

**Predmet:** Referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia Odlukom 35/26 br. od 03.03.2014. godine, imenovani smo za članove Komisije za pregled, ocenu i odbranu doktorske disertacije kandidata mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia pod naslovom

### **Sinteza i karakterizacija scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom**

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

- 26. 09. 2013. na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu doneta je odluka (br. 35/291 od 01.10.2013.) o imenovanju članova Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia, dipl. inž. pod naslovom "Sinteza i karakterizacija nanomodifikovanih filmova i vlakana"
- 26. 12. 2013. na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu doneta je odluka o prihvatanju teme doktorske disertacije pod naslovom "Sinteza i karakterizacija scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom", a za mentora je imenovana dr Vesna Radojević, Odluka br. 35/435 od 26.12.2013.
- 20. 01. 2014. Veće naučnih oblasti tehničkih nauka donosi odluku po kojoj daje saglasnost na predlog teme "Sinteza i karakterizacija scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom" kandidata mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia, dipl. inž., Odluka br. 61206-117/2-14 od 20.01.2014.
- 27. 02. 2014. Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta doneta je odluka o imenovanju članova Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia, dipl. inž. pod naslovom "Sinteza i karakterizacija scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom" Odluka br. 35/26 od 03.03. 2014.

#### 1.2. Naučna oblast disertacije

Istraživanja u okviru ove doktorske disertacije pripadaju naučnoj oblasti Hemija i hemijska tehnologija i užoj naučnoj oblasti Inženjerstvo materijala za koju je matičan Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu. Mentor je dr Vesna Radojević, vanredni profesor TMF, za oblast Hemija i hemijska tehnologija (uža naučna oblast Inženjerstvo materijala), koja je na osnovu dosadašnjih objavljenih radova i iskustava kompetentna da rukovodi izradom ove doktorske disertacije.

#### 1.3. Biografski podaci o kandidatu

Ramadan Al-Mukhtar Dukali rođen je 01. 01. 1964. godine u Zentanu, Libija. Tokom studija boravio je u Velikoj Britaniji gde je i diplomirao. Posledipolomske studije nastavio je na Tehničkom Univerzitetu u

Gdanjsku, Poljska, gde je i odbranio magistarsku tezu 2000. godine. Od 1994-1996. godine radio je u Sekretarijatu za Visoko obrazovanje Republike Libije, Departman za studije u inostranstvu i tehničku saradnju s inostranstvom, Od 2002-2003. je radio na Visokom Institutu Tehnologije, a od 2004-2008. u Sekretarijatu za Visoko obrazovanje Republike Libije, Departman za studije u inostranstvu i tehničku saradnju s inostranstvom. Od 2010. godine je na Tehnološko-metalurškom fakultetu Univerziteta u Beogradu gde radi na izradi svoje doktorske disertacije iz oblasti Inženjerstva materijala.

## 2. OPIS DISERTACIJE

### 2.1. Sadržaj disertacije

Doktorska disertacija kandidata mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia, dipl. inž. pisana je na engleskom jeziku i sadrži 101 stranu A4 formata, 55 slika, 4 tabele i 111 literaturnih navoda. Doktorska disertacija sadrži sledeća poglavlja: *Apstrakt* (na srpskom i engleskom jeziku), *Uvod*, *Teorijski deo* (Scintilacioni materijali; Karakterizacija scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom; Perspektiva primene scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom), *Eksperimentalni deo* (Procesiranje, karakterizacija i mehanička svojstva kompozitnih filmova PMMA-  $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$  (BSO); Procesiranje fluorescentnih polimernih nano i mikro vlakana), *Zaključak*, *Literatura*, *Biografija* i *Prilozi*. Prilozi sadrže izjavu o autorstvu, izjavu o istovetnosti štampane i elektronske verzije rada i izjavu o korišćenju.

### 2.2. Kratak prikaz pojedinačnih poglavlja

U uvodnom delu je prikazan predmet, sadržaj i cilj doktorske disertacije. Predmet ove doktorske disertacije obuhvata istraživanja u oblasti scintilacionih kompozitnih materijala s polimernom matricom za primenu u elektronskim tehnologijama kao i u oblasti radiologije, dozimetrije, luminiscentnih svetlovoda, lasera i senzora. U okviru ovih istraživanja izvedeno je procesiranje optoelektronskih kompozita inkorporiranjem čestica neorganskog scintilatora –monokristala bizmut silicijum oksida (BSO) u polimernu matricu i karakterizacija kako kroz ispitivanje fizičko-mehaničkih tako i optičkih svojstava. Pored toga, izvedeno je i procesiranje i karakterizacija nano i mikrovlakana od polimera dopiranih organskim scintilatorom -laserskom bojama Rodamin B kao naprednih oblika nanofotonskih struktura.

Drugi, veoma važan aspekt ove disertacije je postavljanje korelacija između procesnih parametara i svojstava dobijenih materijala. Takođe je važno da se postigne i održanje scintilacionih svojstava funkcionalnih nosilaca u polimernoj matrici. U ovom delu dat je pregled dostignuća u ovoj oblasti i opisane su polazne pretpostavke o mogućnosti ugradnje neorganskih i organskih scintilatora u polimere.

U Teorijskom delu je dat pregled dosadašnjih saznanja o strukturi i svojstvima scintilacionih materijala. Kada naelektrisana čestica prolazi kroz materiju, ona ekscituje jedan deo atoma i molekula sredine. Kod scintilacionih materijala mali deo deponovane energije čestica se oslobađa emisijom fotona u vidljivoj oblasti. Kod scintilacije su bitna dva efekta: fluorescencija i fosforescencija. U slučaju fluorescencije svetlost se emituje u izuzetno kratkom vremenskom intervalu posle prolaska čestice ( $\sim 10$  ns), dok kod fosforescencije pobuđeni molekuli ostaju u metastabilnom stanju pa je vreme emisije duže. Kod fluorescencije inicijalna ekscitacija se dobija apsorpcijom fotona i njegovom deekscitacijom, emitovanjem fotona veće talasne dužine. Fluori se koriste za pomeranje talasnih dužina svetlosti scintilatora ka pogodnijim talasnim dužinama. Sve scintilatore možemo podeliti u dve grupe: organske i neorganske. Zatim je predstavljena elektronska i kristalna struktura BSO i princip konverzije energije laserskih boja. Takođe je prikazan pregled metoda procesiranja i karakterizacije, kao i pregled perspektive moguće primene scintilacionih kompozita.

Eksperimentalni deo je organizovan u dve celine: a) Sinteza, karakterizacija i mehanička svojstva kompozitnih filmova PMMA-  $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$  (BSO) i b) Sinteza i karakterizacija fluorescentnih polimernih nano i mikrovlakana, od kojih svaki deo poseduje poglavlja u kojima su prikazane metode karakterizacije dobijenih uzoraka uz detaljan opis eksperimentalnih uslova, kao i poglavlje Rezultati i diskusija. U prvom

delu je opisano dobijanje kompozita PMMA-BSO sa različitim sadržajem čestica metodom livenja iz rastvora. Ugradnjom scintilacionih čestica u polimernu matricu menja se granična površina prelamanja svetlosti, sa vazduh-kristal na polimer-kristal. Optička svojstva scintilacionih kristala opstaju i u polimernoj sredini. Pokazano je da se ugradnjom čestica monokristala BSO povećava indeks refrakcije kompozita koji raste sa povećanjem sadržaja BSO čestica. Ispitivanjem zateznih svojstava i metodom nanoindentacije ispitivana su mehanička svojstva polimera i kompozita i pokazali su povećanje modula elastičnosti kao i kompleksnog modula i tvrdoće sa povećanjem sadržaja BSO. U drugom delu je prikazano dobijanje i karakterizacija nano i mikrovlakana poli(metilmetakrilat)-a dopiranog laserskom bojim Rodamin B. Nano i mikrovlakna sa različitim sadržajem Rodamina B su dobijena metodom elektropredenja. Ispitan je uticaj procesnih parametara elektropredenja na morfologiju vlakana kao i na termička i optička svojstva. Sa povećanjem sadržaja Rodamina B smanjuje se prečnik vlakana usled polarnosti rastvarača i same boje. Pokazano je da temperatura transformacije polimera raste sa povećanjem sadržaja Rodamina B. Emisioni spektar vlakana ispitivan je metodom vremenski razložene laserski indukovane fluorescencije. Pokazano je da svojstva fluorescencije nano i mikrovlakana prate trend ponašanja rastvora i filmova- intenzitet fluorescentnog spektra raste sa sadržajem Rodamina B do određene, granične vrednosti, a zatim opada. Takođe se i talasne dužine koje odgovaraju piku emisionog spektra pomeraju ka višim vrednostima sa povećanjem sadržaja Rodamina B.

U Zaključku su ukratko sumirani svi dobijeni rezultati u ovoj doktorskoj disertaciji i iznet je njihov značaj za pravce razvoja i primene scintilacionih kompozitnih materijala..

Poglavlje Literatura obuhvata 111 referenci iz oblasti istraživanja i pokriva sve delove disertacije.

### **3. OCENA DISERTACIJE**

#### 3.1. Savremenost i originalnost

Poslednjih trideset godina intenzivno se sprovode istraživanja u oblasti materijala za primenu u komponentama za prenos svetlosnog signala. Posebna pažnja se poklanja polimernim optičkim vlaknima zbog mogućnosti lakog procesiranja, dostupnosti i niske cene. U toku izrade ove disertacije istražene su mogućnosti procesiranja polimernih scintilacionih kompozitnih materijala kontrolisanih optičkih svojstava. Ugradnjom scintilaciono aktivnih nosilaca u polimernu matricu mogu se dizajnirati napredni scintilacioni kompozitni materijali koji nalaze veliku primenu u oblasti radiologije, dozimetrije, polimernih svetlovoda, lasera i senzora. Indeks refrakcije polimera može biti modifikovan dodavanjem čestica sa velikom vrednošću indeksa refrakcije. Ovaj tip modifikacije se vrši na materijalima za detekciju jonizujućeg zračenja, gde se čestice neorganskih scintilacionih kristala kao što su BaF<sub>2</sub>, CeF<sub>3</sub>, CsI, Bi<sub>12</sub>GeO<sub>20</sub> (BGO), ili Bi<sub>12</sub>SiO<sub>20</sub> (BSO) ugrađuju u matricu polimera. Tokom dosadašnjih istraživanja u ovoj oblasti fluoridi i BGO su pokazali dobre rezultate, dok BSO poseduje slična svojstva kao i BGO, ali je jeftiniji. BSO je poznat po svojoj visokoj fotorefraktivnoj osetljivosti i fotoprovodljivosti i visokoj brzini odziva. Ugradnjom BSO u polimerni kompozit dobio bi se dostupniji materijal šireg opsega primene. U okviru ove disertacije, prema literaturnom pregledu, prvi put su ugrađene čestice monokristalnog BSO u polimernu matricu i ispitana optička termička i mehanička svojstva dobijenog kompozita.

Važan aspekt ove disertacije su utvrdjene korelacije strukturnih, morfoloških i scintilacionih svojstava neorganskih (BSO) i organskih scintilatora u polimernoj matrici. Rezultati ovih korelacija omogućavaju dobijanje materijala sa ciljanim svojstvima, kao i mogućnost dizajniranja složenijih optoelektronskih struktura. Pokazano je da izbor metode dobijanja (livenje iz rastvora ili elektropredenje iz rastvora) zavisi od konformacije elektronskih struktura (tanki filmovi ili vlakna), dok procesni parametri i sadržaj scintilatora utiču na optička (indeks refrakcije i emisioni fluorescentni spektar), termička (temperatura transformacije) i mehanička svojstva (modul elastičnosti i tvrdoća) polimera i kompozita.

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

U doktorskoj disertaciji je citirano 111 literaturnih navoda koja se odnose na istraživanja vezana za problematiku scintilacionih kompozitnih materijala s polimernom matricom. Literaturni pregled je obuhvatio veliki broj publikovanih naučnih radova iz oblasti: scintilacionih kristala i organskih scintilatora, optoelektronskih kompozita s polimernom matricom, polimernih optičkih vlakana, transmisionih karakteristika optičkih vlakana, nanoindentacije kompozitnih filmova, metoda dobijanja nano i mikro

polimernih vlakana i savremenih metoda za karakterizaciju, termičkih, optičkih i mehaničkih svojstava kompozita. U okviru disertacije dat je potpun kritički literaturni pregled po pojedinim poglavljima fenomena koji su istraživani kao i poređenja dobijenih rezultata sa slično publikovanim rezultatima.

### 3.3. Opis i adekvatnost primenjenih naučnih metoda

U istraživanjima u okviru ove doktorske disertacije korišće su savremene tehnike karakterizacije materijala u svim fazama eksperimentalnih istraživanja. U početnim istraživanjima izvedena je karakterizacija polaznih konstituenata. Primenom XRD analize određeno je prisustvo kristalnih faza i orijentacija monokristalnog scintilacionog BSO dobijenog po metodi Czochralski. Ispitivanje optičkih svojstava kako polaznih konstituenata tako i kompozita izvedeno je primenom Raman spektroskopije, spektroskopske elipsometrije, a emisijski spektar metodom vremenski razložene laserski indukovane fluorescencije. Ostvarene veze u kompozitu i modifikovanom poimeru ispitana su primenom FTIR spektroskopije. Termička svojstva ispitana primenom DSC analize. Morfologija vlakana kao i struktura kompozita i raspodela čestica u kompozitu ispitana je skenirajućom elektronskom mikroskopijom (SEM). Mehanička svojstva su ispitivana metodom nanoindentacije i ispitivanjem na zatezanje.

### 3.4. Primenljivost ostvarenih rezultata

Postupci procesiranja kompozita i dobijanje vlakana, filmova i pločica kao i rezultati ispitivanja dobijenih materijala predstavljaju dobru osnovu za razvoj optičkih materijala za različite primene. Scintilacioni kompozitni materijali mogu naći mnoge potencijalne primene zbog njihove niske cene i lakoće procesiranja, visoke gustine i efikasnosti, veličine i kompaktnost u odnosu na druge scintilacione detektore. Ovi kompoziti mogu da se koriste za različite aplikacije koje uključuju spektroskopiju gama - zraka, za potrebe razvijanja ekonomski povoljnih heterogenih elektromagnetnih (EM) kalorimetara sa optičkim sistemom očitavanja, detekciju kontaminacije, geodetska i razna radiološka istraživanja za prisustvo gama - emijućih radio nucleida. Takođe se mogu koristiti kao bezbedonosni detektori, skeneri, luminiscentnih svetlovođa, lasera i senzora. Ovi detektori mogu da se koriste za laboratorijsku istraživačka delatnost kao što su obrada materijala nuklearnim tehnikama, do primene na terenu, kao što su prerade nuklearnog otpada i upravljanje, praćenje nuklearne reakcije, i praćenje transporta radioaktivnog materijala. Scintilaciona kompozitna vlakana mogli naći primenu u medicinskim tehnikama, radiologiji, endoskopiji i dozimetriji.

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

U toku izrade doktorske disertacije, kandidat je potuno osposobljen da samostalno i kritički napravi literaturni pregled, pripremi i realizuje eksperimente, kao i da analizira dobijene rezultate. Tokom izrade doktorske disertacije je ovladao jebrojnim tehnikama koje se koriste za karakterizaciju scintilacionih kompozitnih materijala a. 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 razumevanju uticaja vrste i koncentracije scintilatora kao i procesnih parametara na optička, termička i mehanička svojstva dobijenih scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom.

Naučni doprinos rezultata istraživanja ostvarenih u okviru ove doktorske disertacije je sledeći:

- Definisani su optimalni procesni parametri dobijanja kompozitnih filmova i nano i mikro vlakana
- Prema literaturnom pregledu prvi put je procesiran scintilacioni kompozitni materijal na bazi monokristalnog bizmut silicijum oksida sa poboljšanim optičkim i mehaničkim svojstvima u poređenju sa do sada objavljenim rezultatima sa drugim scintilatorima

- Razvijen je metod elektrosprednja za dobijanje nano i mikro vlakana poli(metilmetakrilata) dopiranog laserskom bojom Rodamin B sa ostvarenim fluorescentnim svojstvima za nove primene u nano i mikro fotonskim strukturama
- Uspostavljena je korelacija između procesnih parametara i postignutih optičkih, termičkih i mehaničkih svojstava dobijenih materijala

#### 4.2. Kritička analiza rezultata istraživanja

Predmet ove doktorske disertacije obuhvata istraživanja u oblasti funkcionalnih optoelektronskih kompozitnih materijala s polimernom matricom za primenu u elektronskim tehnologijama kao i u oblasti radiologije, dozimetrije, luminiscentnih svetlovođa, lasera i senzora. Posebno su intenzivna istraživanja u oblasti optičkih kompozita sa polimernom matricom koji su predmet disertacije gde se tradicionalno slabe strane polimera (niske vrednosti parametara mehaničke čvrstoće i loša termostabilnost) značajno poboljšavaju primenom malog udela scintilatora uz neznatan porast gustine. Posebno su detaljno istražene mogućnosti poboljšanja optičkih transmisionih svojstava polimernih vlakana u smislu modifikacija česticama scintilatora kako bi se dobile mogućnosti njihove primene i u oblasti jonuzujućeg zračenja. Na ovaj način će biti moguće dizajnirati scintilacione kompozitne materijale sa proširenim opsegom primene u zavisnosti od specifičnih funkcionalnih konstituenata- kompozitni scintilacioni filmovi na bazi jeftinijeg i dostupnijeg BSO za primenu u elektronskim tehnologijama i radiologiji, kao i fluorescentna nano i mikrovlakna za primenu u laserima.

#### 4.3. Verifikacija naučnih doprinosa

Iz disertacije su do sada objavljena tri rada: jedan u vrhunskom međunarodnom časopisu M21 i jedan rad u međunarodnom časopisu M23, kao i jeda rad u časopisu nacionalnog značaja M52.

##### Rad u vrhunskom međunarodnom časopisu (M21)

1. Dukali R.M., Radovic I., Stojanovic D.B., Uskokovic P.S., Romcevic N., Radojevic V., Aleksic R., Preparation, characterization and mechanical properties of Bi<sub>12</sub>SiO<sub>20</sub>-PMMA composite films, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 583, No. 15, pp 376-381, 2014, ISSN 0925-8388, IF 2012: 2.390 *Materials Science, Multidisciplinary*,48/239

##### Rad u međunarodnom časopisu (M23)

1. Dukali R. M., Radovic I. M., Stojanovic D. B., Sevic D. M., Radojevic V. J., Jocic D. M., Aleksic R. R., Electrospinning of laser dye rhodamine B-doped poly(methyl methacrylate) nanofibers, *J. Serb. Chem. Soc.* Vol. 79 (0) pp 1-19, 2014, ISSN: 0352-5139 (IF 2012: 0.423 *Chemistry, Multidisciplinary*, 100/152) doi:10.2298/JSC131014011D

##### Kategorija M52

1. Radović I., Dukali R., Yerro O., Stojanović D., Uskoković P., Radojević V., Aleksić R., Uticaj rastvarača na stabilnost procesa elektrosprednja polimernih nanovlakana, *Tehnika* 1/2014 , pp 19-26, 2014, ISBN: 0040-2176,

## 5. ZAKLJUČAK I PREDLOG

Rezultati istraživanja u okviru doktorske disertacije mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia doprinose povećanju nivoa znanja o strukturi i svojstvima scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom i mogućnostima poboljšanja polimernih optičkih vlakana dizajniranjem struktura kontrolisanog oblika i veličine na nano i mikrometarskoj skali.

Pregledom doktorske disertacije, Komisija je konstatovala da podneta doktorska disertacija ima sve neophodne sadržaje i da je napisana u skladu sa uobičajenim standardima. Izloženi materijal je 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 TMF-a da prihvati ovaj Referat i da se doktorska disertacija, mr Ramadan Al-Mukhtar Dukalia dipl. inž. pod naslovom „Sinteza i karakterizacija scintilacionih kompozitnih materijala sa polimernom matricom“ prihvati, izloži na uvid javnosti i uputi na konačno usvajanje Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu, te nakon završetka procedure, pozove kandidata na usmenu odbranu doktorske disertacije pred Komisijom u istom sastavu.

### ČLANOVI KOMISIJE

Prof. dr Vesna Radojević, van.prof.,  
Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu

.....

Prof. dr Radoslav Aleksić, red.prof.,  
Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu

.....

Prof. dr Petar Uskoković, red. prof.,  
Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu

.....

Dr Aleksandar Grujić, viši naučni saradnik,  
Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju, Univerziteta u Beogradu

.....

Dr Jelena Lamovec, naučni saradnik,  
Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju, Univerziteta u Beogradu

.....