

**УНИВЕРЗИТЕТ У ИСТОЧНОМ САРАЈЕВУ**  
**ТЕХНОЛОШКИ ФАКУЛТЕТ**  
**ЗВОРНИК**

**ИЗВЈЕШТАЈ О ОЦЈЕНИ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ**

**I ПОДАЦИ О КОМИСИЈИ**

1. Датум и орган који је именовано Комисију: 14.11.2024. године., LXXX сједница Научно-наставног већа Технолошког факултета Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву
2. Састав Комисије са назнаком имена и презимена сваког члана, звања, назива уже научне области за коју је изабран у звање, датума избора у звање и назива факултета, установе у којој је члан Комисије запослен:
  - **Др Митар Перушић, редовни проф., председник**, Процесно инжењерство, 2015, Технолошки факултет Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву
  - **Др Радислав Филиповић, редовни проф., ментор**, Процесно инжењерство, 2021, Технолошки факултет Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву
  - **Др Владимир Срдић, редовни проф., члан**, Неорганска технологија и материјали, 2006, Технолошки факултет Нови Сад, Универзитет у Новом Саду
  - **Др Срећко Стопић, ванредни проф., члан**, Металургија и рециклирање материјала, 2004, Технички Универзитет Северне Рајне-Вестфалије у Ахену (Савезна Република Њемачка)
  - **Др Горан Тадић, редовни проф., члан**, Процесно инжењерство, 2017, Технолошки факултет Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву

**II ПОДАЦИ О КАНДИДАТУ**

1. Име, име једног родитеља, презиме: ВЛАДИМИР (Мирослав) ДАМЈАНОВИЋ
2. Датум рођења, општина, држава: 29.05.1985. године, Сарајево, БиХ, СФРЈ
3. Датум одбране, место и назив магистарске тезе: 17.07.2012., Технолошки факултет Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву, „Екстракција и антиоксидативно дејство невена“
4. Научна област из које је стечено академско звање Магистра хемијске технологије и инжењерства: Инжењерство и технологија

**III НАСЛОВ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ**

**„Анализа утицаја процесних параметара на чистоћу алуминијум-хидроксида као прекурсора глинице за специјалне намјене“**

**IV ПРЕГЛЕД ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ**

Историјат одобрења и сагласности за докторску дисертацију:

- На седници ННВ-а Технолошког факултета у Зворнику, дана 21.02.2020. године донесена је одлука о прихватању теме докторске дисертације и именована Комисија за

оцену подобности теме и кандидата (Одлука број 272/2020. МГ/СВ.);

- На VI седници ННВ Технолошког Факултета Зворник, донесена је одлука о прихватању Извјештаја комисије бр.548/2020 од 15.04.2020. године, о научној заснованости теме за израду докторске дисертације кандидата мр Владимира Дамјановића (Одлука бр. 548/2020. МГ/СВ од 15.04.2020. године);
- Одлука о именовану др Радислава Филиповића, ванредног проф. за ментора у изради докторске дисертације (Одлука бр. 548/2020.МГ/СВ. од 15.04.2020. године);
- Сенат Универзитета у Источном Сарајеву на XV седници од 30.05.2020. године донио Одлуку бр. 01-С-123-XV/20 о прихватању Извјештаја Комисије о оцени подобности теме и кандидата за израду докторске дисертације;
- ННВ Технолошког факултета Зворник на LXXX седници, од 14.11.2024.године., формирало је Комисију за преглед, оцену и одбрану урађене докторске дисертације (Одлука бр. 1929/2024. МГ/СВ од 14.11.2024. године).

### Општи подаци о докторском раду

Докторска дисертација мр Владимир Дамјановића је веома прегледно и јасно изложена у шест поглавља:

1. Увод (стр. 1-3)
2. Општи дио (стр. 4-34)
3. Експериментални дио (стр. 35-57)
4. Резултати и дискусија (стр. 58-135)
5. Закључак (стр. 136-139)
6. Литература (стр. 140-152) и  
Прилог (стр.153-160)  
Списак слика  
Списак табела

Дисертација је написана на 160 страна А4 формата, садржи 114 слика, 25 табела, и 140 литературних навода. На почетку дисертације дата је кључна документација са изводом рада на српском и енглеском језику.

### Приказ и анализа докторског рада

Кандидат (Аутор) Мр Владимир Дамјановић у **УВОДУ** докторске дисертације описује предмет истраживања докторске дисертације кроз детаљан опис појединих фаза по којима је испитивање вршено. Истраживање обухвата уклањање силицијума (Si) и калцијума (Ca) коришћењем јефтине индустријске сировине, креча, као и механизме уклањања цинка (Zn) и гвожђа (Fe) при различитим условима. Такође, испитан је процес хидротермалног прања за уклањање натријума (Na) из кристалног алуминијум-хидроксида. Потом истражује симбиозу ових метода како би се синтетизовао прекурсор за алумину (глиницу) специјалне намене кроз вишестепену кристализацију и даљу обраду хидротермалним прањем. На крају, дате су потврђене хипотезе о могућности смањења концентрације нечистоћа у алуминатном раствору и финалном производу, уз синергијски ефекат ових процеса.

**ОПШТИ ДИО** ове докторске дисертације се састоји од три поглавља. У првом поглављу **ПРЕГЛЕД СТАЊА У ПОДРУЧЈУ ИСТРАЖИВАЊА** кандидат даје детаљан опис Бајеровог процеса производње глинице. Описан је цео процес, од припреме боксита до калцинације алуминијум-хидроксида, уз хемијске једначине које илуструју појединачне

фазе. Посебан осврт дат је на фазе процеса које доводе до појаве нечистоћа у растворима. Кључни део поглавља посвећен је нечистоћама присутним у алуминатном раствору (силицијум, калцијум, гвожђе, цинк) и њиховом негативном утицају на квалитет финалног производа. Детаљно се анализирају постојеће методе за уклањање ових нечистоћа, укључујући десиликатизацију, употребу различитих адитива (калцијум-сулфат, калцијум-хидрокарбоалуминат), и методе за уклањање цинка (алкални сулфиди, цинк оксид). Кандидат такође обрађује истраживања везана за смањење садржаја натријума (Na) у алуминијум-хидроксиду. Поред тога дат је приказ и алтернативне методе попут ултразвучне спреј пиролизе (УСП). УСП метода је представљена као потенцијално перспективна техника за добијање честица алуминијум-оксида контролисане величине и морфологије. Закључно, истиче се потреба за даљим истраживањима у области уклањања нечистоћа из индустријских алуминатних раствора ради побољшања квалитета добијених глинаца и проширења њихове примене у разним индустријама.

У поглављу 2.2. **АНАЛИЗА САВРЕМЕНИХ ПРОЦЕСА ПРЕЦИПИТАЦИЈЕ У ПРЕЧИШЋАВАЊУ РАСТВОРА** кандидат детаљно описује различите савремене процесе преципитације примењене у пречишћавању раствора, са фокусом на уклањање силицијума, гвожђа, цинка, бакра и других нечистоћа. Објашњени су основни принципи преципитације металних хидроксида, укључујући термодинамичку равнотежу и производе растворљивости. Коришћене су једначине и дијаграми растворљивости за илустрацију селективног издвојања метала у зависности од рН вредности. Приказана је упоредна ефикасност употребе  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  и  $\text{NaOH}$  у преципитацији различитих метала, и објашњено је како се селективно одвајање постиже контролисањем рН вредности. Описан је и континуални процес пречишћавања раствора помоћу  $\text{NaOH}$ , анализирајући ефикасност уклањања различитих метала на различитим рН вредностима. Алтернативна метода, електрокоагулација (ЕК), представљена је као ефикасна и економски исплатива технологија. У овом делу аутор такође детаљно описује преципитацију  $\text{Cu}$ ,  $\text{Zn}$  и  $\text{Fe}$  неутрализацијом кречом, анализирајући услове преципитације и могућност селективног издвајања. Коришћени су Eh-рН дијаграми за системе  $\text{Fe}-\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{Zn}-\text{H}_2\text{O}$  да би се илустровала зависност понашања гвожђа и цинка од редокс потенцијала и рН вредности, при чему је разматрана и копреципитацији. Поступак десиликатизације раствора натријум-алумината помоћу  $\text{CaO}$ ,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  и  $\text{MgO}$  је такође објашњен, са анализом ефикасности различитих агенаса. Коначно, описан је поступак селективног издвојања гвожђа, бакра и цинка на основу моделовања резултата експерименталних истраживања. Текст у целини даје свеобухватан преглед метода преципитације у металуршком пречишћавању, истичући предности и недостатке појединих метода и наглашавајући значај контроле рН вредности и других параметара за ефикасно и селективно уклањање нечистоћа из раствора.

У поглављу 2.3. **ТЕРМОХЕМИЈСКА АНАЛИЗА ПРЕЧИШЋАВАЊА СИЛИЦИЈУМА, КАЛЦИЈУМА, ЦИНКА И ГВОЖЂА ИЗ АЛУМИНАТНИХ РАСТВОРА** кандидат се бави термохемијском анализом пречишћавања алуминатних раствора од силицијума, калцијума, цинка и гвожђа, користећи Eh-рН дијаграме и термохемијско моделовање. Почиње објашњењем важности примене Eh-рН дијаграма у различитим областима, укључујући и пречишћавање воде. Након уводног дела, кандидат се фокусира на анализу пречишћавања и то:

- **Уклањање силицијума.** Користећи се програмо FactSage 8.0, анализирао је равнотежу у систему  $\text{Al}-\text{Si}-\text{Na}-\text{H}_2\text{O}$  на  $25^\circ\text{C}$ . Приказано је да је уклањање силицијума могуће у облику силицијумске киселине ( $\text{H}_4\text{SiO}_4$ ) при високим електродним потенцијалима, а при нижим у облику силана ( $\text{SiOH}_4$ ). Додатак креча доводи до

формирања нерастворних једињења, укључујући три-калцијум силикат, што је приказао на дијаграму равнотеже у систему Al-Si-Ca-H<sub>2</sub>O. Описан је процес кристализације три-калцијум алумината (ТСА) из раствора натријум-алумината и његово понашање.

- **Улога креча у десиликатизацији.** Истиче значај креча (калцијум-оксида) у смањењу нечистоћа и побољшању квалитета глинице у Бајеровом процесу. Дата је упоредна анализа која упоређује ефикасност десиликатизације помоћу само црвеног муља и помоћу комбинације црвеног муља и СаО.
- **Уклањање гвожђа, цинка и бакра.** Анализирао је понашање гвожђа, цинка и бакра у алуминатним растворима помоћу дијаграма равнотеже (Na-Al-Fe-H<sub>2</sub>O, Na-Zn-H<sub>2</sub>O, Na-Cu-H<sub>2</sub>O). Приказано је како се, мењањем рН вредности и оксидационог потенцијала, ови метали трансформишу у нерастворне облике (оксиди, хидроксиди).

У овом поглављу аутор, помоћу програма FactSage 8.0, користи термохемијско моделовање и равнотежне дијаграме да објасни процесе пречишћавања алуминатних раствора. Комбинује теоријске основе са практичним примерима и резултатима истраживања, истичући ефикасност различитих метода у уклањању специфичних нечистоћа.

**ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДЕО** састоји се од три поглавља, при чему је у првом поглављу 3.1., **УВОД У ЕСКПЕРИМЕНТ**, кандидат навео предмет и фазе истраживања.

У поглављу 3.2. **МАТЕРИЈАЛИ И МЕТОДЕ АНАЛИЗЕ** кандидат је навео уређаје и методе анализа кориштене у изради ове докторске дисертације. Кандидат је навео материјале и њихове карактеристике, које је користио при изради ове докторске дисертације.

За карактеризацију сировина као и готових узорака кандидат је користио следеће методе:

- Волуметријска метода анализе;
- Атомска апсорпциона спектрометрија (AAS);
- Оптичка емисиона спектроскопија са индуктивно спрегнутом плазмом (ICP-OES);
- Енергетски дисперзивна рендгенска спектрографија (EDX);
- Дифракција X-зрака на праху (Рендгеноструктурна анализа- XRD);
- Скенирајућа електронска микроскопија (SEM);

У овом поглављу су такође детаљно описани и анализирани полазни материјали који су коришћени при истраживању.

Поступак и услови извођења ових метода су детаљно описани у поглављу 3.3.

**ПРОЦЕДУРА ИЗВОЂЕЊА РАДА.** Кандидат је истраживање поделио у два сегмента.

**Први сегмент** истраживања фокусира се на пречишћавање раствора од силицијума, калцијума, цинка, гвожђа и натријума, а подељен је у три фазе и то:

- **Уклањање силицијума и калцијума.** Кандидат испитује утицај додатка креча на садржај нечистоћа у синтетички припремљеном алуминатном раствору, при чему мења време синтезе, количину додатог креча и температуру.
- **Уклањање цинка и гвожђа.** Испитује утицај температуре, количине додатог „цјепива“ (иницијатора кристализације) и времена синтезе на уклањање цинка и гвожђа.
- **Уклањање натријума.** Испитује ефикасност уклањања натријума из добијеног алуминијум-хидроксида путем хидротермалног прања, при чему мења време прања, температуру и концентрацију хидрата у воденој суспензији.

**Други сегмент** истраживања обухвата интеграцију предходно испитаних метода за смањење нечистоћа у алуминатном раствору и алуминијум-хидроксида. Овај сегмент је

такође подјелен по фазама и то:

- **Вишестепена кристализација.** Комбинује претходне поступке пречишћавања са вишестепеном кристализацијом алуминијум-хидроксида из пречишћеног раствора, праћено хидротермалним прањем за добијање високочистог хидроксида.
- **Синтеза специјалне глинице.** Добијени алуминијум-хидроксид користи за синтезу специјалне глинице (субмикронске величине честица) методом ултразвучне спреј пиролизе раствора алуминијум нитрата (синтетички и лабораторијски припремљени).

У целом истраживању, детаљно су описани експериментални поступци, параметри и добијени резултати, са циљем добијања високочистог алуминијум-хидроксида и специјалне глинице контролисаних карактеристика. Истраживање се ослања на комбинацију различитих метода пречишћавања и синтезе, илустрованих шемама и табелама са експерименталним параметрима.

Експериментални део рада и анализу добијених узорака кандидат је извео у истраживачкој лабораторији фабрике „Алумина“ д.о.о. Зворник, на Институту за процесну металургију и рециклирање метала Техничког Универзитета у Ахену, Лабораторији компаније “Призма“ Крагујевац, Технолошко-металуршком факултету Универзитета у Београду, Техничком Универзитету у Истанбулу, Рударско-геолошком факултету Универзитета у Београду.

У поглављу 4. **РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА** кандидат је на јасан, прегледан и научно-методолошки разумљив начин приказао добијене резултате и дао мишљење о механизмима по којима се одвијају наведени процеси.

У поглављу 4.1. **УКЛАЊАЊЕ СИЛИЦИЈУМА (Si) И КАЛЦИЈУМА (Ca) ИЗ РАСТВОРА НАТРИЈУМ-АЛУМИНАТА** дати су резултати пречишћавања синтетичког натријум-алумината од силицијума и калцијума помоћу креча. Експерименти су спроведени тако да би се проценио утицај три кључна процесна параметра на ефикасност уклањања нечистоћа и то:

- **Утицај времена реакције.** Мењане су дужине трајања реакције на 60, 120, 180, 240 и 300 минута при константној температури од 80°C и додатом количном креча од 20 g/l.
- **Утицај температуре.** Реакције су спроведене на температурама од 50, 60, 70 и 80°C са 20 g/l додатог креча у трајању од 120 минута.
- **Утицај количине креча.** Количине креча су мењане од 5, 10, 20, 30 до 40 g/l при сталној температури од 80°C у трајању од 120 минута.

С обзиром, да поред директног утицаја на ефикасност уклањања силицијума и калцијума, ови параметри треба минимално да утичу на концентracију алуминијума у раствору, утврђени су оптимални услови за ову фазу процеса а то је време реакције од 60 мин, температура 80°C и концентracија креча 30 g/l.

У поглављу 4.2. **УКЛАЊАЊЕ ЦИНКА (Zn) И ГВОЖЂА (Fe) ИЗ РАСТВОРА НАТРИЈУМ-АЛУМИНАТА** пречишћавање раствора је вршено додавањем специјално припремљеног иницијатора кристализације (Al(OH)<sub>3</sub>-цјепива), а истраживани су најповољнији услови за максимално издвајање ових примеса. У овом делу рада истражује се утицај температуре, количине додатих иницијатора кристализације и времена на процес уклањања цинка и гвожђа из раствора натријум алумината и то:

- **Температура.** Испитане температуре су у опсегу од 45 °C до 70 °C.
- **Време.** Утицај времена реакције је испитан у опсегу од 30 до 150 минута.
- **Количина иницијатора кристализације (цјепива).** Утицај количине додатог

цјепива испитан је у опсегу од 5 g/l до 40 g/l.

Кандидат је приказао интересантне снимке узорака са електронског микроскопа на којима се види инкорпорација нечистоћа у структури издвојеног алуминијум-хидроксида. Такође, утврђени су оптимални услови за ову фазу процеса а то је време реакције од 60 мин, температура 50°C и количина додатог цјепива у износу од 5 g/l.

У поглављу 4.3. **УКЛАЊАЊЕ НАТРИЈУМА (Na) ИЗ КРИСТАЛНОГ АЛУМИНИЈУМ-ХИДРОКСИДА** фокус је стављен на уклањање натријума из алуминијум-хидроксида, добијеног у Бајеровом процесу, путем хидротермалног прања. Овај метод, који подразумева третман под високим температурама и притисцима, служи за пречишћавање материјала и побољшање њихових карактеристика. Експериментално истраживање обухватило је следеће параметре:

- **Време хидротермалног прања.** Испитане су различите временске границе, у распону од 30 до 150 минута.
- **Температура.** Хидротермално прање је испитано у температурном интервалу од 170 °C до 250 °C.
- **Концентрација хидрата у суспензији.** Испитане концентрације су биле од 16,7 g/l до 500 g/l.

Резултати су показали да повећање времена и температуре позитивно утиче на уклањање натријума, с тим да потпуна трансформација гибсита у бемит захтева минимално 210 °C и 120–150 минута. Приликом анализе узорака на електронском микроскопу уочена је фазна трансформација која се одвија у зависности од задатих процесних параметара. У овој фази утврђени су оптимални процесни услови и то температура од 250 °C, време 2,5 сата и концентрација чврсте фазе у суспензији 167 g/l.

У поглављу 4.4. **ВИШЕСТЕПЕНА КРИСТАЛИЗАЦИЈА АЛУМИНИЈУМ-ХИДРОКСИДА И ПРИПРЕМА РАСТВОРА АЛУМИНИЈУМ НИТРАТА ИЗ ПРЕЧИШЋЕНОГ ПРЕКУРСОРА** кандидат је приказао ефикасност примене вишестепенне кристализације у циљу смањења укупних нечистоћа у алуминијум-хидроксида, примењујући искуства и закључке из предходног дела истраживачког рада. Резултати хемијских анализа приказани су табеларно и дијаграмски а указују на значајно смањење концентрација нечистоћа некон сваког степана кристализације. Приликом уклањања силицијума и калцијума из раствора, утицај иницијалне обраде са 30 g/l креча омогућио је значајно смањење концентрација нежељених супстанци у раствору. Конкретно:

- **SiO<sub>2</sub>**-концентрација је опадала и до 2,568 ppm, што указује на ефективно уклањање силицијума из раствора.
- **CaO**-концентрација је достигало и 1,900 ppm, што указује на успешно смањење калцијума.
- **ZnO**-концентрација цинка остала је релативно висока и до 32,141 ppm, што сугерише да је потребно наставити процес пречишћавања.
- **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**-гвожђе је такође смањено при чему су достигане вриједности од 2,032 ppm, исказујући успешно уклањање гвожђа.

Приликом уклањања цинка и гвожђа у наредној фази процеса, које је спровођено на истом раствору на ком је предходно вршен третман са кречом, постигнуто је додатно уклањање заосталих нечистоћа, користећи цјепиво као иницијатор кристализације. У овој фази нечистоће су скоро у потпуности уклоњене. Конкретно:

- **SiO<sub>2</sub>**-концентрација је опадала и до 1,888 ppm,
- **CaO**-при овој фази калцијум је смањиван испод 1 ppm,

- **ZnO**-концентрација цинка из предходне фазе је остала релативно висока док је у овој фази обарана до 0 ppm, доводећи до потпуног уклањања цинка из раствора
- **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**-концентрација гвожђа је у овој фази сведена на 0 ppm, такође указујући на потпуно уклањање гвожђа из раствора.

На основу резултата хемијских анализа за различите степене кристализације алуминијум-хидроксида уочене су значајне измене у концентрацијама нечистоћа, што указује на успешност процеса. Концентрације нежељених елемената у полазном Al(OH)<sub>3</sub> биле су: Na<sub>2</sub>O - 0,08%, SiO<sub>2</sub> - 0,006%, CaO - 0,006%, ZnO - 0,0070% и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 0,008%. Након **IV кристализација**, концентрације већине ових нечистоћа биле су доста ниже и то SiO<sub>2</sub> - 0,002%, CaO - 0,0019%, ZnO - 0,0021% и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 0,0025%, док је концентрација натријума значајно порасла Na<sub>2</sub>O - 0,78%. На крају, последња фаза је хидротермално прање на повишеној температури и притиску током 2,5 сата, при чему су добијене хемијске анализе показале значајно смањење натријума (0,0031% у поређењу с полазним хидроксидам од 0,78%). Коначни резултати потврђују да је вишестепена кристализација у комбинацији с хидротермалним прањем ефикасан метод у производњи високо чистог алуминијум-хидроксида. Из овако добијеног алуминијум-оксихидроксида, припремљен је раствор алуминијум нитрата, који је искоришћен као прекурсор за добијање субмикронских прахова алуминијум-оксида.

У поглављу 4.5. **ДОБИЈАЊЕ ПРАХОВА АЛУМИНИЈУМ-ОКСИДА ИЗ ПРЕЧИШЋЕНИХ ПРЕКУРСОРА**, кандидат је истраживао процес ултразвучне спреј пиролизе као метод термичког разлагања, фокусирајући се на синтезу металних оксида, посебно алуминијум оксида. Обрадио је методу ултразвучне спреј пиролизе (УСП), пружајући детаљан опис како ова метода функционише, укључујући процес стварања аеросола и важност ултразвучног атомизирања. Кандидат је спровео експерименте како би добио честице алуминијум-оксида, користећи различите полазне растворе, алуминијум нитрата, са концентрацијама у опсегу од 40 g/l до 200 g/l. Он је испитивао утицај различитих фактора, као што су температура (постигнута до 1000°C) и састав раствора, на добијене честице.

Користио је методе SEM (скенирајућа електронска микроскопија) и ЕДС (енергијска дисперзивна спектроскопија) за анализу морфолошких карактеристика и састава добијених прахова. Резултати су показали да добијене честице имају сферични облик, са пречником који варира од 400 до 780 nm у зависности од концентрације алуминијума у раствору. Резултати анализе указали су да се разлике у хемијском саставу раствора могу одразити на форму и величину добијених честица.

Такође, кандидат је предложио будућа истраживања, укључујући коришћење кварцних или керамичких цеви за реакторе, како би се смањила контаминација узорака и испитао утицај различитих процесних параметара на карактеристике праха. Овај рад даје значајан допринос у области синтезе металних оксида и може имати примене у различитим секторима индустрије.

Образложење резултата кандидат је приказао у виду дијаграма, табела, слика и SEM снимака одређених узорака које су пратили адекватни закључци.

У поглављу 5. **ЗАКЉУЧЦИ** кандидат је на основу добијених резултата и дискусије извео одговарајуће научно засноване и поуздане закључке. Досадашње методе пречишћавања раствара натријум алумината нису биле довољно ефикасне, јако су сложене и изискују прилично високе трошкове. Истраживање је усмерено на вишестепени процес елиминације нечистоћа из раствора натријум алумината и алуминијум-хидроксида како би се добио производ вишег степена чистоће. У првој фази, уклањање силицијума и калцијума је

спроведено под оптималним условима (60 минута, 80°C, 30 g/l креча). У другој фази, уклањање гвожђа и цинка је реализовано преко контролисане преципитације алуминијум-хидроксида (60 минута, 50°C, 5 g/l цјепива). У трећој фази, уклањање натријума из алуминијум-хидроксида спроведено је (150 минута, 250°C, 167 g/l водене суспензије). Ефикасност вишестепене кристализације показала се као ефикасан метод за смањење укупних нечистоћа, чиме се подиже укупни квалитет финалног производа. Процеси трансформације и уклањања нечистоћа зависе од температуре и времена, а оптимални услови, који су предходно изнети, су кључни за постизање високе ефикасности и економске изводљивости. Из пречишћеног прекурсора произведени су нанопрахови алуминијум оксида, који су поређени са праховима добијеним из синтетичког раствора, указујући на могућност контроле процеса за побољшање својстава финалних производа. Кандидат предлаже даља истраживања која би укључила модификацију реактора и испитивање утицаја температуре и других параметара на квалитет добијених честица. Ови закључци указују на једну ригорозну истраживачку стратегију са циљем побољшања квалитета алуминијум-оксида кроз иновативне методе пречишћавања. Такође у закључцима је дата иновативна шема предложеног процеса за добијање чистијег прекурсора као полазне основе за добијање алуминијум-оксида за специјалне намене.

**ЛИТЕРАТУРА** садржи списак од 140 литературних референци, релевантних за област истраживања, која је предмет докторске дисертације.

#### **V ЗНАЧАЈ И ДОПРИНОС ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ СА СТАНОВИШТА АКТУЕЛНОГ СТАЊА У ОДРЕЂЕНОЈ НАУЧНОЈ ОБЛАСТИ**

Докторска дисертације кандидата **Мр Владимира Дамјановића** даје значајне резултате везане за објашњења механизма уклањања нежељених пратилаца из раствора натријум алумината и могућности добијања финалних производа веће чистоће из ових раствора. На основу изложеног експерименталног истраживања у овом раду може се идентификовати неколико значајних научних доприноса. Кандидат је развио и оптимизовао више метода пречишћавања натријум алумината а потом и кристалног алуминијум-хидроксида. При томе резултате је потврдио користећи се методама волуметријске и инструменталне анализе, атомска апсорпционе спектрометрије (AAS), оптичке емисионе спектроскопије (ICP-OES). Ови приступи омогућали су ефикасно уклањање нечистоћа (Si, Ca, Zn, Fe, Na), што доприноси производњи висококвалитетних материјала.

Систематски приступ експерименталном раду, подељен у два сегмента са детаљно описаним фазама истраживања, показује методу која омогућава поновљивост и примењивост резултата у индустријским процесима. Истраживање утицаја различитих процесних параметара (температура, време, концентрација) на ефикасност уклањања нечистоћа осветљава механизме који стоје иза ових процеса. Ови резултати могу помоћи у развоју још ефикаснијих техника у будућим истраживањима.

Коришћење вишестепене кристализације за побољшање чистоће алуминијум-хидроксида показује иновативан приступ у хемијској производњи, с потенцијалом за широку примену у индустрији. Кандидат је такође истраживао синтезу субмикронских честица алуминијум-оксида, што отвара нове могућности у области материјалних наука, посебно у примени наноматеријала са контролисаним својствима.

Добијени резултати и опис методологије имплицирају значајну практичну примену у индустрији алуминијума, посебно у сегментима где је потребна висока чистоћа материјала. Ови доприноси не само да унапређују постојеће знање у области хемијског инжењерства технологије и металургије, већ такође постављају основе за будућа истраживања и развој нових технолошких решења у овој области.

На основу добијених резултата, докторска дисертација кандидата **мр Владимира Дамјановића**, даје значајан допринос актуелној тематици у посматраној научној области.

#### **VI ОЦЈЕНА ДА ЈЕ УРАЂЕНА ДОКТОРСКА ДИСЕРТАЦИЈА РЕЗУЛТАТ ОРИГИНАЛНОГ НАУЧНОГ РАДА КАНДИДАТА У ОДГОВАРАЈУЋОЈ НАУЧНОЈ ОБЛАСТИ**

Кандидат **мр Владимир Дамјановић** је успешно и у целости обавио истраживања, која су предвиђена планом у пријави ове докторске дисертације. Добијени резултати проистекли из ових истраживања су презентовани прегледно, са логичним редослиједом и илустровани са одговарајућим сликама и табелама. Резултате истраживања кандидат је јасно и прецизно тумачио, у складу са најновијим научним сазнањима у области специјалних глиница и алуминијум-хидроксида. Комисија закључује, да приказ и тумачење резултата истраживања, у оквиру дисертације, у целини задовољава критеријуме научног приступа тумачења резултата истраживања, представља самосталан истраживачки и научни рад кандидата, чији резултат су публиковани оригинални научни радови.

#### **VII ПРЕГЛЕД ОСТВАРЕНИХ РЕЗУЛТАТА РАДА КАНДИДАТА У ОДРЕЂЕНОЈ НАУЧНОЈ ОБЛАСТИ**

Објављени радови у међународним часописима:

1. **Vladimir Damjanovic**, Radislav Filipovic, Zoran Obrenovic, Mitar Perusic, Dusko Kostic, Slavko Smiljanic and Srecko Stopic, Influence of Process Parameters in Three-Stage Purification of Aluminate Solution and Aluminum Hydroxide, *Metals* 2023, 13, 1816. <https://doi.org/10.3390/met13111816>, **IF:2,6**.
2. Dario Balaban, Branislava Nikolovski, Goran Tadić, **Vladimir Damjanović**, Radislav Filipović, Zoran Obrenović, A novel approach for modeling and simulation of vibrating fluidized bed dryers: Industrial scale case study, *Chemical Engineering Research and Design*, Vol. 199, 2023, p. 486-496. **IF:3,7**.
3. Nikola Paprica, Radislav Filipović, Mitar Perušić, Duško Kostić, Slavko Pantić, **Vladimir Damjanović**, Influence of the SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> molar ratio on the specific properties of NaA zeolite, *Chemical Papers* 76(14), 2022, **IF:2,1**.
4. Mladen Janković, Mitar Perušić, **Vladimir Damjanović**, Radislav Filipović, Zoran Obrenović, Goran Tadić, Duško Kostić, Influence of suspension heating rate on properties of zeolite 13X: Original scientific paper, (Chemical Industry), 2023, <https://doi.org/10.2298/HEMIND230418023J>
5. Srećko R. Stopić, **Vladimir Damjanović**, Radislav Filipović, Mary D. Kamara, Bernd G. Friedrich, Treatment of bauxite residues - acidic leaching (first part), *Vojnotehnički glasnik/Military Technical Courier*, 2023, Vol. 71, Issue 4, pp.1069-1086
6. Jelena Vuković, Mitar Perušić, Srećko Stopić, Duško Kostić, Slavko Smiljanić, Radislav Filipović, and **Vladimir Damjanović**, A review of the red mud utilization possibilities, *Ovidius University Annals of Chemistry*, Volume 35, Number 2, pp. 165 - 173, 2024

Објављени радови на скуповима међународног значаја значаја, штампани у целини:

7. Željko Ostojić, **Vladimir Damjanović**, Zoran Obrenović and Radislav Filipović, The Quality of Bauxites from Bosnia & Herzegovina and Montenegro Processed by the Alumina DOO Zvornik between 2014 and 2018, *TRAVAUX* 48, Proceedings of the 37th International ICSOBA Conference and XXV Conference «Aluminium of Siberia»,

Krasnoyarsk, Russia, 16 – 20 September, 2019

8. **Vladimir Damjanović**, Duško Kostić, Željko Ostojić, Mitar Perušić, Radislav Filipović, Djurđa Oljača, Zoran Obrenović and Vladan Mičić, The Influence of Process Parameters on Removing Iron, Zinc and Copper Impurities from Synthetic Bayer Liquor, TRAVAUX 49, Proceedings of the 38th International ICSOBA Conference, 16 – 18 November 2020.

### **VIII ОЦЈЕНА О ИСПУЊЕНОСТИ ОБИМА И КВАЛИТЕТА У ОДНОСУ НА ПРИЈАВЉЕНУ ТЕМУ**

Кандидат **мр Владимир Дамјановић** је докторску дисертацију урадио у потпуности у складу са образложењем наведеним у пријави теме. Докторска дисертација садржи све елементе значајне за овакав облик научно-истраживачког рада. Докторска дисертација **мр Владимира Дамјановића** даје вриједан допринос науци, хемијском инжењерству и технологији, као и области материјала на бази глиница и алуминијум-хидроксида. Резултати истраживања су презентовани стручно и у складу са саврменим научним достигнућима.

### **IX НАУЧНИ РЕЗУЛТАТИ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ**

Кандидат **мр Владимир Дамјановић** је на основу истраживања у оквиру докторске дисертације извео следеће резултате, који су актуелни у посматраној научној области:

Прегледом литературе у последњих 30-ак година, закључено је да досадашње методе пречишћавања ратвора натријум алумината нису довољно ефикасне или су превише сложене и скупе. Уопштено, овај процес пречишћавања је веома важан за производњу производа на бази алуминијум хидроксида и оксида са посебним карактеристикама, морфологијом и чистоћом. Као што је увелико познато, процесни раствор натријум алумината се добија лужењем боксита при условима повишеног притиска и температуре. У таквим условима и због хетерогености боксита долази до излужавања, не само алуминијума већ и одређених примеса. Нечистоће имају штетан утицај на квалитет производа и смањују опсег примена а на крају и цену тих производа због одређених ограничења. У овом раду је испитивана вишестепена стратегија уклањања нечистоћа, како из раствора натријум алумината тако и кристалног алуминијум-хидроксида а све у циљу добијања финалног производа (глинице-алумине) специјалних карактеристика.

Термохемијска анализа извршена у системима Na-Al-Si-H<sub>2</sub>O, Al-Si-Fe-H<sub>2</sub>O, Na-Ca-H<sub>2</sub>O, Na-Cu-H<sub>2</sub>O, Na-Zn-H<sub>2</sub>O, Zn-H<sub>2</sub>O и Fe-H<sub>2</sub>O је дефинисала различите нерастворне фазе испитиваних пратилаца раствора при различитим рН вредностима раствора, што је указало на неке од смерница приликом дефинисања експеримента.

При изради експерименталног истраживања изведени су сетови експеримената који су подељени у два дела. У првом делу вршено је испитивање утицаја процесних параметара на уклањање силицијума, калцијума, гвожђа и цинка из раствора натријум алумината а на крају и натријума из чврстог алуминијум-хидроксида.

Прва фаза просеса је укључивала додаток креча у раствор натријум алумината у циљу уклањања силицијума и калцијума из раствора. Детаљном анализом резултата је утврђено да дуже време реакције повољно утиче на смањење концентracије силицијума, док то негативно утиче на процес смањења концентracије калцијума у раствору. Са порастом температуре дошло је до смањења концентracије силицијума али и повећања концентracија калцијума. Коначно већа количина додатог креча повољно је утицала на редукцију силицијума, док је концентracија калцијума остала константна али нижа у односу на почетну. С обзиром да поред директног утицаја на ефикасност уклањања силицијума и

калцијума, ови параметри треба минимално да утичу на концентрацију алуминијума у раствору, утврђени су оптимални услови за прву фазу процеса а то је време реакције од 60 минута, температура од 80°C и концентрација креча 30 g/l.

У другој фази процеса фокус је био на уклањању гвожђа и цинка процесом контролисане преципитације алуминијум-хидроксида уз додаток специјално припремљеног иницијатора кристализације (цјепива). Као и у предходној фази, и у овом случају испитиван је утицај времена, температуре и количине додатог иницијатора кристализације. На основу резултата добијених приликом испитивања утицаја времена, утврђено је да су, већ након 45 минута реакције, концентрације цинка и бакра пала на 0 док је концентрација гвожђа била значајно нижа од почетне. Са даљим продужењем времена реакције, долази до значајног смањења концентрација алуминијума, што је неповољно јер је алуминијум активна компонента, док је концентрација гвожђа остала константна. Повећање температуре негативно је утицало на ефикасност уклањања гвожђа и цинка, због нешто споријег разлагања натријум-алуминатних раствора. Количина додатог иницијатора кристализације, при испитиваним условима температуре и времена, није показала да има значајнијег утицаја јер већ при првим испитиваним количинама постигнути су добри резултати а са даљим повећањем долази до значајнијег губитка алуминијума што је неповољно за даље фазе процеса. Утврђено је да је време од круцијалног значаја за ефикасност и уједно економичност процеса уклањања цинка и гвожђа из раствора. На основу свих приказаних резултата, оптимални параметри за ову фазу процеса су време од 60 минута, температура од 50 °C и концентрација додатог иницијатора кристализације од 5 g/l.

Трећа фаза представља уклањање натријума из кристалног алуминијум-хидроксида процесом хидротермалног прања. У овом случају утврђено је да долази до фазне трансформације из гибсита у бемит и да је то кључни моменат који доводи до ефикасног уклањања натријума из полазног алуминијум-хидроксида. До потпуне трансформације долази на температурама од 210°C и више, међутим, повишене температуре значајно поскупљују процес. Због тога је утицај времена такође од великог значаја за ефикасност процеса и што је време дуже трансформација је потпунија. Такође је утврђено да долази до рекристализације материјала при условима који доводе до фазне трансформације гибсита у бемит. Оптимални услови хидротермалног прања, при којима се постиже ефикасно уклањање натријума из полазног алуминијум-хидроксида су време од 120 минута, температура 210°C и концентрација водене суспензије приликом хидротермалног процеса од 167 g/l.

Истраживање је показало да примена вишестепене кристализације, прањена хидротермалним прањем, представља ефикасан метод за значајно смањење укупних нечистоћа у алуминијум-хидроксида. Током истраживања, кроз серију кристалizacionих циклуса, успешно су смањене концентрације контаминената као што су силицијум, калцијум, цинк, гвожђе и натријум, при чему је повећан степен чистоће финалног производа. Кључне етапе овог поступка укључивале су прецизно контролисану употребу креча и фино млевеног алуминијум-хидроксида као цјепива за уклањање специфичних нечистоћа из раствора. Анализе су показале да су накнадне фазе кристализације допринеле постизању високе чистоће, с тим да је незаобилазан дио процеса било хидротермално прање, које је готово у потпуности уклонило преостали натријум. Представљени резултати обезбеђују солидну основу за даљу модернизацију и оптимизацију индустријских поступака, чинећи ову методу одрживим решењем за производњу алуминијумских прекурсора високе чистоће.

Из пречишћеног прекурсора је направљен лабораторијски раствор алуминијум-нитрата из

ког су добијени нанопрахови алуминијум оксида процесом ултразвучне спреј пиролизе на температурама од 1000°C. Добијени прахови су упоређени са праховима добијеним из синтетичког раствора алуминијум-нитрата при чему је утврђено да је доминантан фаза алуминијум оксид сферичног облика субмикронске величине. Резултати до којих се дошло при овом истраживању отварају нови простор за контролисану синтезу наночестица алуминијум оксида, што је неопходно за побољшавање карактеристика финалних производа. На честицама алуминијум оксида добијеним из лабораторијског раствора, уочене су неправилности за које се претпоставља да су последица пратилаца раствора а којих није било у синтетичком раствору алуминијум-нитрата. Контаминација прахова нежељеним нечистоћама била је последица неадекватне цеви реактора за ултразвучну спреј пиролизу при чему решење за даља истраживања може бити керамичка цев на бази алуминијума. Такође, ова цев може да издржи веће температуре при чему би било интересантно кроз даља истраживања испитати утицај температуре на морфологију честица као и других параметера којим би се утицало на квалитет финалног производа.

## **X ПРИМЈЕЊИВОСТ И КОРИСНОСТ РЕЗУЛТАТА У ТЕОРИЈИ И ПРАКСИ**

Докторска дисертација кандидата **мр Владимира Дамјановића** представља значајан и оригиналан научни и стручни допринос у области проучавања рафинације процесних алуминатних раствора. Истраживање услова рафинације алуминатних раствора и објашњење механизма по којима се одвија уклањање нечистоћа из раствора а потом и из добијеног алуминијум-хидроксида у циљу добијања погодног прекурсора за глинице специјалне намене, тема су интересовања како у научним круговима тако и у комерцијалној примени Бајеровог процеса. С обзиром да се оквирно 90% производа на бази алуминијума добија из Бајеровог процеса, од квалитета боксита, који је основна сировина у поменутом процесу, у највећој мери зависи квалитет готовог производа. Дугогодишњом експлатацијом боксита, залихе истих се из године у годину смањују и произвођачи су принуђени да користе мање квалитетне руде у којима се поменуте нечистоће налазе у већим концентracијама и различитим минеролошким облицима. Применом механизма за уклањање цинка из раствора, могуће је модификовати постојећи Бајеров процес у циљу смањења цинк оксида из раствора како би се утицај квалитета боксита на квалитет финалног производа значајно смањило. На тај начин би се омогућила и примена нискоквалитетних руда боксита и за металуршке и неметалуршке (специјалне) намене.

Тенденција у индустријској производњи хемијских производа на бази алуминијума је добити производе специјалне намене на којима се остварује значајно већи профит у односу на производе за конвенционалне употребе. Синтеза ових производа из Бајерових раствора није у индустријској примени јер механизми уклањања нечистоћа које директно утичу на квалитет добијеног производа нису још увјек изучени у довољној мери. Присуство силицијума у индустријским растворима, поред утицаја на квалитет, такође ствара додатне оперативне проблеме у виду формирања наслага које је неопходно благовремено уклањати јер смањују ефикасност процесне опреме. Уклањање цинка из алуминатних раствора, има такође и комерцијални значај јер отвара могућности за коришћење бокситних сировина лошијег квалитета по садржају цинка у њима. Њихова цена је нижа на тржишту што додатно растеређује цену производње специјалне глинице и других комерцијалних производа из Бајеровог процеса. Натријум присутан у прекурсорима за добијање глиница, такође ограничава примену истих у областима где је неопходна већа чистота.

Кандидат ће резултате свога научног рада јавно презентовати научној јавности путем презентације урађене у Power Pointu.

## **XI ОЦЈЕНА И ЗАКЉУЧЦИ**

Научни допринос докторске дисертације кандидата **мр Владимира Дамјановића**, огледа се у испитивању услова рафинације алуминатних раствора и објашњењу механизма по којима се одвија уклањање нечистоћа из поменутих раствора, а потом из пречишћеног прекурсора добијена је глина за специјалне намене у реалном процесу примене процеса ултразвучне спреј пиролизе. При томе је дата иновативна шема развијеног процеса добијања чистијег прекурсора за добијање субмикронских честица алуминијум оксида за специјалне намене. Представљени резултати обезбеђују адекватну основу за даљу модернизацију и оптимизацију индустријских поступака.

Кандидат је у изради ове дисертације применио методологију научно-истраживачког рада, показао неопходну самосталност, стручност и критичност у проучавању, истраживању и тумачењу резултата добијених истраживањем. Другим речима, ова докторска дисертација представља значајан и оригиналан научни и стручни допринос у области проучавања механизма пречишћавања процесних раствора и нових праваца у добијању производа за специјалне примене. Формални и суштински недостаци дисертације нису уочени.

Комисија позитивно оцјењује докторску дисертацију **мр Владимира Дамјановића**, дипл. инж. Хемијске технологије, под називом: „**Анализа утицаја процесних параметара на чистоћу алуминијум-хидроксида као прекурсора глинице специфичне намјене**“ и са задовољством предлаже Научно-наставном већу Технолошког факултета, Универзитета у Источном Сарајеву да се рад **прихвати**, и кандидату **одобри** одбрана истог.

Зворник, децембар 2024. године

### **ПОТПИСИ ЧЛАНОВА КОМИСИЈЕ:**

-----  
**Др Митар Перушић, ред. проф., предсједник**  
Технолошки факултет Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву

-----  
**Др Радислав Филиповић, ред. проф., ментор**  
Технолошки факултет Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву

-----  
**Др Владимир Срдић, ред. проф., члан**  
Технолошки факултет Нови Сад, Универзитет у Новом Саду

-----  
**Др Срећко Стопић, ванр. проф., члан**  
Технички Универзитет Северне Рајне-Вестфалије у Ахену

-----  
**Др Горан Тадић, ред. проф., члан**  
Технолошки факултет Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву