

**UNIVERZITET U BEOGRADU  
TEHNOLOŠKO-METALURŠKI FAKULTET**

**NASTAVNO – NAUČNOM VEĆU**

**Predmet:** Referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata Milice Sekulić.

Odlukom br. 35/303 od 19.09.2019. godine, imenovani smo za članove komisije za pregled i ocenu doktorske disertacije kandidata Milice Sekulić, master inž. tehnologije pod naslovom

**Određivanje temperature na osnovu luminescencije prahova dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala**

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**

- Školske 2015/16 kandidat Milica Sekulić, master inž. tehnologije upisala je Doktorske akademske studije na Univerzitetu u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet, smer Inženjerstvo materijala.
- 16.04.2018. godine kandidat Milica Sekulić, master inž. tehnologije je predložio temu doktorske disertacije pod nazivom: „Određivanje temperature na osnovu luminescencije prahova dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala“.
- 26.04.2018. godine na Sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu doneta je Odluka br. 35/164 od 26.04.2018. o imenovanju članova Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata Milice Sekulić, master inž. tehnologije, pod nazivom: „Određivanje temperature na osnovu luminescencije prahova dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala“.
- 31.05.2018. godine na Sednici Naučno-nastavnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu doneta je Odluka br 35/188 o prihvatanju Referata Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata i odobravanje izrade doktorske disertacije Milici Sekulić, master inž. tehnologije, pod nazivom: „Određivanje temperature na osnovu luminescencije prahova dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala“, a za mentore su imenovani prof. dr Slaviša Putić i prof. dr Miroslav Dramičanin.
- 25.06.2018. godine Veće naučnih oblasti tehničkih nauka donosi odluku po kojoj daje saglasnost na predlog teme pod nazivom: „Određivanje temperature na osnovu luminescencije prahova dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala“ kandidata Milice Sekulić, master inž. tehnologije, Odluka br. 61206-2540/2-18 od 25.06.2018. godine
- 19.09.2019. na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta doneta je odluka o imenovanju članova komisije za ocenu doktorske disertacije kandidata Milice Sekulić, master inž. tehnologije pod nazivom: „Određivanje temperature na osnovu luminescencije prahova dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala“, Odluka br. 35/303 . Komisija za ocenu doktorske disertacije je za predsednika izabrala prof. dr Slavišu Putića.

## 1.2. Naučna oblast disertacije

Istraživanja u okviru ove doktorske disertacije pripadaju naučnoj oblasti Tehnološko inženjerstvo i užoj naučnoj oblasti Inženjerstvo materijala za koju je matičan Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu. Mentor su prof. dr Slaviša Putić, redovni profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta, i prof. dr Miroslav Dramićanin, redovni profesor Fizičkog fakulteta Univerziteta u Beogradu i naučni savetnik u Institutu za nuklearne nauke Vinča. Na osnovu dosadašnjih objavljenih radova i iskustava komentori su kompetentni da rukovode izradom ove doktorske disertacije

## 1.3. Biografski podaci o kandidatu

Kandidat Milica Sekulić, master inž. tehnologije, rođena je 15.01.1988. godine u Beogradu, Srbija. Osnovnu školu i Srednju zubotehničku školu završila je u Beogradu. Školske 2007/2008. godine upisala je Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu, gde je diplomirala na odseku za Hemijsko inženjerstvo sa temom „Modelovanje termodinamičkih osobina binarnog sistema etillaktat + 1,2-propandion“. Školske 2012/2013 godine je upisala master studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu Univerziteta u Beogradu, gde je masterirala na odseku za Hemijsko inženjerstvo 2014. godine sa temom „Upravljanje procesom uvođenja standarda kvaliteta u funkciji unapređenja poslovnog uspeha industrijskih preduzeća“. U oktobru 2015. godine upisala je doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu Univerzitet u Beogradu, naučna oblast: Tehnološko inženjerstvo, uža naučna oblast: Inženjerstvo materijala. Ispite doktorskih studija, predviđene planom i programom nastave, položila je sa prosečnom ocenom 9,73. Završni ispit odbranila je 2017. godine sa ocenom 10. Zaposlena je od 2015. godine u Institutu za nuklearne nauke Vinča, u Laboratoriji za radijacionu hemiju i fiziku, u grupi prof. dr Miroslava Dramićanina.

# **2. OPIS DISERTACIJE**

## 2.1. Sadržaj disertacije

Doktorska disertacija kandidata Milice Sekulić, master inž. tehnologije pisana je na srpskom jeziku i sadrži 140 strana A4 formata, 65 slika, 4 tabele i 151 literaturnih navoda. Doktorska disertacija sadrži sledeća poglavljia:

*Rezime* (na srpskom i engleskom jeziku),

*Uvod,*

*Temperatura* (Tipovi termometara; Često korišćeni termometri i njihova klasifikacija; Tačnost merenja temperature – Apsolutna i relativna greška i rezolucija),

*Luminescencija* (Elektromagnetno zračenje; Luminescencija; Mehanizam luminescencije – Down-konvertori i up-konvertori; Načini merenja luminescencije; Instrumenti koji se koriste u fotoluminescenciji; Materijali dopirani jonima retkih zemalja i prelaznih metala (Prelazni metali; Retke zemlje),

*Određivanje temperature korišćenjem luminescencije* (Temperatursko kvenčovanje luminescencije; Određivanje temperature na osnovu položaja, širine i intenziteta emisije; Određivanje temperature na osnovu odnosa intenziteta emisije; Određivanje temperature na osnovu vremena života; Materijali dopirani jonima retkih zemalja koji se koriste za određivanje temperature; Materijali dopirani jonima prelaznih metala koji se koriste za određivanje temperature; Opšti sistem za luminescentnu termometriju; Poređenje statične i vremenski razložene metode; Upotreba luminescentne termometrije u inženjerstvu),

*Eksperimentalni deo* (Metoda sagorevanja tj. polimerno-kompleksnog rastvora  $Y_2O_3:Ho^{3+}$ ; Pećini metoda sinteze  $Mg_2TiO_4:Mn^{4+}$ ; Sinteza metodom u čvstoj fazi  $Li_2TiO_3:Mn^{4+}$  i  $Li_{1.8}Na_{0.2}TiO_3:Mn^{4+}$ ; Metode karakterizacije sintetisanih materijala (Rendgeno-struktturna analiza; Skenirajuća elektronska mikroskopija; Fotoluminescentna spektroskopija; Difuzno-refleksiona spektroskopija)),

*Rezultati i diskusija* ( $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$ ;  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$ ;  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$  i  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$ ;  $\text{Li}_2\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$ ;  $\text{Li}_{1.8}\text{Na}_{0.2}\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$ ),

*Zaključak,*

*Literatura,*

*Prilozi.*

Prilozi sadrže biografiju i bibliografiju kandidata, izjavu o autorstvu, izjavu o istovetnosti štampane i elektronske verzije i izjavu o korišćenju.

## 2.2. Kratak prikaz pojednačnih poglavlja

U Uvodnom delu su prikazani predmet, sadržaj i cilj doktorske disertacije. Predmet ove doktorske disertacije je određivanje temperature na osnovu luminescencije materijala dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala. Ukratko je objašnjen princip merenja temperature metodom luminescentne termometrije korišćene u ovoj disertaciji. Takođe, dat je kratak pregled svih poglavlja ove disertacije.

U delu Temperatura data je definicija temperature i njen značaj na globalnom nivou. Navedeni su tipovi termometara kao i klasifikacija najčešće korišćenih termometara i ukratko objašnjen njihov princip rada. Objasnjen je pojam greške merenja temperature i šta predstavlja osetljivost merenja temperature.

U delu Luminescencija data je definicija luminescencije i objašnjena je interakcija elektromagnetnog zračenja sa materijom. Prikazana je podela luminescencije kao i mehanizmi luminescencije. Dat je opis načina merenja luminescencije i koji su uređaji u upotrebi za merenje luminescencije. Prikazani su najčešće korišćeni materijali dopirani jonima retkih zemalja i prelaznih metala, njihove elektronske konfiguracije i optičke karakteristike.

U poglavlju Određivanje temperature korišćenjem luminescencije su prikazane različite metode koje se mogu koristiti za određivanje temperature na osnovu luminescencije. Objasnjen je pojam luminescentnog kvenčovanja i njegov značaj za određivanja temperature. Detaljno je objašnjen način određivanja temperature na osnovu odnosa intenziteta luminescencije i na osnovu vremena života emisije jer su na tim fenomenima zasnovani rezultati dobijeni u ovoj doktorskoj disertaciji. Pored toga prikazani su literaturno poznati materijali koji se koriste za luminescentnu termometriju. Na kraju ovog poglavlja napravljen je pregled upotrebe luminescentne termometrije u inženjerstvu. Eksperimentalni deo je organizovan u četiri celine. U prva tri dela ovog poglavlja detaljno su opisane sve metode za sintetisanje materijala korišćenih u toku izrade ove disertacije ( $\text{Y}_2\text{O}_3:1,5\%\text{Ho}^{3+}$ ,  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:1\%\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Li}_2\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$  i  $\text{Li}_{1,8}\text{Na}_{0,2}\text{TiO}_3:0,5\text{Mn}^{4+}$ ). Sve hemikalije koje su korišćene za sinteze su čistoće preko 99%, a sve sinteze izvedene su u Laboratoriji za radijacionu hemiju i fiziku „Gama“, Instituta za nuklearne nauke „Vinča“. Uzorak  $\text{Y}_2\text{O}_3:1,5\%\text{Ho}^{3+}$  sintetisan je metodom polimerno-kompleksnog rastvora, a uzorak  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:1\%\text{Mn}^{4+}$  sintetisan je Pećinijevom metodom sinteze. Za uzorce litijum metatitanata dopiranih jonima mangana korišćena je metoda sinteze u čvrstoj fazi na povišenoj temperaturi. Za dobijanje ovih uzoraka kao polazna komponenta sinteze u čvrstoj fazi korišćen je  $\text{TiO}_2$  anatas faze prethodno dobijen koloidnom sintezom.

Četvrti deo ovog poglavlja podeljen je na četiri celine u okviru kojih je objašnjen princip karakterizacije materijala korišćenjem različitih tehnika. Uzorci su prvobitno okarakterisani korišćenjem rendgeno strukturne analize (engl. X-Ray diffraction) u cilju određivanja kristalne strukture. Morfologija uzorka je ispitivana uz pomoć skenirajuće elektronske mikroskopije. Apsorpcione osobine jona  $\text{Mn}^{4+}$  u litijum metatitanatu izmerene su metodom difuzione refleksije na spektrofotometru. Luminescentne karakteristike materijala su merene na dva tipa spektrofluorimetra sa razlicitim konfiguracijama uredjaja. Optičkim kablom spektrofluorimetri su povezani sa zasebnim uredajem (MicrOptik) koji služi za regulaciju temperature uzorka, a za merenja na sniženim temperaturama korišćen je kriostat zatvorenog tipa koji je u sklopu uredaja OPO-a. Uzorci se postavljaju na postolje gde se postižu zadate temperature na kojima se mere emisioni spektri ili vremena života.

U okviru dela Rezultati i diskusija izdvojeno je pet celina i svako prikazuje kompletну karakterizaciju materijala. Poglavlja su definisana vrstom materijala na:  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$ ;  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$ ;  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$  i  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$ ;  $\text{Li}_2\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$ ;  $\text{Li}_{1.8}\text{Na}_{0.2}\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$ .

Kod uzorka  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$  ispitivana je čistoća faza i morfologija, a zatim i spektroskopske karakteristike. Dobijen je uzorak čiste faze i očekivane porozne morfologije. Na emisionom spektru prisutan je emisioni pik u zelenoj oblasti spektra na 550 nm koji potiče od  ${}^5\text{F}_4, {}^5\text{S}_2 \rightarrow {}^5\text{I}_6$  prelaza jona holmjuma čiji je intenzitet emisije u određenom temperaturskom opsegu konstantan.

Kod uzorka  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$  čistoća faza i morfologija su ispitivane XRD i SEM analizom, a nakon utvrđenog slaganja sa teorijskim prepostavkama ispitivan je uticaj promene intenziteta luminescencije sa temperaturom. Pokazano je da emisioni spektri veoma zavise od temperatre i da povaćenjem temperature do 100°C intenzitet emisije u crvenoj oblasti spektra na 660 nm koji potiče od jona  $\text{Mn}^{4+}$  ( ${}^2\text{E}, {}^4\text{T}_2 \rightarrow {}^4\text{A}_2$ ) drastično opada i na kraju se potpuno gasi odnosno kvenčuje.

Ustanovljeno je da se kombinovanjem uzorka  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$  i  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$  u određenom masenom odnosu može napraviti spektralna temperaturska proba koja je korišćena za dalju karakterizaciju. Potpuno nezavisni luminescentni centri koji su pobuđeni na istoj talasnoj dužini od 465 nm imaju različite trendove promene intenziteta emisije luminescencije sa porastom temperature. Korišćenjem ove temperaturske probe kao potencijalnog senzora temperature pokazalo se da je upotreboom metode odnosa intenziteta luminescencije (LIR = Luminescence Intensity Ratio) proračunata relativna osetljivost koja iznosi 4,6% i konstantna je duž celog temperaturskog opsega od sobne temperature do 100°C. Zbog pokazivanja tačnosti izmerenih vredosti, merenja su vršena u nekoliko ciklusa na dve proizvoljno odabранe temperature u okviru opsega merenja i vidi se da se u okviru vrlo male greške dobijaju veoma dobra ponavljanja merenja što ukazuje na veliku stabilnost senzora. Takođe kod ove temperaturske probe merene su vrednosti emisionog vremena života sa promenom temperature čije se vrednosti očekivano smanjuju sa porastom temperature. Fitovanje vrednosti vremena života vršeno je dvostruko eksponencijalnom jednačinom, a na osnovu tih vrednosti proračunata je relativna osetljivost merenja vrednosti vremena života i iznosi  $0,53\% \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  na sobnoj temperaturi, a raste do  $0,9\% \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  na 100°C. Temperaturska rezolucija iznosi  $0,19 \text{ } ^\circ\text{C}$  na sobnoj temperaturi i čak  $0,11 \text{ } ^\circ\text{C}$  na 100 °C. Kako bi se pokazala stabilnost, merenja vremena života su merena na iste dve proizvoljno izabrane vrednosti temperature i dobija se veoma dobra ponovljivost merenja.

Korišćenjem metode sinteze u čvrstoj fazi uzorak  $\text{Li}_2\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$  je dobijen potpuno čiste faze i aglomerisanih čestica. Ova matrica dopirana je različitim koncentracijama jona  $\text{Mn}^{4+}$  pri čemu je utvrđeno da je bez narušavanja lokalne simetrije matrice moguće koristiti i do 2at%  $\text{Mn}^{4+}$ , ali da je intezitet emisije najveći za 0,5at%  $\text{Mn}^{4+}$ , pa je za dalju analizu korišćena ova koncentracija dopanta. Emisioni spektri ovog uzorka snimani su na sniženim temperaturama i to od 10-350 K i primećeno je drastično opadanje intenziteta  ${}^2\text{E} \rightarrow {}^4\text{A}_2$  prelaza koji potiče od  $\text{Mn}^{4+}$ . Pored toga zavisnost vremena života je merena u istom temperaturskom opsegu i nakon fitovanja vrednosti vremena života primećeno je da postoje tri oblasti sa različitim trendom promene vremena života. Na veoma niskim temperaturama, do 50 K, gotovo da nema promene vremena živora. Već između 50 i 225K primećene su veće promene, a nakon toga dolazi do naglog opadanja. Relativna i apsolutna osetljivost su izuzetno važne jer one određuju kvalitet termometra i definišu maksimalnu rezoluciju temperature koja se može detektovati. Na niskim temperaturama osetljivost je veoma mala sve do 225 K kada dolazi do porasta i maksimalne vrednosti od  $3,21\% \text{ K}^{-1}$  na 332 K što omogućava konstruisanje veoma preciznih senzora temperature u opsegu niskih temperature.

Uzorak  $\text{Li}_{1.8}\text{Na}_{0.2}\text{TiO}_3:0.5\% \text{ Mn}^{4+}$  je dobijen metodom sinteze u čvrstoj fazi. Na mesto jona litijuma je inkorporiran jon natrijuma u različitim koncentracijama. Utvrđeno je da dodatkom maksimalno 10% Na ne dolazi do pojave drugih faza u vidu nečistoća. Snimanjem emisionih spektara i vremena života ovog uzorka u funkciji temperature od 10-350 K, prati se pik na 679 nm koji potiče od  ${}^2\text{E} \rightarrow {}^4\text{A}_2$  zabranjenog elektronskog prelaza sa dodatkom pripadajuće vibracione sporedne trake i dozvoljenog prelaza  ${}^4\text{T}_1 \rightarrow {}^4\text{A}_2$ . Na niskim temperaturama intenzitet emisije i vreme života veoma malo se menjaju sa porastom temperature, dok se na višim temperaturama intenzitet emisije i vreme života naglo smanjuju. Fitovanjem vrednosti vremena života došlo se do proračuna relativne i

apsolutne osetljivosti i na osnovu tih vrednosti izdvojile su se tri oblasti. U prvoj oblasti relativna osetljivost je veoma mala  $0,1\text{--}0,5\% \text{K}^{-1}$ , ali u trećoj oblasti na temperaturama preko 240 K ona iznosi maksimalno  $2,27\% \text{K}^{-1}$  na 330 K što je dosta velika vrednost.

U Zaključku su ukratko sumirani svi dobijeni rezultati. Utvrđeno je da se primenom metoda sinteze uspešno dobijaju materijali visoke stabilnosti koji pokazuju veliku temperatursku osetljivost što se pokazuje na osnovu promene luminescentnih karakteristika materijala. Na kraju je ukazano na značajan naučni i tehnološki doprinos ovih materijala.

Literatura obuhvata 151 navoda iz oblasti istraživanja i pokriva sve delove disertacije.

### **3. OCENA DISERTACIJE**

#### 3.1. Savremenost i originalnost

Luminescentni materijali na bazi retkih zemalja i prelaznih metala postaju sve zastupljeniji u mnogim granama industrije. Ovi materijali se uspešno koriste kao senzori temperature za beskontaktno određivanje temperature. Senzori temperature predstavljaju najbrojnije od svih senzora na svetu jer su prisutni u svakodnevničkim. Merenje temperature u inženjerstvu nekada može biti otežano, jer su površine od interesa nepristupačne, malih dimenzija ili su u pokretu. Luminescentna termometrija predstavlja neinvazivnu i beskontaktnu metodu za određivanje temperature sa velikom tačnošću merenja. Upotrebom različitih jona aktivatora korišćenjem luminescentne termometrije može se dobiti velika osetljivost u specifičnom temperaturskom opsegu. Takođe kombinacijom različitih luminescentnih centara može se proširiti opseg u kojem je materijal osetljiv na promene temperature.

U okviru ove disertacije ispitivano je kako se luminescencija seskvioksida i magnezijum i litijum titanata dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala menja sa promenom temperature. Takođe utvrđeno je da se primenom poznatih metoda sinteza uspešno dobijaju materijali čiste strukture. Sintetisani materijali su izloženi sniženim i povišenim temperaturama i na osnovu merenja emisionih spektara i vremena života određene su temperaturske osetljivosti. Ova merenja su takođe vršena u ciklusima kako bi se pokazalo da su dobijene vrednosti ponovljive i dobijene su odlične vrednosti temperaturske rezolucije. Ovakve vrste materijala, sa obzirom na lakoću pripreme, dobrog prinosa materijala i velike osetljivosti na promenu temperature u biološki značajnom temperaturnom opsegu pokazuju potencijal za širu primenu u industrijskoj proizvodnji senzora temperature.

#### 3.2. Osvrt na referentnu i korišćenu literaturu

U doktorskoj disertaciji citirano je 151 literaturnih navoda koji su većinom novi radovi objavljeni u međunarodnim časopisima. Pregled literaturnih podataka stvorio je uvid o stanju iz oblasti istraživanja, kao i aktuelnosti problematike predmeta doktorske disertacije. Kandidat je pregledao obimnu literaturu koja je vezana za luminescentne materijale različitih matrica i jona dopanata, njihovu sintezu i morfološku i spektorsku karakterizaciju. Takođe obuhvaćena je upotreba luminescentnih materijala u luminescentnoj termometriji, u kojim je opsezima temperature moguće koristiti ove materijale i sa kojom tačnošću.

Iz popisa literature koja je korišćena u istraživanju, kao i objavljenih radova i citiranosti kandidata može se uočiti da kandidat na adekvatnom nivou poznaje predmetnu oblast istraživanja, kao i aktuelno stanje istraživanja u ovoj oblasti u svetu. U okviru disertacije izvršeno je poređenje dobijenih rezultata sa sličnim rezultatima koji su publikovani.

#### 3.3. Opis i adekvatnost primenjenih naučnih metoda

U okviru istraživanja za potrebe ove doktorske disertacije korišćene su savremene metode sinteze i karakterizacije materijala. Metode sinteze korišćene ovom prilikom su metoda polimerno-kompleksnog rastvora, Pećini metoda i metoda sinteze u čvrstoj fazi. Za analizu kristalne strukturne

korišćena je rendgeno-struktturna difrakcija (XRD). Morfologija je ispitivana pomoću skenirajuće elektronske mikroskopije – SEM. Za određivanje difuzne refleksije korišćena je difuzno-refleksiona spektroskopija (DRS) u cilju potvrde prisustva karakterističnih prelaza jona dopanta. Za ispitivanje fotoluminescentnih svojstava materijala korišćeni su spektrofluorimetarski sistemi sa različitim konfiguracijama uređaja. Temperaturska zavisnost emisije i vremena života emisije određena je vrlo preciznim uređajem za regulaciju temperature.

### 3.4. Primenljivost ostvarenih rezultata

Luminescentni materijali na bazi retkih zemalja i prelaznih metala se koriste kao senzori temperature, a osetljivost merenja temperature kod ovih materijala se određuje na osnovu metode odnosa intenziteta luminescencije i na osnovu promene vremena života emisije. U zavisnosti od opsega temperature u kojoj se beleži promena luminescencije sa temperaturom, ovi materijali nalaze primenu u različitim granama industrije. U sklopu ove doktorske disertacije ispitivana je temperaturska osetljivost luminescencije materijala  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$ ,  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Li}_2\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$  i  $\text{Li}_{1.8}\text{Na}_{0.2}\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$  u temperaturskom opsegu od 10-375K. Kod ovih materijala kao izvor svetlosti za pobudu materijala korišćene su talasne dužine 465, 480 i 490 nm što odgovara plavom delu spektra kada je moguće koristiti komercijalno dostupne LED lampe kao jeftin izvor svetlosti. Utvrđeno je da se poznatim metodama sinteze uspešno dobijaju materijali sa veoma visokom temperaturskom osetljivošću, kao i velikom stabilnošću na različitim temperaturama što omogućava konstruisanje senzora temperature velike preciznosti.

### 3.5. Ocena dostignutih sposobnosti kandidata za samostalni naučni rad

U toku izrade doktorske disertacije, kandidat je potpuno osposobljen da samostalno i kritički napravi literturni pregled, pripremi i realizuje eksperimente, kao i da analizira dobijene rezultate. Tokom izrade doktorske disertacije ovlađao je brojnim tehnikama sintetisanja i karakterizacije luminescentnih materijala na bazi retkih zemalja i prelaznih metala. Kandidat poseduje sve kvalitete neophodne za naučno-istraživački rad i samostalnu prezentaciju dobijenih rezultata.

## **4. OSTVARENI NAUČNI DOPRINOS**

### 4.1. Prikaz ostvarenih naučnih doprinosa

Rezultati dobijeni u ovoj doktorskoj disertaciji daju značajan doprinos u cilju beskontaktnog određivanja temperature na osnovu luminescencije materijala. Naučni doprinos rezultata istraživanja ostvarenih u okviru ove doktorske disertacije je sledeći:

- Prvi put je ispitivana temperaturska zavisnost luminescencija materijala  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$ ,  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Li}_2\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$  i  $\text{Li}_{1.8}\text{Na}_{0.2}\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$ .
- Pokazano je da su sintetisani materijali čistih faza i očekivane morfologije.
- Pokazano je da je kombinovanjem uzorka  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$  i  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$  dobijena temperaturska proba koja se uspešno koristi za beskontaktno određivanje temperature merenjem luminescencije.
- Korišćenjem metode odnosa intenziteta luminescencije kod jona  $\text{Ho}^{3+}$  i  $\text{Mn}^{4+}$  dobijena je temperaturska osetljivost od  $4,6\%^{\circ}\text{C}^{-1}$  u temperaturskom opsegu od sobne temperature do do  $100^{\circ}\text{C}$ .
- Metodom merenja emisionog vremena života za određivanje temperature ispitivani su uzorci  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Ho}^{3+}$  i  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4:\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Li}_2\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$  i  $\text{Li}_{1.8}\text{Na}_{0.2}\text{TiO}_3:\text{Mn}^{4+}$  i dobijene su visoke vrednosti temperaturske osetljivosti.
- Ponovljivost merenja određena je merenjem luminescencije u nekoliko uzastopnih ciklusa u okviru temperaturskog opsega i dobijena je velika stabilnost sa malom greškom merenja.

#### 4.2. Kritička analiza rezultata istraživanja

Predmet ove doktorske disertacije je određivanje temperature na osnovu luminescencije materijala dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala. Intenzivna su ispitivanja materijala na bazi retkih zemalja i prelaznih melata koji se mogu koristiti kao senzori temperature. Napretkom tehnologije došlo je do smanjenja uređaja čime je povećana potreba za što manjim i preciznijim senzorima temperature. Takođe zbog nemogućnosti pristupa nekim delovima industrijskih postrojenja čija se temperatura treba izmeriti, javlja se velika potreba za beskontaktnim senzorima temperature. Luminescenčna termometrija ispunjava sve tražene kriterijume i zato je u okviru ove doktorske disertacije ispitivan uticaj temperature na promenu luminescencije različitih materijala. Zaključeno je da materijali  $Y_2O_3:Ho^{3+}$ ,  $Mg_2TiO_4:Mn^{4+}$ ,  $Li_2TiO_3:Mn^{4+}$  i  $Li_{1.8}Na_{0.2}TiO_3:Mn^{4+}$  potencijalno mogu biti primenjeni u konstrukciji beskontaktnih temperaturnih senzora uz upotrebu jeftinih plavih LED lampi kao izvora svetlosti.

#### 4.3. Verifikacija naučnih doprinosa

Iz disertacije do sada je objavljeno šest radova; jedan u međunarodnom časopisu izuzetnih vrednosti M21a, jedan u časopisu međunarodnog značaja M22 i četiri saopštenje kategorije M34.

##### Kategorija M21a

1. **Milica Sekulić**, Vesna Đorđević, Zoran Ristić, Mina Medić, Miroslav D. Dramičanin, *Highly sensitive dual self-referencing temperature read-out from the  $Mn^{4+}/Ho^{3+}$  binary luminescence thermometry probe*, Advanced Optical Materials, Vol 6, Issue 17, 2018, 201800552 (**IF 7.125**) (ISSN: 2195-1071)

##### Kategorija M22

1. **Milica Sekulić**; Zoran Ristić, Bojana Milićević, Željka Antić, Vesna Đorđević, Miroslav Dramičanin,  *$Li_{1.8}Na_{0.2}TiO_3:Mn^{4+}$ : the highly sensitive probe for the low-temperature lifetime-based luminescence thermometry*, Optics Communications, Volume 452, 2019, Pages 342-346 (**IF 1.961**) (ISSN: 0030-4018)

##### Kategorija M34

1. **Milica Sekulić**, Bojana Milićević, Zoran Ristić, Vesna Đorđević, Miroslav Dramičanin, *Highly sensitive lifetime-based luminescence thermometry using  $Mn^{4+}$  activated  $Li_{1.8}Na_{0.2}TiO_3$* ; 8th International Symposium on Optical Materials (IS-OM8), Wrocław (Poland) June 9-14, 2019, p 62
2. **Milica Sekulić**, Sanja Kuzman, Vesna Djordjević, Mina Medić, Miroslav Dramičanin, *Supersensitive luminescence thermometric binary films and coatings based on the emissions of rare earth and transition metal ions*, Fiber Lasers and Glass Photonics: Materials through Applications; SPIE Photonics Europe, May 2018, Strasbourg, France, 106830P (2018),
3. **Milica Sekulić**, Bojana Milićević, Zoran Ristić, Vesna Đorđević, Miroslav D. Dramičanin, *Temperature and concentration quenching of  $Mn^{4+}$  emission in  $Li_2TiO_3$* , The Book of abstracts of The 5th International Conference on the Physics of Optical Materials and Devices - ICOM 2018, Igalo, Montenegro August 27th – 31st, 2018, p. 264
4. M. D. Dramičanin, **M. Sekulić**, S. Kuzman, K. Vuković, M. Medić, V. Đorđević, *Binary luminescence thermometry probe based on  $Mn^{4+}$  and  $Ho^{3+}$  activated phosphors*, 24th International Conference on Researches in Science and Technology (ICRST), Nov 2017, Singapore

## **5. ZAKLJUČAK I PREDLOG**

Rezultati istraživanja u okviru doktorske disertacije kandidata Milice Sekulić doprinose povećanju nivoa znanja o načinima određivanja temperature na osnovu luminescencije materijala dopiranih retkim zemaljama i prelaznim metalima.

Pregledom doktorske disertacije, Komisija je konstatovala da podneta doktorska disertacija ima sve neophodne sadržaje i rezultate, kao i da je izloženi materijal sistematizovan i dobro organizovan. Predmet i ciljevi istraživanja su jasno navedeni, ostvareni rezultati i doprinos istraživanja su verifikovani kroz odgovarajući broj naučnih publikacija.

Komisija predlaže Nastavno-naučnom veću Tehnološko-metalurškog fakulteta da prihvati ovaj Referat i da se doktorska disertacija Milice Sekulić, master inž. tehnologije, pod naslovom „Određivanje temperature na osnovu luminescencije prahova dopiranih jonima retkih zemalja i prelaznih metala“ prihvati i uputi na konačno usvajanje Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu, te nakon završetka procedure, pozove kandidat na usmenu odbranu doktorske disertacije pred Komisijom u istom sastavu.

U Beogradu, \_\_\_\_\_ 2019.

## **ČLANOVI KOMISIJE**

---

Prof. Dr Slaviša Putić,

Redovni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

---

Prof. Dr Miroslav D. Dramičanin,

Naučni savetnik Univerziteta u Beogradu, Institut za nuklearne nauke "Vinča"

Redovni professor Univerziteta u Beogradu, Fizički fakultet

---

Prof. Dr Marko Rakin

Redovni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

---

Prof. Dr Vesna Radojević

Redovni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

---

Dr Vesna Đordjević

Viši naučni saradnik Univerziteta u Beogradu, Institut za nuklearne nauke "Vinča"

---

Dr Sanja Kuzman

Naučni saradnik Univerziteta u Beogradu, Institut za nuklearne nauke "Vinča"