

NASTAVNO-NAUČNOM VEĆU

Predmet: Referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna.

Odlukom br. 35/76 od 07.03.2019. godine, imenovani smo za članove Komisije za pregled, ocenu i odbranu doktorske disertacije kandidata Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna, pod naslovom:

„Procesiranje i karakterizacija hibridnih kompozita na bazi polietilena visoke molarne mase“

Posle pregleda dostavljene Disertacije i drugih pratećih materijala i razgovora sa kandidatom, Komisija je sačinila sledeći

REFERAT

1. UVOD

1.1. Hronologija odobravanja i izrade disertacije

- Školske 2009/10 godine kandidat Jelena Zec upisala se na doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu iz oblasti inženjerstva materijala.
- Sve ispite položila je sa ocenom 9,46 i završni ispit odbranila je 9.6.2015.
- Školske 2016/17 kandidat Jelena Zec, master inženjer grafičkog inženjerstva i dizajna upisala je drugi put doktorske akademske studije na Univerzitetu u Beogradu, Tehnološko – metalurški fakultet, studijski program Inženjerstvo materijala.
- 29.12.2016. na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko – metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu doneta je Odluka (br. 35/661) o imenovanju članova Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna pod naslovom „Procesiranje i karakterizacija hibridnih kompozita na bazi polietilena visoke molarne mase“.
- 20.04.2017. na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko – metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu doneta je Odluka (br. 35/91) o prihvatanju Referata Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna i odobrava se izrada doktorske disertacije pod nazivom: „Procesiranje i karakterizacija hibridnih kompozita na bazi polietilena visoke molarne mase“. Za mentora se određuje dr Radmila Jančić – Heinemann, redovni professor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet, uz saglasnost Komisije za treći stepen Fakulteta.

- 08.06.2017. na sednici Veća naučnih oblasti tehničkih nauka, Univerziteta u Beogradu, data je Saglasnost (po Odluci br.1037/1) na predlog teme doktorske disertacije Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna pod nazivom: „Procesiranje i karakterizacija hibridnih kompozita na bazi polietilena visoke molarne mase“.
- 07.03.2019. na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko – metalurškog fakulteta, Univerziteta u Beogradu, doneta je Odluka br. 35/76 o imenovanju Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna pod nazivom: „Procesiranje i karakterizacija hibridnih kompozita na bazi polietilena visoke molarne mase“, u sastavu:
 1. Dr Vesna Radojević, redovni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet
 2. Dr Dušica Stojanović, viši naučni saradnik Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet
 3. Dr Aleksandar Marinković, vanredni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet
 4. Dr Aleksandra Milutinović – Nikolić, naučni savetnik Univerziteta u Beogradu, Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju
 5. Dr Nataša Tomić, naučni saradnik Inovacionog centra Tehnološko-metalurškog fakulteta u Beogradu

1.2. Naučna oblast disertacije

Istraživanja u okviru ove doktorske disertacije pripadaju naučnoj oblasti Tehnološko inženjerstvo u užoj naučnoj oblasti Inženjerstvo materijala, za koju je matičan Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu. Mentor je dr Radmila Jančić-Heinemann, redovan profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu.

1.3. Biografski podaci o kandidatu

Jelena R. Zec rođena je 13. 02. 1973. u Knjaževcu. Zaršila je master studije na Fakultetu tehničkih nauka Univerziteta u Novom Sadu 2009. godine, smer Grafičko inženjerstvo i dizajn, sa prosečnom ocenom 8,59. Master rad odbranila je sa ocenom 10. Doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu Univerziteta u Beogradu upisala je školske 2009/10. godine na studijskom programu Inženjerstvo materijala. Nakon pauze u studiranju obnovila je upis doktorskih studija školske 2016/17. godine. U okviru doktorskih studija položila je sve ispite predviđene studijskim programom sa prosečnom ocenom 9,46 i odbranila je Završni ispit pod naslovom: „Hibridni balistički kompozitni materijali keramika, polimeri“ sa ocenom 10 i nakon toga počela pripreme za izradu doktorske teze. Tokom izrade doktorske disertacije objavila je dva naučna rada u međunarodno priznatim časopisima i jedan rad u časopisu nacionalnog značaja.

2. OPIS DISERTACIJE

2.1. Sadržaj disertacije

Doktorska disertacija kandidata Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna napisana je na srpskom jeziku i sadrži 121 stranu A4 formata, 47 slika, 8 tabela i 129 literaturna navoda.

Doktorska disertacija obuhvata sledeća poglavlja: Rezime (na srpskom i engleskom jeziku), Uvod, Teorijski deo (Polimeri, Kompoziti, Kopolimer etilena i vinil-acetata (EVA), Ojačanja, Polietilen veoma visoke molarne mase – UHMWPE i Aluminijum oksid), Eksperimentalni deo (Uvod, Korišćeni materijali, Sinteza čestica aluminijum oksida, Modifikacija čestica GLYMO silanom, Delimična hidroliza EVA, Hemijsko nagrizanje UHMWPE vlakana, Priprema hibridnih kompozita, Metode karakterizacije), Rezultati i diskusija (FT-IR analiza, Raman spektroskopija, NMR spektroskopija, FE-SEM analiza mikrostrukture, Distribucija čestica, Optička mikroskopija u proučavanju kompatibilnosti, Ugao kvašenja, Termogravimetrijska analiza, DSC analiza, Ispitivanje zatezanjem), Zaključak, Literatura, Biografija, Izjava o autorstvu, Izjava o istovetnosti štampane i elektronske verzije doktorskog rada i Izjava o korišćenju.

2.2. Kratak prikaz pojedinačnih poglavlja

U uvodnom delu prikazan je predmet, sadržaj i cilj doktorske disertacije. Predmet ove doktorske disertacije obuhvata istraživanja u oblasti izrade hibridnih kompozitnih materijala u obliku užadi i njihovu karakterizaciju u zavisnosti od vrste punioca, sa posebnim akcentom na različite metode modifikacije konstituenata.

U okviru prvog poglavlja **Teorijskog dela** dat je kratak istorijski pregled razvoja polimera, njihova klasifikacija i osnovne karakteristike. Drugo poglavlje – Kompoziti obuhvata istoimene materijale u kome su opisana kako njihova tipična svojstva, tako i svojstva koja doprinose unapređenju karakteristika ovakve vrste materijala. U nastavku (poglavlje 3) predstavljena su svojstva kopolimera etilena i vinil-acetata (EVA), kao matrice hibridnog kompozita u zavisnosti od udela vinil-acetata u ovom kopolimeru, kao i mehanizam njegove parcijalne hidrolize koja ima ulogu poboljšanja kompatibilnosti sa puniocima i UHMWPE vlaknima. Četvrto poglavlje obuhvata pregled različitih vrsta punioca koji se dodaju u izradi kompozitnih materijala. Poglavlje 5 pod naslovom Polietilen veoma visoke molarne mase – UHMWPE opisuje polimer koji je u disertaciji korišćen kao ojačanje za izradu hibridnog kompozitnog materijala unapređenih karakteristika.

S obzirom na to da je cilj disertacije izrada i karakterizacija specifičnog kompozitnog materijala poboljšanih fizičko-mehaničkih svojstava, posebnim poglavljem (poglavlje 6) je obuhvaćen aluminijum oksid, koji je korišćen kao ojačanje u matrici hibridnog kompozita. Takođe, u okviru ovog poglavlja opisan je mehanizam modifikacije površine čestica ovog oksida organosilanima u cilju poboljšanja disperzije u polimernoj matrici i ojačanja hibridnog kompozitnog materijala putem ostvarivanja bolje veze matrica-ojačanje.

U okviru uvoda Eksperimentalnog dela predstavljen je kratak opis metoda karakterizacije koje su rađene u okviru disertacije. U narednom poglavlju dat je pregled korišćenih materijala i procesiranja uzoraka. S obzirom na to da je aluminijum oksid u osnovi nekompatibilan sa polimernom matricom (EVA), u okviru poglavlja 9 opisan je postupak sinteze novog tipa

čestica aluminijum oksida dopiranih gvožđe oksidom kako bi se ispitao uticaj kristalne strukture i površinskih svojstava čestica na stepen disperzije u EVA matrici kao i mogućnosti za poboljšanje mehaničkih svojstva hibridnog kompozita. Kao modifikator površine korišćen je 3-glicidiloksipropil-trimetoksilan (GLYMO). Modifikacija površine čestica vršena je netretiranim (komercijalnim) i hidrolizovanim (umreženim) GLYMO. Prilikom modifikacije čestica netretiranom GLYMO došlo je do stvaranja kovalentnih veza reakcijom funkcionalnih alkoksi grupa silana (metoksi) sa OH grupama na površini oksida. U slučaju tretiranja čestica hidrolizovanim silanom, nakon inicijalne hidrolize silana i kondenzacije oligomera, prvo su stvorene vodonične veze između GLYMO i OH grupa na površini čestica, a zatim je došlo do hemijskog vezivanja i stvaranja Si-O-Si i Al-O-Si kovalentnih veza. Na osnovu poznatih karakteristika organosilana i njihovog uticaja u modifikaciji površine neorganskih oksida, u nastavku je opisan postupak modifikacije čestica aluminijum oksida u cilju kasnijeg ispitivanja uticaja svih primenjenih modifikacija na karakteristike dobijenog hibridnog kompozitnog materijala. Delimična hidroliza kopolimera EVA (poglavlje 11) rađena je kako bi se modifikacijama koje se odvijaju na reaktivnim mestima osnovnog lanca dobio pogodan kopolimer koji čine hidrofilne vinil-alkoholne grupe i hidrofobne etilen i vini-acetatne grupe. Na taj način se povećava stepen adhezije sa nepolarnim polimerom kao što je UHMWPE. S obzirom na to da je UHMWPE nepolaran polimer, njegove međupovršinske veze sa polimernom matricom su veoma slabe. U okviru narednog poglavlja opisan je postupak „nagrizanja“, odnosno oksidacije površine vlakana kako bi se kasnije ispitao njegov efekat na poboljšanje adhezivnih svojstava sa EVA matricom. Eksperimentalna istraživanja bila su usmerena u pravcu primene različitih kombinacija svih konstituenata, izrade i karakterisanja uzoraka hibridnog kompozitnog materijala na bazi polietilena visoke molarne mase, EVA kopolimera kao matrice i čestica kao punioca, kako bi se na kraju, ispitivanjem uticaja primenjenih modifikacija na strukturu i mehanička svojstva, odabrao hibridni kompozit najboljih mehaničkih svojstava. Takođe, pored čistog i delimično hidrolizovanog EVA kopolimera, kao matrice, nemodifikovanih UHMWPE vlakana i vlakana tretiranih smešom hromne i sumporne kiseline, u izradi hibridnog kompozitnog materijala su pripremljene različite vrste nemodifikovanih i modifikovanih čestica ojačanja sa različitim masenim udelima u kompozitu (1, 3 i 5% mas. udela). U poglavlju 14 dat je opis primenjenih metoda karakterizacije i obuhvata: FT-IR spektroskopiju, Raman spektroskopiju, NMR spektroskopiju, SEM mikroskopiju, optičku mikroskopiju, analizu slike, ispitivanje termičkih svojstava i ispitivanje mehaničkih svojstava zatezanjem.

U okviru dela doktorske disertacije **Rezultati i diskusija** prvo su prikazani rezultati FT-IR, Raman i NMR spektroskopije. Na osnovu FT-IR analize potvrđeno je da se kod delimično hidrolizovanog EVA kopolimera javlja pik koji ukazuje na prisustvo potrebnih OH grupa. Istom analizom je utvrđeno da su se kod hemijski modifikovane površine UHMWPE vlakana formirale OH grupe koje imaju ulogu poboljšanja međupovršinske veze između vlakna i matrice. Spektri za različite morfološke oblike aluminijum-oksidnih čestica (komercijalnih nano čestica – n-Al₂O₃, komercijalnih viskera aluminijum-oksida – w-Al₂O₃, sol-gel sintetisanih čestica aluminijum-oksida – μ-Al₂O₃ i oksidom gvožđa dopiranih aluminijum-oksidnih čestica – Fe-Al₂O₃) pokazali su da su se n-Al₂O₃ čestice pokazale kao potencijalno dobar izbor za ojačanja zbog uočenih OH grupa koje doprinose uspostavljanju većeg broja međumolekulskih dipol-dipol interakcija sa EVA matricom. Međutim, dodatna ispitivanja su ukazala da čestice Fe-Al₂O₃ modifikovane hidrolizovanim GLYMO, bog veće količine deponovanih reaktivnih grupa silana (Si-O-H, Si-O-Al i Si-O-Si) na površini čestica predstavljaju bolji izbor za ojačanje kompozitnog materijal, što kasnije FT-IR analizom potvrđeno.

Raman spektroskopija pokazala je dominaciju oktaedarske AlO_6 koordinacije za $n\text{-Al}_2\text{O}_3$ i $w\text{-Al}_2\text{O}_3$ čestice, i AlO_4 tetraedarsko stanje za sintetizovane $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ i $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3$. Navedeni rezultati ukazuju na to da $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ i $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3$ čestice imaju uređeniju kristalnu strukturu u odnosu na $n\text{-Al}_2\text{O}_3$ i $w\text{-Al}_2\text{O}_3$ što vodi ka boljim efektima ojačavanja. Dodatno, upoređivanjem navedenih vrsta čestica koje su modifikovane nehidrolizovanim i hidrolizovanim GLYMO silanom može se zaključiti da sve čestice modifikovane hidrolizovanim silanom pokazuju bolje karakteristike. Među njima se izdvajaju $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}$ čestice koje nisu pogodne kao ojačanja zbog OH grupa koje već postoje na njihovoj površini, te nije moguće potpuno vezivanje OH grupa oksida sa reaktivnim alkosi grupama hidrolizovanog silana. Na osnovu navedenog, zaključak je da su $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}$ čestice najpogodnije kao ojačanja u procesu sinteze hibridnog kompozitnog materijala jer je ostvarena kovalentna veza reakcijom trialkosi grupa silana i hidroksilnih grupa na površini čestica. NMR spektroskopija je pokazala prisustvo protona za hidrolizovani EVA kopolimer koji je pripisan OH grupama. Takođe na osnovu NMR spektra određen je i stepen hidrolize koji je iznosio 43,6%.

Zahvaljujući osetljivosti FE-SEM mikroskopa bilo je moguće analizirati mikrostrukturu čestica ($n\text{-Al}_2\text{O}_3$, $n\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{S}$, $n\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}$, $w\text{-Al}_2\text{O}_3$, $w\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{S}$, $w\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}$, $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{S}$, $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}$, $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$, $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{S}$, $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}$) kako bi se odredio uticaj primene modifikacije na stepen disperzije u EVA matrici. S obzirom na to da su prethodno dobijeni rezultati pokazali da $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ čestice modifikovane hidrolizovanim silanom predstavljaju najbolji izbor u izradi hibridnog kompozita, uočene tendencije stvaranja aglomerata mogu se pravići tokom pripreme kompozita primenom tehnika za dispergovanje aglomerata kao što je korišćenje ultrazvuka.

Pored već izvršenih analiza, dodatno je pod mikroskopom posmatrana raspodela čestica u matrici. Dodatkom čestica u delimično hidrolizovani EVA (EVAOH) postiže se bolja disperzija u odnosu na EVA matricu usled većeg broja ostvarenih interakcija – formiranih vodoničnih veza između matrice i površinskih hidroksilnih grupa čestica. Navedeno zapažanje je uticalo na odabir EVAOH kopolimera kao matrice. Na osnovu ranije dobijenih rezultata, gde je utvrđeno da najbolje karakteristike pokazuju $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ čestice, izvršeno je ispitivanje mikrostruktura kompozita u tamnom polju samo za ovu grupu čestica. Analiza je pokazala da su najbolje dispergovane čestice modifikovane hidrolizovanim GLYMO silanom u EVAOH matrici, odnosno u ovom kompozitu su ostvarene najbolje interakcije između čestica i matrice. Ostali uzorci ($\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{EVA}$, $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{S}/\text{EVA}$, $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}/\text{EVA}$, $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{EVAOH}$ i $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{S}/\text{EVAOH}$) pokazali su slabiju disperziju i tendenciju stvaranja aglomerata. Najveći stepen aglomeracije je primećen za $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3/\text{HS}/\text{EVA}$ usled malog sadržaja OH grupa u EVA i velikog broja OH grupa prisutnih na površini čestica, što zajedno još više ističe nekompatibilnost organske matrice i neorganskih punioca. Optičkim mikroskopom upoređivani su procesi geliranja EVA i EVAOH kopolimera pri čemu je uočeno da je geliranje sporije kod EVA kopolimera u odnosu na EVAOH usled manjeg prisustva vodoničnih veza koje zapravo ubrzavaju proces. S obzirom na to da su mehanička svojstva hibridnog kompozitnog materijala od suštinskog značaja u okviru ispitivanja u doktorskoj disertaciji, potrebno je bilo izvršiti dodatne analize i potvrditi rezultate koji su se odnosili na kompatibilnost UHMWPE vlakana i EVA matrice u zavisnosti od primenjenih modifikacija na oba konstituenta. U tu svrhu određen je ugao kvašenja kompozita. Dobijeni rezultat je pokazao da je najbolja komptaibilnost usled najmanjeg ugla kvašenja postignuta između netretiranih vlakana i delimično hidrolizovane matrice.

Termička stabilnost odabranih uzoraka (EVA, PE, EVA/PE, Fe-Al₂O₃/EVA/PE, n-Al₂O₃/EVA/PE i w-Al₂O₃/EVA/PE) ispitana je primenom TG, DTG i DSC metoda karakterizacije. Na osnovu dobijenih rezultata sa TG/DTG dijagrama zaključeno je da je dodatak Fe-Al₂O₃ čestica modifikovanih hidrolizovanim GLYMO najviše imao uticaja na povećanje ukupne termičke stabilnosti hibridnog kompozita u odnosu na druge uzorke koji sadrže nemodifikovan silan, usled hemijskih reakcija površinskih OH grupa oksida sa reaktivnim Si-O-Si i Al-O-Si grupama hidrolizovanog silana i ostvarivanja većeg broja hemijskih interakcija. Rezultati temperatura topljenja dobijenih primenom DSC analize u saglasnosti su sa rezultatima dobijenim TG/DTG metodama, odnosno najvišu temperaturu topljenja tj. stabilnost imali su hibridni kompoziti ojačani Fe-Al₂O₃ česticama.

Ispitivanje zatezanjem izvedeno je u cilju određivanja zatezne čvrstoće kompozitnih snopova kako bi se sumirali rezultati prethodnih ispitivanja i definisao hibridni kompozitni material najboljih karakteristika. Upoređivanjem dobijenih rezultata nakon testa na zatezanje najbolje rezultate je pokazao hibridni kompozitni materijal Fe-Al₂O₃/HS/PE/EVAOH kod koga je maseni udeo punioca bio 3%.

U poslednjem delu rada data je tabela zateznih čvrstoća pripremljenih hibridnih kompozitnih materijala za sve kombinacije matrice, vlakana i različitih masenih udela ojačanja.

U okviru **Zaključka** koncizno su izneti postignuti rezultati u istraživanju, a koji odgovaraju postavljenim ciljevima disertacije.

Na kraju je dat spisak korišćenje Literature, Biografija kandidata, Izjava o autorstvu, Izjava o istovetnosti štampane i elektronske verzije doktorskog rada i Izjava o korišćenju.

3. OCENA DISERTACIJE

3.1. Savremenost i originalnost

Hibridni kompozitni materijali na bazi polietilena visoke molarne mase (*eng. Ultra High Molecular Weight Polyethylene – UHMWPE*) u obliku vlakana imaju široku primenu u vojnoj, građevinskoj i pomorskoj industriji. Izrada ovakve vrste kompozita predstavlja izazov jer je neophodno istovremeno uspostaviti kompatibilnost između nekoliko vrsta materijala različitih karakteristika i kao krajnji rezultat dobiti materijal očekivanih svojstava. Primarni cilj ove doktorske disertacije je sinteza hibridnog kompozita poboljšanih mehaničkih svojstava i njegova primena u izradi užadi. Na osnovu procene uticaja komercijalnih neorganskih ojačanja matrice i sintetisanih čestica aluminijum oksida dopiranih gvožđe oksidom na mehanička svojstva hibridnog kompozita sa polimernom matricom na bazi kopolimera etilena i vinil-acetata ojačanog UHMWPE vlaknima rađena su ispitivanja strukturnih i mehaničkih svojstava kako bi se definisalo koja kombinacija korišćenih konstituenata pruža najbolje karakteristike koje zadovoljavaju postavljene zahteve.

U cilju poboljšanja adhezivnih svojstava, matrica je delimično hidrolizovana kako bi se formirao veći broj reaktivnih OH grupa koje su imale funkciju obezbeđenja bolje interakcije sa puniocima i ojačanjem. U izradi i ispitivanju hibridnih kompozita korišćena su dva tipa UHMWPE vlakana – netretirana i površinski modifikovana vlakna hromnom kiselinom a površina čestica Al₂O₃ je modifikovana nehidrolizovanim i hidrolizovanim GLYMO.

Prezentovana istraživanja daju novi pristup u ispitivanju međupovršinskih efekata, interakcija i stepena ojačanja između UHMWPE vlakana i matrice uz dodavanje različitih vrsta čestica aluminijum oksida kako bi se ispitaio njihov uticaj na povećanje termičke stabilnosti i zatezne čvrstoće dobijenih hibridnih kompozitnih materijala kao i na ostvarivanje bolje veze između matrice i ojačanja u obliku polimernih vlakana visoke čvrstoće.

3.2. Osvrt na referentnu i korišćenu literaturu

U disertaciji je citirano 129 referenci od kojih je veliki broj referenci nastao u poslednjih 10 godina. Modifikacija različitih vrsta polimera i neorganskih supstanci, predstavlja oblast u kojoj se obavljaju savremena istraživanja. Pregled literature pružio je osnovu za sagledavanje karakteristika ranije dobijenih kompozitnih materijala na osnovu koje su, u toku rada, primenjivane različite metode i materijali kako bi se kreirao hibridni kompozitni materijal unapređenih mehaničkih karakteristika. Literaturni navodi su korišćeni za potkrepljivanje zaključaka i analizu rezultata. Takođe, literaturni pregled je obuhvatio i prikaz različitih metoda koje su korišćene za karakterizaciju kompozitnih materijala.

3.3. Opis i adekvatnost primenjenih naučnih metoda

Prilikom karakterizacije hibridnog kompozitnog materijala, kao i njegovih konstituenata, neophodno je odabrati pouzdane i brze metode za određivanje strukturnih i mehaničkih karakteristika. U tu svrhu korišćeno je više različitih metoda karakterizacije. Morfologija čestica, struktura površine UHMWPE vlakana i proces geliranja matrice, kao i tip loma kompozitnog materijala ispitani su pomoću optičke i elektronske mikroskopije u kombinaciji sa alatima za analizu slike kako bi se morfološka svojstva uočena u mikrostrukтури mogla kvantifikovati.

Za karakterisanje hemijske strukture kompozitnih materijala i uticaj primenjenih modifikacija na matricu, UHMWPE vlakna i čestica, korišćene su spektroskopske metode FT-IR, Raman i NMR.

S obzirom na to da su mehanička svojstva hibridnog kompozitnog materijala od suštinskog značaja u okviru ispitivanja u doktorskoj disertaciji, potrebno je bilo izvršiti dodatne analize i potvrditi rezultate koji su se odnosili na kompatibilnost UHMWPE vlakana i EVA matrice u zavisnosti od primenjenih modifikacija na oba konstituenta. U tu svrhu određen je ugao kvašenja kompozita na osnovu koga je odabrana najpogodnija kombinacija vlakna i matrice.

Važno svojstvo materijala je termička stabilnost. U tom cilju praćena je degradacija odabranih uzoraka ((EVA, PE, EVA/PE, Fe-Al₂O₃/EVA/PE, Fe-Al₂O₃/S, Fe-Al₂O₃/HS, n-Al₂O₃/EVA/PE i w-Al₂O₃/EVA/PE) primenom TG, DTG i DSC metoda karakterizacije.

Mehanička svojstva dobijenih kompozita su praćena ispitivanjem na zatezanje kakon bi se na osnovu ovih rezultata definisao optimalni sastav hibridnog kompozita sa postignutim poboljšanim svojstvima u odnosu na komercijalne proizvode.

3.4. Primenljivost ostvarenih rezultata

Ostvareni rezultati pokazuju međuzavisnost izbora komponenata za izradu hibridnog kompozitnog materijala, primenjenih metoda njihove modifikacije i udela ojačanja sa krajnjim rezultatom koji je podrazumevao dobijanje hibridnog kompozitnog materijala najboljih mehaničkih svojstava. U prvom delu istraživanja prikazan je uticaj hemijskih i površinskih modifikacija matrice, ojačanja i punioca na njihovu strukturu. Upoređena je promena kompatibilnosti matrice i ojačanja, kao i promena disperzije različitih tipova i masenih udela punioca u matrici. Takođe, analizirane su hemijske promene koje su nastale prilikom tretiranja konstituenata hibridnog kompozitnog materijala. U drugom delu istraživanja, na osnovu izvršenih ispitivanja mehaničkih svojstava u uslovima visokih temperatura i istezanja materijala pokazano je kako se izborom adekvatnih metoda modifikacije svih konstituenata mogu podešavati svojstva kompozita i dobiti takav materijal koji može naći svoju primenu u komercijalne svrhe (užad za čamce, brodove, za planinarenje i sl.) što predstavlja prednost u odnosu na druge kompozitne materijale koji imaju ograničenja u primeni u specijalizovanim oblastima.

3.5. Ocena dostignutih sposobnosti kandidata za samostalni naučni rad

Kandidat Jelena Zec je ovladala tehnikom samostalne pripreme uzoraka i pokazala je sposobnost za analizu eksperimentalnih rezultata. U okviru izrade svoje disertacije kandidat je pokazao dobar smisao za timski rad i sposobnost za usvajanje novih tehnika ispitivanja materijala. U pogledu analize i prikazivanja rezultata kandidat Jelena Zec je pokazala značajan napredak tokom izrade teze i postala istraživač sa sposobnostima samostalnog zaključivanja u pogledu interpretacije rezultata.

4. OSTVARENI NAUČNI DOPRINOS

4.1. Prikaz ostvarenih naučnih doprinosa

Sinteza hibridnih kompozitnih materijala na bazi polietilena visoke molarne mase u formi užadi za primenu u komercijalne svrhe, karakterizacija materijala, kao i ispitivanja mehaničkih svojstava predstavljaju doprinosa ove doktorske disertacije:

- Uspostavljanje korelacije između procesnih parametara i postignutih mehaničkih svojstava dobijenog hibridnog kompozitnog materijala.
- Razvoj metoda modifikacije konstituenata hibridnog kompozita: polimerne matrice, UHMWPE vlakana i keramičkog ojačanja odabirom odgovarajućih modifikatora i primenom adekvatnih metoda hemijske kompatibilizacije.
- Izbora ojačanja za polimernu matricu kompozitnog materijala polazeći od komercijalno dostupnih čestica aluminijum-oksida do sinteze čestica aluminijum-oksida, modifikacije njihove kristalne strukture sa ciljem ostvarivanja optimalne površine za kompatibilizaciju i objašnjenje uticaja strukturnih parametara na primenu u kompozitnom materijalu.

4.2. Kritička analiza rezultata istraživanja

Osnovni postulat inženjerstva materijala jeste povezivanje svojstava materijala sa njegovom strukturom i procesiranjem. Kompozitni materijali predstavljaju idealan prostor za ovakav tip istraživanja pošto se u njima može izborom adekvanih komponenata i njihovom modifikacijom dizajnirati materijali različite funkcionalnosti.

Istraživanja u okviru ove disertacije bila su usmerena u pravcu pronalaženja takve kombinacije matrice i ojačanja da se dobije hibridni kompozitni materijal unapređenih mehaničkih svojstava u odnosu na materijale koji su sintetisani u dosadašnjim istraživanjima. Kako bi se ovo postiglo, u prvom delu istraživanja sagledano je kako se može poboljšati disperzija čestica u matrici u zavisnosti od izbora odgovarajuće vrste čestica, modifikacije organosilanom i njihovog masenog udela u kopolimeru EVA koji je, prethodno, podvrgnut delimičnoj hidrolizi. Na osnovu dobijenih rezultata, u nastavku rada, definisana je optimalna vrsta i maseni udeo čestica, kao i modifikacija površine organosilanom. Istovremeno, vršeni su eksperimenti koji su imali za cilj uspostavljanje bolje kompatibilnosti matrice i UHMWPE vlakana. To je obuhvatalo ispitivanja kombinacija nemodifikovanog i delimično hidrolizovanog kopolimera EVA sa netretiranim i hromnom kiselinom tretiranim UHMWPE vlaknima. Nastavak istraživanja je obuhvatao pripremu hibridnog kompozitnog materijala i ispitivanje morfoloških, strukturnih i mehaničkih svojstava. Na osnovu dobijenih rezultata i njihove analize produbila su se saznanja o fenomenologiji modifikacije površine ojačanja i postignutih fizičko-mehaničkih svojstava, zbog čega ona predstavlja originalni doprinos naučnom sagledavanju ove složene problematike.

4.3. Verifikacija naučnih doprinosa

Tokom izrade teze kandidat Jelena Zec objavila je više naučnih radova sa rezultatima svog istraživanja. Iz teze su neposredno proizašla dva rada u međunarodnim časopisima, jedan rad u časopisu kategorije M21 i jedan rad kategorije M23.

Kategorija M21a

1. **J. Zec**, N. Tomić, M. Zrilić, S. Marković, D. Stojanović and R. Jančić-Heinemann, Optimization of Al₂O₃ particle modification and UHMWPE fiber oxidation of EVA based hybrid composites: Compatibility, morphological and mechanical properties, *Composites Part B: Engineering*, vol. 153, pp. 36–48, 2018. DOI: 10.1016/j.compositesb.2018.07.031

Kategorija M23

1. **J. Zec**, N. Tomić, M. Zrilić, S. Marković, D. Stojanović and R. Jančić-Heinemann, Processing and characterization of UHMWPE composite fibres with alumina particles in poly(ethylene-vinyl acetate) matrix, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 2017. DOI: 10.1177/0892705717718240

Kategorija M51

1. **Jelena Zec**, Nataša Tomić, Marija Vuksanović, Đorđe Veljović, Dušica Stojanović, Radmila Jančić Heinemann, Mehanička svojstva hibridnog kompozita UHMWPE/EVA ojačanog vlaknima dobijenim elektropredenjem, *Tehnika – Novi materijali* 18 (6) (2018) 757-761, doi: 10.5937/tehnika1806757Z; UDC:62(062.2)(497.1); ISSN 0040-2176

Kategorija M33

1. Tomić N., Dimitrijević M., **Zec J.**, Zrilić M., Živković I., Jančić Heinemann R., Aleksić R., Fin Finite Element Modeling of Hybride Composite Material Subjected to Ballistic Impact, *Proceedings of First Metallurgical & Materials 19 Engineering Congress of South – East Europe* (MME SEE 2013), Belgrade, May 23-25 (2013), ISBN 987-86-87183-24-7

Kategorija M53

1. **Zec J.**, Novaković D., Karlović I., Usklađivanje otiska sa ISO normama na osnovu proizvodnog otiska, *Zbornik radova Fakulteta tehničkih nauka*, 2009, Vol. 24, No 5, pp. 1652-1655, ISSN 0350-428X

Kategorija M63

1. **Zec J.**, Tomić N., Trifković K., Radojević V., Stojanović D., Jančić-Heinemann R., Processing of Hybrid Unidirectional Composites Reinforced With UHMWPE Fibers and Ceramic Particles in EVA (Ethylene Vinyl Acetate) Matrix, *Zbornik radova pisanih za 29. kongres o procesnoj industriji Processing 2016*, 2016, pp. 127-135, ISBN 978-86-81505-81-6

5. ZAKLJUČAK I PREDLOG

Doktorska disertacija Jelene Zec, master inženjera grafičkog inženjerstva i dizajna, pod nazivom „**Procesiranje i karakterizacija hibridnih kompozita na bazi polietilena visoke molarne mase**“ sagledava proces izbora najbolje kombinacije materijala u izradi hibridnog kompozitnog materijala unapređenih mehaničkih svojstava. Na osnovu procene uticaja komercijalnih neorganskih čestica i sintetisanih čestica aluminijum oksida dopiranih gvožđe oksidom na mehanička svojstva hibridnog kompozita sa polimernom matricom na bazi kopolimera etilena i vinil-acetata ojačanog UHMWPE vlaknima, definisan je kompozit koji ima najbolje karakteristike koje zadovoljavaju postavljene zahteve.

Na osnovu pregleda disertacije i sagledavanja naučnih rezultata ostvarenih i prezentovanih u okviru teze Komisija predlaže Nastavno-naučnom veću Tehnološko – metalurškog fakulteta, da se doktorska disertacija pod nazivom „**Procesiranje i karakterizacija hibridnih kompozita na bazi polietilena visoke molarne mase**“ kandidata Jelene Zec, prihvati, izloži na uvid javnosti i uputi na konačno usvajanje Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu.

Beograd, 20.05. 2019.

ČLANOVI KOMISIJE

Dr Vesna Radojević, redovni profesor,
Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

Dr Dušica Stojanović, viši naučni saradnik,
Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

Dr Aleksandar Marinković, vanredni profesor,
Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

Dr Aleksandra Milutinović – Nikolić, naučni savetnik,
Univerzitet u Beogradu, Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju

Dr Nataša Tomić, naučni saradnik,
Inovacioni centar Tehnološko-metalurškog fakulteta u Beogradu