

## **НАУЧНОМ ВЕЋУ ИНСТИТУТА ТЕХНИЧКИХ НАУКА САНУ**

На електронској седници Научног већа Института техничких наука САНУ одржаној 06.02.2015. године именовани смо за чланове Комисије за избор у звање научни сарадник др Сузана Филиповић, истраживача сарадника Института техничких наука САНУ. На основу увида у објављене научне радове кандидата, као и на основу стручне биографије и осталог прегледа материјала, подносимо Научном већу Института техничких наука САНУ следећи

### **ИЗВЕШТАЈ**

#### **I Биографски подаци**

Филиповић (дев. Стевановић) Сузана рођена је 18. 02. 1981. године у Шапцу. Основну и средњу школу завршила је у Шапцу. Дипломирала је на Факултету за Физичку хемију у Београду, 2006. године, са просечном оценом 8,67, са темом, „Утицај механичке активације на Раманове спектре ВаTiO<sub>3</sub>“, чиме је стекла стручно звање дипломирани физико хемичар. Исте године уписала је мастер студије на Факултету за Физичку хемију и завршила их 2007. године са темом дипломског мастер рада „Промена специфичне површине порозног ZnO током синтеровања“. Школске 2009/10 године уписала је докторске академске студије на Факултету техничких наука у Чачку, студијски програм Електротехничко и рачунарско инжењерство, модул Савремени материјали и технологије у електротехници. Завршила је студије са просечном оценом 9,75 и одбранила докторску дисертацију под називом „Утицај механичке активације на својства MgO-TiO<sub>2</sub> електрокерамике“, 30. 01. 2015. године.

Запослена је у Институту техничких наука САНУ од 01. 12. 2006. године. Као истраживач сарадник ангажована је на пројекту ОИ 172057 под називом „Усмерена синтеза, структура и својства мултифункционалних материјала“, чији је руководилац проф. др Владимир Павловић.

Ужа област интересовања су јој испитивање кинетике и механизма реакционог синтеровања керамика, утицај механичке активације на синтезу и синтеровање електрокерамика, методе карактеризације материјала.

Добитник је награде за најбољу усмену презентацију на 4. конгресу за микроскопију одржаном 11. и 12. октобра 2010. у Београду, које додељује

Српско друштво за микроскопију, за рад под називом *Structural analyses of sintered MT and BZT ceramics*.

Рецензент је часописа *Science of Sintering*. Члан је организационог одбора међународне конференције Српског керамичког друштва *Advanced ceramics and application: New Frontiers in Multifuncional Material Science and Processing*.

## II Научни рад

Др Сузана Филиповић је од почетка свог рада у Институту техничких наука САНУ учествовала на два домаћа пројекта које је финансирало Министарство просвете, науке и технолошког развоја Републике Србије:

-142011 Г – Проучавање међузависности у тријади "синтеза-структура-својства" за функционалне материјале (2006-2010, Академик Момчило М. Ристић, руководилац),

-172057 ОИ – Усмерена синтеза, структура и својства мултифункционалних материјала (2011- , Др Владимир Павловић, руководилац).

## III Кратка анализа објављених радова

Као први аутор или коаутор објавила је 27 научних радова из научне области којом се бави: пет радова у врхунским међународним часописима М21, пет радова у истакнутим међународним часописима М22, тринаест радова у међународним часописима М23, три рада у водећем часопису националног значаја М52 и један рад у часопису националног значаја М53. Има двадесет и три саопштења на међународним скуповима штампаним у изводу М34 и три саопштења са скупа националног значаја штампаних у изводу М64.

Научно истраживачки рад кандидаткиње др Сузане Филиповић, усмерен је првенствено на област науке о материјалима са посебним освртом на истраживање материјала на бази титаната (магнезијум-титаната, баријум-цинк-титаната, баријум-титаната), њихова механохемијска синтеза као и паћење промена у морфологији и кристалној структури током механичког третмана. Поред тога, бавила се и испитивањем утицаја механичке активације на синтезу и својстава кордијеритне керамике ( $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ ). Радови кандидаткиње се односе и на накнадно синтеровање ради добијања керамика које имају широку примену, нарочито у електронској индустрији.

Фокус истраживања кандидаткиње односи се на испитивање утицаја механичке активације на систем MgO-TiO<sub>2</sub>. Смеша полазних прахова MgO и TiO<sub>2</sub> у молском односу 2:1 је механички активирана у високо-енергетском планетарном млину у временским интервалима од 0 до 120 минута. Морфологија честица полазних оксида и активираних прахова, анализирана је скенирајућом електронском микроскопијом, расподела величина честица анализирана је методом дифракције ласерске светлости док је специфична површина одређивана адсорпционо десорпционом анализом. Микроструктурна анализа полазних прахова MgO и TiO<sub>2</sub> указује да постоји значајна разлика како у хомогености, тако и у облику и величинама честица. Микроструктуре млевених прахова указују на уситњавање полазних честица као и на формирање агломерата. Након 10 минута активације почињу да се формирају меки агломерати, као тежња уситњеног материјала да смањи своју површинску енергију. Након 40 минута мљења у праху су присутни чврсти агломерати које није могуће разбити третманом у ултразвучном купатилу. Резултати адсорпционо десорпционе анализе показали су да специфична површина има тренд опадања при почетним временима активације а након 40 минута почиње повећање, што је узроковано формирањем меких агломерата на почетку процеса, као и нарушавањем морфологије услед дробљења честица и реорганизовања уситњених делова. Праћењем расподела величине пора утврђено је да су оне доминантно у области мезопора и да се са продужетком третмана добијају веће вредности, што је последица затварања ситнијих пора.

Фазни састав и структурне промене праћене су методама рендгенске дифракције и Раманске спектроскопије. Анализом дифрактограма утврђено је да се полазни систем састоји од MgO, TiO<sub>2</sub> и мале количине Mg(OH)<sub>2</sub>. У самом почетку процеса (до 10 минута активације) суштинске промене се дешавају на магнезијум хидроксиду који се разлаже на магнезијум оксид и воду. Након тога доминира разарање кристалне структуре титанијум диоксида. Процес деформисања честица као последице мљења праћен је настанком великог броја дефеката унутар кристалне решетке. Опажено је знатно повећање густине дислокација и микронапрезања. Такође је детектована фазна трансформација титанијум диоксида из анатаса у рутил преко интермедијарне фазе високих притисака TiO<sub>2</sub> II.

На основу резултата Раманске спектроскопије утврђено је да је анатас претрпео најзначајније промене а доминантан је процес формирања кисеоничних ваканција. Појавом нових модова у Раманским спектрима активираних прахова потврђено је постојање фазе високих притисака  $\text{TiO}_2$  II. Деконволуција свих опажених модова у спектру показала је благи хипсохромни ефекат за неке модове што је последица варијација у положајима атома кисеоника, као и пораста нестехиометрије и напрезања решетке. Раст ширине на полувисини мода  $E_{g(1)}$  који потиче од анатаса као и смањење интензитета и ширење свих пикова анатаса објашњен је фрагментацијом честица анатаса и уношењем дефеката током третмана.

Диференцијалном термијском анализом одређене су температуре реакција које се дешавају у посматраном систему оксида. На температури од  $380\text{ }^\circ\text{C}$  дешава се разлагање  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  на магнезијум оксид и воду, док на  $835\text{ }^\circ\text{C}$  започиње реакција формирања  $\text{MgTi}_2\text{O}_5$  и  $\text{MgTiO}_3$  а уједно и фазна трансформација анатаса у рутил. Изотермско синтеровање на температурама  $1100, 1200, 1300$  и  $1400\text{ }^\circ\text{C}$  у току два сата је примењено на све активирание смеше. Промене густина ових узорка показале су да се добијају компакне керамике са вредностима теоријске густине преко  $90\%$  за узорке синтероване на температурама од  $1300$  и  $1400\text{ }^\circ\text{C}$ . На основу микрографија синтерованих керамика закључено је да се на температури  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  достиже завршни стадијум синтеровања, обзиром да је регистрована уочена затворена порозност и сфероидизација пора.

Рендгеноструктурна анализа синтерованих испресака показала је присуство  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4$  и  $\text{MgTiO}_3$  фазе у испитиваном систему, а у појединим узорцима запажено је и присуство  $\text{MgO}$ . На температури од  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  постоје само фазе магнезијум титаната па су из тог разлога ови узорци одабрани за даља испитивања.

Детаљном анализом вибрационих спектра узорка синтерованих на  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  потврђено је постојање две фазе,  $\text{MgTiO}_3$  и  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4$ , што је у кореалцији са резултатима добијеним рендгенском дифракцијом. Појава мода на  $730\text{ cm}^{-1}$  наговештава присуство ред-неред структура на кратком домету, наводећи на закључак о постојању кисеоничних ваканција и  $[\text{TiO}_5]$  сложених структура насталих механичким третманом и накнадним процесом синтеровања. Однос интензитета модова на  $713\text{ cm}^{-1}$  (који је приписан вибрацијама кисеоника у  $\text{TiO}_6$

октаедрима) и  $730\text{ cm}^{-1}$  може бити индикатор концентрације кисеоничних ваканција. Ово указује да механичка активација пре синтеровања може да смањи концентрацију кисеоничних ваканција у решетки, резултујући формирању знатно уређеније кристалне структуре синтерованих узорака. Електрична мерења, која су подразумевала одређивање диелектричне константе, тангенса губитака и специфичног отпора указују да се најбоље вредности, за потенцијалну примену ових диелектрика, постижу за узорке синтероване на  $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  два сата и активирани 80 минута услед стабилизације кристалне структуре.

Из наведених свеобухватних истраживања може се извести закључак да је добијена структура у синтетисаној електронској керамици на бази магнезијум титаната директна последица утврђених структурних промена на свим хијерархијским нивоима, које су настале током механичке активације полазних прахова. Адекватан одабир услова третмана прахова имплицира добијање керамике са веома пожељним својствима за примену у електронској индустрији. У конкретном случају магнезијум титанатне керамике најбоља својства, густина, порозност, електрична својства постигнута су за узорке активирани 80 минута и синтероване на  $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  два сата. (*Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 555, (2013) p. 39-44., *Science of Sintering*, Vol. 42, (2010) p. 143-151., *Science of Sintering*, Vol. 43, (2011) p. 145-151., *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 48, (2009) p. 371-374., *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 14, 1 (2013) p. 31-34, ISSN 1229-9162.)

Други смер истраживања система  $\text{MgO-TiO}_2$  подразумевао је механохемијску синтезу перовскитног  $\text{MgTiO}_3$ . У том циљу смеша  $\text{MgO}$  и  $\text{TiO}_2$  у молском односу 1:1 је механички активирана у планетарном млину у временским интервалима од 0, 10, 40, 80 и 160 минута. Морфологија и еволуција микроструктуре праћена је скенирајућом електронском микроскопијом. Као и у претходном случају, расподела величина честица урађена је методом дифракције ласерске светлости. Анализом рендгенограма механички активираних прахова утврђен је фазни састав. На основу добијених резултата претпостављен је механизам формирања магнезијум титаната током механичког третмана. У циљу одређивања карактеристичних температура на којима се одвијају поједини процеси у механички активираним систему током загревања урађена је диференцијално термијска анализа и термогравиметријска

анализа. Након детаљне анализе утицаја механичке активације на структуру и састав добијених смеша, прахови су пресовани у цилиндричне испреске под притиском од 300 МПа. Добијени испресци су прво синтеровани конвенционално на 1400 °C 30 минута са брзином загревања 10 °C/min и хлађени брзином 5 °C/min. Тако добијени узорци су додатно топло синтеровани под притиском (Hot Isostatic Pressing, HIP) на 1280 °C и притиском од 200 МПа, са задржавањем од три сата и у атмосфери аргона. Синтеровани узорци су окарактерисани рендгеноструктурном анализом, скенирајућом електронском микроскопијом и мерењем густина Архимедовом методом. Примењено HIP синтеровање узрокује повећање густине, код узорака који су постигли затворену порозност током првог стадијума синтеровања, и вредности достижу 96 % теоријске густине за узорке активираних 80 и 160 минута. Поређењем свих добијених резултата установљена је веза параметара механичке активације и добијених својстава активираних прахова. Такође су одређени параметри синтезе који резултују магнезијум титанатном керамиком изузетно високе вредности густине (*Science of Sintering*, Vol. 46, (2014) p. 283-290., *Tehnika –Novi materijali*, Vol. 23, (2014) p. 727-731.)

Проучавање утицаја механичке активације на синтезу, синтеровање и крајња електрична својства система  $\text{BaCO}_3\text{-ZnO-TiO}_2$  предмет је неколико радова (*Ceramics International*, Vol. 37, (2011) p. 21-27., *Acta Physica Polonica A*, Vol. 120 (2), (2011) p. 322-325., *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 50, (2012) p. 714-718., *Science of Sintering*, Vol. 44, (2012) p. 65-71.). Полазни прахови у молском односу  $\text{BaCO}_3\text{:ZnO:TiO}_2 = 1\text{:}2\text{:}4$  су подвргнути механичком третману у високоенергетском планетарном млину са ZrO куглама у трајању од 5, 10, 20, 40 и 80 минута. Рендгеноструктурном анализом је показано да млевање од 80 мин доводи до формирања вишефазног система где је доминантна фаза баријум титанат. На основу XRD резултата одређена је промена у параметрима кристалне решетке (величи кристалита, микронапрезањима и густини дислокација). Морфологија прахова одређена скенирајућом електронском микроскопијом и расподелом величина честица указује на постојање агломерата  $\text{BaCO}_3$  неправилног облика величине 2 микрометра и сферних честица ZnO,  $\text{TiO}_2$  од око 200 nm, као и да током механичког третмана доминира смањење величине агломерата. Диференцијалном термијском анализом су одређене карактеристичне

температуре реакција које се одигравају у систему. Ендотермни превој у интервалу 400–800 °C праћен губитком масе од 4 %, приписује се алотропској промени  $\text{BaCO}_3$  и термалном разлагању карбоната. Пик на 815 °C указује на формирање нових фаза,  $\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{ZnTiO}_3$  и  $\text{Zn}_2\text{Ti}_3\text{O}_8$ . Сви наведени резултати су потврђени рендгенско дифракционом анализом. Процес синтеровања је праћен на дилатометру и то за прахове BZT-0, BZT-10 и BZT-40 (узорци су означени према дужини механичког третмана). Уочено је да се са повећањем времена активације померају температуре синтеровања ка нижим вредностима. Изотермски синтеровни прахови на температурама од 1100, 1200, 1250, 1300 °C два сата испитани су рендгенском дифракцијом и сканирајућом електронском микроскопијом. По први пут је урађена фото-акустика на овој керамици и добијени су подаци о термалном дифузионом коефицијенту. Установљена је веза између густине добијене керамике након синтеровања и електричних својстава, односно диелектричне константе, која за највећу постигнуту густину износи 20,70 што потврђује добијање квалитетне електрокерамике. Електрична својства испитана су на различитим фреквенцијама. Резултати указују да вредности диелектричне константе расту са временом активације, као и да густина има веома важну улогу у контроли диелектричних губитака. У сагласности са спроведеним истраживањима може се закључити да са повећањем густине расту и вредности фактора доброте.

Посебну област истраживања кандидаткиње представља испитивање кордијеритне керамике. Предмет ових радова је био утицај механичке активације као и додатка различитих адитива  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (2,5 масених % и 10% у радовима *Powder Technology*, Vol. 218, (2012) p. 157-161. и *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 51, (2012) p. 83-86.) и  $\text{TiO}_2$  (*Tehnika –Novi materijali*, Vol. 21, (2012) p. 329-333.). Истраживања приказана у раду (*Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 51, (2012) p. 83-86.) су спроведена са циљем да се испита утицај механичке активације као предтретмана на температуру синтеровања и електрична својства кордијерита. Рендгено структурна анализа је доказала присуство индиалита, модификације кордијерита, и то да његов удео расте са повећањем температуре. Вредности капацитивности расту са временом активације на температурама синтеровања од 1100 до 1300 °C, што је у корелацији са структурном анализом, док отпор опада са дужим временом активације и повећањем температуре синтеровања. Рад *Powder Technology*, Vol.

218, (2012) p. 157-161, приказује детаљно проучавање додатка  $\text{V}_2\text{O}_3$  2,5 масених % и процеса млевења на кристалну структуру и синтеровање кордијерита. Урађена је хемијска анализа, скенирајућа електронска микроскопија, рендгено структурна анализа, расподела величине честица. Затим су прахови пресовани и синтеровани на температурама од 1200, 1300, 1350 и 1400 °C. Резултати су показали да реакционим синтеровањем на температурама од 1300-1400 °C настаје чиста кордијеритна керамика, док је на нижим температурама присутан и  $\text{SiO}_2$ . Додатак  $\text{V}_2\text{O}_3$  доводи до течно фазног синтеровања и снижава температуру формирања кордијерита као и температуру синтеровања. У раду “*Influence of Mechanical Activation on the Constituents of the MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> System*”, *Tehnika –Novi materijali*, Vol. 21, (2012) p. 329-333, испитан је утицај механичке активације и додатка 5 масених %  $\text{TiO}_2$ . Одређен је фазни састав као и промене микроструктурних параметара на основу резултата добијених рендгеноструктурном анализом. Утврђено је да механичка активација доводи до смањења величине кристалита и до повећања микронапрезања и густине дислокација. Диференцијалном термичком анализом одређене су температуре реакција и фазних прелаза у систему у температурском интервалу од собне до 1100 °C.

У оквиру истраживања која се односе на испитивање структурних промена механички активираниог  $\text{BaTiO}_3$  објављена су два рада (*Ceramics International*, Vol. 37, (2011) p. 2513-2518., *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 97, (2014) p. 601-608.). Утврђено је да механичка активација доводи до смањења запремине пора и укупне порозности, посебно у првих 10 минута активације. Употребом Ритвелдове методе ради анализе рендгенограма у циљу одређивања величине кристалита показано је да механичка активација води смањењу величине кристалита од 150 nm до 30,5 nm, а запажен је и пораст микронапрезања од 2 % до 14,8 %. Рамановом спектроскопијом потврђено је постојање тетрагоналне структуре баријум титаната. Смањење интензитета и ширење модова у Рамановим спектрима указује на нарушавање структуре и уношење дефеката. У овим радовима је по први пут систематично испитан утицај механичке активације на формирање тетрагоналног баријум титаната.

Посебну област интересовања кандидаткиње представља изучавање промена у микроструктури и кинетике синтеровања  $\text{ZnO}$  (*Science of Sintering*, Vol. 39, (2007) p. 259-265., *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 48, (2009)



p. 182-185., *Istrazivanja i Projektovanja za Privredu*, 9(2) (2011) 317-22, ISSN 1451-4117.). У оквиру ових радова праћена је промена специфичне површине са променом времена и температуре синтеровања. Добијени резултати су фитовани са четири различите једначине Nicholson, Hartman, German и Ристић-Јовановић једначинама. Установљено је да експерименталне резултате најбоље описује једначина Ристић-Јовановић. Механизам синтеровања се мења од површинске дифузије у почетним фазама синтеровања до запреминске дифузије у завршном стадијуму.

#### **IV Цитираност**

Радови др Сузанае Филиповић цитирани су укупно 42 пута (27 хетероцитата и 15 аутоцитата) према индексним базама *Web of Science Core Collection* и *Scopus*, на дан 5. 2. 2015. Сви цитати су наведени у Прилогу.

#### **V Мишљење и предлог комисије**

За избор у звање научни сарадник Правилником за стицање појединачних научних звања одређени су минимални квантитативни захтеви. Услов за први избор у звање научни сарадник изражен је као обавеза да кандидат има укупно најмање 16 поена, који треба да припадају следећим категоријама: првој категорији у избору наведених фактора  $M_{10}+M_{20}+M_{31}+M_{32}+M_{33}+M_{41}+M_{42}$  мора да има 10 бодова и више, и у другој категорији у збиру наведених фактора  $M_{11}+M_{12}+M_{21}+M_{22}+M_{23}+M_{24}$  мора да испуњава услов од најмање 5 бодова.

У табели је приказан преглед објављених радова по категоријама и еквивалентан број бодова за кандидара др Сузану Филиповић.

Индикатор	Категорија	Вредност индикатора	Број радова	Укупно
M21	Рад у врхунском међународном часопису	8	5	40
M22	Рад у истакнутом међународном часопису	5	5	25
M23	Рад у часопису међународног значаја	3	13	39
M52	Рад штампан у часопису националног значаја	1,5	3	4,5
M53	Рад у научним часописима	1	1	1
M34	Саопштење са међународног скупа штампано у изводу	0,5	23	11,5
M64	Саопштење са скупа националног значаја штампано у изводу	0,2	3	0,6
M71	Одбрањена докторска дисертација	6	1	6
Укупно				127,6

Потребан услов за научног сарадника	Остварено
Укупно: <b>16</b>	Укупно: <b>127,6</b>
$M10+M20+M31+M32+M33+M41+M42 \geq 10$	$M10+M20+M31+M32+M33+M41+M42 = 104$
$M11+M12+M21+M22+M23+M24 \geq 5$	$M11+M12+M21+M22+M23+M24 = 104$

На основу свега изложеног може се извести следећи

### ЗАКЉУЧАК

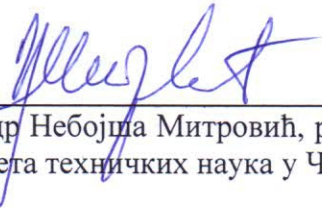
Кандидаткиња др Сузана Филиповић је у својој досадашњој научно истраживачкој делатности показала висок степен самосталности у обављању свих пројектних задатака. Такође је показала и склоност ка тимском раду на пројекту. Значајан број објављених радова потврђује актуелност тема истраживања на којима је кандидаткиња ангажована. Др Сузана Филиповић показује и наклоност ка даљем усавршавању и савладавању других метода добијања керамика значајних за савремену електронику.

Имајући у виду научне резултате кандидата, предлагемо Научном већу Института техничких наука САНУ да усвоји овај Извештај и предложи Матичном одбору за хемију захтев за одлуку да др Сузана Филиповић стекне звање **научног сарадника**.

### КОМИСИЈА



Проф. др Владимир Павловић, научни саветник  
Института техничких наука САНУ



Проф. др Небојша Митровић, редовни професор  
Факултета техничких наука у Чачку



др Нина Обрадовић, виши научни сарадник  
Института техничких наука САНУ



др Смиља Марковић, виши научни сарадник  
Института техничких наука САНУ