

УНИВЕРЗИТЕТ У НОВОМ САДУ

ОБРАЗАЦ 6.

ТЕХНОЛОШКИ ФАКУЛТЕТ

ИЗВЕШТАЈ О ОЦЕНИ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

I ПОДАЦИ О КОМИСИЈИ	
1.	Датум и орган који је именовео комисију 06.04.2012. године, Наставно-научно веће Технолошког факултета у Новом Саду
2.	Састав комисије са назнаком имена и презимена сваког члана, звања, назива уже научне области за коју је изабран у звање, датума избора у звање и назив факултета, установе у којој је члан комисије запослен: 1. др Бранка Пилић, ванредни професор, Ментор Ужа научна област: Инжењерство материјала, Датум избора у звање: 13.09.2011. године Технолошки факултет, Универзитет у Новом Саду 2. др Драгослав Стоиљковић, редовни професор, Председник комисије Ужа научна област: Синтетски полимери, Датум избора у звање: 17.02.1999. године Технолошки факултет, Универзитет у Новом Саду 3. др Александар Маринковић, доцент, Ужа научна област: Органска хемија, Датум избора у звање: 29.04.2010. године Технолошко-металуршки факултет, Универзитет у Београду 4. др Јелена Павличевић, научни сарадник, Ужа научна област: Инжењерство материјала, Датум избора у звање: 23.02.2011. године Технолошки факултет, Универзитет у Новом Саду
II ПОДАЦИ О КАНДИДАТУ	
1.	Име, име једног родитеља, презиме: Оскар, Јожеф, Бера
2.	Датум рођења, општина, држава: 23.01.1985. Зрењанин, Србија
3.	Назив факултета, назив студијског програма дипломских академских студија – мастер и стечени стручни назив Технолошки факултет у Новом Саду, Синтетски полимери, Дипломирани инжењер технологије
4.	Година уписа на докторске студије и назив студијског програма докторских студија Школска година 2007/2008., Хемијско-технолошке науке, Инжењерство материјала

5. Назив факултета, назив магистарске тезе, научна област и датум одбране:

6. Научна област из које је стечено академско звање магистра наука:

III НАСЛОВ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:

Добијање и карактеризација суспензија наночестица и њихових композита

IV ПРЕГЛЕД ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:

Докторска дисертација је написана јасно и прегледно и садржи следећа поглавља:

1. Увод (стр. 1-2)
2. Теоријски део (стр. 3-18)
3. Експериментални део (стр. 19-35)
4. Резултати и дискусија (стр. 36-95)
5. Закључци (стр. 96-99)
6. Литература (стр. 100-108)

Рад садржи 108 страна А4 формата, 63 слика, 11 табела и 154 литературна цитата. Поред тога, у дисертацији је дата Кључна документацијска информација са изводом на српском и енглеском језику, у складу са важећим законским прописима.

V ВРЕДНОВАЊЕ ПОЈЕДИНИХ ДЕЛОВА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:

У првом поглављу дисертације, **Уводу**, истакнут је значај добијања наноструктурних материјала жељених својстава у савременим технологијама. Наглашено је да је пројектовање структуре керамичких и полимерних нанокомпозита веома значајно за напредак свемирске и војне технологије, фармакологије, аутомобилске, авио и електро индустрије, медицине и козметике. Разумевање структурирања хибридних материјала је неопходно за правилан избор врсте честице, савремене методе припреме и карактеризације суспензије наночестица, у циљу спречавања појаве агломерације, која доводи до погоршања крајњих својстава наноструктурних материјала. Истакнуто је да испитивање утицаја површине и присуства различитих сила између наночестица, као и математичко предвиђање услова производње, представља кључан корак за развијање метода пројектовања структуре композита жељених топлотних, механичких, реолошких и оптичких својстава. Један од циљева рада био је и проучавање утицаја методе синтезе и избора нанопунила на структуру, реолошко и топлотно понашање композита, добијених на основу стирена, метилметакрилата и акриламида у присуству различитих врста и удела честица (чађ, фулерен, силицијум(IV)оксид, алуминијум(III)оксид и титанијум(IV)оксид). Наглашено је да је посебна пажња била посвећена развијању одговарајућег кинетичког модела за описивање две различите реакције током полимеризације винилних мономера (реакцију првог реда и самоубрзање), ради испитивања утицаја дебљине међуфазног слоја полимера на честици на температуру преласка у стакласто стање полистиренских и полиметилметакрилатних нанокомпозита. Истакнуто је да је циљ дисертације био и проучавање утицаја величине угљеничних честица фулерена и чађи, молекулске масе полимера и индекса полидисперзности на вискозност полистиренских композита добијених таложењем из раствора. Посебна пажња је била посвећена оптимизацији поступка добијања керамичких производа методом ливења гела, ради чега је праћена полимеризација суспензије алуминијум(III)оксида у раствору неотровних мономера (метакриламида и N,N'-метиленбисакриламида) помоћу ин-ситу динамичке реологије. На почетку поглавља **Теоријски део**, истакнут је значај припреме суспензије наночестица за добијање наноструктурних материјала, описане су потешкоће при дисперговању наночестица и дате су методе значајне за физичку или хемијску промену површине пунила у циљу избегавања појаве агломерације у току припреме полимерних и керамичких нанокомпозита. Истакнуто је да присуство наночестица проузрокује настајање система са великом енергијом, услед велике специфичне површине коју те пунила поседују. Дат је детаљан опис узрока појаве агломерације (van der Waals-ових сила, водоничних веза, капиларних сила, адсорпције нечистоћа и предсинтеровање честица), наглашено је да је пажљивом контролом сила између честица, могуће припремити суспензије са диспергованим, слабо груписаним и јако груписаним

честицама. У **Теоријском делу** набраја се литература у којој се изучава процес добијања и испитивања својстава полимерних нанокмпозита. Дат је опширан приказ савремених метода синтезе наноструктурних материјала (ин-ситу полимеризација, умешање наночестица у раствор полимера и умешање наночестица у растоп полимера), које омогућују контролисање дисперзије наночестица у полимерној матрици. Наглашено је да су побољшана топлотна својства нанокмпозита (температура преласка у стакласто стање) проузрокована променом структуре и динамике саме полимерне матрице у присуству снажних сила између површина честица-честица и честица-полимер. Истакнуто је да величина и специфична површина честице, велика међуфазна површина и снажно међудејство између дисперговане фазе и полимерне матрице имају значајан утицај на својства полимерних нанокмпозита. Такође, у поглављу **Теоријски део**, описана је кинетика полимеризације винилних мономера (стирена и метилметакрилата), и истакнут је значај развијања кинетичког модела за квантитативно праћење утицаја присуства наночестица на промену кинетичких параметара (енергије активације и реда реакције). Истакнуто је да, иако постоје многе теорије које објашњавају појаву самоубрзања приликом радикалне полимеризације стирена, метилметакрилата и других винилних мономера, оне још нису у потпуности експериментално потврђене. Такође, дат је литературни преглед активног изучавања синтезе и својстава полистиренских (PS) и полиметилметакрилатних (PMMA) накомполитних материјала, који услед добрих оптичких и заштитних својстава налазе могућу примену за паковање и амбалажу. Истакнут је значај утицаја постојања међуфазног слоја полимера, од свега неколико нанометара од површине честице, на понашање система ојачаних са честицама силицијум(IV)оксида. Описани су различити начини припреме и припреме полиметилметакрилата са dobrим механичким и оптичким својствима. Наглашено је да структура и покретљивост међуфазног слоја PMMA/силицијум(IV)оксид нанокмпозитних материјала утичу на њихова својства, и да се многе методе, укључујући и диференцијално сканирајућу калориметрију, примењују за проучавање промене топлотног капацитета при прелазу у стакласто стање и енталпије релаксације пре поменутог прелаза. Такође, у **Теоријском делу**, је истакнут и значај добијања керамичких наноструктурних материјала из суспензија мономера. Дат је кратак опис метода за добијање керамичких одливака сложених облика на индустријском нивоу, које се састоје од неколико корака (синтеза прахова, обликовања, сушења и синтеровања). Објашњени су поступци за обликовање керамичких производа (обликовање керамичких тела једноосним и изостатским пресовањем, обликовање пластичних керамичких маса и обликовање керамичких тела из суспензија). Наглашено је да добијање керамичких производа путем ливења гела представља само једну од примена полиакриламидних хидрогелова где се може искористити познавање кинетике полимеризације акриламида и својства добијених гелова. Кинетика ин-ситу полимеризације која подразумева време индукције и вискоеластична својства гела, се може лако одредити и довести у везу са саставом гела и условима процеса. Праћење полимеризације керамичких суспензија помоћу ин-ситу динамичке реологије представља веома користан начин за повезивање својства керамичког производа са саставом гела и условима полимеризације.

У **Експерименталном делу** поновљен је циљ рада. Кандидат је описао основне карактеристике компоненти које су коришћене за добијање суспензија наночестица и њихових композита (мономера, иницијатора и убрзивача, полимера, дисперзаната и различитих наночестица). Детаљно су објашњени поступци припреме наноструктурних материјала. Наведени су описи добијања нанокмпозита полимеризацијом у маси (полимеризација стирена у присуству различите количине силицијум(IV)оксида, и полимеризација метилметакрилата у присуству различитих врста наночестица. Затим, приказан је процес припреме полистирен/силицијум(IV)оксид нанокмпозита методом отпаравања растварача. Такође, **Експериментални део** садржи и опис поступка добијања полистирен/угљеничних хибридних материјала применом методе брзог таложења, као и начин добијања керамичких производа желирањем суспензије алуминијум(III)оксида у раствору мономера. У раду су детаљно објашњене коришћене методе за испитивање својстава добијених суспензија наночестица и њихових композита. Утицај наночестица на кинетику радикалне полимеризације винилних мономера је испитиван помоћу диференцијално сканирајуће (DSC) методе. За испитивање структуре и морфологије полистирен/силицијум(IV)оксид нанокмпозита добијених методом испаравања растварача, коришћене су инфрацрвена спектроскопија са Фуријеовом трансформацијом (FT-IR) и сканирајућа електронска микроскопија (SEM). Ради утврђивања

утицаја удела хидрофобног силицијум(IV)оксида на топлотну постојаност полистиренских материјала, примењене су истовремена термогравиметријска и диференцијално сканирајућа анализа (TG-DSC). Такође, применом реолошких мерења, одређен је утицај величине честице фулерена C₆₀ и субмикронске честице чађи на реолошка својства полистиренских композита синтетисаних таложењем полимера из раствора. Велики број експерименталних метода говори о свеобухватном приступу пројектовања структуре и својстава суспензија наночестица и њихових композитних материјала.

Поглавље **Резултати и дискусија** се састоји из три целине. У овом поглављу докторске дисертације јасно и прегледно су приказани и дискутовани многобројни резултати. Први део обухвата добијање нанокомпозита ин-ситу полимеризацијом винилних мономера у присуству наночестица. Детаљно је приказан поступак добијања новог кинетичког модела који описује радикалну полимеризацију стирена у маси. Подаци о конверзији стирена, неопходни за развијање кинетичког модела, добијени су помоћу изотермних DSC термограма на различитим температурама. Добијени модел, који веома добро описује експерименталне податке, обухватио је реакцију првог реда и самоубрзање као две реакције које се одвијају током полимеризације винилних мономера. Кандидат је затим применом параметра изведене кинетичке једначине успешно развио нову, брзу и поуздану методу за одређивање структуре полистирен/силицијум(IV)оксид нанокомпозита, а пре свега дебљине међуфазног слоја полимера и њен утицај на температуру преласка у стакласто стање. Уочио је да је слој полистирена, ограничене покретљивости, на површини честице силицијум(IV)оксида релативно танак, што је проузроковало занемарљиве промене у вредности температуре преласка у стакласто стање полистиренских нанокомпозита. У циљу провере развијене методе, радикалном полимеризацијом метилметакрилата у маси одређен утицај врсте и величине наночестица (силицијум(IV)оксида, алуминијум(III)оксида и титанијум(IV)оксида) на дебљину међуфазног слоја полиметилметакрилата и температуру преласка у стакласто стање. Пораст величине честица, а самим тим и дебљине међуфазног слоја, довео је до пораста температуре преласка у стакласто стање полиметилметакрилатних хибридних материјала. Разматрањем утицаја хидрофилности површине честице уочено је да, за разлику од хидрофобних, хидрофилне честице утичу на процес полимеризације метилметакрилата. Други део поглавља **Резултати и дискусија** садржи резултате за полистиренске нанокомпозите добијене из раствора полимера. У овом делу су прво приказани резултати за полистирен/силицијум(IV)оксид нанокомпозите припремљене методом испаравања толуена као растварача. Разматран је утицај удела силицијум(IV)оксида на структуру и топлотна својства композита. FT-IR и SEM анализе су потврдиле равномерну расподелу нанопунила у полистиренској матрици. Применом термогравиметрије, кандидат је утврдио да највећу топлотну постојаност поседује узорак са 18 % м/м наночестица. На основу DSC резултата, добијена је једначина хиперболе која добро описује зависност температуре преласка у стакласто стање полистирена од удела силицијум(IV)оксида. Такође, приказани су резултати испитивања утицаја величине угљеничних честица (фулерен C₆₀ и чађи) на реолошка својства растопа полидисперзних полистиренских композита. На основу реолошких испитивања кандидат је уочио да је додаток честица чађи довео до повећања вискозности растопа у односу на чист полистирен код свих композита, док утицај додатка наночестица фулерена није био исти код свих композита и зависио је од расподеле молекулских маса полимерне матрице. У случајевима са нижим садржајем полимера испод критичне вредности молекулске масе потребне за преплетање ланаца (7 и 5,7 % м/м), фулерен није утицао на вискозност растопа, и она је била слична вредности вискозности за чист полистирен. Трећи део поглавља **Резултати и дискусија** садржи резултате испитивања желирања суспензије алуминијум(III)оксида у раствору мономера применом динамичке реологије. У овом делу, помоћу ин-ситу динамичке реологије, кандидат је успешно приказао систематску корелацију кинетике желирања (времена индукције и времена желирања) и својства гела (модула губитака и еластичности, комплексне вискозности) са саставом и температуром полимеризације суспензије алуминијум(III)оксида у воденом раствору мономера метакриламида и N,N'-метиленбисакриламида. Нађено је да керамичке суспензије показују знатно краће време индукције у односу на чист раствор мономера због јаког каталитичког деловања површине честица алуминијум(III)оксида на разградњу иницијатора и настајање слободних радикала. Каталитичка активност је зависила од врсте адсорбованих јона на површини честица и уочено је да је најјачи каталитички утицај постигнут применом цитратних јона присутних у дисперзанту „Dolapix CE 64“. Каталитички утицај честица је довео до тога да

полимеризација буде независна од количине убрзивача и омогућио је желирање керамичких суспензија испод собне температуре, без употребе убрзивача. Такође, приказан је утицај услова желирања на крајња својства добијених керамичких одливака и производа.

У оквиру поглавља **Закључци** кандидат је разложно и јасно сумирао резултате истраживања и правилно формулисао закључке. Јасно је представљен научни допринос дисертације изучавању и разумевању процеса пројектовања структуре и својстава суспензија наночестица и њихових композита.

Поглавље **Литература** садржи 154 литературна навода, међу којима се налази значајан број цитата новијег датума.

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

M21 – Рад у врхунском међународном часопису

1. **Bera Oskar**, Pavličević Jelena, Jovičić Mirjana, Stoiljković Dragoslav, Pilić Branka, Radičević Radmila, „The influence of nanosilica on styrene free radical polymerization kinetics”, *Polymer Composites* 33 (2012) 262-266.
[SCI 2010: IF 0.998; 7/24 Materials Science, Composites]

M22 – Рад у истакнутом међународном часопису

1. **Bera Oskar**, Pilić Branka, Pavličević Jelena, Jovičić Mirjana, Holló Berta, Mészáros Szécsényi Katalin, Špirkova Milena, „Preparation and thermal properties of polystyrene/silica nanocomposites”, *Thermochimica Acta* 515(1-2) (2011) 1-5.
[SCI 2010: IF 1.889, 33/71 Chemistry, Analytical]
2. **Bera Oskar**, Radicević Radmila, Stoiljković Dragoslav, Jovičić Mirjana, Pavličević Jelena, „A new approach for kinetic modeling of free radical bulk polymerization of styrene”, *Polymer Journal* 43 (2011) 826-831.
[SCI 2009: IF 1.386, 35/76 Polymer Science]

M23 – Рад у међународном часопису

1. **Bera Oskar**, Trunec Martin, „Oscillatory shear rheology of polystyrene melts filled with carbon black and fullerenes”, *Plastics, Rubber and Composites: Macromolecular Engineering*, Прихваћен 13.02.2012. године.
[SCI 2010: IF 0.486, 17/24 Materials Science, Composites]

M33 – Саопштења са међународног скупа штампана у целини

1. **Bera Oskar**, Radičević Radmila, Stoiljković Dragoslav, Jovičić Mirjana, Pavličević Jelena, “Modelling of free radical bulk polymerization of styrene”, 10th International Conference on Fundamental and Applied Aspects of Physical Chemistry „PHYSICAL CHEMISTRY 2010“, Belgrade, September 21-24, 2010, Proceedings, vol 2, p. 497-499.
2. **Bera Oskar**, Pavličević Jelena, Jovičić Mirjana, Pilić Branka, Radičević Radmila, “Polystyrene nanocomposites with different silica loading”, 4th Serbian Congress for Microscopy, Belgrade, October 11-12, 2010, Proceedings, p. 31-32.
3. **Bera Oskar**, Pilić Branka, Pavličević Jelena, Jovičić Mirjana, “Thermal characterization of polystyrene hybrid materials prepared using chemically modified silica”, II International Congress “Engineering, Ecology and Materials in the Processing Industry”, Jahorina, Bosnia and Herzegovina, March 09th to 11th 2011. Proceedings, p. 1136-1141

M34 – Саопштења са међународног скупа штампана у изводу

1. **Bera Oskar**, Pilić Branka, „Thermal characterization of polystyrene/silica nanocomposite” The First Workshop „Nanostructure ceramics and nanocomposites-Challenges and perspectives“, The book of abstracts, Novi Sad, Serbia, 3-6 december, 2009, p. 58

2. **Bera Oskar**, Pilić Branka, Meszaros Szecsenyi Katalin, Jovičić Mirjana, Pavličević Jelena, „Synthesis and properties of nanocomposites based on polystyrene and silica”, The Second Workshop “Structural and functional characterization of complex materials”, Chalkidiki, Greece, June 3-5, 2010, p. 47.
3. Jovičić Mirjana, **Bera Oskar**, Pavličević Jelena, Pilić Branka, „Preparation and properties of polystyrene nanocomposites with chemical treated silica particles for radical polymerization”, The Second Workshop “Structural and functional characterization of complex materials”, Chalkidiki, Greece, June 3-5, 2010, p. 48.
4. Pilić Branka, **Bera Oskar**, Pavličević Jelena, Jovičić Mirjana., Špirkova Milena, „Polystyrene/silica nanocomposites for multiphase optical multifunctionalities“ Fourth international workshop on photonic and electronic materials, July 5-7, San Sebastian, Spain, p. 55.
5. **Bera Oskar**, Pilić Branka, Špirkova Milena, Radičević Radmila, Jovičić Mirjana, Pavličević Jelena, „Synthesis and thermal characterization of polystyrene filled with hydrophobic fumed nanosilica“, COST Workshop: Nanoparticles surface (modified/unmodified) as a base for the interaction with polymer matrix, Novi Sad, September 23-24, 2010, The book of abstracts, p. 25.
6. Pilić Branka, **Bera Oskar**, Jovičić Mirjana, Pavličević Jelena, „Preparation and characterization of polystyrene filled with hydrophobic nanosilica”, Training school: Synthesis of hybrid organic-inorganic nanoparticles for innovative nanostructured composites, Naples, Italy, 28 February - 2 March 2011, The book of abstracts, p. 53.
7. **Bera Oskar**, Trunec Martin, “The gelation process in alumina suspensions with dissolved monomers” The Final Workshop: Processing of nanostructured ceramics and nanocomposites, Brno, Czech Republic, March 3-5, 2011, Programme and book of abstracts, p. 31.
8. Jovičić Mirjana, **Bera Oskar**, Pavličević Jelena, Pilić Branka, Radičević Radmila, „Polystyrene nanocomposites with chemically treated nanosilica for radical polymerization“, Multiphase polymers and polymer composites from nanoscale to macro composites, Conference and Training School, June 7 – 10, 2011, Paris-Est, Creteil University, France, The book of abstract, p. 46.
9. **Bera Oskar**, Trunec Martin., „The polymerization process of gelcasting suspensions based on fine alumina“, Multiphase polymers and polymer composites from nanoscale to macro composites, Conference and Training School, June 7 – 10, 2011, Paris-Est, Creteil University, France, The book of abstract, p. 91.

VII ЗАКЉУЧЦИ ОДНОСНО РЕЗУЛТАТИ ИСТРАЖИВАЊА

На основу изнесених теоријских претпоставки и експерименталних резултата, на крају су сажето дата најзначајнија запажања и потврде истраживања из области полимерних и керамичких наноструктурних материјала. Овим истраживањима остварени су следећи резултати:

- Уочено је да полимеризација стирена садржи исте карактеристичне тачке као и полимеризација алкилметакрилата: почетак самоубрзања (M), максимално самоубрзање (П), максимум брзине полимеризације (С), успорење са минимумом у тачки (Р) и крајњу конверзију (К).
- Развијен је нови кинетички модел који описује радикалну полимеризацију стирена у маси. Модел је успешно објединио реакцију првог реда и реакцију самоубрзања. Експериментални подаци конверзије стирена у зависности од времена су веома добро описани добијеном једначином.

- Једначина такође омогућава испитивање утицаја наночестица на кинетику полимеризације стирена и метилметакрилата. Добијени параметри су искоришћени у циљу развијања потпуно новог поступка за одређивање структуре добијених нанокомпозита, а пре свега дебљине међуфазног слоја полимера и њеног утицаја на температуру преласка у стакласто стање.
- Успешно су припремљени нанокомпозити полистирена са различитим уделом хидрофобног силицијум(IV)оксида (1, 3 и 5 % м/м) радикалном полимеризацијом у маси. Претходно развијен кинетички модел помоћу изотермне DSC методе на различитим температурама је успешно примењен за описивање полимеризације смеше стирен/силицијум(IV)оксид. Утврђено је да енергије активације за реакцију првог реда и самоубрзање не зависе од удела силицијум(IV)оксида и добијене вредности износе $E_{a1} = 43,0$ кЈ/мол и $E_{a2} = 58,5$ кЈ/мол, редом. Закључено је да хидрофобни силицијум(IV)оксид нема утицај на механизам радикалне полимеризације стирена у маси, што је касније потврђено и у случају метилметакрилата. У циљу испитивања утицаја наночестица на својства полистирен/силицијум(IV)оксид хибридних материјала, водећи се теоријом организације мономера, кандидат је развио брзу, нову и поуздану методу за одређивање дебљине међуфазног слоја полимера на површини честице, што је од великог значаја за разумевање структуре и својства полимерних нанокомпозита. Помоћу успешно развијене методе пронађено је да је слој полистирена, ограничене покретљивости, на површини честице силицијум(IV)оксида релативно танак ($d = 1,4$ nm), те самим тиме нису ни забележене промене у вредности температуре преласка у стакласто стање полистиренских нанокомпозита ($T_g = 98,5 \pm 1$ °C).
- Методом радикалне полимеризација метилметакрилата у маси успешно су припремљени нанокомпозити са 1 % в/в различитих хидрофобних и хидрофилних честица (силицијум(IV)оксида, алуминијум(III)оксида и титанијум(IV)оксида). Одређен је утицај врсте и димензије наночестица на дебљину међуфазног слоја. Хидрофилна површина честица је убрзала распад иницијатора и утицала на полимеризацију мономера на површини, што је довело до веће дебљине међуфазног слоја у односу на хидрофобне честице. Услед смањене покретљивости полимерних ланаца под утицајем површине честица, повећање дебљине слоја је узроковало линеарни раст температуре преласка у стакласто стање. У случају малих честица (мале дебљине слоја) дошло је до смањења вредности T_g у односу на чист полиметилметакрилат. Израчунато је да дебљина слоја од 1,4 nm не доводи до промене температуре преласка у стакласто стање.
- Успешно је припремљена серија полистирен/силицијум(IV)оксид нанокомпозита методом испаравања толуена као растварача. FT-IR и SEM анализе су потврдиле равномерну расподелу нанопунила у полистиренској матрици. Присуство већих агломерата у узорцима са 30 % м/м силицијум(IV)оксида утицало је на смањење топлотне постојаности полистиренских хибридних материјала. Применом термогравиметрије, утврђено је да највећу топлотну постојаност поседује узорак са 18 % м/м наночестица. На основу DSC резултата, предложена једначина хиперболе добро описује зависност температуре преласка у стакласто стање полистирена од удела силицијум(IV)оксида. Раст вредности T_g са порастом удела пунила је постигнут јаким међудејством између полистирена и наночестица. Брзина промене температуре преласка у стакласто стање полистирена је значајна до 20 % м/м силицијум(IV)оксида, што је у сагласности са TG-DTG и SEM резултатима.
- Фулерен C_{60} и честице чађи су коришћене у циљу испитивања утицаја величине честица на реолошка својства растопа полидисперзних полистиренских композита. Додатак честица чађи је довео до повећања вискозности растопа у односу на чист полистирен код свих композита. Утицај додатка наночестица фулерена није био исти код свих композита и зависио је од расподеле молекулских маса полимерне матрице. Код полимера са 8,5 % м/м ланаца молекулске масе испод критичне вредности потребне за преплетање, додаток фулерена и чађи је довео до пораста вискозности. У случајевима са нижим садржајем полимера испод критичне вредности молекулске масе (7 и 5,7 % м/м), фулерен није утицао на вискозност растопа, и она је била слична вредности вискозности за чист полистирен. Фулерен није довео до смањења вискозности полистирен/чађ микрокомпозита. Вискозност композита полистирена и смеше фулерен/чађ је била иста као и за композит који је садржао

само чађ.

- Ин-ситу динамичка реологија је успешно примењена за систематску корелацију кинетике желирања (времена индукције и времена желирања) и својства гела (модула губитака и еластичности, комплексне вискозности) са саставом и температуром суспензије алуминијум(III)оксида у воденом раствору мономера метакриламида и N,N'-метиленбисакриламида. Нађено је да керамичке суспензије показују значајно краће време индукције у односу на чист раствор мономера због јаког каталитичког деловања честица алуминијум(III)оксида на разградњу иницијатора амонијум персулфата (APS) и настајање слободних радикала. Каталитичка активност је зависила од врсте адсорбованих јона на површини честица. Каталитички утицај честица у присуству дисперзанта „Dolarix CE 64” је довео до тога да полимеризација буде независна од количине убрзивача и омогућио је желирање керамичких суспензија испод собне температуре, без употребе убрзивача. Гранична вредност површине честица при којој се постиже највећа каталитичка разградња иницијатора је износила 12000 м²/ммол APS. Енергија активације желирања суспензије алуминијум(III)оксида стабилизоване са „Dolarix CE 64” и иницираног APS-ом је износила 58 кЈ/мол. Еластичност добијених гелова је зависила од удела керамичког праха. Модул еластичности керамичких гелова је достигао максималну вредност при уделу алуминијум(III)оксида од 35 % в/в и нагло је опао изнад 40 % в/в. Промена услова полимеризације није довела до промене у хомогености паковања честица у одливку као ни у густинама синтерованих керамичких производа.

VIII ОЦЕНА НАЧИНА ПРИКАЗА И ТУМАЧЕЊА РЕЗУЛТАТА ИСТРАЖИВАЊА

Докторска дисертација Оскара Бере, дипл. инж. технологије, под насловом: „Добијање и карактеризација суспензија наночестица и њихових композита“ произашла је из веома обимног лабораторијског истраживања. Добijени резултати су јасно и прегледно приказани у табелама и дијаграмима и тумачени на основу литературних података и теоријских поставки. Јасно су назначена достигнућа дисертације и значај резултата остварених у овом раду који су од изузетног научног и практичног значаја.

IX КОНАЧНА ОЦЕНА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:

1. Да ли је дисертација написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме Докторска дисертација под насловом „Добијање и карактеризација суспензија наночестица и њихових композита“, кандидата Оскара Бере, дипл. инж. технологије, је у потпуности написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме.
2. Да ли дисертација садржи све битне елементе Докторска дисертација садржи све елементе који су значајни за овакву врсту рада.
3. По чему је дисертација оригиналан допринос науци Резултати докторске дисертације Оскара Бере, дипл. инж., под насловом „Добијање и карактеризација суспензија наночестица и њихових композита“ значајно доприносе изучавању и разумевању полимерних и керамичких наноструктурних материјала. Пажња је била посвећена савременим методама синтезе, као и испитивању утицаја нанопунила на структуру, реолошко и топлотно понашање хибридних материјала, добијених на основу стирена, метилметакрилата и акриламида у присуству различитих врста и удела честица (чађ, фулерен, силицијум(IV)оксид, алуминијум(III)оксид, титанијум(IV)оксид). Развијањем потпуно новог, једноставног и поузданог кинетичког модела који описује два различита ступња током полимеризације винилних мономера (реакцију првог реда и самоубрзање), кандидат је одредио дебљину међуфазног слоја полимера на површини честице, што је од изузетног значаја за разумевање структуре и својства полимерних нанокомпозита (нарочито температуре преласка у стакласто стање добијених полистиренских и полиметилметакрилатних нанокомпозита). Допринос ове докторске дисертације представља детаљно испитивање утицаја начина припреме полимерних нанокомпозита на морфологију, промену фазног прелаза, као и на топлотну постојаност хибридних материјала. Одређен је удео силицијум(IV)оксида при

којем се постиже највеће побољшање топлотне постојаности полистиренских нанокомпозита. Испитан је утицај величине честица фулерена C₆₀ и субмикронске честице чађи на реолошка својства полидисперзних полистиренских композита. Применом ин-ситу реологије, постигнути су значајни резултати у области испитивања полимеризације приликом желирања суспензије наночестица алуминијум(III)оксида у воденом раствору мономера метакриламида и N,N'-метиленбисакриламида, где је уочена јака каталитичка активност пунила на настајање слободних радикала.

Осим великог научног доприноса у тумачењу полимеризације мономера, у коме су дисперговане наночестице, ова докторска дисертација је веома значајна за област технологије структурираних наноматеријала указујући на њихове бројне примене не само као класичних керамичких и полимерних композита за аутомобилску, електронску и авио индустрију, већ и у козметици, фармакологији и у медицини за израду импланата, због неотровности и одговарајуће биопостојаности и биокompatibilности проучаваних наноструктурних материјала.

4. Недостаци дисертације и њихов утицај на резултат истраживања
Докторска дисертација нема недостатака.

X ПРЕДЛОГ:

На основу укупне анализе, ценећи труд уложен у експериментална истраживања и примену теоријских концепата полимерних и керамичких наноструктурних материјала, Комисија даје позитивну оцену докторске дисертације Оскара Бере, дипл. инж., технологије. Увидом у научне радове из области полимерних нанокомпозита и керамичких материјала, објављене у врхунским и истакнутим међународним часописима, као и великог броја презентованих саопштења на научним скуповима, Комисија са задовољством предлаже Наставно-научном већу Технолошког факултета и Сенату Универзитета у Новом Саду да се докторска дисертација под насловом „Добијање и карактеризација суспензија наночестица и њихових композита“, кандидата дипл. инж. технологије Оскара Бере прихвати, а кандидату одобри одбрана.

др Драго

исије