

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

На електронској седници Научног већа Института техничких наука САНУ одржаној 30.10.2013. године одређени смо у комисију за реизбор дипломираног физикохемичара Сузана Филиповић у звање истраживач сарадник. 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**

#### **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 Техничком факултету у Чачку.

Запослена је у Институту Техничких наука САНУ од 01.12. 2006. године. Као истраживач сарадник ангажована је на пројекту ОИ 172054 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.

Члан је Српског керамичког друштва.

#### **Научни рад**

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).

Као први аутор или коаутор објавила је 16 научних радова из научне области којом се бави: четири рада у врхунским међународним часописима, девет радова у међународним часописима, два рада у водећем часопису националног значаја и један рад у часопису националног значаја. Има девет саопштења на међународним конференцијама.

## Кратка анализа објављених радова

Научно истраживачки рад кандидаткиње Сузане Филиповић, усмерен је првенствено на област науке о материјалима са посебним освртом на истраживање нових материјала на бази титаната (магнезијум-титаната, баријум-цинк-титаната, баријум-титаната) као и кордијеритне керамике ( $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ ). Сви радови кандидаткиње се односе на контролисану синтезу наведених система методом механичке активације, детаљну анализу добијених прахова, као и накнадно синтеровање ради добијања керамика које имају широку примену нарочито у електронској индустрији.

Радови 4, 5, 7, 13 (прилог 1) проучавају утицај механичке активације на систем  $\text{MgO-TiO}_2$ . Смеша прахова је механички активирана у временским интервалима од 0-120 мин у високо-енергетском планетарном млину. Добијени прахови су детаљно испитани методама скенирајуће електронске микроскопије, рендгенске дифракције, расподела величине честица. Резултати показују да током активације долази не само до смањења величине кристалита, повећања микронапрезања и деформација решетке, него и до формирања нове фазе. Заправо је уочен прелаз титанијум диоксида током третмана из анатаса преко  $\text{TiO}_2$  II у рутил. Трагови нове фазе  $\text{MgTi}_2\text{O}_5$  се појаљују након 20 минута млевења. СЕМ фотографије показују да се почетни прахови као и активирание смеше разликују како у величини и облику честица тако и у хомогености и порозности. Уочено је формирање агломерата већ након 20 мин механичке активације, што значајно утиче на механизам накнадног термичког третмана узорака. Диференцијално термијска анализа, у температурском интервалу од собне до  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ , је урађена у циљу одређивања карактеристичних температура реакција и фазних прелаза у систему који је претходно третиран. Промене у структури и фазном саставу млевених прахова праћени су Рамановом спектроскопијом. Акценат је био на праћењу промена на кристалима  $\text{TiO}_2$  јер  $\text{MgO}$  нема Рамански активне модове. Детаљном анализом закључено је да је мали плави померај, уочен на неким тракама  $\text{TiO}_2$ , последица промена у положајима атома кисеоника у кристалу као и пораста нестехиометрије и напрезања решетке настале као последица механичког третмана. Ове резултате потврђују и вредности добијене мерењем специфичне површине неактивираниог и прахова активираних у различитим временским интервалима. Прахови добијени механичком активацијом пресовани су и синтеровани два сата изотермски на температурама  $1100, 1200, 1300$  и  $1400\text{ }^\circ\text{C}$ . Фазни састав тако добијених узорака потврђен је анализом дифрактограма где је констатовано постојање две фазе,  $\text{MgTiO}_3$  и  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4$ . Користећи Шерерову једначину из добијених дифрактограма израчунате су промене величине кристалита, као и вредности микронапрезанја и густине дислокација које настају као последица млевења и накнадног синтеровања. Резултати показују нелинеаран раст величине кристалита на већим температурама што је последица механичког третмана. Најбоља компресибилност и густина након синтеровања ( $92,2\%$  теоријске густине) постигнута је на узорку активираниом 80 мин и синтерованом два сата на  $1300\text{ }^\circ\text{C}$ . Проучавање микроструктуре и морфологије синтерованих таблета показују да са повећањем времена активације и температуре синтеровања добијамо компактније узорке. Систем максимално достиже средњи стадијум синтеровања који се

карактерише затвореним порама које још увек нису сфероидне. Може се претпоставити да је ово последица синтеровања праха који је био агломерисан пре термичког третмана. Детаљном анализом вибрационих спектра узорака синтерованих на 1300 °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 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 °C и активираних 80 минута.

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. Ако се правилно одаберу услови третмана прахова могу се добити 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 активираних 80 минута и синтероване на 1300 °C.

Проучавање утицаја механичке активације на синтеровање и електрична својства система  $\text{BaCO}_3\text{-ZnO-TiO}_2$  предмет је радова 1, 6, 9 и 12. Смеша прахова у молском односу  $\text{BaCO}_3\text{:ZnO:TiO}_2 = 1\text{:}2\text{:}4$  је механички активирана у планетарном млину са цирконијум оксидним куглама у трајању од 5, 10, 20, 40 и 80 минута. Промена фазног састава као и промена микроструктурних параметара испраћена је рендгеноструктурном анализом. Из поменуте анализе се може закључити да млевење од 80 мин доводи до формирања вишефазног система где је доминантна фаза баријум титанат. Морфологија прахова указује на постојање агломерата  $\text{BaCO}_3$  неправилног облика величине 2 микрометра и сферних честица  $\text{ZnO}$ ,  $\text{TiO}_2$  од око 200 нм. Расподела величине честица BZT-0 показује да се почетни прах састоји из три врсте честица, од око 0,7 микрометара, друга око 3,5 и трећа око 20 микрона, презентујући ситне честице  $\text{TiO}_2$ , веће честице  $\text{ZnO}$  и агломерате  $\text{BaCO}_3$ . Праћење промена у расподели честица потврђује да током механичке активације долази до ситњења агломерата. Диференцијална термијска анализа је показала присуство пет карактеристичних пикова, и то на 110 °C и 170 °C који су последица испаравања воде и нечистоћа које узорак апсорбује током припреме. Пик на 205 °C указује на смањење концентрације  $\text{BaCO}_3$ . Ендотермна грба у интервалу 400–800 °C а повезана са јачим ендо-пиком на 815 °C, праћена губитком масе од 4 %, припада алотропској промени  $\text{BaCO}_3$  и термалном разлагању карбоната. Даље, пик на 815 °C указује на формирање нових фаза,  $\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{ZnTiO}_3$  и  $\text{Zn}_2\text{Ti}_3\text{O}_8$ . Све ово је

потврђено рендгенско дифракционом анализом. Такође, праћен је процес синтеровања и на дилатометру и то за прашове BZT-0, BZT-10 и BZT-40. Уочено је да се са активацијом померају температуре синтеровања ка нижим вредностима. Изотермски синтеровни прашови 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 на основи чега је направљена је корелација између тих вредности, густина добијених након синтеровања и електричних својстава, односно диелектричне константе, која за највећу постигнуту густину износи 20,70 што потврђује добијање квалитетне електро-керамике примењиве у широком опсегу микроталаса. Електрична својства испитана су на различитим фреквенцијама. Резултати указују да вредности диелектричне константе расту са временом активације, као и да густина игра веома важну улогу у контроли диелектричних губитака. У сагласности са спроведеним истраживањима може се закључити да са повећањем густине расту и вредности фактора добротe.

Посебну област истраживања кандидаткиње представља испитивање кордијеритне керамике у радовима 3, 10 и 16. 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 3 и 10 респективно) и  $\text{TiO}_2$  (у раду 16). Истраживања приказана у раду 10 су спроведена са циљем да се испита утицај механичке активације као пред третмана на температуру синтеровања и електрична својства кордијерита. Рендгено структурна анализа показује присуство индиалита, модификације кордијерита, и то његов удео расте са повећањем температуре. Вредност капацитета расте са временом активације на температурама синтеровања од 1373 до 1573 K, што је у корелацији са структурном анализом, док отпор опада са дужим временом активације и повећањем температуре синтеровања. Рад 3 приказује детаљно проучавање додатка  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  2,5 масених % и процеса млевења на структуру и синтеровање кордијерита. Смеша прашова је механички активирана у временским интервалима од 0-56 мин. На добијеним прашовима спроведена је детаљна структурна анализа. Урађена је хемијска анализа, сканирајућа електронска микроскопија, рендгено структурна анализа, расподела величине честица. Затим су прашови пресовани и синтеровани на температурама од 1200, 1300, 1350 и 1400 °C. Резултати су показали да синтеровање на температурама од 1300-1400 °C доводи до формирања чисте кордијеритне керамике, док на нижим температурама имамо присутну још и  $\text{SiO}_2$  фазу. Додатак  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  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  $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$  System" утицај механичке активације и додатка 5 масених %  $\text{TiO}_2$  је испитан рендгено структурном анализом. Одређен је фазни састав као и промене микроструктурних параметара. Утврђено је да механичка активација доводи до смањења величине кристалита и до повећања микронапрезања и густине дислокација. Расподела величине честица потврдила је ове резултате. Диференцијалном термијском анализом одређене су температуре реакција и фазних прелаза у систему у температурском интервалу од собне до 1100 °C. Енергија унета у систем током процеса доводи прво до хомогенизације и лома честица а након

тога уноси промене у кристалну структуру што резултује израњањем дефеката прво по површини кристалне решетке а касније унутар.

Рад 14 испитује еволуцију микроструктуре и кинетику изотермског синтеровања ZnO. Прах је изотермски синтерован 15, 30, 60, 90 и 120 минута у температурском интервалу од 800 до 1200 °C. Израчунате су вредности Ленеловог параметра и на основу њих анализирани процеси згушњавања и транспорта масе. Применом скенирајуће електронске микроскопије извршена је анализа еволуције микроструктуре и утврђена зависност средње вредности величине зрна ZnO од температуре и времена. Закључак који се из ових истраживања може извести је, да су одређене вредности Ленеловог параметра, за које је утврђено да параметар A опада до температуре 1000 °C, после чега расте, док вредност параметра B расте до температуре 1000 °C. Констатовано је да су процеси транспорта масе током синтеровања интензивнији у температурском интервалу 800-1000 °C због активности система услед веће порозности на нижим T. Резултати показују да систем улази у завршну фазу синтеровања на температурама вишим од 1100 °C.

Поред наведених резултата кандидаткиња се бавила и проучавањем структурних промена BaTiO<sub>3</sub> и Ba<sub>0,77</sub>Sr<sub>0,23</sub>TiO<sub>3</sub> као последице механичке активације. Прахови су испитивани различитим техникама, скенирајућом електронском микроскопијом, рендгенском дифракцијом, расподелом величина честица, живином порозиметријом и Раманском спектроскопијом.

#### Мишљење и предлог комисије

Кандидаткиња Сузана Филиповић, у својој досадашњој научно истраживачкој делатности показала је значајну мултидисциплинарност као и склоност ка тимском таду на пројектима на којима је сарађивала. Објављени радови потврђују актуелност тема на којима је кандидаткиња радила што чини добру основу за даља истраживања у тој области.

Имајући у виду целокупне научне резултате, чланови комисије предлажу Научном већу Института техничких наука САНУ да овај извештај прихвати и изврши реизбор кандидаткиње Сузане Филиповић у звање **ИСТРАЖИВАЧ САРАДНИК**.

#### ЧЛАНОВИ КОМИСИЈЕ



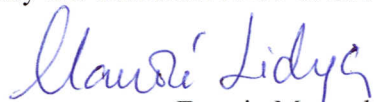
др Нина Обрадовић

Виши научни сарадник ИТН САНУ



проф. др Владимир Павловић

Научни саветник ИТН САНУ



др Лидија Манчић

Виши научни сарадник ИТН САНУ

## Прилог 1.

### Радови штампани у часопису категорије M21

1. N. Obradović, **S. Filipović**, V. Pavlović, M. Mitrić, S. Marković, V. Mitić, N. Đorđević and M. M. Ristić, "Isothermal sintering of barium-zinc-titanate ceramics", *Ceramics International*, 37, no. 1 (2011) 21-27 ([doi:10.1016/j.ceramint.2010.07.001](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.07.001)), ISSN 0272-8842, ИФ 1,751, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884210002518#>)
2. V. P. Pavlović, J. Krstić, M. J. Šćepanović, J. Dojčilović, D. M. Minić, J. Blanuša, **S. Stevanović**, V. Mitić, V. B. Pavlović, "Structural investigation of mechanically activated nanocrystalline BaTiO<sub>3</sub>", *Ceramics International*, 37 (2011) 2513-2518 ([doi:10.1016/j.ceramint.2011.03.064](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.03.064)), ISSN 0272-8842, ИФ 1,751, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884211002185>)
3. N. Obradović, N. Đorđević, **S. Filipović**, N. Nikolić, D. Kosanović, M. Mitrić, S. Marković, V. Pavlović, "Influence of mechanical activation on the sintering of cordierite ceramics in the presence of Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as a functional additive", *Powder Technology*, 218 (2012) 157-161 ([doi:10.1016/j.powtec.2011.12.012](https://doi.org/10.1016/j.powtec.2011.12.012)), ISSN 0032-5910, ИФ 2,024, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591011006863>)
4. **S. Filipović**, N. Obradović, J. Krstić, M. Šćepanović, V. Pavlović, V. Paunović, M. M. Ristić, "Structural characterization and electrical properties of sintered magnesium-titanate ceramics", *Journal of Alloys and Compounds*, 555 (2013) 39-44 (<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.12.040>), ISSN 0925-8388, ИФ 2,390, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838812022591>)

### Радови штампани у часопису категорије M23

5. **S. Filipović**, N. Obradović, V.B. Pavlović, S. Marković, M. Mitrić, M.M. Ristić, "Influence of mechanical activation on microstructure and crystal structure of sintered MgO-TiO<sub>2</sub> system", *Science of Sintering*, 42, no. 2 (2010) ([doi:10.2298/SOS100518002F](https://doi.org/10.2298/SOS100518002F)), ISSN 0350-820X, ИФ 0,403, (<http://scindeks.ceon.rs/article.aspx?query=ISSID%26and%268614&page=1&sort=8&stype=0&backurl=%2Fissue.aspx%3Fissue%3D8614>)
6. N. Obradović, **S. Filipović**, V. Pavlović, V. Paunović, M. Mitrić, M.M. Ristić, "[Structural and Electrical Properties of Sintered Barium-Zinc-Titanate Ceramics](#)", *Acta Physica Polonica A* 120 (2) 322-325, (2011), ISSN 1898-794X, ИФ 0,444, (<http://przyrbwn.icm.edu.pl/APP/PDF/120/a120z2p24.pdf>)
7. N. Obradović, **S. Filipović**, V.B. Pavlović, A. Maričić, N. Mitrović, I. Balać, M.M. Ristić, "Sintering of mechanically activated magnesium-titanate and

- barium-zinc-titanate ceramics", *Science of Sintering*, 43 (2011) 145-151 (doi:10.2298/SOS1102145O), ISSN 0350-820X, ИФ 0,274, (http://scindeks.ceon.rs/article.aspx?query=ISSID%26and%269509&page=3&sort=8&stypе=0&backurl=%2Fissue.aspx%3Fissue%3D9509)
8. N. Obradović, A. Terzić, Lj. Pavlović, **S. Filipović**, V. Pavlović, "Dehydration investigations of a refractory concrete using DTA method", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 110 (2012) 37-41 (doi: 10.1007/s10973-011-1880-3), ISSN 1388-6150, ИФ 1,982, (http://link.springer.com/article/10.1007%2Fs10973-011-1880-3)
  9. N. Obradovic, **S. Filipovic**, M. Mitric, V. Pavlovic, V. Paunovic, D. Kosanovic, I. Balac, M. M. Ristic, "Influence of mechanical activation on electrical properties of barium-zinc-titanate ceramics sintered at 1100°C", *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 50 (2012) 714-718 (doi: 10.1007/s11106-012-9380-y) , ISSN 1068-1302, ИФ 0,262, (http://download.springer.com/static/pdf/494/art%253A10.1007%252Fs11106-012-9380-y.pdf?auth66=1383215274\_df830693443d9fe44bf5090a1e463a7b&ext=.pdf)
  10. N. G. Djordjevic, N. Obradovic, S. Filipovic, "Electrical properties of mechanochemically activated cordierite ceramics", *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 51 (2012) 83-86 (doi: 10.1007/s11106-012-9400-y) , ISSN 1068-1302, ИФ 0,262, (http://link.springer.com/article/10.1007%2Fs11106-012-9400-y)
  11. D. Kosanović, N. Obradović, J. Živojinović, S. Filipović, A. Maričić, V. Pavlović, Y. Tang, M. M. Ristić, "Mechanical-Chemical Synthesis Ba<sub>0.77</sub>Sr<sub>0.23</sub>TiO<sub>3</sub>", *Science of Sintering*, 44 (2012) 47-55 (doi:10.2298/SOS120104K), ISSN 0350-820X, ИФ 0,278, (http://www.doiserbia.nb.rs/img/doi/0350-820X/2012/0350-820X1201047K.pdf)
  12. N. Obradović, M.V. Nikolić, N. Nikolić, S. Filipović, M. Mitrić, V. Pavlović, P. M. Nikolić, A. R. Đorđević, M. M. Ristić, "Synthesis of Barium-zinc-titanate Ceramics", *Science of Sintering*, 44 (2012) 65-71 (doi:10.2298/SOS1201065O), ISSN 0350-820X, ИФ 0,278, (http://www.doiserbia.nb.rs/img/doi/0350-820X/2011/0350-820X1102145O.pdf)
  13. S. Filipovic, N. Obradovic, D. Kosanovic, V. Pavlovic, A. Djordjevic, "Sintering of mechanically activated MgO-TiO<sub>2</sub> system", *Journal of Ceramic Processing and Research*, 14 (2013) 31-34 , ISSN 1229-9162, ИФ 0,333, (http://jcpr.kbs-lab.co.kr/file/JCPR\_vol.14\_2013/JCPR14-1/14\_1\_08.pdf)



14. Kosanović D, **Filipović S**, Obradović N, Pavlović V, Ristić M., " [Microstructure evolution and sintering kinetics of ZnO](#)", *Istrazivanja i Projektovanja za Privredu*, 9(2) (2011) 317-22, ISSN 1451-4117, (<http://scindeks.ceon.rs/article.aspx?artid=1451-41171102317K>)

**Публикације категорије M<sub>52</sub>**

15. N. G. Đorđević, N. N. Obradović, **S. Ž. Filipović**, "Kinetika mehanohemijske sinteze barijum-titanata", *Tehnika-Novi materijali*, **20:3** (2011) 367-371, ISSN 0354-2300, (<http://scindeks.ceon.rs/article.aspx?query=RELRID%26and%26405995&page=0&sort=1&styp=0&backurl=%2FRelated.aspx%3Fref%3D405995>)
16. Nataša Đorđević, Nina Obradović, Suzana Filipović, Jelena Živojinović, Miodrag Mitrić, Smilja Marković, "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*, **21:3** (2012) 329-333, ISSN 0354-2300, ([http://www.itn.sanu.ac.rs/images/Djordjevic\\_Tehnika2012.pdf](http://www.itn.sanu.ac.rs/images/Djordjevic_Tehnika2012.pdf))