

ИЗВЕШТАЈ О ОЦЕНИ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

I ПОДАЦИ О КОМИСИЈИ		
1. Датум и орган који је именовао комисију: 13.10.2023. Наставно-научно веће Технолошког факултета Нови Сад		
2. Састав комисије у складу са <i>Правилима докторских студија Универзитета у Новом Саду</i> :		
1. др Вукмировић Јелена	научни сарадник	Инжењерство материјала, 22.1.2020.
презиме и име	звање	ужа научна област и датум избора
Универзитет у Новом Саду, Технолошки факултет Нови Сад		Председник
установа у којој је запослен-а		функција у комисији
2. др Срдић Владимир	редовни професор	Инжењерство материјала, 19.10.2006.
презиме и име	звање	ужа научна област и датум избора
Универзитет у Новом Саду, Технолошки факултет Нови Сад		ментор
установа у којој је запослен-а		функција у комисији
3. др Милановић Марија	ванредни професор	Инжењерство материјала, 1.10.2020.
презиме и име	звање	ужа научна област и датум избора
Универзитет у Новом Саду, Технолошки факултет Нови Сад		ментор
установа у којој је запослен-а		функција у комисији
4. др Николић Милан	ванредни професор	Инжењерски процеси 12.2.2020.
презиме и име	звање	ужа научна област и датум избора
Универзитет у Крагујевцу, Агрономски факултет у Чачаку		члан
установа у којој је запослен-а		функција у комисији
5. др Станојев Јована	научни сарадник	Материјали и хемијске технологије, 31.5.2021.
презиме и име	звање	ужа научна област и датум избора
Институт БиоСенс, Универзитет у Новом Саду		члан
установа у којој је запослен-а		функција у комисији

II ПОДАЦИ О КАНДИДАТУ
<ol style="list-style-type: none">1. Име, име једног родитеља, презиме: Андреа, Гордан, Лазић2. Датум рођења, општина, држава: 28.7.1993. Тешањ, БиХ3. Назив факултета, назив претходно завршеног нивоа студија и стечени стручни/академски назив: Универзитет у Новом Саду, Технолошки факултет Нови Сад, мастер академске студије, истраживач-сарадник/мастер инжењер технологије4. Година уписа на докторске студије и назив студијског програма докторских студија: 2017, Инжењерство материјала
III НАСЛОВ ДОКТОРСKE ДИСЕРТАЦИЈЕ: Добијање пиезоелектричне керамике и танких филмова на бази бизмут натријум титаната
IV ПРЕГЛЕД ДОКТОРСKE ДИСЕРТАЦИЈЕ: Навести кратак садржај са назнаком броја страница, поглавља, слика, схема, графикона и сл. Докторска дисертација написана је на 73 стране које обухватају 7 поглавља, а то су: увод, теоријски део, експериментални део, резултати, дискусија, закључци и библиографија. У рад је укључено 43 слике и 5 табела.

V ВРЕДНОВАЊЕ ПОЈЕДИНИХ ДЕЛОВА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:

У поглављу **Увод** описане су мотивација и идеја за израду ове докторске дисертације. У првом делу стављен је акценат на пиезоелектрично прикупљање енергије и предности ове технологије у односу на прикупљање енергије из других алтернативних извора. Такође, указано је на значај пиезоелектричних материјала на бази бизмут натријум титаната и зашто су одабрани као предмет истраживања овог рада.

У поглављу **Теоријски део** дат је преглед технологије пиезоелектричног прикупљања енергије и дефинисан је појам пиезоелектричности уз приказ математичне формулације функционалних својстава тј. пиезоелектричног ефекта и диелектричних својстава материјала. У наставку теоријског дела детаљано је описана перовскитна структура материјала на примеру најважнијег пиезоелектрика, олово цирконијум титаната. Следећи део обухвата опис структуре бизмут натријум титаната, као и утицај додатка баријум титаната на структуру и функционална својства бизмут натријум титаната. У последњем потпоглављу теоријског дела приказан је преглед литературе везан за добијање праха, синтероване керамике и танких филмова на бази бизмут натријум титаната, уз осврт на најважније резултате од стране других аутора који су били од великог значаја за рад на овој докторској дисертацији.

Поглавље **Експериментални део** обухвата поступак добијања праха, керамике и танких филмова на бази бизмут натријум титаната. У првом делу описано је добијање праха, које почиње одабиром адекватне методе синтезе, а то је у овом случају хидротермална метода. Затим, приказани су параметри који су варирани у току синтезе, а то су: температура, време и поставка синтезе, различити прекурсори итд. Следећи део обухвата опис процеса превођења $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ праха у густу керамику синтеровањем на температурама до $1150\text{ }^\circ\text{C}$, при чему су коришћене различите поставке узорака за синтеровање. У склопу експерименталног поступка обухваћен је и опис добијања праха и керамике комплексног система $(1-x)\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$ при чему је $x = 0, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08$ и $0,1$. Добијање танких филмова на бази бизмут натријум титаната представљено је уз детаљан опис поступка сол-гел синтезе, затим депозиције добијеног сола/раствора на различите супstrate и термичког третмана узорака. Финално, дат је детаљан преглед метода које су коришћене за структурну и функционалну карактеризацију материјала.

Први део поглавља **Резултати** приказује утицај различитих параметара синтезе на фазни састав и морфологију бизмут натријум титанатног праха. Показано је да температура синтезе, време синтезе, поставка хидротермалне методе, као и избор прекурсора значајно утичу на однос жељене перовскитне и непожељне пироклорне фазе, те да је одабиром адекватних параметара могуће добити једнофазан систем. Други део резултата приказује добијање бизмут натријум титанатне керамике високе густине из предходно оптимизованог праха, где је показан утицај температуре и времена синтеровања на фазни састав и густину керамике. Након добијања праха и керамике бизмут натријум титаната жељеног састава, следећи корак био је добијање $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ праха сложеног састава $(1-x)\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$ (при чему је $x = 0, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08$ и $0,1$), као и одговарајуће керамике. Добијени резултати показују да повећање удела баријум титаната доводи до повећања пироклорне фазе, која је доминантна у узорцима $\geq 6\%$ баријум титаната. Диелектрична мерења приказују дифузне фазне прелазе карактеристичне за релаксорске материјале, где диелектрична константа чистог $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ износи око 400 на температури од $320\text{ }^\circ\text{C}$. Вредност диелектричне константе расте код узорака са 2% и 4% баријум титаната, а затим нагло опада са већим садржајем баријум титаната. Следеће потпоглавље обухвата приказ оптимизације система BNT-6BT ($0,94\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-}0,06\text{BaTiO}_3$) комбинацијом различитих процесних параметара који доводе до формирања

једнофазног система и потпуне елиминације секундарне пироклорне фазе. Последњи део резултата у фокусу има добијање танких бизмут натријум титанатних филмова сол-гел методом где је показано да одабир адекватних параметара као што су одговарајући растварач, супстрат и термички третман доводе до добијања нанокристалних филмова униформне дебљине испод 300 nm, жељеног фазног састава и задовољавајућих диелектричних својстава.

На поглавље Резултати надовезује се поглавље **Дискусија**, у којем је дата дубља анализа оптимизације процесних параметара праха, керамике и танких филмова на бази бизмут натријум титаната са циљем да се добије стабилна перовскитна фаза без присуства непожељних секундарних фаза. С обзиром да $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ представља комплексан систем у којем мала измена неког од процесних параметара доводи до одвијања реакције у нежељеном смеру, циљ овог поглавља био је анализирати и утврдити на који начин долази до формирања секундарних фаза, а затим, и како то спречити. Утврђено је да је добијање једнофазног перовскитног система задатог састава последица промене не само једног, већ низа сукцесивних процесних параметара.

У последњем поглављу приказани су **закључци** који су изведени на основу резултата добијених током израде ове докторске дисертације.

VI СПИСАК НАУЧНИХ И СТРУЧНИХ РАДОВА КОЈИ СУ ОБЈАВЉЕНИ ИЛИ ПРИХВАЋЕНИ ЗА ОБЈАВЉИВАЊЕ НА ОСНОВУ РЕЗУЛТАТА ИСТРАЖИВАЊА У ОКВИРУ РАДА НА ДОКТОРСКОЈ ДИСЕРТАЦИЈИ:

Таксативно навести називе радова, где и када су објављени. Прво навести најмање један рад објављен или прихваћен за објављивање у складу са *Правилима докторских студија Универзитета у Новом Саду* који је повезан са садржајем докторске дисертације. У случају радова прихваћених за објављивање, таксативно навести називе радова, где и када ће бити објављени и приложити потврду уредника часописа о томе.

A. Nesterović, J. Vukmirović, I. Stijepović, M. Milanović, B. Bajac, E. Tóth, Ž. Cvejić, V.V. Srdić, Structure and dielectric properties of $(1-x)\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ piezoceramics prepared using hydrothermally synthesized powders, *Royal Society Open Science* (2021), 8: 202365

J. Vukmirović, **A. Nesterović**, I. Stijepović, M. Milanović, N. Omerović, B. Bajac, J. Bobić, V. V. Srdić, Fabrication of BaTiO_3 -based thin film heterostructures with ring electrodes by low cost depositon techniques, 2019, *Journal of Materials Science: Materials in electronics* (2019), 30 16, 14995-15004

J. Vukmirović, S. Joksović, D. Piper, **A. Nesterović**, M. Novaković, S. Rakić, M. Milanović, V.V. Srdić, Epitaxial growth of LaMnO_3 thin films on different single crystal substrates by polymer assisted deposition, *Ceramics International* (2023), 49 2, 2366-2372

VII ЗАКЉУЧЦИ ОДНОСНО РЕЗУЛТАТИ ИСТРАЖИВАЊА:

У склопу ове докторске дисертације извршено је добијање прахова, керамике и танких филмова на бази бизмут натријум титаната. Испитан је утицај различитих параметара синтезе на фазни састав и морфологију прахова као и утицај термичког третмана и додатка јона баријума на структуру и функционална својства синтероване керамике. Последњи део тезе обухвата синтезу танких филмова сол-гел методом, при чему је испитан утицај супстрата, растварача и термичког третмана на добијање филмова са жељеним фазним саставом.

$\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ прахови синтетисани су хидротермалном методом, при чему су се као оптимални параметри за добијање перовскитне фазе и сферичних честица показали температура од 180 °C, време синтезе од 6 h и титанијум бутоксид као извор јона титанијума. Испитане су различите поставке хидротермалне синтезе, а синтеза у сушници се показала као најадекватнија, при чему је жељени састав постигнут, а и сам поступак је много једоставнији у односу на остале поставке синтезе. $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ керамика добијена је синтеровањем оптимизованог праха, а као оптимални процесни параметри за добијање перовскитне фазе показали су се температура од 1100 °C и време задршке од 1 h.

$\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ - BaTiO_3 прахови су синтетисани и синтеровањем преведени у густу керамику (око 90 % теоријске густине). Установљено је да и код прахова и керамике долази до повећања удела пироклорне фазе са повећањем садржајем баријума. Промена фазног састава значајно је утицала и на функционална својства, те је мерењем диелектричних особина примећено да диелектрична константа која код чистог бизмут натријум титаната износи око 400 (на 320 °C), расте када је удео баријума 2 mol% и 4 mol%, док са даљим повећањем значајно опада. Пад вредности диелектричне константе последица је великог садржаја непожељне пироклорне фазе. Појава пироклорне фазе у системима са великим садржајем баријума указује на чињеницу да процесни параметри који су били задовољавајући за чист бизмут натријум титанат, нису одговарајући и за $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ - BaTiO_3 системе. Промењен је низ параметара, припремљени су одвојени BNT и BT раствори време синтезе и температура синтезе су постављени на 20 h и 200 °C респективно, уведен је корак калцинације и постављена је затворена засићена атмосфера током синтеровања таблетица. Параметри су сукцесивно мењани и тек након што су сви наведени постали део процеса, добијен је једнофазан систем без присуства секундарне фазе. Као резултат промене процесних параметара дошло је до повећања вредности диелектричне константе и до 3 пута у односу на неоптимизован систем.

$\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ танки филмови су синтетисани сол-гел методом при чему су соли нитрата (бизмута и натријума) и титанијум бутоксид коришћени као прекурсори, а вода и сирћетна киселина као растварачи. Рендгеноструктурна анализа и визуелно посматрање површине узорка показали су да се униформан филм жељеног фазног састава добија када растварач садржи 80% сирћетне киселине и 20% воде. Рендгеноструктурном анализом утврђено је и да је оптимална температура термичког третмана 700 °C, док се на 600 °C и 800 °C јавља и секундарна пироклорна фаза.

Утицај супстрата на фазни састав $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ танких филмова испитан је рендгеноструктурном анализом и Рамановом спектроскопијом, при чему се може закључити да на Si/SiO₂/TiO₂/Pt супстрату кристалише перовскитна фаза, док је на Si (силицијумском) супрату доминантна пироклорна фаза. Испитани су различити финални термички третмани танких филмова, а рендгеноструктурна анализа је показала да се при температури од 700 °C са задршком на максималној температури у трајању од 30 мин јавља чиста перовскитна фаза, без присуства секундарне фазе. Скенирајућа електронска микроскопија овог узорка показује да је добијен униформан филм дебљине око 250 nm са добром адхезијом на супстрат.

VIII ОЦЕНА НАЧИНА ПРИКАЗА И ТУМАЧЕЊА РЕЗУЛТАТА ИСТРАЖИВАЊА:

Експлицитно навести позитивну или негативну оцену начина приказа и тумачења резултата истраживања.

На основу приказаних резултата који су у потпуности образложени и тумачени у складу са теоријским сазнањима и литературним наводима комисија даје позитивну оцену за начин приказа и тумачење резултата истраживања у докторској дисертацији кандидаткиње Андрее Лазић.

IX КОНАЧНА ОЦЕНА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:

Експлицитно навести да ли дисертација јесте или није написана у складу са наведеним образложењем, као и да ли она садржи или не садржи све битне елементе. Дати јасне, прецизне и концизне одговоре на 3. и 4. питање:

1. Да ли је дисертација написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме?

Докторска дисертација кандидаткиње је написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме.

2. Да ли дисертација садржи све битне елементе?

Дисертација садрже све битне елементе и обухвата јасно дефинисано образложење о потребама истраживања са одговарајућим литературним наводима, затим постављање експеримента са адекватним избором методе синтезе и оптимизације целог процеса добијања праха, керамике и танких филмова на бази бизмут натријум титаната. Представљени резултати структурне и функционалне карактеризације материјала су јасно протумачени и финално су изведени адекватни закључци.

3. По чему је дисертација оригиналан допринос науци?

Докторска дисертација кандидаткиње Андрее Лазић даје оригиналан допринос науци који се одражава пре свега у веома атрактивном избору предмета истраживања везаних за развој алтернативних, економски исплативих и еколошки прихватљивих уређаја за прикупљање енергије, који би у будућности могли значајно да смање употребу фосилних горива. У овој дисертацији прахови, који су синтерованом преведени у керамику, и танки филмови на бази бизмут натријум титаната ($\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$) добијени су методама синтезе у течној фази коју карактеришу ниске температуре термичких третмана, релативно једноставна манипулација морфологијом и величином честица и једноставна лабораторијска опрема. Оптимизација добијања БНТ-а из течне фазе, уз значајну редукацију времена синтезе, је значајан корак у смањењу енергије и трошкова у односу на конвенционалне методе добијања овог материјала. Комплексност синтезе, која се огледа у виду уградње неколико јона у структуру из раствора, често води ка формирању непожељних кристалних фаза. Међутим, оптимизацијом процесних параметара савладан је и овај изазов, те је добијен једнофазан систем, како БНТ праха и керамике, тако и танких филмова без присуства секундарних фаза са жељеним функционалним својствима.

4. Који су недостаци дисертације и какав је њихов утицај на резултат истраживања?

Комисија није уочила недостатке докторске дисертације кандидаткиње Андрее Лазић.

X ПРЕДЛОГ:
На основу наведеног, комисија предлаже:
а) да се докторска дисертација прихвати, а кандидату одобри одбрана;
б) да се докторска дисертација врати кандидату на дораду (да се допуни односно измени);
в) да се докторска дисертација одбије.

Место и датум:

1. др Јелена Вукмировић, научни сарадник
Универзитет у Новом Саду, Технолошки факултет Нови Сад

_____, председник

2. др Владимир В. Срдић, редовни професор
Универзитет у Новом Саду, Технолошки факултет Нови Сад

_____, члан/ментор

3. др Марија Милановић, ванредни професор
Универзитет у Новом Саду, Технолошки факултет Нови Сад

_____, члан/ментор

4. др Милан Николић, ванредни професор
Универзитет у Крагујевцу, Агрономски факултет Чачак

_____, члан

5. др Јована Станојев, научни сарадник
Институт БиСенс, Универзитет у Новом Саду

_____, члан

НАПОМЕНА: Члан комисије који не жели да потпише извештај јер се не слаже са мишљењем већине чланова комисије, дужан је да унесе у извештај образложење односно разлоге због којих не жели да потпише извештај и да исти потпише.