

УНИВЕРЗИТЕТ У КРАГУЈЕВЦУ
ФАКУЛТЕТ ТЕХНИЧКИХ НАУКА У ЧАЧКУ

**НАСТАВНО–НАУЧНОМ ВЕЋУ
ФАКУЛТЕТА ТЕХНИЧКИХ НАУКА У ЧАЧКУ**

ПРЕДМЕТ: Извештај Комисије за оцену писаног дела и усмену одбрану докторске дисертације кандидата мр Оливере Пешић, дипл. инж. технологије

Одлуком Наставно–научног већа Факултета техничких наука у Чачку, бр. 34–2397/7 од 8.10.2014, именовани смо за чланове комисије за оцену и одбрану докторске дисертације кандидата мр Оливере Пешић, дипл. инж. технологије, под називом:

„Могућности добијања и карактеризације прахова Со, Ni и/или Мо поступком електрохемијског таложења“

На основу увида у приложену докторску дисертацију, Извештаја о подобности кандидата и теме за докторску дисертацију која је одобрена за израду Одлуком факултета техничких наука у Чачку бр. LXVI-1035/11 од 19.5.2010. и Одлуке Стручног већа за техничко–технолошке науке Универзитета у Крагујевцу, бр. 1568/11 од 15.9.2010, а на основу Правилником о пријави, изради и одбрани докторских дисертација Универзитета у Крагујевцу, Комисија подноси Наставно–научном већу следећи

ИЗВЕШТАЈ

1. Значај и допринос докторске дисертације са становишта актуелног стања у одређеној научној области

Докторска дисертација кандидата мр Оливере Пешић под називом „Могућности добијања и карактеризације прахова Со, Ni и/или Мо поступком електрохемијског таложења“ бави се дефинисањем оптималних параметара електрохемијске синтезе, структурним променама добијених

прахова под утицајем топлотних дејстава и њиховом карактеризацијом. Циљ ове дисертације је оптимизација процеса добијања прахова чистих метала и њихових двокомпонентних трокомпонентних легу унапред задатих својстава.

Тема дисертације припада области примене нових технологија у инжењерству материјала. Она се бави корелисањем састава, структуре и својстава применом нових технологија уз савремен научно–технички приступ. Материјали изучавани у дисертацији имају широку примену у многим гранама технике, заснованим на њиховим значајним магнетним својствима и добрим каталитичким својствима у водоничној реакцији, која је основ већег броја алтернативних енергетских система у оквиру савремених потреба за одрживим развојем.

На основу прегледа стручне литературе и комерцијалних решења која примењују ове материјале извесно је да највећи значај за достизање магнетно-меких и магнетно тврдих својстава, имају технолошки параметри електрохемијске синтезе прахова. Електрохемијско таложење је највише истраживан и извесно обећавајући, поступак из разлога што се једноставним варирањем основних електрохемијских параметара може лако утицати на хемијски састав, величину честица и постојаност прахова. Ово пружа могућност за добијање материјала у апсолутном распону магнетних својстава: од изразитих феромагнетних, па све то њиховог потпуног изостанка. Поред овога, добијање металних прахова електрохемијским поступком пружа могућност примене потпуно еколошки прихватљивих медијумима за таложење – купатилима, која се могу лако обрадити, неутралисати и поново користити у синтези.

2. Оцена оригиналности научног рада кандидата

Досадашња истраживање не дају јасну слику о механизмима добијања ових прахова, а самим тим ни јасну корелацију између механизма и резултујућих физичко–хемијских својстава добијеног материјала. Досадашњи радови кандидата указују на специфичан механизам таложења прахова Со, Ni и/или Мо. Из тог разлога заснован је предлог теме дисертације који се бави потврдом овог механизма и факторима корелације који га повезују са хемијским саставом и морфолошким карактеристикама добијених прахова у зависности од примењене густине струје електрохемијског таложења. На основу ових налаза, у дисертацији је показано да се могу предложити формуле насталих металних оксида који су од суштинског значаја за одговарајућа пожељна својства добијеног материјала. У овом смислу дисертација представља оригиналан научни рад кандидата.

3. Преглед остварених резултата кандидата у одређеној научној области

Кандидат Оливера Пешић, дипломирани инжењер технологије, рођена је 17.08.1968. године у Трстенику. Средњу школу завршила је у Врњачкој Бањи. Студије на Технолошко-металуршком факултету у Београду, завршила је 1994. године на Катедри Неорганско-хемијске технологије (смер-Контрола). Дипломски рад је урадила на Катедри за Аутоматску регулацију процеса са оценом 10,0.

Од 1995. године ради у Првој Петолетки у погону Технолошко-металуршка обрада у Трстенику као дипломирани инжењер у производњи. Као водећи дипломирани инжењер била је распоређена на процесима: хромирања, хемијског никловања, анодне оксидације алуминијума, цинковања, фосфатирања, брунирања,...Учествовала је у освајању нових еколошких технологија у галванизацији (увођење тровалентних хроматизација). Од 2003. до 2010 године била је Управник Технолошке галванске заштите и отпадних вода. Од 2010. год. именована је за директора производње Галванске заштите у „ППТ-ТМО“-у и до данас је на тој функцији.

Магистарску тезу под називом " Електрохемијско добијање прахова легура Co-Ni-Mo" одбранила је 2009. године, на Техничком факултету у Чачку. Од 2010. године је стручни сарадник у настави на Високој техничкој школи струковних студија у Трстенику.

У досадашњем раду објавила је као аутор или коаутор више радова у међународним часописима, домаћим часописима и међународним конференцијама:

Радови објављени у часописима међународног значаја

M23

1. Пешић Оливера, Спасојевић Мирослав Д, Јордовић Бранка, Спасојевић Павле М, Маричић Алекса М," **Effect of Electrodeposition Current Density on the Microstructure and Magnetic Propertis of Nickel-cobalt- molybdenum Alloy Powders**, Science of Sintering, Vol.46, No.1, (2014) p 117-127

ISSN 0350 – 820X

M21

2. Стевановић Јасмина С, Стајић-Трошић Јасна Т, Ћосовић Владан Р, Панић Владимир В, Пешић Оливера, Јордовић Бранка," **Electrodeposition of Co-Ni-Mo_x O_y Powders: Part 1. The Influence of Deposition on Powder Composition**

and Morphology, Metallurgical and Materials transactions B-process metallurgy and materials processing science, Vol.41, No 1, (2010) p 80-85 ISSN 1073-5615

Саопштење са међународног скупа штампано у целини – М33

1. Јасна Стајић-Трошић, Оливера Пешић, Бранка Јордовић, Алекса Маричић, Радмила Јанчић-Хеинеманн, Владан Ћосовић, Александар Грујић, Јасмина Стевановић, „**STRUCTURAL PROPERTIES OF Co, Ni AND Mo POWDERS OBTAINED BY ELECTROCHEMICAL DEPOSITION**“, 4th International Conference Processing and Structure of Materials Palic, Serbia May 27- 29, 2010, Proceed., p 227-233 ISBN 978-86-871-83-17-9

2. Јасмина Стевановић, Владан Ћосовић, Бранка Јордовић, Оливера Пешић, Бранислав Југовић, " **Powders of binary and ternary of Co-Ni-Mo alloys obtained by electlytic**", 12th International Research/ Expert Conference "Trends in the Development of Machinery and Associated Technology" TMT 2008, Istanbul, Turkey, 26-30 August 2008, Proceed., p 297-300 ISBN 9958-617-41-6

3. Јасна Стајић-Трошић, Александар Грујић, Јасмина Стевановић, Бранка Јордовић, Оливера Пешић, "**Electrochemical deposition of powder of ternary Co-Ni-Mo alloy from alkaline electrolyte**", 12th International Research/ Expert Conference "Trends in the Development of Machinery and Associated Technology" TMT 2008, Istanbul, Turkey, 26-30 August 2008, Proceed., p 325-328 ISBN 9958-617-41-6

4. Бранка Јордовић, Оливера Пешић, Алекса Маричић, Јасна Стајић- Трошић, Јасмина Стевановић, "**Mechanism of electrochemicals formation of pure metal and powder**", 13th International Research/ Expert Conference "Trends in the Development of Machinery and Associated Technology" TMT 2009, Hammamet, Tunis, 16-21 October 2009, Proceed., p 929-933 ISSN 1840-4944

Часописи националног значаја М51

1. Јасмина Стевановић, Владан Ћосовић, Бранка Јордовић, Оливера Пешић, Бранислав Југовић, " **Powders of binary and ternary of Co-Ni-Mo alloys obtained by electlytic deposition**“ Archives of Materials Science, Vol. 28, No. 1-4, (2007) p 155-158 ISSN 1734-9885

2. Јасна Стајић-Трошић, Александар Грујић, Јасмина Стевановић, Бранка Јордовић, Оливера Пешић, **"Electrochemical deposition of powder of ternary Co-Ni-Mo alloy from alkaline electrolyte"**, **Archives of Materials Science**, Vol.29, No. 1-2, (2008) p 73-78 ISSN 1734-9885

3. Стајић-Трошић Ј., Пешић О., Јордовић В., Маричић А., Јанчић-Хеинеманн Р., Ћосовић В., Грујић А., Стевановић Ј., **"Structural properties of Co, Ni and Mo powders obtained by electrochemical deposition"**, **Metalurgija**, 17 (2), (2011) p 95-102 ISSN 2217-8961

4. Оцена испуњености обима и квалитета у односу на пријављену тему

Докторска дисертација кандидата Оливере Пешић под називом **„Могућности добијања и карактеризације прахова Co, Ni и/или Mo поступком електрохемијског таложења“** одговара по садржају прихваћеној теми од стране Наставно-научног већа Факултета техничких наука у Чачку и Стручног већа за техничко технолошке науке Универзитета у Крагујевцу. По обиму и квалитету и обиму истраживања у потпуности задовољава све научне, стручне и законске услове за докторску дисертацију.

Докторска дисертација је написана на 147 страна, садржи 97 слика, 30 табела и цитирано је 136 библиографских наслова.

Резултати су изложени у оквиру следећих поглавља.

- Увод
- Теоријски део
- Експериментални део
- Резултати и дискусија
- Закључак
- Литература

У уводном делу је истакнут значај развоја нових материјала а нарочито металних прахова са посебним освртом на прахове Co, Ni и Mo, како са становишта њиховог добијања тако и са становишта примене. Јасно су истакнути циљеви истраживања.

У оквиру Теоријског дела приказане су теоријске основе поступка добијања металних прахова са посебним освртом на електро хемијско

таложeње легура. Објашњени су сви типови таложeња. Такође је разматран процес нуклеације и раста зрна, њихова својства и морфологија металних депозита. Објашњене су и структурне промене аморфних и неокристалних легура при загревању.

У експерименталном делу приказани су услови под којима су добијени материјали за испитивање. Добијени су наноструктурни прахови Co, Ni, CoMo, NiMo, CoNi, CoNiMo (однос Co Ni 1:1) CoNiMo (однос Co и Ni је 5:1).

Ови прахови су добијени електрохемисјским таложeњем при густинама струје 400, 800 и 1600 mA/cm². Затим су приказане примењене методе испитивања. Морфологија и величина честица прахова је испитивана SEM анализом и применом програма за анализу слике Image Pro Plus 4.0. Квантитативни састав легура је испитан помоћу EDX анализе. Кристална структура прахова је испитана рендгеноструктурном анализом а термијске промене диференцијалном скенирајућом калориметријом (DSC). Магнетна пермеабилност мерена је модификованом Максвеловом методом.

У оквиру поглавља Резултати и дискусија приказани су сви резултати истраживања и њихова дискусија. Разматран је утицај добијања прахова на његове структурне и морфолошке карактеристике. Дата је колерација између технолошких параметара добијања и остварених својстава добијених прахова. Посебан осврт је дат на нови механизам таложeња прахова.

У Закључку су сумирани резултати докторске дисертације дефинисани оптимални услови синтезе за добијање прахова жељених својстава. Успостављена је јасна колерација између синтезе, састава, структуре и својстава прахова добијених поступком електрохемијског таложeња.

На крају су дати наводи коришћења литературе који дају релевантан савремен преглед научно-истраживачких достигнућа у области којом се бави дисертација.

5. Научни резултати докторске дисертације

Темељним теоријско-експерименталним истраживачким радом при изради докторске дисертације кандидат Оливера Пешић је дошла до низа значајних резултата.

Морфолошке карактеристике добијених прахова испитиване су скенирајућом електронском микроскопијом (СЕМ) и анализиране програмом Image ProPlus за анализу микрофотографија. Хемијски и кристалографски састав испитиван је техникама дифракције X-зрака и спектроскопијом расејавања енергије X-зрака. Магнетна својства одређивана су мерењем магнетне пермеабилности у зависности од температуре.

Установљени нови механизам таложења показује да су електродепозицијом из амонијачно-сулфатног купатила добијени прахови наноструктурне легуре никла, кобалта и молибдена. Прахови се углавном састоје од аморфне фазе и врло мале количине нанокристала просечне величине мање од 3 nm. Нов поступак синтезе заснован је на амонијачном електролиту Мо је присутан само у облику молибдатног јона, $[\text{MoO}_4]^{2-}$, док су Со и Ni присутни као комплексни јони октаедралног типа, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ и $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, са константама стабилности $10^{4,39}$ и $10^{8,01}$, редом. Ове вредности указују на то ће се Со таложити брже због мање стабилности његовог комплексног јона. Уочено је аномално таложење никла током таложења легуре Со–Ni, што је последица његовог израженијег афинитета ка комплексирању, који проузрокује померање његовог потенцијала таложења ка знатно негативнијим вредностима у односу на мање племенити кобалт.

У потврђеној структури Со–Ni– Mo_xO_y праха, Мо може бити присутан у оксидним стањима MoO , Mo_2O_3 , MoO_2 , MoO_3 или Mo_2O_5 , али и у облику једињења са Со и/или Ni. Адсорбовани интермедијари су $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Mo}_x\text{O}_y]_{\text{ads}}^{2+}$ и/или $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6\text{Mo}_x\text{O}_y]_{\text{ads}}^{2+}$, где је $x \geq 1$ и $y \geq 0$. Међутим, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Mo}_x\text{O}_y]_{\text{ads}}^{2+}$ се фаворизовано формира. Овај комплексни јон отежава пренос Ni из дубине раствора ка електродној површини, али не омета таложење Со и Мо. С обзиром на то да је константа стабилности амонијачног комплекса око четири реда величине већа од ове за одговарајући комплекс Со ammonia complex, Ni није у стању да формира комплексни катјон са Мо у присуству Со, па се он таложењем знатно лакше добија у елементарном и оксидном стању, или као једињење које садржи и Мо.

Повећање концентрације Со и Мо у електролиту, као и повећање струје таложења проузрокују добијање прахова који се састоје од ситнијих честица.

Утврђено је да повећање концентрације Ni утиче на морфологију Со–Ni– Mo_xO_y прахова: примарно се формирају љуспаста зрна, а потом настају агломерати структуре карфиола. Повећање концентрације Ni такође доводи до смањења садржаја Со и Мо у депозиту.

При малим густинама струје и концентрацијама Мо настају нешто већа зрна идентификована као једињење Co_3Mo .

Електрохемијско таложење $\text{Co-Ni-Mo}_x\text{O}_y$ прахова је увек праћено реакцијом издвајања водоника која се одиграва са већим искоришћењем струје. Међутим, установљено је да оно опада са смањењем густине струје.

Са порастом густине струје таложења у праховима повећава се удео аморфне фазе, густине хаотично распоређених дислокација и унутрашњих микронапрезања, док просечна димензија нанокристала опада. Температурна област структурне релаксације прахова депонованих на већим густинама струје је померена ка нижим температурама.

Анализом резултата термомагнетних мерења утврђена је једнозначна корелација између параметара синтезе, хемијског састава, структурних промена под утицајем топлотног дејства и магнетних својстава прахова.

Показано је да се код свих синтетизованих прахова са порастом густине струје таложења повећава проценат аморфне фазе у праху што обезбеђује боља магнетна својства.

Утврђено је да прах са релаксираном аморфном структуром има и до 50% већу магнетну пермеабилности у односу на полазни прах (са нерелаксираном аморфном структуром). Међутим, процес кристализације узрокује пад магнетне пермеабилности и до 80% у односу на пермеабилност праха са релаксираном аморфном структуром.

Термомагнетним мерењима утврђена је зависност термичке стабилности прахова од густине струје депоновања.

6. Примењивост и корисност резултата у теорији и пракси

Имајући у виду да докторска дисертација детаљно анализира нов механизам електрохемијског таложења прахова метала и легура, јасно је да она представља важан допринос разумевању анализираних процеса. Поред тога, дискусија корелације између параметара процеса синтезе и карактеристика добијеног материјала даје добру основу за оптимизацију синтезе ових материјала пожељних својстава за коначну примену у пракси.

Истраживања нових аморфних и нанокристалних прахова легура метала у оквиру докторске дисертације кандидата показују да се у зависности

од достигнутих магнетно-меких и тврдиx својстава они могу користити у различитим гранама технике, пре свега у производњи тврдиx компјутерских дискова и микроелектромеханичких система (МЕМС), а посебно у пољу магнетних актуатора.

Установљено је да синтетисани наноструктурни прахови показују добру електрокаталитичку активност за реакцију издвајања водоника, што их чини добрим кандидатима за ефикасан, лако доступан, јефтин и еколошки прихватљив катодни материјал електролизера воде. Задовољавајућа продуктивност водоника при умереним параметрима напајања електролизера омогућила би спрезање са обновљивим изворима енергије, а добијене количине водоника су добар основ за напајање горивних ћелија водоник–ваздух. Овакво комбиновање обновљивих извора енергије са алтернативних изворима исте је императив савремених трендова истраживања и техничких решења у оквиру одрживог развоја.

7. Начин презентовања резултата научној јавности

Као резултат рада на проблематици ове дисертације кандидат је објавила рад у часопису М23.

Комисија сматра да истраживање и резултати докторске дисертације пружају обиман и користан материјал за публикување и презентацију радова у референтним научним часописима и скуповима.

На основу увида у резултате истраживања приказане у докторској дисертацији, Комисија доноси следећи

ЗАКЉУЧАК

– Докторска дисертација кандидата Оливере Пешић, дипл. инж. технологије под називом „**Могућности добијања и карактеризације прахова Со, Ni и/или Мо поступком електрохемијског таложења**“ одговара прихваћеној теми од стране Наставно-научног већа Факултета техничких наука у Чачку.

– Докторска дисертација представља важан научни допринос разумевању механизма таложења металних прахова и њихових легура и

оптимизацији процеса електрохемијске синтезе за добијање материјала жељених својстава.

– Кандидат је показао задовољавајући ниво систематског приступа проблему, организацији експерименталног рада и обради добијених резултата, што је довело до успешне реализације истраживања.

– Резултати истраживања су оригинални и самостални научни допринос кандидата у оквиру тематске области и значајно помажу бољем разумевању механизма таложења металних прахова и његових легура.

Дакле, докторант Оливера Пешић, дипл. инж. технологије и подента докторска дисертација испуњавају све потребне услове, који се у поступку оцене писаног дела докторске дисертације захтевају Законом о високом образовању, Статутом Универзитета у Крагујевцу и Статутом Факултета техничких наука у Чачку.

На основу претходно изнетог предлажемо Наставно-научном већу Факултета техничких наука у Чачку и Стручном већу за техничко-технолошке науке Универзитета у Крагујевцу да прихвати докторску дисертацију кандидата Оливере Пешић, под називом

**„МОГУЋНОСТИ ДОБИЈАЊА И КАРАКТЕРИЗАЦИЈЕ
ПРАХОВА СО, NI И/ИЛИ MO ПОСТУПКОМ ЕЛЕКТРОХЕМИЈСКОГ
ТАЛОЖЕЊА“**

као успешно урађену и да кандидата позове на усмену јавну одбрану дисертације.

У Чачку, децембар 2014. године

Чланови Комисије:

1. Др Јасмина Стевановић, научни саветник Института за хемију, технологију и металургију, Универзитет у Београду, научна област: Материјали и електрохемија, председник

2. Др Бранка Јордовић, ред. проф., у пензији, Факултет техничких наука, Чачак, Универзитет у Крагујевцу, научна област: Материјали, ментор

3. Др Алекса Маричић, професор емеритус, Факултет техничких наука, Чачак, Универзитет у Крагујевцу, научна област: Физика, члан

4. Др Павле Спасојевић, доцент, Факултет техничких наука, Чачак, Универзитет у Крагујевцу, научна област: Материјали, члан

5. Др Ленка Рибич Зеленовић, ванр. проф., Агономски факултет, Чачак, Универзитет у Крагујевцу, научна област: Хемија и електрохемија, члан
