

НАСТАВНО-НАУЧНОМ ВЕЋУ

Предмет: Реферат о урађеној докторској дисертацији кандидата Драгане Р. Барјактаревих, мастер инж. техн.

Одлуком бр. 35/15 од 04.02.2021. године, именовани смо за чланове Комисије за преглед, оцену и одбрану докторске дисертације кандидата Драгане Р. Барјактаревих, мастер инж. техн., под насловом **“ПОВРШИНСКА НАНОСТРУКТУРНА МОДИФИКАЦИЈА И КАРАКТЕРИЗАЦИЈА МАТЕРИЈАЛА НА БАЗИ ТИТАНА ЗА ПРИМЕНУ У МЕДИЦИНИ“**.

После прегледа достављене Дисертације и других пратећих материјала и разговора са Кандидатом, Комисија је сачинила следећи

РЕФЕРАТ

1. УВОД

1.1. Хронологија одобравања и израде дисертације

22.10.2018. - Кандидат Драгана Р. Барјактаревих, мастер инж. техн., предложила је тему докторске дисертације под називом „Површинска наноструктурна модификација и карактеризација материјала на бази титана за примену у медицини“.

01.11.2018. - На седници Наставно-научног већа Технолошко-металуршког факултета Универзитета у Београду донета је Одлука бр. 35/399 о именовању Комисије за оцену подобности теме и кандидата Драгане Р. Барјактаревих, мастер инж. техн., за израду докторске дисертације под називом „Површинска наноструктурна модификација и карактеризација материјала на бази титана за примену у медицини“.

31.01.2019. - На седници Наставно-научног већа Технолошко-металуршког факултета Универзитета у Београду донета је Одлука бр. 35/31 о прихватању Реферата Комисије за оцену подобности теме и кандидата и одобравању израде докторске дисертације кандидата Драгане Р. Барјактаревих, мастер инж. техн., под називом „Површинска наноструктурна модификација и карактеризација материјала на бази титана за примену у медицини“, а за менторе ове докторске дисертације су именовани др Марко Ракин, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршког факултета и др Вељко Ђокић, виши научни сарадник Иновационог центра Технолошко-металуршког факултета у Београду.

25.02.2019. - На седници Већа научних области техничких наука Универзитета у Београду дата је сагласност бр. 61206-774/2-19 ЛД на предлог теме докторске дисертације кандидата Драгане Р. Барјактаревих, мастер инж. техн., под називом „Површинска наноструктурна модификација и карактеризација материјала на бази титана за примену у медицини“.

04.02.2021. – На седници Наставно-научног већа Технолошко-металуршког факултета Универзитета у Београду донета је Одлука бр. 35/15 о именовању Комисије за оцену и

одбрану докторске дисертације, кандидата Драгане Р. Барјактаревић, мастер инж. техн., под називом „Површинска наноструктурна модификација и карактеризација материјала на бази титана за примену у медицини“ у саставу: др Марко Ракин, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет; др Вељко Ђокић, виши научни сарадник, Иновациони центар Технолошко-металуршког факултета у Београду; др Јелена Бајат, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет; др Ивана Цвијовић-Алагић, виши научни сарадник Универзитета у Београду, Институт за нуклеарне науке „Винча“, др Ђорђе Вељовић, доцент Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет и др Бојан Међо, доцент Универзитета у Београду, Технолошко-металуршки факултет.

Кандидат Драгана Р. Барјактаревић, мастер инж. техн., је уписала докторске академске студије на Технолошко-металуршком факултету Универзитета у Београду, смер Инжењерство материјала, школске 2012/2013. године.

28.09.2018. - Решењем бр. 20/158 продужен је рок за завршетак докторских студија кандидата Драгане Р. Барјактаревић, до истека троструког броја школских година, односно до краја школске 2020/2021 године.

1.2. Научна област дисертације

Истраживања у оквиру ове докторске дисертације припадају научној области Технолошко инжењерство за коју је Технолошко-металуршки факултет Универзитета у Београду матична установа. Ужа научна област је Инжењерство материјала. За менторе ове докторске дисертације су именовани др Марко Ракин, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршког факултета и др Вељко Ђокић, виши научни сарадник Иновационог центра Технолошко-металуршког факултета у Београду.

Ментор др Марко Ракин, редовни професор Универзитета у Београду, Технолошко-металуршког факултета је до сада из области Инжењерства материјала публиковао преко 100 радова у часописима који су на СЦИ листи. Руководио је израдом 9 одбрањених докторских дисертација и био члан комисије 13 одбрањених докторских дисертација, што говори о компетентности ментора да руководи израдом ове докторске дисертације.

Ментор др Вељко Ђокић, виши научни сарадник Иновационог центра Технолошко-металуршког факултета у Београду је до сада из области хемије и хемијске технологије публиковао 47 радова у часописима који су на СЦИ листи и био члан комисије 2 одбрањене докторске дисертације, што говори о компетентности ментора да руководи израдом ове докторске дисертације.

1.3. Биографски подаци о кандидату

Драгана Р. Барјактаревић, мастер инж. техн., је рођена 03.06.1987. године у Београду. Технолошко–металуршки факултет Универзитета у Београду је уписала школске 2006/2007. године на студијском програму Хемијска технологија; студијско подручје Фармацеутско инжењерство и дипломирала 2011. Завршни рад на тему „Прорачун дебљине плитких торисферичних данаца према стандарду EN 13445-3“, под руководством ментора проф. др Марка Ракина, одбранила је са оценом 10. Мастер академске студије уписала је на Технолошко-металуршком факултету Универзитета у Београду 2011. године на студијском програму Хемијско инжењерство. Мастер рад на тему „Димензионисање и прорачун чврстоће хоризонталног пролазног аутоклава према прорачунској температури и испитном притиску“ под руководством ментора проф. др Марка Ракина одбранила је са оценом 10, у јулу 2012. године.

Докторске студије на Технолошко-металуршком факултету Универзитета у Београду је уписала школске 2012/2013. године на студијском програму Инжењерство материјала. Положила је све програмом предвиђене испите са просечном оценом 9,50 и одбранила завршни испит на тему “Електрохемијска корозија титана и легуре Ti-13Nb-13Zr и концентратори напона као критична места за напонску корозију“. Решењем бр. 20/158 од 28.09.2018. продужен је рок за завршетак докторских студија кандидата Драгане Р. Барјактаревић, до истека троструког броја школских година, односно до краја школске 2020/2021 године.

Одлуком Наставно-научног већа Технолошко-металуршког факултета, на седници одржаној 23.06.2016. године, Драгана Р. Барјактаревић је изабрана у истраживачко звање истраживач приправник. Од октобра 2016. године запослена је на Технолошко-металуршком факултету у истраживачком звању истраживач приправник и ангажована на реализацији научноистраживачког пројекта финансираног од стране Министарства просвете, науке и технолошког развоја Републике Србије под називом „Микромеханички критеријуми оштећења и лома“ (евиденциони број ОН 174004). Учествовала је у реализацији билатералних пројеката под називом “Нове интелигентне силикатне и органосиликатне наноструктуре за дијагностику и испоруку лекова“ (евиденциони број пројекта: 451-03-01963/2017-09/05) и “Процена интегритета, носивости и сигурности рада шавних и бешавних цеви на основу испитивања епрувета облика прстена (Pipe-RING)”.

Драгана Р. Барјактаревић је свој научноистраживачки рад усмерила на неколико области: примена поступка увијања под високим притиском у циљу добијања ситнозрне микроструктуре металних биоматеријала, примена и оптимизација процеса електрохемијске анодизације за добијање наноструктурне површине код металних биоматеријала, испитивање механичких својстава, корозионог оштећења и биокompatбилности биоматеријала који се користе за замену коштаних ткива у људском организму, као и израда нумеричких модела применом методе коначних елемената у лиценцираном софтверском пакету Abaqus.

Кандидат Драгана Р. Барјактаревић је 22.10.2018. године предложила тему докторске дисертације под називом „Површинска наноструктурна модификација и карактеризација материјала на бази титана за примену у медицини“. Спроведена истраживања у оквиру докторске дисертације, чију основу чини развијање и карактеризација савремених биоматеријала и унапређење њихових својстава као и развијање процеса добијања и модификације површине биоматеријала, резултовало је и објављивањем радова у међународним и националним научним часописима. У току свог досадашњег научноистраживачког рада као аутор или коаутор објавила је 7 радова у часописима међународног значаја и часописима међународног значаја верификованим посебном одлуком, 11 радова саопштених на скуповима међународног и националног значаја штампаних у целини или у изводу. Одлуком Наставно-научног већа Технолошко-металуршког факултета, на седници одржаној 30.05.2019. године, Драгана Р. Барјактаревић је изабрана у истраживачко звање истраживач сарадник.

2. ОПИС ДИСЕРТАЦИЈЕ

2.1. Садржај дисертације

Докторска дисертација кандидата Драгане Р. Барјактаревић, мастер инж. техн., садржи 226 страна (од којих је 206 нумерисано) у оквиру којих се налази 10 поглавља, са укупно 138 слика, 41 табелом и 312 литературних навода. Докторска дисертација садржи: Увод (поглавље 1), Теоријски део (поглавља од 2 до 6), Експериментални поступак (поглавље 7), Резултати и дискусија (поглавље 8), Закључак (поглавље 9) и Литература (поглавље 10). На почетку дисертације дати су изводи на српском и енглеском језику. По својој

форми и садржају, поднети рад задовољава све стандарде Универзитета у Београду за докторску дисертацију.

2.2. Кратак приказ појединачних поглавља

У Уводу (поглавље 1) су образложени предмет и циљеви истраживања докторске дисертације.

У оквиру Теоријског дела докторске дисертације дат је литературни преглед области истраживања изложен кроз пет поглавља (поглавља од 2 до 6).

У поглављу 2, Биоматеријали, дат је преглед металних биоматеријала и материјала на бази титана који се примењују у медицини, са јасно наведеним предностима и недостацима. Такође, дат је посебан осврт на захтеве које би имплантни метални материјали требало да испуне, као и на карактеристике материјала на бази титана. На крају поглавља приказани су примери примене материјала на бази титана у медицини.

У поглављу 3, дат је детаљан опис различитих поступака интензивног пластичног деформисања (*ИПД, eng. Severe plastic deformation*) који се користе за превођење крупнозрне у ситнозрну структуру, а све у циљу добијања адекватних механичких, физичких и биолошких карактеристика металних биоматеријала. Приказани су основни принципи поступка увијања под високим притиском, (*УВП, eng. High Pressure Torsion*), као и предности у односу на друге ИПД поступке. Такође, дат је детаљан литературни преглед утицаја ИПД поступака на микроструктуру материјала на бази титана, као и преглед утицаја ситнозрне структуре на механичке, физичке и биолошке карактеристике материјала на бази титана.

У поглављу 4, под називом Површинска наноструктурна модификација материјала на бази титана дат је детаљан опис различитих поступака наноструктурне модификације површине (механичке, физичке, биолошке, хемијске), као и њихов утицај на морфологију и својства формираног површинског слоја. У посебним потпоглављима поглавља 4, дате су основе електрохемијске анодизације и њене предности и недостаци у односу на друге методе наноструктурне модификације површине. Дат је детаљан преглед литературе који описује формирање наноструктурног оксидног слоја на површини материјала на бази титана, са посебним освртом на могућности индустријске примене анодизованих материјала на бази титана. Такође, дат је и детаљан литературни преглед утицаја параметара електрохемијске анодизације (густине струје, електролита и дужине трајања електрохемијске анодизације) на морфологију наноструктурне површине.

Поглавље 5 приказује могућност примене материјала на бази титана са наноструктурним оксидним слојем на површини, као и литературни преглед утицаја наноструктурне модификоване површине на осеоинтеграцију, биокомпатибилност, корозиону постојаност и површинска физичка и механичка својства материјала на бази титана. Такође, у посебном потпоглављу поглавља 5 дат је литературни преглед о могућностима иницијације и развоја оштећења наноструктурног оксидног слоја на површини материјала на бази титана током фиксирања и експлоатације. Ово поглавље даје јасан увид у значај испитивања својстава материјала на бази титана са наноструктурно модификованом површином. У поглављу 6, под називом Људски организам као корозиона средина за биоматеријале на бази титана, је дат опис процеса корозије, типова корозије и пасивације металних имплантата.

У експерименталном делу докторске дисертације (поглавље 7) описани су материјали и методе према редоследу истраживања. Прво је описан крупнозрни (*eng. Coarse grained, CG*) материјал који је добијен конвенционалним поступком израде легура титана, CG Ti-13Nb-13Zr (CG TNZ). Након тога, је описан УВП поступак којим су добијени материјали ситнозрне структуре, ситнозрни (*eng. Ultrafine grained, UFG*) титан, UFG cpTi и ситнозрна легура титана, UFG Ti-13Nb-13Zr (UFG TNZ). У наставку експерименталног дела докторске дисертације је дат опис микроструктурних испитивања која су урађена у циљу

карактеризације наведених материјала, као и опис испитивања микротврдоће дуж пречника узорка у циљу одређивања степена хомогености материјала након примене УВП поступка. Даље је дат опис поступка површинске наноструктурне модификације, односно електрохемијске анодизације, горе поменутих материјала. Приказане су методе карактеризације површине пре и после поступка електрохемијске анодизације којима се одређују хемијски састав, морфологија, топографија и храпавост површине. Након тога су представљена корозиона испитивања којима су подвргнути наведени материјали, а која обухватају електрохемијска испитивања. Електрохемијски тестови су изведени у раствору вештачке пљувачке и у Рингеровом раствору рН вредности 5,5 и на температури од 37 °С у циљу симулирања физиолошких услова у људском организму. Дат је опис примењених тестова цитотоксичности и испитивања морфологије ћелија фибробласта у циљу одређивања биокомпатибилности легура титана. У експерименталном поступку описана је метода наноиндентације, којом су одређена површинска физичка и механичка својства материјала. Такође, описано је и испитивање затезањем током којег је примењена и метода стереометријског мерења деформација на површини узорка до коначног лома епрувете. У последњем потпоглављу поглавља 7 описана је нумеричка метода коначних елемената, која је у овој докторској дисертацији коришћена за предвиђање понашања материјала на бази титана са наноструктурним оксидним слојем на површини, изложених спољашњем механичком оптерећењу.

Резултати су приказани и дискутовани у поглављу 8. У првом делу поглавља 8 дефинисан је утицај УВП поступка на величину зрна и микроструктуру испитиваних материјала. Такође, одређен је утицај УВП поступка на хомогеност микроструктуре и микротврдоћу cpTi и Ti-13Nb-13Zr легуре. Показано је да УВП поступак доводи до уситњавања микроструктуре, при чему се величина зрна материјала на бази титана смањује од центра ка ивици узорка у облику диска. Такође, под утицајем УВП поступка на пет обртаја и притиску 4,1 GPa, долази до благог повећања микротврдоће чија се вредност повећава од центра према ивици узорка, тако да се може закључити да је након овог поступка постигнута прихватљива хомогеност материјала одређена измереним вредностима микротврдоће дуж пречника узорка.

Резултати су показали да је површинска наноструктурна модификација (електрохемијска анодизација) довела до стварања оксидног слоја на површини материјала на бази титана, чији је хемијски састав процентуално једнак количини легирајућих елемената у материјалу. Анализа морфологије модификоване површине материјала на бази титана омогућила је одређивање оптималних параметара поступка електрохемијске анодизације. Резултати су показали да са продужењем времена електрохемијске анодизације, долази до повећања хомогености нанотубуларног оксидног слоја и пречника нанотуба, док се дебљина зида нанотуба смањује. Показано је и постојање утицаја УВП поступка на хомогеност и дебљину наноструктурног оксидног слоја добијеног применом електрохемијске анодизације. Површинска наноструктурна модификација је довела до грубе топографије површине, а самим тим и до повећања храпавости површине у односу на испитиване материјале пре електрохемијске анодизације, што доприноси бољој адхезији ћелија околног коштаног ткива за метални имплантни материјал.

У другом делу поглавља 8 приказани су и дискутовани резултати добијени након испитивања корозионе постојаности и биокомпатибилности, теста затезања и наноиндентације, као и прорачуна применом методе коначних елемената. Резултати електрохемијских испитивања су показали да након површинске наноструктурне модификације испитиваних материјала долази до повећавања корозионе отпорности у раствору вештачке пљувачке. UFG cpTi и анодизовани UFG cpTi се одликују сличним корозионим понашањем, док анодизована CG TNZ и UFG TNZ легура показују значајно повећање корозионе стабилности у односу на неанодизоване материјале. Са друге стране, у Рингеровом раствору је дошло до пада корозионе стабилности код свих испитиваних материјала у односу на корозиону стабилност у вештачкој пљувачки. Резултати тестова цитотоксичности су показали да легура, и пре и након електрохемијске анодизације, није

цитотоксична што указује на могућност њене безбедне примене у људском организму. Средња вредност вијабилности ћелија и морфологија ћелија у контакту са испитиваном легуром пре и након УВП поступка, као и након електрохемијске анодизације указују да је на основу биокомпатибилности легура адекватна за примену.

Карактеризација површине како материјала добијених конвенционалним поступцима израде, тако и материјала добијених савременим УВП поступком, и пре и након електрохемијске анодизације, урађена наноиндентацијом показала је смањење површинских вредности модула еластичности и тврдоће код материјала са наноструктурним оксидним слојем, које су приближне вредностима коштаног ткива у људском организму. Такође, дефинисан је утицај УВП поступка и електрохемијске анодизације на затезне карактеристике разматране CG TNZ и UFG TNZ легуре. Показано је да интензивна пластична деформација изазвана УВП поступком доводи до значајног побољшања затезне чврстоће, као и до повећања модула еластичности и смањења пластичности. Са друге стране, поступак електрохемијске анодизације доводи до смањења затезне чврстоће и напона течења, као и до смањења модула еластичности CG TNZ легуре, док су затезне карактеристике UFG TNZ легуре након електрохемијске анодизације непромењене. Применом нумеричких прорачуна урађено је испитивање затезних својстава Ti-13Nb-13Zr легуре пре и после електрохемијске анодизације, при чему је поље еквивалентног вон Мисесовог напона на микрорезним епруветама код легуре и пре и након електрохемијске анодизације показало подручје великих вредности у пределу врата епрувете. Такође, закључено је да су високе вредности пластичних деформација концентрисане у пределу врата епрувете код оба испитивана материјала. Урађен је и нумерички прорачун затезних својстава применом комплетног Гурсоновог модела (*eng. Complete Gurson Model, CGM*), микромеханичког модела који узима у обзир развој оштећења у материјалу. Зависност силе од смањења дебљине попречног пресека епрувете искоришћена је за одређивање (калибрацију) одговарајуће почетне вредности оштећења f_0 . На основу нумеричког прорачуна закључено је да на силу током поступка наноиндентације могу утицати различити морфолошки параметри наноструктурно модификоване површине. Установљено је да већи пречник нанотуба за исте услове наноиндентације доводи до повећања вредности силе, повећање размака између нанотуба доводи до смањења вредности силе, док повећање дебљине зида нанотуба доводи до повећања силе током наноиндентације.

У поглављу 9 су приказани најважнији закључци, изведени на основу испитивања изложених у претходним поглављима.

У поглављу 10 је наведена литература коришћена током израде докторске дисертације.

3. ОЦЕНА ДИСЕРТАЦИЈЕ

3.1. Савременост и оригиналност

Докторска дисертација кандидата Драгане Р. Барјактаревић за предмет има савремену тему истраживања утицаја ситнозрне микроструктуре добијене УВП поступком и наноструктурне површинске модификације материјала на бази титана на затезна својства, биокомпатибилност и понашање у корозионој средини, као и на површинска физичка и механичка својства (модул еластичности, тврдоћу, отпорност према оштећењу и лому наноструктурног оксидног слоја).

Један од праваца развоја материјала на бази титана јесте примена различитих савремених поступака интензивног пластичног деформисања чији је основни циљ добијање ситнозрних металних материјала. Ситнозрни метални материјали најчешће показују побољшана механичка својства у односу на металне материјале добијене конвенционалним поступцима израде, док питање биокомпатибилности и корозионог оштећења остаје отворено за истраживање. Једна од метода интензивног пластичног деформисања је и метода увијања под високим притиском, која је примењена у овој дисертацији. Развој металних материјала, осим

што подразумева модификације микроstrukтуре применом метода интензивног пластичног деформисања, често захтева и модификацију површине ради добијања наноструктурне морфологије.

У последњој деценији електрохемијске методе, које омогућавају површинску наноструктурну модификацију, све више налазе своју примену у производњи импланата, а једна од ових метода је и електрохемијска анодизација (анодна оксидација) која на површини металног материјала омогућава добијање наноструктурног оксидног слоја састављеног од нанотуба. Испитивање корозионог оштећења, биокомпатибилности и механичких својстава материјала на бази титана са наноструктурном модификованом површином, као и испитивање површинских физичких и механичких својстава (модула еластичности и тврдоће) остаје још увек недовољно испитано, поготово када је реч о ситнозрном титану и ситнозрним легурама титана.

Оригиналноост докторске дисертације Драгане Р. Барјактаревић огледа се и у дефинисању оптималних процесних параметара површинске наноструктурне модификације (електрохемијске анодизације) како би се на површини материјала формирао хомогени наноструктурни оксидни слој са нанотубама између којих не постоје канали или су они изузетно малих димензија. Оваква површина материјала на бази титана треба да доведе до смањења вредности тврдоће и површинског модула еластичности и приближавања вредностима костију у људском организму, али и до повећања корозионе отпорности. Такође, циљ наноструктурне модификације је и повећање храпавости површинског слоја чиме се мења контактна површина металног биоматеријала што омогућава бољу биокомпатибилност, као и степен осеоинтеграције. Велики допринос докторске дисертације се огледа у развоју и примени комбинације УВП поступка и површинске наноструктурне модификације, којима се добијају нови имплантни материјали адекватних биолошких, физичких и механичких својстава, што представља крупан напредак у развоју металних биоматеријала. На основу опсежног прегледа литературе може се закључити да се истраживања у оквиру ове докторске дисертације уклапају у светске трендове и указују на значај и актуелност проучаване проблематике.

3.2. Осврт на референтну и коришћену литературу

У оквиру докторске дисертације цитирано је 312 литературних навода, од којих највећи број чине најновији радови из међународних часописа са тематиком значајном за израду докторске дисертације. Наведена литература садржи експерименталне резултате истраживања, анализу и дискусију добијених резултата и изведене закључке, као и теоријске основе примењене методе наноструктурне модификације површине и метода испитивања. Литературни наводи су омогућили да се прикаже стање у испитиваној области и добар увид у област примене УВП поступка и површинске наноструктурне модификације код материјала на бази титана. На основу анализе истраживања приказаних у стручној и научној литератури, постављене су и полазне хипотезе за истраживања која су урађена у овој докторској дисертацији. У оквиру литературе налазе се и референце кандидата Драгане Р. Барјактаревић, мастер инж. тех., проистекле из ове докторске дисертације. Приказани и дискутовани резултати у оквиру докторске дисертације и објављени радови кандидата, као и литературни наводи који су коришћени у докторској дисертацији, указују на адекватно познавање предметне области истраживања.

3.3. Опис и адекватност примењених научних метода

У овој докторској дисертацији примењене су савремене научне методе за карактеризацију наноструктурне површине материјала на бази титана. За потребе испитивања у оквиру докторске дисертације су коришћене две групе материјала на бази титана. Прву групу чини

крупнозрни материјал добијен конвенционалним методама: Ti-13Nb-13Zr легура титана новије генерације Ti-13Nb-13Zr (*CG Ti-13Nb-13Zr*, *CG TNZ*). Другу групу чине ситнозрни материјали добијени поступком интензивног пластичног деформисања увијањем под високим притиском: ситнозрни комерцијално чист титан и ситнозрна Ti-13Nb-13Zr легура (*UFG TNZ*).

Површинска наноструктурна модификација урађена је на горе поменути материјалима применом методе електрохемијске анодизације. Карактеризација свих испитиваних материјала, како оних добијених конвенционалним методама, тако и материјала добијених савременим УВП поступком, урађена је применом скенирајуће електронске микроскопије (*eng. Scanning Electron Microscopy, SEM*), док је трансмисиона електронска микроскопија (*eng. Transmission Electron Microscopy, TEM*) коришћена за карактеризацију ситнозрне структуре Ti-13Nb-13Zr легуре. Карактеризација хемијског састава легуре урађена је применом рендгенске флуоресцентне анализе (*eng. X-ray fluorescence, XRF*). Хомогеност материјала након УВП поступка и утицај УВП поступка на микротврдоћу процењена је испитивањем микротврдоће дуж пречника узорака применом методе по Викерсу (*eng. Vickers*). Карактеризација морфологије наноструктурне површине добијене током различитог времена електрохемијске анодизације урађена је применом SEM, док су топографија и храпавост површине материјала пре и након електрохемијске анодизације одређене применом микроскопије атомских сила (*eng. Atomic Force Microscopy, AFM*). Такође, урађена је хемијска карактеризација добијене наноструктурне површине испитиваних материјала применом енергетске дисперзионе спектроскопије (*eng. Energy Dispersive Spectroscopy, EDS*). Карактеризација испитиваних материјала, како оних добијених конвенционалним методама, тако и материјала добијених савременим поступком увијања под високим притиском, урађена је применом рендгенске дифракције (*eng. X-ray diffraction, XRD*).

Отпорност према корозији материјала крупнозрне и ситнозрне микроструктуре, као и ових материјала након електрохемијске анодизације, испитана је применом потенциодинамичке методе и спектроскопије електрохемијске импеданције (*eng. Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS*). Наведени материјали су били изложени раствору који симулира услове у људском организму (вештачка пљувачка и Рингеров раствор) рН вредности 5,5 на температури од 37 °С. Оцена цитотоксичности материјала на бази титана и вијабилности ћелијске културе урађена је применом агар дифузионог теста (*eng. Agar Diffusion Test, ADT*) и колориметријског теста са тетразолијум солима (*eng. MTT test*) коришћењем мишјих фибробласта (L-929) и хуманих фибробласта плућа (MRC-5) у течном медијуму. Морфологија и адхезија ћелија на површини анализирана је применом SEM.

Испитивање површинског модула еластичности и тврдоће пре и након УВП поступка, као и након електрохемијске анодизације, урађено је применом наноиндентације (*eng. Nanoindentation test*), док је анализа деформисања и оштећења наноструктурног оксидног слоја након наноиндентације урађена применом SEM.

Испитивање затезних својстава металних биоматеријала урађено је применом микро затезних епрувета (*eng. Micro Tensile Specimen*) правоугаоног попречног пресека. Током испитивања затезањем примењена је и метода стереометријског мерења деформација на површини узорка до коначног лома епрувете применом система *AramisTM*, који подразумева снимање помоћу две камере и обраду резултата у одговарајућем софтверском пакету. Тумачење преломних површина микро епрувета након теста затезањем урађено је применом SEM.

Нумеричка анализа деформисања материјала на бази титана са наноструктурним оксидним слојем, изложених наноиндентацији, је урађена применом методе коначних елемената (МКЕ, *eng. Finite Element Method, FEM*), односно применом дводимензионалних (2Д) модела у лиценцираном софтверском пакету *Abaqus*. 2Д модели су примењени у анализи утицаја морфологије наноструктурног оксидног слоја на отпорност према дејству спољашњег механичког оптерећења. У нумеричкој анализи испитивања епрувета за затезање, применом МКЕ анализирано је локално изражено пластично деформисање и развој лома у области

појаве врата код анодизоване и неанодизоване крупнозрне Ti-13Nb-13Zr легуре, а размотрен је и утицај правоугаоног попречног пресека на нехомогеност напонског стања у поређењу са цилиндричном геометријом епрувете.

3.4. Применљивост остварених резултата

Јасно дефинисање понашања материјала на бази титана, пре свега ситнозрне микроструктуре чија је површина наноструктурно модификована, у условима људског организма није у довољној мери заступљено у литератури. Детаљно познавање утицаја површинске наноструктурне модификације на биокомпатибилност, механичка и физичка својства, корозиону стабилност и површинска физичка и механичка својства омогућава предвиђање понашања ових материјала у контакту са околним коштаном ткивом у људском организму. На основу доступних литературних података из ове области, као и експерименталних испитивања и добијених резултата у оквиру ове докторске дисертације, остварен је значајан допринос у даљем развоју нових материјала на бази титана, побољшаних биолошких, површинских физичких и механичких својстава, уз постизање адекватне корозионе отпорности за примену у медицини.

3.5. Оцена достигнутих способности кандидата за самостални научни рад

Кандидат Драгана Р. Барјактаревих, мастер инж. техн., је током израде докторске дисертације испољила изузетну самосталност и стручност у осмишљавању, припреми и реализацији експеримената и техника за карактеризацију материјала, а током анализе и приказивања резултата је показала систематичност и креативност. Кандидат поседује све квалитете који су неопходни за самостални научни рад.

4. ОСТВАРЕНИ НАУЧНИ ДОПРИНОС

4.1. Приказ остварених научних доприноса

Испитивања материјала на бази титана након УВП поступка и након површинске наноструктурне модификације дали су значајан научни допринос, који се огледа у:

- развијеним новим ситнозрним металним биоматеријалима са електрохемијски модификованим површинским слојем;
- дефинисаном утицају дужине трајања електрохемијске анодизације на димензије нанотуба и морфологију наноструктурног оксидног површинског слоја;
- успостављеном утицају УВП поступка на морфологију наноструктурно модификоване површине;
- дефинисаном утицају површинске наноструктурне модификације на корозиону стабилност испитиваних биоматеријала у средини која симулира услове у људском организму;
- постигнутој значајно мањој вредности модула еластичности у површинском слоју биоматеријала у поређењу са биоматеријалом без површинске наноструктурне модификације;
- утврђеном утицају површинске наноструктурне модификације на затезна својства и механизам оштећења и лома испитиваних биоматеријала;

- развијеним нумеричким моделима применом методе коначних елемената за одређивање утицаја морфологије наноструктурног оксидног слоја (дефинисане димензијама и распоредом нанотуба) на отпорност према спољашњем механичком оптерећењу;
- развијеним материјалима побољшане биокомпатибилности са постигнутом одговарајућом храпавости површинског слоја;
- одређивањем могућности имплантације површински наноструктурно модификованих материјала у људски организам, која је добијена на основу тестова цитотоксичности и визуализације и испитивања адхезије ћелија на површини.

4.2. Критичка анализа резултата истраживања

Истраживања обухваћена овом докторском дисертацијом конципирана су на основу јасно дефинисаних циљева и претходне детаљне анализе литературе релевантне за област истраживања. Методе примењене у изради докторске дисертације у складу су са савременим методама и показују мултидисциплинарни приступ истраживању. Прегледом новије доступне литературе, која разматра развој материјала на бази титана за примену у медицини, може се уочити да је даљи правац развоја ових материјала у модификацији њихове површине, посебно у комбинацији са претходно добијеном ситнозрном структуром применом УВП поступка. Управо због тога, главни научни циљеви докторске дисертације усмерени су на постизање адекватних параметара површинске наноструктурне модификације (електрохемијске анодизације), карактеризацију и примену материјала на бази титана побољшане корозионе стабилности, биокомпатибилности и механичких својстава, као и површинских физичких и механичких својстава (модула еластичности и тврдоће). Увидом у доступну литературу и резултате истраживања добијене у овој докторској дисертацији може се установити да су резултати значајни са научног аспекта и дају јасан допринос примени на овај начин модификованих материјала на бази титана у медицини.

4.3. Верификација научних доприноса

Кандидат Драгана Р. Барјактаревић је резултате добијене у току израде ове дисертације потврдила објављивањем радова у часописима међународног и националног значаја и саопштавањем радова на међународним скуповима.

Резултати досадашњег научно-истраживачког рада кандидата у овој области приказани су у 6 (шест) радова објављених у часописима међународног значаја (ознака групе М20: врста резултата М21-1 рад; М22-1 рад; М23-1 рад; М24-3 рада), 5 (пет) радова објављених у зборницима скупова међународног значаја штампаних у целини или у изводу (ознака групе М30: врста резултата М33-2 рада; М34-3 рада), 2 (два) рада објављена у часописима националног значаја (ознака групе М50: врста резултата М51) и 3 (три) рада објављена у зборницима скупова националног значаја штампана у изводу (ознака групе М60: врста резултата М64).

Списак радова који су резултат истраживања у оквиру докторске дисертације

Радови објављени у врхунским часописима међународног значаја (М21)

1. **Barjaktarević D.**, Djokić V., Bajat J., Dimić I., Cvijović-Alagić I., Rakin M., The influence of the surface nanostructured modification on the corrosion resistance of the ultrafine-grained Ti–13Nb–13Zr alloy in artificial saliva, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 103 (2019) 102307. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2019.102307>. (IF₂₀₁₉ =3,021; ISSN:0167-8442).

Радови објављени у истакнутим часописима међународног значаја (M22)

1. **Barjaktarević D.**, Medjo B., Štefane P., Gubeljak N., Cvijović-Alagić I., Djokić V., Rakin M., Tensile and Corrosion Properties of Anodized Ultrafine-Grained Ti–13Nb–13Zr Biomedical Alloy Obtained by High-Pressure Torsion, *Metals and Materials International*, (2020) - in press. <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00837-z>. (IF₂₀₁₉ = 1,99; ISSN:1598-9623).

Радови објављени у часописима међународног значаја (M23)

1. **Barjaktarević D.**, Dimić I., Cvijović-Alagić I., Veljović Đ., Rakin M.: Corrosion resistance of high pressure torsion obtained commercially pure titanium in acidic solution: *Technical Gazette*, Vol. 24 No. 6, 2017, pp.1689-1695. <https://doi.org/10.17559/TV-20160303141534>. (IF₂₀₁₇=0,686, ISSN 1330-3651)

Радови објављени у часописима међународног значаја верификовани посебним одлукама (M24)

1. **Barjaktarević D.**, Cvijović-Alagić I., Dimić I., Đokić V., Rakin M.: Anodization of Ti-based materials for biomedical applications: A review: *Metallurgical and Materials Engineering*, Vol. 22 No. 3, 2016, pp.129-143, ISSN 2217-8961, UDC: 669.295.018.8.
2. **Barjaktarević D.**, Đokić V., Rakin M.: Nanotubular oxide layer formed on the Ti-based implants surfaces-application and possible damages: A review: *Metallurgical and Materials Engineering*, Vol. 24 No. 4, 2018, pp.243-259, ISSN 2217-8961, <https://doi.org/10.30544/401>.
3. **Barjaktarević D.**, Rakin M., Đokić V.: Characterisation of the nanotubular oxide layer formed on the ultrafine-grained titanium: *Metallurgical and Materials Engineering*, Vol. 24 No. 4, 2018, pp.261-270, ISSN 2217-8961, <https://doi.org/10.30544/402>.

Саопштења са међународних скупова штампана у целини (M33)

1. **Barjaktarević D.**, Dimić I., Cvijović-Alagić I., Bajat J., Rakin M.: The electrochemical impedance spectroscopy study of ultrafine-grained titanium in artificial saliva, *Conference TEAM 2015, Belgrade, Serbia, 2015, Proceedings of TEAM 2015*, pp. 336-339, ISBN 978-86-7083-877-2.
2. **Barjaktarević D.**, Rakin M., Medo B., Đokić V.: Nanoindentation study of ultrafine-grained titanium-based materials, *TEAM 2018, Novi Sad, Serbia 2018, Proceedings of TEAM 2018*, pp. 117-122 ISBN 78-86-6022-098-3.

Саопштења са међународних скупова штампана у изводу (M34)

1. **Barjaktarević D.**, Dimić I., Cvijović-Alagić I., Đokić V., Bajat J., Rakin M.: Corrosion behavior of nanotubular oxide layer formed on titanium and Ti-13Nb-13Zr alloy processed by high pressure torsion, *Nineteenth Annual Conference YUCOMAT 2017, Materials Research Society of Srebia, Herceg Novi, Montenegro, Spetember 2017, Programme and the book of abstract*, pp. 101, ISBN 9788691911126.

2. **Barjaktarević D.**, Dimić I., Cvijović-Alagić I., Đokić V. and Rakin M.: Morphology of Nanotubular Oxide Layer Formation on Titanium and Titanium Alloy Using Electrochemical Anodization, ELMINA 2018, Belgrade, Serbia, August 2018, Book of Abstracts pp.160-162, ISBN 978-86-7025-785-6.
3. **Barjaktarević D.**, Veljović Đ., Dimić I., Đokić V. and Rakin M.: The biocompatibility of nanotubular oxide layer formed on the ultrafine-grained Ti-13Nb-13Zr alloy, Serbian Ceramic Society Conference Advanced Ceramics and Application VII Belgrade, Serbia, September 2018, Book of Abstracts pp.85, ISBN 978-86-915627-6-2.

Радови објављени у часописима националног значаја (M51)

1. **Barjaktarević D.**, Bajat J., Cvijović-Alagić I., Dimić I., Hohenwarter A., Đokić V. and Rakin M.: The corrosion resistance in artificial saliva of titanium and Ti-13Nb-13Zr alloy processed by high pressure torsion, Procedia Structural Integrity (European Conference on Fracture 2018 - Loading and Environmental effects on Structural Integrity, Belgrade, Serbia, 2018) 13 (2018) 1834–1839, <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2018.12.332> (ISSN 2452-3216)
2. **Barjaktarević D.**, Medjo B., Gubeljак N., Cvijović-Alagić I., Štefane P., Djokić V., Rakin M., Experimental and numerical analysis of tensile properties of Ti-13Nb-13Zr alloy and determination of influence of anodization process, Procedia Structural Integrity (1st Virtual European Conference on Fracture – VECF1) 28 (2020) 2187–2194, <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.11.047> (ISSN 2452-3216)

Саопштења са скупова националног значаја штампана у изводу (M64)

1. **Barjaktarević D.**, Dimić I., Bajat J., Rakin M.: Koroziono ponašanje čistog titana i Ti-13Nb-13Zr legure u rastvoru veštačke pljuvačke, Third Conference of Young Chemists of Serbia 2015, Belgrade, Serbia, Book of Abstracts, pp. 79, ISBN 978-86-7132-059-7.
2. **Barjaktarević D.**, Dimić I., Đokić V., Rakin M.: Nanotubular oxide layer formation on Ti-13Nb-13Zr alloy as a function of anodizing time, Forth conference of young chemists of Serbia, Belgrade, November 2016, Book of Abstracts pp.90, ISBN 978-86-7132-059-7.
3. **Barjaktarević D.**, Dimić I., Cvijović-Alagić I., Đokić V., Bajat J., Rakin M.: Electrochemical behavior of anodic Ti-13Nb-13Zr oxide nanotubes in simulated body fluid, Fifth Conference of Young Chemists of Serbia Society, Belgrade, Serbia, September 2017, Book of Abstracts pp. 101, ISBN 978-86-7132-059-7.

5. ЗАКЉУЧАК И ПРЕДЛОГ

На основу свега наведеног Комисија сматра да докторска дисертација кандидата Драгане Р. Барјактаревић, мастер инж. техн., под насловом „Површинска наноструктурна модификација и карактеризација материјала на бази титана за примену у медицини“ представља значајан и оригиналан научни допринос у датој области, што је и потврђено кроз објављивање радова у часописима међународног и националног значаја. Предмет и циљеви, који су постављени, су јасно наведени и у потпуности остварени. Комисија је мишљења да је кандидат током израде докторске дисертације показао изузетну научно истраживачку способност у свим фазама израде ове докторске дисертације.

Имајући у виду квалитет, обим и научни допринос постигнутих и приказаних резултата, Комисија предлаже Наставно-научном већу Технолошко-металуршког факултета Универзитета у Београду да прихвати овај Реферат, пружи на увид јавности поднету докторску дисертацију кандидата Драгане Р. Барјактаревић, мастер инж. техн., у законом предвиђеном року, као и да Реферат упути на коначно усвајање Већу научних области техничких наука Универзитета у Београду и да након завршетка процедуре позове кандидата на усмену одбрану дисертације пред Комисијом у истом саставу.

У Београду, 09.04.2021.

ЧЛАНОВИ КОМИСИЈЕ

.....
др Марко Ракин, редовни професор,
Универзитет у Београду, Технолошко-металуршки факултет

.....
др Вељко Ђокић, виши научни сарадник,
Иновациони центар Технолошко-металуршког факултета у Београду

.....
др Јелена Бајат, редовни професор,
Универзитет у Београду, Технолошко-металуршки факултет

.....
др Ивана Цвијовић-Алагић, виши научни сарадник,
Универзитет у Београду, Институт за нуклеарне науке "Винча"

.....
др Ђорђе Вељовић, доцент,
Универзитет у Београду, Технолошко-металуршки факултет

.....
др Бојан Међо, доцент,
Универзитет у Београду, Технолошко-металуршки факултет