraživanju, uočava se adekvatno poznavanje predmetne oblasti istraživanja i aktuelnog stanja istraživanja u ovoj oblasti.

3.3. Opis i adekvatnost primenjenih naučnih metoda

Za sintezu kompozitnih adsorbenata primenjena je metoda koprecipitacije Fe^{2+} - i Fe^{3+} -jona u inertnoj atmosferi, da bi se sprečila oksidacija magnetita. Za što bolje dispergovanje sepiolita i zeolita pre deponovanja čestica magnetita, primenjen je tretman suspenzije ultrazvučnom sondom. Sušenje je izvedeno u vakuum sušnici, da bi se smanjila mogućnost oksidacije magnetita tokom visokotemperaturnog sušenja. Za karakterizaciju dobijenih adsorbenata primenjene su različite klasične i savremene metode i postupci. Morfologija uzoraka je analizirana transmisijom i skenirajućom elektronskom mikroskopijom (TEM i SEM). Rendgenska difrakciona analiza (XRD) korišćena je za identifikaciju prisutnih kristalnih faza, a infracrvenom spektroskopskom analizom (FTIR), na osnovu položaja apsorpcionih traka, određene su vrste veza u kompozitima. Diferencijalno-termijskom i termogravimetrijskom analizom (DTA i TGA) ispitana su termička svojstva uzoraka. Teksturalne karakteristike su određene adsorpcijom/desorpcijom gasovitog azota na temperaturi tečnog azota ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$). Magnetna svojstva određena su korišćenjem SQUID (superconducting quantum interference device) magnetometra. Za određivanje tačke nultog naelektrisanja korišćena je metoda uravnotežavanja posebnih proba. Adsorpcija jona kadmijuma, hromatnih i fosfatnih jona, kao i boja C.I. Reactive Orange 16 i Basic Yellow 28 ispitana je u primenom metode uravnotežavanja na konstantnoj temperaturi. Koncentracije jona kadmijuma i hromatnih jona određivane su atomskom apsorpcionom spektrofotometrijom (AAS), a koncentracije fosfata, boje C. I. Reactive Orange 16 i Basic Yellow 28 primenom UV–Vis spektroskopije. Za obradu rezultata adsorpcionih eksperimenata korišćeni su kinetički modeli (pseudo-prvog reda, pseudo-drugog reda i unutar-čestične difuzije) i modeli adsorpcionih izoterma (Langmuir, Freundlich i Sips).

Primenjene metode su omogućile detaljnu karakterizaciju sintetisanih kompozitnih magnetnih adsorbenata i utvrđivanje zavisnosti svojstava i adsorpcionih karakteristika od parametara sinteze.

3.4. Primenljivost ostvarenih rezultata

U okviru ove doktorske disertacije ispitan je uticaj nekih parametara sinteze na fizičko-hemijska svojstva i adsorpcioni kapacitet za katjone i anjone kompozitnih adsorbenata na bazi magnetita i prirodnih minerala zeolita i sepiolita, kao i kiselinski aktiviranog sepiolita. Dobijeni rezultati omogućavaju optimizaciju procesa sinteze adsorbenta velikog adsorpcionog kapaciteta pogodnog za magnetnu separaciju po završetku adsorpcije. Pokazano je da su dobijeni kompoziti efikasni za prečišćavanja otpadnih voda zagađenih katjonima toksičnih metala i katjonskim bojama,

dok je uklanjanje anjonskih zagađujućih supstanci manje efikasno. Utvrđeno je da je adsorpcioni kapacitet za katjone teških metala magnetnih kompozita veći od kapaciteta kompozita na bazi gvožđe(III)-oksida, što uslovljava neophodnost skladištenja ovih adsorbenata u zaštićenoj atmosferi da bi se sprečila oksidacija magnetita. Sa aspekta praktične primene, od značaja je i kinetička analiza procesa adsorpcije, kao i utvrđivanje uticaja temperature na adsorpcioni kapacitet.

Rezultati i zaključci izneti u disertaciji značajni su za dalji razvoj magnetnih adsorbenata željenog sastava, strukture i adsorpcionih svojstava, kao i za nove mogućnosti primene ovih materijala u oblasti adsorpcije i zaštite životne sredine.

3.5. Ocena dostignutih sposobnosti kandidata za samostalni naučni rad

Kandidat Aysha Ali Ahribesh, master inženjer tehnologije, tokom izrade doktorske disertacije je pokazala veliku sklonost za bavljenje naučno-istraživačkim radom, ispoljavajući samostalnost i stručnost u analizi naučne literature, planiranju i realizaciji eksperimenta, kao i u obradi i diskusiji dobijenih rezultata. Tokom istraživanja u potpunosti je ovladala velikim brojem eksperimentalnih tehnika i instrumentalnih metoda. Na osnovu dosadašnjeg rada i objavljenih rezultata, Komisija je utvrdila da kandidat poseduje sposobnosti za samostalni naučno-istraživački rad.

4. OSTVARENI NAUČNI DOPRINOS

4.1. Prikaz ostvarenih naučnih doprinosa

Naučni doprinosi rezultata istraživanja ove doktorske disertacije su:

- utvrđivanje zavisnosti morfoloških, teksturalnih, strukturnih i magnetnih svojstava magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita kao nosača od vrste baze za koprecipitaciju magnetita, odnosa $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ i postupka koprecipitacije,
- utvrđivanju uticaja prirode nosača na magnetna svojstva kompozita i stepen disperznosti i oksidacije čestica magnetita;
- definisanje dominantnih mehanizama adsorpcije katjona i anjona na sintetisanim kompozitima,
- objašnjenje uticaja temperature na adsorpciju jona kadmijuma i hromatnih jona na sintetisanim kompozitima i definisanje kinetike adsorpcije,
- optimizacija procesa sinteze magnetno separabilnih kompozitnih adsorbenata velikog adsorpcionog kapaciteta za katjone.

4.2. Kritička analiza rezultata istraživanja

Uvidom u dostupnu literaturu iz ove oblasti, konstatovano je da se dobijeni rezultati nadovezuju i značajno dopunjuju postojeće rezultate. Značajno je istaći da su magnetni kompoziti kao adsorbenti do sada sintetisani korišćenjem velikog broja različitih nosača, ali se nije analizirao

uticaj različitih parametara procesa na svojstva i adsorpcioni kapacitet kompozita, već je sinteza uglavnom izvođena pri određenim, proizvoljno izabranim uslovima. Takođe, do sada nije analiziran uticaj prirode nosača i modifikacije nosača na mogućnost dobijanja magnetnih kompozita i njihova svojstva, imajući u vidu moguće interakcije nosača sa bazom koja se koristi za precipitaciju. Upoređivanjem adsorpcionih kapaciteta dobijenih magnetnih kompozita sa kapacitetom kompozita sa gvožđe(III)-oksidom objašnjeno je smanjenje adsorpcionog kapaciteta magnetnih adsorbenata za jone kadmijuma nakon dužeg vremenskog perioda. Detaljno su analizirani mehanizmi i kinetika adsorpcije, kao i uticaj temperature na adsorpcioni kapacitet. Na taj način, ova doktorska disertacija predstavlja važan korak ka praktičnoj primeni magnetnih kompozita na bazi sepiolita i zeolita u procesima prerade voda koje sadrže katjonske zagađujuće materije i otvara mogućnosti za dalja istraživanja i primenu.

4.3. Verifikacija naučnih doprinosa

Rad u vrhunskom međunarodnom časopisu (M21):

1. **Ahribesh A. A.**, Lazarević S., Janković-Častvan I., Jokić B., Spasojević V., Radetić T., Janačković Đ., Petrović R.: Influence of the synthesis parameters on the properties of the sepiolite-based magnetic adsorbents, *-Powder Technology*, Vol. 305, 2017, pp. 260–269. (IF(2015) = 2,759; ISSN 0032-5910).

Rad u časopisu međunarodnog značaja (M23):

1. **Ahribesh A. A.**, Lazarević S. S., Potkonjak B., Bjelajac A. Z., Janačković Đ. T., Petrović R. D.: Sorption of cadmium ions from saline waters onto Fe(III)-zeolite, *-Hemijska industrija*, Vol. 69, No. 3, 2015, pp. 253-260. (IF(2015) = 0,437; ISSN 0367-598X).

Saopštenje sa međunarodnog skupa štampano u izvodu (M34):

1. **Ahribesh A. A.**, Lazarević S., Janković-Častvan I., Jokić B., Janačković Đ., Petrović R.: *Synthesis of magnetic sepiolite nanocomposites for the removal of heavy metal ions from aqueous solutions*, - Programme and the book of abstracts of the 3rd Conference of the Serbian Society for Ceramic Materials, Beograd, 2015., p. 80. (ISBN 978-86-80109-19-0)

5. ZAKLJUČAK I PREDLOG

Na osnovu navedenog, Komisija smatra da doktorska disertacija Ayshe Ali Ahribesh, master inženjera tehnologije, pod nazivom „**Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita**” (**Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite**) predstavlja značajan originalni naučni doprinos u oblasti

Tehnološko inženjerstvo, što je potvrđeno objavljivanjem radova u relevantnim časopisima međunarodnog značaja. Komisija smatra da su postavljeni ciljevi u potpunosti ostvareni.

Imajući u vidu kvalitet, obim i naučni doprinos postignutih rezultata, Komisija predlaže Nastavno-naučnom veću Tehnološko-metalurškog fakulteta da se doktorska disertacija pod nazivom **„Sinteza, karakterizacija i primena magnetnih adsorbenata na bazi sepiolita i zeolita” (Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite)** kandidata Ayshe Ali Ahribesh, master inženjera tehnologije prihvati, izloži na uvid javnosti i uputi na konačno usvajanje Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu.

U Beogradu, 19. 12. 2016.

ČLANOVI KOMISIJE

1. Dr Rada Petrović, red. prof. Univerziteta u Beogradu,
Tehnološko-metalurški fakultet

1. Dr Đorđe Janačković, red. prof. Univerziteta u
Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

3. Dr Jelena Rogan, van. prof. Univerziteta u Beogradu,
Tehnološko-metalurški fakultet

4. Dr Slavica Lazarević, naučni saradnik Univerziteta u
Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

5. Dr Ljiljana Živković, naučni savetnik Univerziteta u
Beogradu, INN Vinča