

ТЕХНОЛОШКО-МЕТАЛУРШКИ
ФАКУЛТЕТ

35/44
(Број захтева)
03.04.2017.
(датум)

Образац 2
УНИВЕРЗИТЕТ У БЕОГРАДУ
ВЕЋЕ НАУЧНИХ ОБЛАСТИ ТЕХНИЧКИХ
НАУКА

(назив већа научне области коме се захтев упућује)

Београд, Студентски трг бр. 1

ЗАХТЕВ

за давање сагласности на реферат о урађеној докторској дисертацији

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

СОЊЕ (Велемир) СМИЉАНИЋ (рођене Ждрале), дипл. инж. технологије

КАНДИДАТ: **СОЊА (Велемир) СМИЉАНИЋ, дипл. инж. технологије**

пријавила је докторску дисертацију под називом:

„Кристализационе карактеристике и синтерабилност прахова лантан-стронцијум-боратних стакала“

Из научне области: **ТЕХНОЛОШКО ИНЖЕЊЕРСТВО**

Универзитет је дана **21.12.2015.** године, својим актом **02 број: 61206-5692/2-15**, дао сагласност на предлог теме докторске дисертације која је гласила:

„Кристализационе карактеристике и синтерабилност прахова лантан-стронцијум-боратних стакала“

Комисија за оцену и одбрану докторске дисертације кандидата:

СОЊЕ (Велемир) СМИЉАНИЋ, дипл. инж. технологије

образована је на седници одржаној **29.12.2016.** године Одлуком Факултета под бр. **35/644** у саставу:

Име и презиме	Звање	Научна област
1. Др Снежана Грујић	Ванредни професор	Инжењерство неорганских хемијских производа
2. Др Рада Петровић	Редовни професор	Инжењерство неорганских хемијских производа
3. Др Јелена Миладиновић	Редовни професор	Инжењерство неорганских хемијских производа
4. Др Срђан Матијашевић	Научни сарадник	Хемија и хемијске технологије

На захтев студента, Решењем декана бр. 05-10/30 од 21.10.2013. године одобрено је мировање шк. 2013/2014. године због неге детета до годину дана.

Наставно-научно веће Факултета прихватило је реферат Комисије за оцену и одбрану докторске дисертације на седници одржаној дана **23.02.2017.** 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 23.02.2017. године, донета је

О Д Л У К А

о прихватању Реферата о оцени докторске дисертације

Прихвата се Реферат Комисије у саставу: др Снежана Грујић, ванредни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет, др Рада Петровић, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет, др Јелена Миладиновић, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет, др Срђан Матијашевић, научни сарадник Института за технологију нуклеарних и других минералних сировина, Београд, о прегледу и оцени урађене докторске дисертације под називом: **„Кристализационе карактеристике и синтерабилност прахова лантан-стронцијум-боратних стакала“** коју је поднела **СОЊА СМИЉАНИЋ (рођена Ждрале)**, дипл. 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 Соње Смиљанић, под називом **„Кристализационе карактеристике и синтерабилност прахова лантан-стронцијум-боратних стакала“** Одлуком 02 број: 61206-5692/2-15 од 21.12.2015. године.

Верификација научних доприноса:

Категорија M21:

1. **Smiljanić S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Stojanović J., Matijašević S., Nikolić J., Crystallization and sinterability of glass-ceramics in the system $\text{La}_2\text{O}_3\text{--SrO--B}_2\text{O}_3$, *Ceramics International*, Vol. 40, Issue 1, Part A, 2014, pp. 297-305, (IF(2015)=2,758, 3/27, ISSN: 0272-8842).

Категорија M23:

1. **Smiljanić S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Matijašević S., Nikolić J., Topalović V., Effect of La_2O_3 on the structure and the properties of strontium borate glasses, *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, Chem. Ind. Chem. Eng. Q. Vol. 22, 2016 pp.111-115 (IF(2015)=0,739, 60/72, ISSN: 1451-9372).

Категорија M33:

1. **Ždrale S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Bjelajac A., Matijašević S., Nikolić J., Crystallization and sintering phenomena of glasses in the system $\text{La}_2\text{O}_3\text{--SrO--B}_2\text{O}_3$, 11th International Conference on Fundamental and Applied Aspects of Physical Chemistry, PHYSICAL CHEMISTRY 2012, 24-28 September 2012 Belgrade, Serbia, Proceedings, vol I, 477-479, ISBN 978-86-82475-27-9.
2. **Smiljanić S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Matijašević S., Nikolić J., Topalović V., Effect of $\text{La}_2\text{O}_3\text{/SrO}$ ratio on properties of $\text{La}_2\text{O}_3\text{--SrO--B}_2\text{O}_3$ glasses, 12th International Conference of Fundamental and Applied Aspects of Physical Chemistry, 22-26 September 2014, Belgrade, Serbia, Proceedings, vol III, 667-670, ISBN 978-86-8247-531-6.

3. **Ždrale S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Bjelajac A., Matijašević S., Nikolić J., Zildžović S., Sintering of glasses in the ternary system $\text{La}_2\text{O}_3\text{-SrO-B}_2\text{O}_3$, 50th Meeting of the Serbian Chemical Society, June 14-15, 2012, Belgrade, Serbia, Proceedings, 99-101, ISBN 978-86-7132-049-8.

Категорија М34:

1. **Ždrale S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Bjelajac A., Matijašević S., Nikolić J., Zildžović S., Sintering of glasses in the ternary system $\text{La}_2\text{O}_3\text{-SrO-B}_2\text{O}_3$, 50th Meeting of the Serbian Chemical Society, June 14-15, 2012, Belgrade, Serbia, Book of Abstracts 58 (ISBN 978-86-7132-048-1).

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

NASTAVNO-NAUČNOM VEĆU

Predmet: Referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata Sonja Smiljanić, dipl. inž.tehnologije

Odlukom (br. 35/644)od 29.12.2016.godine, imenovani smo za članove Komisije za pregled, ocenu i odbranu doktorske disertacije kandidata Sonje Smiljanić, dipl. inž. tehnologije pod naslovom:

KRISTALIZACIONE KARAKTERISTIKE I SINTERABILNOST PRAHOVA LANTAN-STRONCIJUM-BORATNIH STAKALA

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

- **2010/2011.** godine Sonja Smiljanić, dipl. inž. tehnologije, upisala je doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu, Univerziteta u Beogradu, naučna oblast Tehnološko inženjerstvo, uža naučna oblast Hemijsko inženjerstvo.
- **13.10.2015.** Sonja Smiljanić je prijavila temu doktorske disertacije pod naslovom: „**Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala**”
- **22.10.2015.** Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta doneta je odluka (br.35/488) o imenovanju članova Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata Sonje Smiljanić, dipl. inž. tehnologije za izradu doktorske disertacije i naučne zasnovanosti teme pod nazivom „**Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala**”.
- **03.12.2015.** Nastavno-naučno veće Tehnološko-metalurškog fakulteta je donelo Odluku (br. 35/531) o prihvatanju referata Komisije za ocenu podobnosti teme „**Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala**” i kandidata Sonje Smiljanić za izradu doktorske disertacije. Za mentora ove doktorske disertacije imenovana je dr Snežana Grujić, vanredni profesor TMF-a.
- **21.12.2016.** Na sednici Veća naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu data je saglasnost (Odluka br. 61206-5692/2-15) na predlog teme doktorske disertacije

Sonje Smiljanić, dipl. inž. tehnologije, pod nazivom: „**Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala**”

- **29. 12. 2016.** – Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta doneta je Odluka (br. 35/644) o imenovanju članova Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije Sonje Smiljanić, dipl. inž. tehnologije, pod nazivom: „**Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala**”.

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. Mentor je dr Snežana Grujić, van.prof. TMF-a, koja je na osnovu dosadašnjih objavljenih publikacija i iskustva kompetentna da rukovodi izradom ove disertacije.

1.3. Biografski podaci o kandidatu

Sonja Smiljanić (rođ. Ždrale) rođena je 01.04.1982.god. u Sarajevu. U Beogradu je završila osnovnu i srednju školu. Školske 2001/2002.godine je upisala Tehnološko-metalurški fakultet u Beogradu. Diplomirala je na ovom fakultetu na Katedri za neorgansku hemijsku tehnologiju 2009. godine, sa prosečnom ocenom 8,12.

Školske 2010/11.godine upisala je doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu u Beogradu na smeru Hemijsko inženjerstvo, pod mentorstvom dr Snežane Grujić, van. prof. TMF. Sonja Smiljanić je zaposlena na Tehnološko-metalurškom fakultetu u okviru projekta osnovnih istraživanja iz hemije “Fenomeni i procesi sinteze novih staklastih i nanostrukturnih staklo-keramičkih materijala” (broj OI 172004) i tehnološkog razvoja “Razvoj stakla sa kontrolisanim otpuštanjem jona za primenu u poljoprivredi i medicini” (broj TR 34001) od 2010 godine. Od 2011.do 2013. godine radila je kao istraživač-pripravnik na Tehnološko-metalurškom fakultetu, a 2013. godine je izabrana u zvanje istraživač-saradnik. Tokom 2011.i 2012. godine je u okviru FP7 projekta Nanotech FTM boravila je na Institutu za fiziku i hemiju materijala (Institut de Physique et Chimie des Materiaux de Strasbourg), Strasbur, Francuska.

Do sada je kao koautor objavila: dva rada u vrhunskim međunarodnim časopisima (M21), dva rada u vodećim međunarodnim časopisima (M22), dva rada u časopisu međunarodnog značaja (M23), jedan rad u časopisu međunarodnog značaja verifikovan posebnom odlukom (M24), rad u časopisu nacionalnog značaja (M51), dva rada u naučnom časopisu (M53), sedamnaest saopštenja sa međunarodnog skupa štampana u celini (M33), i jedanaest saopštenja sa međunarodnog skupa štampanih u izvodu (M34). Sonja Smiljanić je takođe bila recezent naučnih časopisa: Journal of American Ceramic Society (Ref. No.: JACERS-35484), Materials Characterization (Ref. No.:MTL-17226) i Journal of Materials Science: Materials in Electronics (Ref. No.: JMSE-D-16-02569).

Član je Srpsko-hemijskog društva.

Govori, čita i piše na engleskom jeziku, a služi se francuskim jezikom.

2. OPIS DISERTACIJE

2.1. Sadržaj disertacije

Doktorska disertacija Sonje Smiljanić, dipl. inž.tehnologije napisana je na 138 strana, u okviru koje se nalazi 61 slika, 20 tabela i 144 literaturna navoda. Doktorska disertacija sadrži sledeća poglavlja: Uvod, Teorijski deo, Eksperimentalni deo, Obrada rezultata i diskusija, Zaključak i Literaturu. Na početku disertacije dati su izvodi na srpskom i engleskom jeziku. Disertacija sadrži i kratku biografiju kandidata i 3 obavezna priloga (izjave). Po svojoj formi i sadržaju, podneti rad zadovoljava sve standarde Univerziteta u Beogradu za doktorsku disertaciju.

2.2. Kratak prikaz pojedninačnih poglavlja

U **uvodnom delu** teze navedeni su predmet i cilj istraživanja u okviru doktorske disertacije. Objašnjen je značaj i atraktivnost ispitivanja boratnih stakala. Objašnjen je značaj poznavanja kristalizacionog ponašanja stakla sa aspekta dobijanja stakla bez greške kao i dobijanja staklo-keramičkog materijala kontrolisanom kristalizacijom. Naznačen je značaj dobijanja kvalitetnog osnovnog stakla. Takođe, u uvodnom delu je navedena važnost poznavanja procesa kristalizacije, odnosno nukleacije i rasta kristala u cilju dobijanja staklo-keramičkog materijala željenih svojstava, kao i važnost poznavanja mikorstrukture nastale staklo-keramike. U ovom poglavlju je dat i osvrt na drugi savremeni način dobijanja staklo-keramike, koji se koristi kada je mehanizam kristalizacije osnovnog stakla površinski, odnosno sinterovanja praha stakla. Procesi sinterovanja i kristalizacije se često odigravaju istovremeno, tako da kristalizacija može da zaustavi sinterovanje, pa je važno definisati temperatursku oblast sinterovanja kao i najpovoljnije uslove obrade za dobijanje kvalitetnog materijala. Naveden je cilj ispitivanja lantan-stroncijum-boratnih stakla, njihova primena, a samim tim i ispitivanje procesa kristalizacije i sinter-kristalizacije.

U **teorijskom delu** kroz pet poglavlja dato je objašnjenje teorijskog aspekta disertacije. U prvom poglavlju definisano je staklasto stanje. U drugom poglavlju prikazane su najvažnije teorije koje opisuju uslove obrazovanja stakla, a koje su podeljene u dve grupe: strukturne teorije i kinetičku teoriju. U trećem poglavlju su dati teorijski osnovi procesa kristalizacije stakla. Proces kristalizacije stakla je složen proces koji obuhvata proces nukleacije i proces rasta kristala. Za definisanje procesa nukleacije važno je razumeti kinetiku tog procesa kao i temperatursku zavisnost. Osnovi model koji se primenjuje za ispitivanje procesa kristalizacije staklastih sistema je model Kolmogorov (Kolmogorov) - Džonson (Johnson) - Mel (Mehl) - Avramijevom (Avrami)-KJMA. Nukleacija može biti homogena i heterogena, te je u navedenom poglavlju objašnjen termodinamički aspekt kao i kinetički parametri ovog procesa. Za proces rasta kristala je definisana kinetika procesa, termodinamički aspekti, odnosno temperaturska zavisnost kao i mehanizmi koji opisuju ovaj proces. Navedeni su i načini eksperimentalnog određivanja procesa kristalizacije u izotermnim i neizotermnim uslovima, koje su prednosti i nedostaci ova dva načina, kako se određuje brzina rasta, njena temperaturska zavisnost, energija aktivacije i mehanizam rasta. U četvrtom poglavlju je definisano sinterovanje praha

stakla, osnovni, najvažniji modeli koji opisuju proces sinterovanja i densifikacije. U petom poglavlju, kroz pregled literturnih podataka opisana je struktura boratnih stakala, koja je specifična zbog boratne anomalije, primena boratnih stakla, kristalizacija boratnih stakla i sinterabilnost praha boratnih stakala.

Eksperimentalni deo disertacije podeljen je na četiri poglavlja. Na početku eksperimentalnog dela naveden je izbor sastava stakala i plan vođenja eksperimenta. U prvom poglavlju eksperimentalnog dela opisan je postupak sinteze stakala izabranog sastava. Izabrana su četiri sastava stakla iz sistema lantan-stroncijum-boratnih stakala, uz konstantan sadržaj B_2O_3 , dok se sadržaj La_2O_3 povećavao na račun sadržaja SrO . Sastavi izabranih stakala su: 5,7; 9,5; 14,3; 19,1 mol% za La_2O_3 ; 22,9; 19,1; 14,3; 9,5 mol% za SrO i 71,4 mol% za B_2O_3 i određeni su na osnovu ispitivanja ostakljivanja datog sistema. Opisan je eksperimentalni način pripreme staklarske smeše, uslovi topljenja i sastavi koji su dobijeni. Dalje su za dobijena stakla određivani gustina, struktura, kristalizaciono ponašanje, ispitivanje sinterabilnosti prahova stakla, određivana su faze nakon temperaturske obrade i posmatranje nastale mikrostrukture. Gustina stakla je određivana piknometarskom metodom, a na osnovu dobijenih rezultata izračunate su molarne zapremine, molarne zapremine kiseonika, gustine pakovanja kiseonika kao i odnos kiseonika i bora. Infracrvena spektroskopija sa Furijeovom transformacijom (FTIR) je tehnika koja je omogućila uvid u strukturnu analizu uzorka stakla. Ponašanje stakla tokom zagrevanja praćeno je korišćenjem diferencijalne termijske analize (DTA). Termomikroskop je korišćen za određivanje sinterabilnosti praha stakla. Kombinacija DTA i TM je tehnika koja je korišćena za opisivanje procesa sinter-kristalizacije, kao i stabilnosti stakla. Toplotna obrada komada stakla u cilju preliminarne ispitivanja kristalizacionog ponašanja je rađena zagrevanjem uzoraka pri konstantnoj brzini od $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ u električnoj peći do temperatura kristalizacije. Skenirajući elektronski mikroskop (SEM) je upotrebljen za određivanje mikrostrukture ovih uzoraka. Tehnika rendgenske difrakcije (XRD) praha je korišćena za identifikaciju kristalnih faza koje nastaju u uzorcima nakon toplotne obrade. Transmisioni elektronski mikroskop (TEM) TOPCON zajedno sa elektronskom difrakcijom selektovanog (SAED) područja su upotrebljeni za određivanje jediničnih parametara ćelije kristalne faze $La_2SrB_{10}O_{19}$ nastale u uzorku $14,3La_2O_3 \cdot 14,3SrO \cdot 71,4B_2O_3$. Ovaj sastav je izabran za dalja detaljna ispitivanja kristalizacije i sinterovanja.

Kristalizacije stakla $14,3La_2O_3 \cdot 14,3SrO \cdot 71,4B_2O_3$ u neizotermnim uslovima ispitivane su diferencijalnom termijskom analizom u cilju određivanja mehanizma kristalizacije i energije aktivacije kristalizacije. U cilju određivanja mehanizma kristalizacije, morfologije rasta kristala, kao i kinetike kristalizacije urađeni su i eksperimenti izotemske kristalizacije. Kompaktni uzorci stakla su zagrevani u električnoj peći. Po dostizanju odabrane temperature kristalizacije uzorci su izotermno zagrevani u toku vremena od 15 do 300 min. Nakon toplotne obrade uzorci su analizirani skenirajućim elektronskim mikroskopom. Na osnovu SEM rezultata određen je mehanizam kristalizacije, morfologija rasta kristala, kao i kinetika procesa izotemske kristalizacije. Određena je brzina rasta kristala i njena temperaturska zavisnost. U cilju dobijanja što boljih rezultata sinterovanja pripremljen je prah stakla izuzetno malih veličina čestica (nanočestica). Sinter-kristalizacije izabranog sastava praćena je korišćenjem DTA, TM i optičkim dilatometrom. Kvalitet skupljanja, densifikacije, uzoraka je određena merenjem poroznosti nakon toplotne obrade. Za određivanje kristalnog sastava faza koje su nastale u sinterovanim uzorcima korišćena je XRD tehnika. Sinterovani uzorci su analizirani skenirajućim elektronskim mikroskopom, primenom detektora sekundarnih elektrona, SE, i povratno rasejanih elektrona, BSE, da bi se stekao uvid u poroznost i u mikrostrukturu nastale staklo-keramike. U cilju boljeg

razumevanja procesa sinter-kristalizacije prah stakla je izotermiski zagrevanje do temperatura sinterovanja: 690, 700, 720 i 740 °C i na tim temperaturama zadržavanje 30 min, a zatim je izvedena DSC.

U poglavlju **Obrada rezultata i diskusija** prikazani su dobijeni rezultati kao i njihova analiza i diskusija. Ovo poglavlje se sastoji iz 6 poglavlja. U prvom poglavlju su predstavljene vrednosti gustine (ρ), molarne zapremine (V_m), molarne zapremine kiseonika (V_o), gustine pakovanja kiseonika (GPK) za kao i izračunati odnos kiseonika i bora (O/B) za ispitivana stakla. Navedeni podaci i FTIR rezultati pružaju informacije o strukturi stakla. Na osnovu DTA rezultata određene su karakteristične temperature. Na osnovu rezultata termomikroskopske analize određene su temperature koje odgovaraju karakterističnim tačkama viskoznosti. Na osnovu temperatura određenih na TM dobijene su krive viskoznosti stakala. U cilju ispitivanja sinterabilnosti i ponašanja pri zagrevanju sintetisanih stakala objedinjeni su rezultati ispitivanja DTA i TM. Na osnovu rezultata određeno je skupljanje uzoraka, najmanje skupljanje ($A/A_0=0,70$) za uzorak sa najvećim sadržajem lantan oksida, maksimalno skupljanje ($A/A_0=0,54$) je primećeno za staklo sastava $14,3 \text{ La}_2\text{O}_3 \cdot 14,3 \text{ SrO} \cdot 71,4 \text{ B}_2\text{O}_3$. Prikazani su i diskutovani rezultati nakon kristalizacije uzoraka stakala gde je uočeno da dolazi do kompleksne kristalizacije, osim za staklo $14,3 \text{ La}_2\text{O}_3 \cdot 14,3 \text{ SrO} \cdot 71,4 \text{ B}_2\text{O}_3$ koje kristališe polimorfno, tj. nastaje samo jedna faza istog sastava kao osnovno staklo. Ova faza do sada nije pronađena u bazi podataka tako da su određeni jednični parametri ove faze. Polimorfna kristalizacija je potvrđena TEM/SAED analizom. Parametri određeni SAED se slažu sa podacima dobijenim XRD analizom. Mehanizam površinske kristalizacije stakla $14,3 \text{ La}_2\text{O}_3 \cdot 14,3 \text{ SrO} \cdot 71,4 \text{ B}_2\text{O}_3$ potvrđen je SEM mikrofotografijama iskristalnih uzoraka.

Na osnovu dobijenih strukturnih rezultata, rezultata ispitivanja kristalizacije i sinterabilnosti, staklo sastava $14,3 \text{ La}_2\text{O}_3 \cdot 14,3 \text{ SrO} \cdot 71,4 \text{ B}_2\text{O}_3$ je izabrano za dalja ispitivanja. Detaljno su ispitivani procesi kristalizacije: mehanizma, brzine rasta, njihova temperaturna zavisnost kao i temperaturna oblast i uslovi sinterovanja, odnosno proces sinter-kristalizacije.

Eksperimenti sinterovanja su pokazali da je najbolje sinterovanje na 690 °C nakon 1h (13,7 %). Pokazano je da se isti efekat skupljanja postiže na temperaturi 700 °C sa zadržavanjem od 20 minuta. Vrednost maksimalnog skupljanja je 13,7%. Na 690 °C nema otvorene poroznosti, dok je zatvorena poroznost oko 3%, što je minimalna vrednost za sve uzorke. Na 700 °C započinje stvaranje dodatne zatvorene poroznosti, dok na 720 °C i 740 °C, zbog intenzivnog bubrenja, ukupna poroznost raste. Porastom temperature dolazi do transformacije zatvorene poroznosti u otvorenu, na 720 °C postoji i otvorena i zatvorena poroznost, dok na 740 °C poroznost je uglavnom otvorena. XRD rezultati sinterovanih uzoraka dokazali su površinsku kristalizaciju. Na nižim temperaturama sinterovanja, 680, 690 i 700 °C uzorci su uglavnom staklastog sastava, a na površini uzoraka se izdvajaju kristalne faze. Pri većim brzinama zagrevanja na 700 °C uzorci su i dalje amorfni, ali započinje izdavanje $\text{La}_2\text{SrB}_{10}\text{O}_{19}$ i u masi uzorka. Prema XRD rezultatima na većim temperaturama sinterovanja, 720 °C i 740 °C dolazi do značajne kristalizacije faze $\text{La}_2\text{SrB}_{10}\text{O}_{19}$ koja sprečava sinterovanje. SEM mikrofotografije sinterovanih uzoraka su potvrdile dilatometrijska merenja, merenja poroznosti i XRD analize.

U poglavlju **Zaključak** sumirani su najznačajniji zaključci proistekli iz rada na ovoj disertaciji.

U poglavlju **Literatura** date su sve reference citirane u radu.

3. OCENA DISERTACIJE

3.1. Savremenost i originalnost

Rezultati istraživanja Sonje Smiljanić, dipl. inž.tehnologije, prikazani u disertaciji „Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala” predstavljaju značajan doprinos razumevanju kompleksnih procesa kristalizacije, sinterovanja i sinter-kristalizacije stakla. Boratna stakla su predmet brojnih savremenih istraživanja, jer nalaze široku primenu u oblastima optike i elektronike. Alkalno (zemnoalkalno)-boratna stakla su naročito interesantna zbog pojave „boratne anomalije“, tj. neočekivane promene svojstava boratnih stakala pri uvođenju alkalnog-oksida.

Fokus istraživanja je usmeren ka ispitivanju procesa kristalizacije boratnih stakala zbog specifičnih svojstava koja su poželjna za primenu. U okviru ove disertacije ispitan je sistem stakla koji do sada nije detaljno izučavan u dostupnoj literaturi. Određen je uticaj sadržaja lantana i stroncijuma na kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala kao i mehanizma nukleacije stakla, brzine rasta kristala i njene temperaturske zavisnosti. Pored toga određen je uticaj toplotne obrade na mikrostrukturu staklo-keramike dobijene kontrolisanom kristalizacijom.

Sinter-kristalizacije je tehnologija zasnovana na kombinovanim procesima sinterovanja čestica stakla i nastanka kristalne faze tokom toplotne obrade. Kvalitet staklo-keramike koja je dobijena sinterovanjem praha stakla definiše se skupljanjem do maksimalne gustine (densifikacija). Svojstva staklo-keramičkih materijala zavise od sastava stakla, od udela formiranih kristalnih faza i poroznosti. U okviru ove disertacije definisani su uslovi sinterovanja praha stakla kao i uticaj toplotne obrade prilikom sinterovanja viskoznim tokom, na sastav i mikrostrukturu dobijene staklo-keramike.

3.2. Osvrt na referentnu i korišćenu literaturu

U okviru doktorske disertacije citirano je ukupno 144 referenci, koje ukazuju na aktuelnost istraživanja u ispitivanoj oblasti. Većina referenci je publikovana u poslednjoj deceniji i predstavlja naučne radove objavljene u vrhunskim međunarodnim časopisima sa tematikom značajnom za izradu doktorske disertacije. Istraživanja prikazana u navedenim referencama su korišćena su za planiranje eksperimentalnog rada, analizu i tumačenje rezultata dobijenih tokom izrade doktorske disertacije i izvođenje zaključaka.

3.3. Opis i adekvatnost primenjenih naučnih metoda

U ovoj doktorskoj disertaciji primenjene su savremene naučne metode i tehnike za karakterizaciju stakala kao i određivanja procesa kristalizacije, sinterovanja i sinter-kristalizacije.

Strukturna analiza stakla izvedena je korišćenjem infracrvene spektroskopije sa Furijeovom transformacijom (FTIR).

Za opisivanje kristalizacionog ponašanja stakla pri zagrevanju korišćena je diferencijalna termijska analiza (DTA). Na osnovu rezultata dobijenih DTA određene su temperature

transformacije, početka kristalizacije i kristalizacionog pika. DTA je korišćena i za određivanje mehanizma nukleacije i energije aktivacije kristalizacije pri neizotermским uslovima.

Za određivanje skupljanja praha stakla korišćen je termomikroskop (TM) pri neizotermским uslovima. Kombinacija DTA i TM je metoda koja je korišćena za određivanje sinterabilnosti praha stakla kao i opisivanje procesa sinter-kristalizacije. Gustina praha stakla određena je gasnim piknometrom, kao i gustina sinterovanih uzoraka. Na osnovu ovih vrednosti određena je ukupna, otvorena i zatvorena poroznost.

Za određivanje sastava faza nastalih pri kristalizaciji i sinterovanju uzoraka primenjena je rendgenska difrakcija praha (XRD). Transmisiona elektronska mikroskopija (TEM) sa elektronskom difrakcijom selektovanog područja (SAED) su potrebni za određivanje jediničnih parametara ćelije nastale kristalne faze.

Skenirajućim elektronskim mikroskopom (SEM) snimane su površine i prelomi uzoraka stakla nakon toplotne obrade. Na osnovu SEM rezultata dobijen je uvid u mikrostrukturu staklo-keramike, određen je mehanizma kristalizacije, morfologija rasta kristala. Određena je brzina rasta kristala i njena temperaturna zavisnost.

Proces sinterovanja je izučavan horizontalnim optičkim dilatometrom. Proces kristalizacije pri sinterovanju praćeni su DTA i DSC prethodno toplotno obrađenih uzoraka.

3.4. Primenljivost ostvarenih rezultata

Lantan-borata staklo-keramika se primenjuje u optoelektronici, kao nelinearni optički materijali, laseri, a dodatak lantanida zemnoalkalnim boratnim staklima povećava optičku i hemijsku otpornost. Kod lantan – alkalno boratnih stakala uočena je poboljšana otpornost, relativno visoke temperature transformacije stakla ($>600^{\circ}\text{C}$), mala električna provodnost i difuzija gasova. Upravo zbog navedenih svojstava, lantan – alkalno borata stakla koriste se kao hermetički materijali za zaptivanje gorivnih ćelija čvrstih goriva. Na osnovu pregleda do sada objavljenih eksperimentalnih podataka i rezultata prikazanih u okviru ove doktorske disertacije ostvaren je značajan doprinos razjašnjavanju mogućnosti dobijanja lantan-stroncijum-boratnih stakla staklo-keramike, kontrolisanom kristalizacijom i sinter-kristalizacijom. Dobijeni rezultati doprinose boljem razumevanju procesa sinter-kristalizacije, kao i sagledavanju specifičnosti sinter-kristalizacije prahova boratnih stakala.

Rezultati i zaključci izneti u disertaciji značajni su za dalji razvoj i potencijalnu primenu ovako dobijene staklo-keramike. Verifikacija ostvarenih rezultata disertacije postignuta je objavljivanjem radova u vodećim međunarodnim časopisima iz domena ove problematike, kao i saopštenjima na međunarodnim konferencijama.

3.5. Ocena dostignutih sposobnosti kandidata za samostalni naučni rad

Kandidat Sonja Smiljanić, dipl. inž. tehnologije, je tokom izrade doktorske disertacije pokazala samostalnost i stručnost u pretraživanju i korišćenju naučne literature, planiranju i realizaciji eksperimenta, obradi i analizi dobijenih rezultata, kao i njihovoj diskusiji i pripremi publikacija. Tokom istraživanja u potpunosti je ovladala velikim brojem eksperimentalnih tehnika i instrumentalnih metoda. Na osnovu dosadašnjeg rada, podnete doktorske disertacije i postignutih

rezultata kandidata, Komisija je utvrdila da kandidat poseduje kvalitete za samostalni naučno-istraživački rad.

4. OSTVARENI NAUČNI DOPRINOS

4.1. Prikaz ostvarenih naučnih doprinosa

Naznačajniji naučni doprinosi ove doktorske disertacije su sledeći:

- utvrđen uticaj sadržaja lantana i stroncijuma na svojstva i strukturu lantan-stroncijum-boratih stakala;
- utvrđen uticaj sadržaja lantana i stroncijuma na kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratih stakala;
- određen mehanizam nukleacije i temperaturska zavisnosti brzine rasta kristala;
- definisan uticaj toplotne obrade na mikrostrukturu staklo-keramike dobijene kontrolisanom kristalizacijom;
- definisani uslovi i temperaturska oblast sinterovanja praha lantan-stroncijum-boratih stakla;
- definisan uticaj toplotne obrade na nastalu mikrostrukturu staklo-keramike dobijene procesom sinter-kristalizacije.

4.2. Kritička analiza rezultata istraživanja

Definisanjem ciljeva istraživanja utvrđena je metodologija istraživanja primenjena tokom izrade ove doktorske disertacije. Uvidom u dostupnu literaturu i rezultate istraživanja u oblasti sinteze stakla, proučavanjem procesa kontrolisane kristalizacije i sinterovanja praha stakla i rezultata istraživanja dobijenih u okviru ove disertacije, može se primetiti da se dobijeni rezultati nadovezuju na dosadašnja istraživanja i da ih dopunjuju.

4.3. Verifikacija naučnih doprinosa

Kandidat Sonja Smiljanić je rezultate dobijene tokom izrade ove doktorske disertacije potvrdila objavljivanjem u međunarodnim časopisima, kao i saopštenjima na međunarodnim konferencijama:

Naučni radovi objavljeni u vrhunskim časopisima međunarodnog značaja (M21):

1. **Smiljanić S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Stojanović J., Matijašević S., Nikolić J., Crystallization and sinterability of glass-ceramics in the system $\text{La}_2\text{O}_3\text{--SrO--B}_2\text{O}_3$, *Ceramics International*, Vol. 40, Issue 1, Part A, 2014, pp. 297-305, (IF(2015)=2,758, 3/27, ISSN: 0272-8842).

Naučni radovi objavljeni u međunarodnim časopisima (M23):

1. **Smiljanić S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Matijašević S., Nikolić J., Topalović V., Effect of La_2O_3 on the structure and the properties of strontium borate glasses, Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly, Chem. Ind. Chem. Eng. Q. Vol. 22, 2016 pp.111-115 (IF(2015)=0,739, 60/72, ISSN: 1451-9372).

Saopštenje sa međunarodnog skupa štampano u celini (M33):

1. **Ždrale S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Bjelajac A., Matijašević S., Nikolić J., Crystallization and sintering phenomena of glasses in the system $\text{La}_2\text{O}_3\text{-SrO-B}_2\text{O}_3$, 11th International Conference on Fundamental and Applied Aspects of Physical Chemistry, PHYSICAL CHEMISTRY 2012, 24-28 September 2012 Belgrade, Serbia, Proceedings, vol I, 477-479, ISBN 978-86-82475-27-9.
2. **Smiljanić S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Matijašević S., Nikolić J., Topalović V., Effect of $\text{La}_2\text{O}_3/\text{SrO}$ ratio on properties of $\text{La}_2\text{O}_3\text{-SrO-B}_2\text{O}_3$ glasses, 12th International Conference of Fundamental and Applied Aspects of Physical Chemistry, 22-26 September 2014, Belgrade, Serbia, Proceedings, vol III, 667-670, ISBN 978-86-8247-531-6.
3. **Ždrale S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Bjelajac A., Matijašević S., Nikolić J., Zildžović S., Sintering of glasses in the ternary system $\text{La}_2\text{O}_3\text{-SrO-B}_2\text{O}_3$, 50th Meeting of the Serbian Chemical Society, June 14-15, 2012, Belgrade, Serbia, Proceedings, 99-101, ISBN 978-86-7132-049-8.

Saopštenja sa međunarodnog skupa štampano u izvodu (M34):

1. **Ždrale S.**, Grujić S., Tošić M., Živanović V., Bjelajac A., Matijašević S., Nikolić J., Zildžović S., Sintering of glasses in the ternary system $\text{La}_2\text{O}_3\text{-SrO-B}_2\text{O}_3$, 50th Meeting of the Serbian Chemical Society, June 14-15, 2012, Belgrade, Serbia, Book of Abstracts 58 (ISBN 978-86-7132-048-1).

5. ZAKLJUČAK I PREDLOG

Na osnovu svega napred iznetog Komisija smatra da doktorska disertacija Sonje Smiljanić, dipl. inž. tehnologije, pod nazivom: „**Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala**” predstavlja značajan i originalni naučni doprinos u oblasti Tehnološkog inženjerstva, uža oblast Hemijsko inženjerstvo, što je potvrđeno objavljivanjem radova u vodećim međunarodnim časopisima i saopštavanjem većeg broja radova na međunarodnim skupovima.

Imajući u vidu kvalitet, obim i naučni doprinos postignutih rezultata, Komisija predlaže Nastavno-naučnom veću Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu da prihvati ovaj Referat i da ga zajedno sa podnetom disertacijom Sonje Smiljanić, dipl. inž. tehnologije, pod nazivom: „**Kristalizacione karakteristike i sinterabilnost prahova lantan-stroncijum-boratnih stakala**” izloži na uvid javnosti u zakonski predviđenom roku i uputi na konačno usvajanje Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu, te da nakon završetka ove procedure, pozove kandidata na usmenu odbranu disertacije.

U Beogradu 10. 02. 2017.

ČLANOVI KOMISIJE

Dr Snežana Grujić, vanredni prof. Univerziteta u
Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

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

Dr Jelena Miladinović, redovni prof. Univerziteta u
Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

Dr Srđan Matijašević, naučni saradnik Instituta za tehnologiju
nuklearnih i drugih mineralnih sirovina