

**UNIVERZITET U BEOGRADU  
TEHNOLOŠKO-METALURŠKI FAKULTET  
NASTAVNO-NAUČNOM VEĆU**

**Predmet:** Referat o urađenoj doktorskoj disertaciji kandidata **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha**

Odlukom Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu br. 35/45 od 05.03.2020. godine, imenovani smo za članove Komisije za pregled, ocenu i odbranu doktorske disertacije kandidata **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha** dipl. inž. maš, pod naslovom:

**„Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (*Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate)*)“**

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

2017/2018. – kandidat **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha** prijavio je temu doktorske disertacije, pod nazivom: „*Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate))*“

29.03.2018. – Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu doneta je Odluka br. 35/91 o imenovanju Komisije za ocenu naučne zasnovanosti teme doktorske disertacije **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha**, pod nazivom „*Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate))*“

- 31.05.2018. – Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu doneta je Odluka o prihvatanju Komisije za ocenu podobnosti teme i kandidata za izradu doktorske disertacije **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha**, pod nazivom „*Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate))*“. Za mentora je određen dr Aleksandar Marinković, vanredni profesor TMF-a (Odluka br. 35/191).
- 24.02.2020. – Na sednici Veća naučnih oblasti tehničkih nauka data je saglasnost na predlog teme doktorske disertacije **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha**, pod nazivom „*Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate))*“ (Odluka br. 61206-648/2-20).
- 05.03.2020. – Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu doneta je Odluka o imenovanju Komisije za ocenu i odbranu doktorske disertacije **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha**, pod nazivom „*Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate))*“ (Odluka br. 35/45) u sastavu:  
dr Aleksandar Marinković, vanredni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet; dr Radmila Jančić-Heinemann, redovni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet; dr Vesna Radojević, redovni profesor Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet; dr Tihomir Kovačević, naučni saradnik Ministarstva odbrane, Vojnotehnički fakultet; dr Zlate Veličković, vanredni profesor Univerziteta odbrane, Vojna akademija.

Kandidat je upisao doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu Univerziteta u Beogradu školske 2015/16 godine.

### 1.2. Naučna oblast disertacije

Istraživanja rađena u okviru ove doktorske disertacije pripadaju naučnoj oblasti Tehnološko inženjerstvo, za koju je matičan Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu. Mentor, dr Aleksandar Marinković, vanredni profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu, do sada je publikovao 33 (13 M21, 11 M22 i 9 M23) iz ove oblasti u časopisima koji se nalaze na SCI listi, što govori o kompetentnosti da rukovodi izradom ove doktorske disertacije.

### 1.3. Biografski podaci o kandidatu

Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha je rođen 01.01.1961. godine u Zlitenu, Libija. Završio je Engleski jezik i Pomorske studije 1989. godine na Arapskoj Pomorskoj Akademiji (Arab Maritime Academy) u Sharjahu u Ujedinjenim Arapskim Emiratomima (UAE). Tokom studija obučavao se na različitim tipovima brodova radi sticanja iskustva. Tokom 2002. godine dobio je

Uverenje o osposobljenosti za glavnog inženjera (Chief Engineering Certificate) na temi „The influence of the thermal stresses on marine water tube boilers under normal and maximum water working pressures“ sa prosečnom ocenom 72%, od strane Libijske Akademije za pomorska ispitivanja u Tripoliju. Istovremeno, kandidat je završio diplomske studije u oblasti mašinskog i industrijskog inženjerstva na temi „Comparing of ductile iron and austempered ductile iron mechanical properties“, sa prosečnom ocenom 78%. Nakon toga kandidat se upisao na Školu za Tehničke studije i ispitivanja, Fakulteta za inženjerstvo na Univerzitetu Alfateh gde je tokom 2009. godine završio master studije odbranivši tezu pod naslovom, „The influence of laser surface hardening on austempered ductile iron“ sa prosečnom ocenom 82%. Tokom 2015. godine kandidat je upisao doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu, Univerziteta u Beogradu, Katedra za Konstrukcije i specijalne materijale, smer Inženjerstvo materijala, položio sve ispite, kao i završni ispit predviđene planom i programom. Kandidat tečno govori engleski jezik, poznaje metodologiju za ispitivanje materijala i rad na računaru.

Radno iskustvo:

- 1984-1987–mlađi inženjer na brodu - General National Maritime Transport Company (GNMTC),
- 1990-2002–pomorski inženjer kod iste kompanije,
- 2004-2014–učitelj i instruktor za studente smeru mašinsko inženjerstvo na master studijama na Institutu za poslovne studije, Zliten, Libya.

Oblast naučno-istraživačkog rada Abdusalam Draha obuhvata tercijarnu reciklažu otpadne PET ambalaže radi dobijanja nezasićene poliestarske smole, koja služi kao matrica za dobijanje novih kompozitnih materijala poboljšanih dinamičko-mehaničkih i termičkih svojstava. Pored toga ispitana je upotreba kompozita na bazi alumine i PMMA za uklanjanje jona teških metala iz vode.

Abdusalam Draha je kao koautor i autor učestvovao u izradi i publikaciji 9 naučnih radova u kategorijama: M21 - 1, M22 - 1, M23 - 1, M24 - 1, M33 - 4, M51 - 1. Iz oblasti istraživanja kojoj pripada tema doktorske disertacije, kandidat je autor 1 rada objavljenog u međunarodnom časopisu izuzetnih vrednosti (oznaka grupe M20: vrsta rezultata M21a), 1 rada objavljenog u istaknutom međunarodnom časopisu (oznaka grupe M20: vrsta rezultata M22), 1 rada objavljenog u međunarodnom časopisu (oznaka grupe M20: vrsta rezultata M23), 1 rada objavljenog u nacionalnom časopisu međunarodnog značaja koji nije na SCI listi (oznaka grupe M20: vrsta rezultata M24). Pored toga, kandidat je u oblasti istraživanja kojoj pripada tema doktorske disertacije) kao koautor objavio 1 saopštenje prikazano na međunarodnom skupu (oznaka grupe M30: vrsta rezultata M33).

## 2. OPIS DISERTACIJE

### 2.1. Sadržaj disertacije

Doktorska disertacija kandidata **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha** napisana je na 74 strana i sadrži 5 poglavlja: Uvod, Teorijski deo, Eksperimentalni deo, Rezultati i diskusija i Zaključak. Disertacija sadrži 43 slike, 22 tabele i 180 literaturnih navoda. Na početku disertacije

dat je Rezime na srpskom i engleskom jeziku, kao i spiskovi skraćenica i simbola, slika i tabela, dok su Literatura i biografija autora dati na kraju disertacije.

## 2.2. Kratak prikaz pojedinačnih poglavlja

U uvodnom delu opisan je značaj razvoja multifunkcionalnih polimernih kompozitnih materijala sa akcentom na sinergiju materijala dobijenog iz sekundarnih sirovina, otpadnog poli(etilen tereftalata) (PET) i aluminijum-oksida (alumine). Posebno je istaknut doprinos funkcionalizovanih čestica alumine u poboljšanju performansi nezasićene poliestarske (NZPE) smole dobijene katalitičkom depolimerizacijom otpadnog PET. Uz obrazloženje teme opisana je i struktura disertacije. Ukratko su izložene metode karakterizacije.

Teorijski deo se sastoji iz osam potpoglavlja: 1) Pregled stanja istraživanja u oblasti sinteze nezasićenih poliestarskih smola iz otpadnog poli(etilen tereftalata); 2) Alumina kao punilo u polimernim matricama; 3) Kompoziti na bazi NZPE smola i alumine; 4) Kompatibilnost između polimerne matrice i čestica punila; 5) Mehanička svojstva kompozita na bazi polimera i alumine 6) Termička svojstva kompozita na bazi NZPE smole; 7) Dinamičko-mehanička svojstva kompozita na bazi NZPE smole; i 8) Upotreba kompozita na bazi alumine kao adsorbenta za uklanjanje jona teških metala.

Prvo potpoglavlje teorijskog dela, *Pregled stanja istraživanja u oblasti sinteze nezasićenih poliestarskih smola iz otpadnog poli(etilen tereftalata)*, daje detaljan literaturni pregled stanja istraživanja u oblasti sinteze NZPE smola iz otpadnog PET-a. Opisuje značaj reciklaže otpadnog PET-a i prikazuje osvrt na naučna istraživanja vezana za postupak katalizovane depolimerizacije u višku glikola, kao i osvrt na polikondenzaciju proizvoda katalitičke depolimerizacije PET-a sa anhidridom maleinske kiseline. Ovo potpoglavlje podeljeno je na 4 tematske celine: 1) Nezasićene poliestarske smole; 2) Sinteza NZPE smola iz otpadnog poli(etilen tereftalata); 3) Katalitička depolimerizacija poli(etilen tereftalata) upotrebom glikola i 4) Polikondenzacija glikolizata poli(etilen tereftalata) sa anhidridima kiseline.

U drugom potpoglavlju teorijskog dela, *Alumina kao punilo u polimernim matricama*, daje detaljan prikaz vrsta alumine, kao i metode za njeno hemijsko dobijanje. Izdvojena celina u okviru drugog potpoglavlja je: 1) Sol-gel tehnika za dobijanje alumine;

U okviru trećeg potpoglavlja, *Kompoziti na bazi NZPE smola i čestica alumine*, razmatrana je mogućnost upotrebe alumine kao punila u polimernim matricama radi dobijanja materijala poboljšanih mehaničkih i termičkih svojstava. Poseban osvrt je usmeren na metode homogenizacije/umešavanja čestica alumine u polimernu matricu. Ovo potpoglavlje je podeljeno na 4 celine: 1) Polimerni kompozitni materijali, 2) Tehnika blendiranja, 3) In-situ polimerizacija i 4) Sol-gel tehnika.

U okviru četvrtog poglavlja, *Kompatibilnost između polimerne matrice i čestica punila*, razmatrana je mogućnost hemijske funkcionalizacije alumine upotrebom organo-silana sa ciljem ostvarivanja bolje hemijske veze između dve faze i poboljšanje svojstava polimerne matrice. Ovo potpoglavlje sadrži jednu podcelinu: 1) Hemijska modifikacija čestica alumine

U okviru potpoglavlja 5 - 7 opisan je značaj ispitivanja mehaničkih (*Mehanička svojstva kompozita na bazi NZPE smole alumine*), termičkih (*Termička svojstva kompozita na bazi NZPE smole i alumine*) i dinamičko-mehaničkih (*Dinamičko-mehanička svojstva kompozita na bazi NZPE smolei alumine*) i termičkih svojstava kompozita na bazi NZPE smole. Sa tim u vezi dat je literaturni pregled ispitivanja uticaja strukture polimerne matrice, udela i strukture alumine, kao i

površinske funkcionalizacije na dinamičko-mehanička i termička svojstva kompozita na bazi NZPE smola.

Eksperimentalni deo se sastoji iz devet potpoglavlja: 1) Materijali i korišćene hemikalije; 2) Sinteza NZPE smola iz otpadnog poli(etilen tereftalata); 3) Sinteza alumine dopirane gvožđe(III)-oksidom; 4) Površinska funkcionalizacija alumine; 5) Priprema kompozita na bazi NZPE smole i alumine; 6) Sinteza ultra-finih sfera PMMA iz vodenog rastvora bogatog metanolom, 7) Sinteza visokostrukturne alumine kao adsorbensa; 8) Adsorpcija i merenje kinetike; 9) Metode karakterizacije alumine, polimerne matrice i odgovarajućih kompozita. U eksperimentalnom delu detaljno je opisan postupak katalitičke depolimerizacije PET-a, u višku propan-1,2-diola (PG), u prisustvu katalizatora tetrabutil titanata klasičnom metodom bez izdvajanja etilen glikola (EG). Zatim je opisana sinteza NZPE smola stupnjevitom polikondenzacijom između proizvoda depolimerizacije PET-a i anhidrida maleinske kiseline (AMK). Takođe, prikazan je detaljan opis sinteze alumine dopirane gvožđe(III)-oksidom, kao i površinska funkcionalizacija alumine upotrebom različitih tipova organo-silana. Pored toga, prikazan je postupak sinteze ultra-finih mikrosfera poli(metil metakrilata) (PMMA), koji je služio kao obrazac za dobijanje porozne strukture adsorbenta na bazi alumine. Opisana je tehnika pripreme stabilnih disperzija funkcionalizovanih čestica alumine u NZPE matrici. Detaljno je opisan mehanizam adsorpcije jona teških metala, kao i kinetika pomenutog procesa. Prikazane su metode upotrebljene za karakterizaciju alumine, NZPE smole, polimernih kompozita, adsorbenata i dobijene vode nakon adsorpcije jona teških metala.

Rezultati i diskusija su prikazani u okviru jednog poglavlja, koje se sastoji iz osam potpoglavlja:

1) Strukturna karakterizacija nezasićene poliestarske smole i nemodifikovanih/funkcionalizovanih čestica alumine; 2) Vreme želiranja i maksimalna temperatura umrežavanja NZPE smole i odgovarajućih kompozita; 3) Mikrostrukturna analiza čestica alumine; 4) Mehanička svojstva kompozita na bazi NZPE smole i nemodifikovanih/funkcionalizovanih čestica alumine; 5) Termička svojstva čestica alumine; 6) Dinamičko-mehanička analiza NZPE smole i kompozita sa ojačanih aluminom; 7) Uporedna analiza kompozita ojačanih česticama alumine; 8) Kompoziti na bazi PMMA i alumine kao adsorbensi za uklanjanje  $Pb^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  i  $Ni^{2+}$ .

U prvom potpoglavlju Rezultata i diskusija proučavana je strukturna analiza dobijene NZPE smole primenom NMR i FTIR spektroskopije. Pored toga, čestice alumine, komercijalne, sintetisane i modifikovane, karakterisane su upotrebom FTIR i XRD tehnike. FTIR tehnika je korišćena i za praćenje kinetike umrežavanja dobijenih kompozita. Ovo potpoglavlje je podeljeno na pet celina: 1) NMR strukturna analiza nezasićene poliestarske smole; 2) XRD strukturna analiza čestica komercijalne i alumine dopirane gvožđe(III)-oksidom; 3) FTIR strukturna analiza netretirane/funkcionalizovane alumine i odgovarajućih kompozita; 4) Karakterizacija površinskih hemijskih grupa modifikovane alumine i 4) Kinetika umrežavanja kompozita koji sadrže VTMOEO i MEMO modifikovane čestice alumine; 5) Kinetika umrežavanja kompozita koji sadrže APTMS i APTMS-BD modifikovane čestice alumine.

U drugom potpoglavlju prikazane su vreme i maksimalna temperatura želiranja odgovarajućih kompozita.

U trećem potpoglavlju prikazani su rezultati morfološke karakterizacije (skenirajuća elektronska mikroskopija (SEM)) netretiranih i funkcionalizovanih čestica alumine.

Uticaj veličine i udela netretiranih čestica alumine i tipa funkcionalnosti i modifikovane alumine na mehanička svojstva kompozita je prikazana u četvrtom potpoglavlju. Izvršena je uporedna analiza mehaničkih svojstava kompozita ojačanih netretiranim i funkcionalizovanim česticama.

Određeni su zatezna i savojna čvrstoća, jedinično izduženje i savijanje, moduli elastičnosti i tvrdoća odgovarajućih kompozita, kao i mikro Vickers tvrdoća prema odgovarajućim standardnim metodama. Ovo poglavlje je podjeljeno na 4 celine: 1) Zatezna jačina kompozita sa netretiranim i VTMOEO i MEMO modifikovanim česticama alumine; 2) Zatezna jačina kompozita sa netretiranim i APTMS i APTMS-BD modifikovanim česticama alumine; 3) Mikro Vickers tvrdoća kompozita sa netretiranim i VTMOEO i MEMO modifikovanim česticama alumine 4) Mikro Vickers tvrdoća kompozita sa netretiranim i APTMS i APTMS-BD modifikovanim česticama alumine.

U petom potpoglavlju prikazani su rezultati termička svojstva netretiranih i modifikovanih čestica alumine. Na osnovu termogravimetrijskih (TG), diferencijalno termogravimetrijskih (DTG) i krivih sa diferencijalno skenirajućeg kalorimetra (DSC) razmatrana je termička degradacija u odnosu na udeo vezanih segmenata organo-silana na površinu alumine. Ovo poglavlje je podjeljeno na dva potpoglavlja: 1) Termička svojstva netretirane i VTMOEO i MEMO modifikovane alumine i 2) Termička svojstva netretirane i APTMS i APTMS-BD modifikovane alumine.

U šestom potpoglavlju prikazani su rezultati dinamičko-mehaničke analize (DMA) kompozita. Određeni su moduli sačuvane ( $G'$ ) i izgubljene ( $G''$ ) energije, kao i njihov odnos (tangens gubitaka- $\tan\delta$ ) i praćen je odgovor materijala na linearni rast temperature od 25 °C do 250 °C. Na osnovu dobijenih DMA zavisnosti definisana je temperatura prelaza u staklasto stanje  $T_{g(\tan\delta)}$  i razmatran je uticaj NZPE smole, strukture i udela netretiranih i modifikovanih čestica alumine na DMA svojstva kompozita. Ovo poglavlje je podjeljeno na 2 celine: 1) Dinamičko-mehanička svojstva netretirane i VTMOEO i MEMO modifikovane alumine i 2) Dinamičko-mehanička svojstva netretirane i APTMS i APTMS-BD modifikovane alumine.

U sedmom potpoglavlju prikazana je uporedna analiza mehaničkih svojstava kompozita ojačanih česticama alumine u različitim polimernim matricama.

U osmom potpoglavlju prikazani su rezultati strukturne i morfološke karakterizacije kompozita na bazi PMMA i alumine, kao i termičkih svojstava PMMA i odgovarajućih kompozita. Nakon toga je praćena efikasnost dobijenih adsorbenata u zavisnosti od pH, vremena zadržavanja, količine adsorbensa i temperature. Pored toga, prikazani su rezultati termodinamičkih efekata i kinetike reakcije adsorpcije jona olova, kadmijuma i nikla, kao i uporedna analiza adsorbenata na bazi alumine sa različitim polimernim matricama. Ovo potpoglavlje je podjeljeno na 12 potpoglavlja: 1) Strukturna karakterizacija alumine i PMMA; 2) Određivanje molarne mase PMMA mikrosfera viskozimetrijskom metodom; 3) SEM analiza PMMA mikrosfera i visokostrukturisane alumine; 4) Termička analiza PMMA mikrosfera, prekursora alumine i kalcinisane alumine; 5) Površinska svojstva i  $pH_{PZC}$  visokostrukturisane alumine; 6) Uticaj pH na kapacitet adsorpcije  $\gamma$ -alumine; 7) Uticaja vremena kontakta na promenu pH rastvora; 8) Efekat udela adsorbenta i temperature na efikasnost uklanjanja i pH rastvora; 9) Ravnoteža adsorpcije jona  $Pb^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  i  $Ni^{2+}$  na alumini; 10) Termodinamika procesa adsorpcije; 11) Kinetika adsorpcije na  $\gamma$ -alumini i 12) Uporedna analiza svojstava različitih tipova adsorbenata na bazi  $\gamma$ -alumine.

U Zaključku su sumirani rezultati procesa katalitičke depolimerizacije PET-a, sinteze NZPE smola, funkcionalizacije i primene alumine uz osvrt na njihovu inovativnost, važnost i primenu, kao i predlog plana budućih istraživanja. Naglasak je na ispitivanju uticaja površinske modifikacije čestica alumine na dinamičko-mehanička i termička svojstva polimernih kompozita. Na kraju disertacije navedena je Literatura, koja sadrži sve reference citirane u radu.

### 3. OCENA DISERTACIJE

#### 3.1. Savremenost i originalnost

Razvoj multifunkcionalnih polimernih kompozitnih materijala sa poboljšanim fizičko-mehaničkim svojstvima zasniva se na mogućnosti dizajniranja strukture primenom različitih metoda sinteze i procesiranja. Poboljšanje dinamičko-mehaničkih, termičkih i fizičkih svojstava kompozitnog materijala postiže se ugradnjom organskih i neorganskih čestica ne samo u makroskopskim, već i u mikroskopskim i nano razmerama. Na ovaj način se kombinacijom polaznih materijala koji imaju potpuno različita svojstva dobijaju potpuno novi materijali visokih performansi. Predmet rada ove doktorske disertacije odnosio se na proučavanje načina sinteze NZPE smola baziranih na hidroksilnim monomerima dobijenim katalitičkom depolimerizacijom PET-a, i anhidrida maleinske kiseline, kao i pripreme kompozitnih materijala ojačanih netretiranim/funkcionalizovanim česticama alumine. Specifičnost prikazanih sunteza NZPE smola ogleda se u korišćenju glikolizata PET-a kao diolne komponente. Korišćenjem glikolizata uvodi se struktura aromatičnog jezgra tereftalne kiseline, koja potiče iz PET-a, kao zamena za anhidrid ftalne kiseline koji se koristi u komercijalnim sintezama NZPE smola. Na ovaj način dobijaju se NZPE smole zadovoljavajućih fizičko-mehaničkih svojstava uz poštovanje principa zelene i cirkularne ekonomije.

Poboljšanje karakteristika NZPE smola postignuto je dodavanjem čestica alumine. Hidrofilna površina nemodifikovanih čestica alumine, usled prisustva hidroksilnih grupa doprinosi smanjenoj disperzibilnosti/kompatibilnosti sa polimernom matricom, što posledično dovodi povećanog stepena aglomeracije čestica. Funkcionalizacija površine je metod koji se najčešće primenjuje sa ciljem prevazilaženja nekompatibilnosti komponenata. Time se uvode funkcionalne grupe koje doprinose povećanom obimu fizičkih interakcija između čestica punila i polimerne matrice (dipolarnih, vodoničnih i drugih) ili koje aktivno učestvuju u kopolimerizaciji (vinil reaktivne grupe) čime doprinose povećanju stepena umreženosti sistema. Modifikovanje površine čestica punila doprinosi povećanju hidrofobnosti materijala. Detaljna ispitivanja uticaja tipa funkcionalizacije površine punila na svojstva dobijenih kompozitnih materijala se sprovodi sa ciljem utvrđivanja zavisnosti doprinosa nekovalentnih interakcija i kovalentnog vezivanja (reaktivnog ojačanja) na svojstva dobijenih proizvoda.

Dobijanje adsorbensa na bazi alumine postignuto je dizajniranjem polimernog kompozita čijom kalcinacijom je dobijena željena struktura alumine uz veliku poroznost i aktivnu površinu adsorbensa. Nakon ispitivanja kapaciteta dobijenih adsorbenasa opokazalo se da njihova efikasnost najviše zavisi od pH datog rastvora.

Na osnovu prikazanih metoda i rezultata u ovoj doktorskoj disertaciji, kao i na osnovu opsežnog pregleda literature, može se zaključiti da se istraživanja u okviru ove doktorske disertacije uklapaju u svetske trendove i ukazuju na značaj i aktuelnost proučavane problematike.

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

U toku izrade doktorske disertacije kandidat je pregledao literaturu koja se odnosi na uslove katalitičke depolimerizacije PET-a, načina sinteze NZPE smola, sintezu alumine, PMMA mikrosfera i homogenizacije odgovarajućih kompozita. U literaturnom pregledu doktorske disertacije se nalazi 180 literaturna navoda, sa tematikom značajnom za izradu ove disertacije. Navedene reference sadrže eksperimentalne rezultate istraživanja, analize, diskusiju dobijenih rezultata, kao i teorijske osnove primenjenih metoda ispitivanja. Kandidat je proširio do sada poznata saznanja o sintezi alumine, njenoj funkcionalizaciji i primeni kao punila u polimernim

kompozitima. Pregledana obimna literatura i priloženi objavljeni radovi ukazuju na adekvatno poznavanje predmetne oblasti istraživanja.

### 3.3. Opis i adekvatnost primenjenih naučnih metoda

Kinetika depolimerizacije PET-a proučavana je u uslovima klasične glikolize u prisustvu katalizatora, nakon čega je usledila polikondenzacija sa anhidridom maleinske kiseline uz azeotropsko izdvajanje vode iz sistema. Dobijena NZPE smola je okarakterisana primenom infracrvene spektroskopije sa Furijeovom transformacijom (FTIR) i  $^1\text{H}$  i  $^{13}\text{C}$  NMR spektroskopskih metoda. Strukturna karakterizacija i morfologija nemodifikovanih i modifikovanih čestica alumine i PMMA mikrosfera izvršena je primenom SEM i FTIR i XRD spektroskopije. Termička svojstva netretiranih i funkcionalizovanih čestica alumine, ispitivana su primenom termičke analize (TG/DTG), kao i diferencijalno skenirajućom kalorimetrijom (DSC).

Polimerni kompoziti su strukturno okarakterisani primenom FTIR spektroskopijom. Karakterizacija dobijenih polimernih kompozita (mikrostrukturna analiza) izvršena je primenom skenirajuće elektronske mikroskopije (SEM). U svrhu ispitivanja uticaja netretiranih/modifikovanih čestica alumine na fizičko-mehanička svojstva urađeni su eksperimenti ispitivanja zatezne jačine i mikro Vikers tvrdoće. Krive napon-deformacija određene su za ispitivane uzorke umreženih poliestara i kompozitnih materijala sa različitim koncentracijama punila. Primenom dinamičko-mehaničke analize (DMA) ispitana su reološka, odnosno viskoelastična svojstva polimerne matrice, kao i uticaj interakcija između polimerne matrice i nemodifikovanih i modifikovanih čestica alumine na dinamički modul elastičnosti/viskoznosti i faktor prigušenja ( $\tan\delta$ ). Viskoziometrijom je određana molekulska masa PMMA mikrosfera, a adsorpcionom spektrometrijom koncentracija jona teških metala nakon adsorpcije, dok je pH rasvora merena pre i nakon adsorpcije.

### 3.4. Primenljivost ostvarenih rezultata

Ekperimentalni podaci i istraživanja sprovedena u okviru ove disertacije značajno doprinose boljem razumevanju uslova katalitičke depolimerizacije PET-a i načina sinteze NZPE smola na bazi glikolizata dobijenih iz otpadnog PET-a. Osim toga, dat je doprinos proširenju fundamentalnih znanja iz oblasti upotrebe alumine kroz primenu kao ojačanja u NZPE matrici i adsorbenta za jone teških metala. Pored toga, proširena su znanja iz oblasti površinske funkcionalizacije čestica alumine i uticaju formiranih funkcionalnih grupa na poboljšanje dinamičko-mehaničkih i termičkih svojstava kompozita u odnosu na one sa netretiranim česticama. Takođe, prikazani rezultati doprinose potpunijem sagledavanju interakcija modifikovanih čestica sa poliestarskim lancima čime se postiže bolja kompatibilnost i disperzija u polimernoj matrici.

Rezultati izneti u okviru disertacije su značajni za dobijanje kompozitnih materijala visokih performansi na bazi NZPE smola sintetisanih iz otpadnog PET-a sa ojačanjem od netretiranih/funkcionalizovanih čestica alumine koje aktivno učestvuju u kopolimerizaciji sa matricom. Količinom punila, vrstom funkcionalizacije i uvedenim grupama je moguće kontrolisati dinamičko-mehanička i termička svojstva kompozita pripremljenih od netretiranih/modifikovanih čestica alumine i NZPE polimerne matrice. Pored toga, pokazano je da se kalcinacijom kompozita na bazi PMMA mikrosfera i alumine može dobiti izuzetno efikasan adsorbens za uklanjanje jona teških metala iz otpadne vode.



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

Kandidat **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Drah**, dipl. inž. mašinstva, je tokom izrade doktorske disertacije ispoljio stručnost u pripremi i realizaciji eksperimenata, korišćenju različitih tehnika karakterizacije materijala i analizi rezultata. Komisija smatra da kandidat poseduje sve kvalitete koji su neophodni za samostalan naučni rad.

## **4. OSTVARENI NAUČNI DOPRINOS**

### 4.1. Prikaz ostvarenih naučnih doprinosa

Rezultati istraživanja u okviru ove doktorske disertacije doprineli su:

- Razvoju novih funkcionalizovanih kompozitnih materijala sa specifičnim i poboljšanim dinamičko-mehaničkim i termičkim svojstvima,
- Proširenju znanja o mogućnostima sinteze čestica alumine koje mogu da se ugrade u polimernu matricu radi dobijanja funkcionalnih kompozita i adsorbenata za uklanjanje jona teških metala iz otpadne vode,
- Proširenju fundamentalnih znanja iz oblasti hidrofobiziranja i funkcionalizacije čestica alumine i njihove primene u kompozitnim materijalima,
- Proširenju saznanja o međusobnom uticaju i povezanosti strukture funkcionalnih grupa na površini čestica alumine, postupka funkcionalizacije i svojstava koje funkcionalizovane čestice poseduju, kao i boljem razumevanju interakcija modifikovanih čestica sa polimernim lancima čime se postiže bolja kompatibilnost i disperzibilnost čestica u polimernoj matrici,
- Proširenju saznanja o mogućnostima primene PMMA/alumina kompozita za dobijanje visoko efikasnih adsorbenata za jone teških metala.

### 4.2. Kritička analiza rezultata istraživanja

Istraživanja izvršena u ovoj disertaciji su koncipirana nakon detaljne analize literature iz oblasti proizvodnje kompozitnih materijala na bazi NZPE smola sintetisanih iz produkata katalitičke depolimerizacije otpadnog PET-a. Što se tiče literaturnih podataka vezanih za primenu alumine kao punila u NZPE smolama, isti su prilično oskudni, tako da je planiranje eksperimentalnog dela disertacije koncipirano na metodama primenjenim kod kompozita ojačanih nekim drugim, konvencionalnim materijalima/punilima. Konvencionalni i najčešće zastupljeni načini proizvodnje kompozita se baziraju na dodatku hidrofobiziranih punila bez uvođenja reaktivnih centara čime se poboljšava disperzibilnost i donekle dinamičko-mehanička svojstva kompozitnih materijala.

Postavlja se zahtev za uvođenjem površinske funkcionalizacije kojom bi se uveli reaktivni centri koji aktivno učestvuju u kopolimerizaciji i na taj način poboljšali disperzibilnost i dinamičko-mehaničke i termičke karakteristike kompozita. U skladu sa zahtevima, u ovoj doktorskoj disertaciji je predstavljen postupak modifikacije površine čestica alumine upotrebom različitih tipova organo-silana gde je dokazano da modifikovane čestice alumine učestvuju u formiranju veza (vodoničnih, dipol-dipol, dipol-indukovani dipol i kovalentnih) sa polimernom matricom. Pored toga, prikazan je postupak dobijanja PMMA mikrosfera koje su korišćene kao matrica za kompozite sa aluminom kao punilom. Dobijeni kompoziti su kalcinirani pri čemu je dobijen visokoporozni materijal sa  $\gamma$ -aluminom koji je pogodan za adsorpciju jona teških metala iz otpadne vode. Rezultati istraživanja dobijenih u okviru ove disertacije su obećavajući u pogledu praktične primene u oblastima polimernih kompozita.

#### 4.3. Verifikacija naučnih doprinosa

Kandidat **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Drah**, dipl. inž. mašinstva je svoje rezultate potvrdio objavljivanjem radova u istaknutim međunarodnim časopisima i saopštenjima na međunarodnim i domaćim skupovima. Iz disertacije su proistekla tri rada objavljena u istaknutim međunarodnim časopisima.

##### Kategorija M21:

1. **A. Drah**, N. Tomić, Z. Veličić, A. Marinković, Ž. Radovanović, Z. Veličković, R. Jančić-Heinemann, Highly ordered macroporous  $\gamma$ -alumina prepared by modified sol-gel method with PMMA microsphere template for enhanced  $Pb^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  and  $Cd^{2+}$  removal, *Ceramic International*, vol. 43, no. 16, pp. 13817-13827, 2017 (**IF=3.057**) (ISSN 0272-8842) (DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.07.102).

##### Kategorija M22:

1. **Abdusalam Drah**, Tihomir Kovačević, Jelena Rusmirović, Nataša Tomić, Saša Brzić, Marica Bogosavljić, Aleksandar Marinković, Effect of surface activation of alumina particles on the performances of thermosetting-based composite materials, *Journal of Composite Materials*, vol. 53, no. 19, pp. 2727-2742, 2019 (**IF=1.755**), (ISSN: 0021-9983) (DOI: 10.1177/0021998319839133).

##### Kategorija M23:

1. **Abdusalam Drah**, Nataša Tomić, Tihomir Kovačević, Veljko Đokić, Miloš Tomić, Radmila Jančić-Heinemann, Aleksandar Marinković, Structurally and surface-modified alumina particles as a reinforcement in polyester-based composites with an improved toughness, *Mechanics of Composite Materials*, vol. 56, no. 2, pp. 369-386, 2020 (**IF=0,703**) (ISSN 0191-5665) (DOI: 10.1007/s11029-020-09877-3).

##### Kategorija M24:

1. Drah, J. Rusmirović, M. Milošević, M. Kalifa, I. Stojiljković, M. Rančić, A. Marinković, Techno-economic analysis of unsaturated polyester production from waste PET, *Zaštita materijala* vol. 57, no. 4 pp. 605-612; 2016 (ISSN 0351-9465) (DOI:10.5937/ZasMat1604605D).

##### Kategorija M51:

1. **Abdusalam Drah**, Nataša Tomić, Marija M. Vuksanović, Veljko Đokić, Dunja Daničić, Aleksandar Marinković, Ispitivanje mikrotvrdoće nezasićenih poliestarskih smola sa ojačanjima na bazi aluminijum oksida, *TEHNIKA – NOVI MATERIJALI*, vol. 27, no. 5; pp. 621-625; 2018 (ISSN 0040-2176) DOI: 10.5937/tehnika1805621D; UDC:62(062.2)(497.1).

##### Kategorija M33:

1. Tihomir Kovačević, **A. Drah**, A. Božić, M. Stamenović, J. Rusmirović, N. Tomić, V. Alivojvodić, A. Marinković, The surface modification of alumina particles for its application in unsaturated polyester resins, 26<sup>th</sup> International Conference Ecological Truth & Environmental Research 12-15 June 2018, 338-342, Bor Lake, Bor, Serbia, ISBN:978-86-6305-076-1.

## 5. ZAKLJUČAK I PREDLOG

Na osnovu svega napred izloženog, Komisija smatra da doktorska disertacija **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Drah**, pod nazivom „Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (*Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate)*)“ predstavlja značajan, originalni naučni doprinos u oblasti Tehnološkog inženjerstva, što je potvrđeno, između ostalog i objavljivanjem radova u relevantnim časopisima međunarodnog značaja, kao i prezentovanjem rezultata istraživanja na konferencijama. Komisija predlaže Nastavno-naučnom veću Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu da se doktorska disertacija pod nazivom „Funkcionalizacija čestica aluminijum-oksida za kompozite na bazi nezasićenih poliestarskih smola dobijenih iz reciklovanog poli(etilen tereftalata) (*Functionalization of aluminium oxide for composites based on unsaturated polyester resins synthesized from waste poly(ethylene terephthalate)*)“ kandidata **Abdusalam Mohamed Ali Alhemali Draha**, master mašinskog inženjerstva, prihvati, izloži na uvid javnosti i uputi na konačno usvajanje Veću naučnih oblasti tehničkih nauka Univerziteta u Beogradu.

U Beogradu, 18. 06. 2020.

### ČLANOVI KOMISIJE

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

.....  
Dr Radmila Jančić-Heinemann, redovni profesor  
Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

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

.....  
Dr Tihomir Kovačević, naučni saradnik  
Ministarstvo odbrane, Vojnotehnički institut

.....  
Dr Zlate Veličković, vanredni profesor  
Univerziteta odbrane, Vojna akademija

