

**УНИВЕРЗИТЕТ У БАЊОЈ ЛУЦИ
ФАКУЛТЕТ: ПРИРОДНО-МАТЕМАТИЧКИ**



РС РЕПУБЛИКА СРПСКА
УНИВЕРЗИТЕТ У БАЊОЈ ЛУЦИ
Природно-математички факултет
Број: 19-804/19
Датум: 08.04.2019
БАЊА ЛУЦА

**ИЗВЈЕШТАЈ
*о оијени урађене докторске дисертације***

I ПОДАЦИ О КОМИСИЈИ

Наставни-научно вијеће Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци на 209. редовној сједници одржаној 13.02.2019. године, донијело је Одлуку број 19/3.308/19 којом је именовало Комисију за преглед, оцјену и одбрану урађене докторске дисертације под називом „Карактеризација различитих типова боксита рентгенском флуоресцентном спектрометријом”, кандидата мр Драгана Благојевић у сљедећем саставу:

1. Др Звјездана Сандић, доцент, Природно-математички факултет, Универзитет у Бањој Луци, ужа научна област: Неорганска хемија, предсједник;
2. Др Драгица Лазић, редовни професор, Технолошки факултет, Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву, Ужа научна област: Неорганске хемијске технологије, ментор, члан;
3. Др Драган Манојловић, редовни професор, Хемијски факултет, Универзитет у Београду, ужа научна област: Аналитичка хемија, члан;
4. Др Зоран Обреновић, ванредни професор, Технолошки факултет, Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву, ужа научна област: Аналитичка хемија, члан;
5. Др Драгана Кешељ, доцент, Технолошки факултет, Зворник, Универзитет у Источном Сарајеву, Ужа научна област: Хемијске технологије, члан.

- 1) Навести датум и орган који је именовао комисију;
- 2) Навести састав комисије са назнаком имена и презимена сваког члана, научно-наставног звања, назива у же научне области за коју је изабран у звање и назива универзитета/факултета/института на којем је члан комисије запослен.

II ПОДАЦИ О КАНДИДАТУ

- 1) Драгана (Драгољуб) Благојевић;
- 2) 18.09.1974., Дрвар, Босна и Херцеговина;
- 3) Универзитет у Бањој Луци, Технолошки факултет, Општа и примењена хемија, магистар хемијских наука из области опште и примењене хемије;
- 4) Технолошки факултет, „Промјена квалитета минералних вода Губер-Сребреница под различитим условима амбалажирања и складиштења”, Природне науке/Хемијске науке, 03.09.2007.;

5) Природне науке/Хемијске науке;
6) 2014. године, Студијски програм хемија, Природно-математички факултет;
1) Име, име једног родитеља, презиме;
2) Датум рођења, општина, држава;
3) Назив универзитета и факултета и назив студијског програма академских студија II циклуса, односно послиједипломских магистарских студија и стечено стручно/научно звање;
4) Факултет, назив магистарске тезе, научна област и датум одбране магистарског рада;
5) Научна област из које је стечено научно звање магистра наука/академско звање мастера;
6) Година уписа на докторске студије и назив студијског програма.

III УВОДНИ ДИО ОЦЈЕНЕ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

- 1) „Карактеризација различитих типова боксита рендгенском флуоресцентном спектрометријом“;
- 2) 16.07.2014., Одлука Сената Универзитета у Бањој Луци број 02/04-3.2369-46/14
- 3) Докторска дисертација је урађена у складу са Правилником о садржају, изгледу и дигиталном репозиторијуму докторских дисертација на Универзитету у Бањој Луци. Обухвата слједећа поглавља:
 1. Увод, странице 1-2;
 2. Теоријски дио, странице 3-91;
 3. Материјал и методе рада, странице 92-107;
 4. Резултати и дискусија, странице 108-209;
 5. Закључак, странице 210-214;
 6. Литература, странице 215-227.

Поглавље „Увод“ написано је на 1. и 2. страници дисертације.

Поглавље „Теоријски дио“ је написано од 3. до 91. странице. У оквиру овог поглавља, од 3. до 59. странице дато је објашњење основних принципа и законитости на којима се заснива рендгенска флуоресцентна спектрометрија, опис различитих типова инструмената за мјерење и њихових дијелова, начин рада, технике припреме узорака, као и предности и недостаци методе. Од 59. до 67. странице, дати су основни статистички појмови и дефиниције те начини проверје нестандартних метода. Теоријски дио о бокситима обухвата странице 68. до 85. Овде су дате дефиниције боксита, поријекло, минералошке и физичке карактеристике, класификација депозита боксита, дати су подаци о производњи боксита и глинице у свијету, описана је употреба, начини прераде боксита и начин производње глинице. На страницама 86. до 91. је дио који се односи на истраживања о примјени XRF методе.

Поглавље „Материјал и методе рада“ је написано од 92. до 107. странице. Наведени су типови боксита, који су кориштени за анализу и описане су методе рада. Објашњени су начини припреме узорака за хемијску анализу стандардним методама, дат је приказ кориштених инструмената, као и принципи њиховог рада. Описан је начин и принцип одређивања сваког од испитиваних параметара. Објашњено је на који начин се припремају узорци за анализу рендгенском флуоресцентном спектрометријом и дати су услови под којима је извршено мјерење узорака на WDXRF спектрометру.

Поглавље „Резултати и дискусија“ је написано од 108. до 209. странице и у њему су представљени резултати свих анализа боксита. Дата је минералошка карактеризација боксита, као и резултати хемијских анализа боксита добијених

стандартним методама. Након тога, приказани су резултати добијени XRF методом, за узорке припремљене пресовашем, а затим и за узорке припремљене топљењем. Статистички обрађени резултати су праћени одговарајућом дискусијом.

Поглавље „Закључак“ написано је од 210. до 214. странице и приказује основне закључке до којих се дошло током истраживања.

Поглавље „Литература“ написано је од 215. до 227. странице и обухвата 145 навода цитиране литературе.

- 4) Докторска дисертација је написана латиничним писмом на 227 страница нумерисаног текста, А4 формата. Садржи 103 табеле, 49 слика и 145 литературних навода. Дисертација обухвата 6 поглавља: Увод, Теоријски дио, Материјал и методе рада, Резултати и дискусија, Закључак и Литература.

- 1) Наслов докторске дисертације;
- 2) Вријеме и орган који је прихватио тему докторске дисертације
- 3) Садржј докторске дисертације са страничњем;
- 4) Истачи основне податке о докторској дисертацији: обим, број табела, слика, шема, графика, број цитиране литературе и навести поглавља.

IV УВОД И ПРЕГЛЕД ЛИТЕРАТУРЕ

- 1) Боксит се као основна сировина користи за добијање глинице из које се затим, електолитичким поступком издваја алуминијум. Поред минерала алуминијума, основне компоненте боксита чине минерали: гвожђа, силицијума, титана, калцијума и магнезијума. То је главна руда за производњу алуминијума, неметалних производа и за неметалуршку примјену алуминијума, као ватросталног и абразивног материјала.

Квалитет боксита са аспекта коришћења у производњи глинице, одређује се садржајем Al_2O_3 и SiO_2 и дефинише се тзв. силицијумовим модулом, који представља процентуални однос Al_2O_3 и SiO_2 у бокситу. Сматра се да је прерада бокситне руде исплатива, ако боксит не садржи мање од 45-50 % Al_2O_3 , не више од 20 % Fe_2O_3 и 3-5 % комбинованог силицијум-диоксида.

Хемијски састав боксита се обично исказује садржајем Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 , уз губитак жарењем на 1075°C. За комплетну карактеризацију боксита потребно је комбиновати неколико метода испитивања.

С обзиром на претходно наведено, јасно је да је одређивање хемијског и минералошког састава боксита, од изузетне важности за одређивање квалитета боксита и начина њихове даље прераде.

Код одређивања појединачних компоненти у узорцима боксита стандардним методама (гравиметрија, волуметрија, спектрофотометрија, потенциометрија и атомска апсорбициона спектрофотометрија), поступак припреме узорака је дosta компликован, а сама анализа је дуготрајна. Постоји велика могућност за грешке у експерименталном одређивању, које могу бити систематске, случајне и грубе. Узимајући у обзир дужину хемијских анализа, постоји много мјеста где се могу јавити наведене грешке.

Предмет истраживања ове докторске дисертације је карактеризација различитих типова боксита новом, нестандартном методом (рендгенска флуоресцентна спектрометрија) те утицај различитих начина припреме узорака на резултате

испитивања.

Циљ истраживања је био испитивање прецизности и тачности нове методе приликом одређивања основних параметара у узорцима различитих типова боксита, који су припремани на различите начине.

У складу са постављеним циљом истраживања, постављена је и хипотеза према којој би се нова, нестандардна метода показала као тачна и прецизна.

- 2) Рендгенска флуоресценција се, у почетку, највише користила у тешкој индустрији (индустрија гвожђа и челика, цемента, керамике и стаклених производа). Напредак у детекцији фотона високе енергије је побољшао прецизност у анализи тешких елемената, који се могу добити из њихових К-линија, а не из L-спектралних линија, које се налазе у подручју спектра где су нивои утицаја позадине превисоки.

Данас је примјена ове технике веома широка, било при истраживању и развоју или при контроли квалитета у производњи. Користи се у индустријама папира, полуправодника, петрохемикалија, у геолошким, токсиколошким и испитивањима околине (прашина, загађење), отпада (тешки елементи, као што су As, Cr, Cd ili Pb), за анализу ултра лаких елемената (азот), боја и зидних облога у кући (утврђивање концентрације олова) па чак и за истраживања свемира (Rouessac, 2007).

Без обзира да ли се ради о XRF или некој другој спектроскопској техници, припрема узорак је од одлучујуће важности за добијање репродуктивних и тачних анализа. Испитивање су минералашке разлике у матрици као и квантитативно одређивање главних елемената шљаке (Al, Ca, Mg, Si, Mn и K у облику својих оксида) добијене након процеса топљења фероманганове легуре. Узорци шљаке припремљени мљењем и пресавањем шљаке у таблете, као и топљењем-фузијом са литијум-боратом (флукс), одређивани рендгенском флуоресценцијом, показали су значајне разлике у микроструктури и микрохетерогености, који су се одражавали на резултате мјерења видљивих у калибрационим кривама, иако у коначном резултату анализе, израженом кроз процентни састав, није било значајне разлике. За провјеру тачности XRF калибрационих резултата, коришћене су друге аналитичке технике као што су ICP-OES те гравиметријске и титриметријске методе (Živanović, 2011).

XRF метода је нашла примјену и у виду преносних XRF уређаја за теренску анализу. Оијењивана је употреба оваквог уређаја (FPXRF) у анализи типичних отпадних материјала. Резултати су јасно показали да је FPXRF погодан за потврду основних неорганских отпадних материјала, а посебно за отпадне материјале који садрже Cr, Cu, Ni, Pb и Zn, будући да су ови елементи кључни параметри и редовно требају бити контролисани у отпаду (Laine-Ylijoki и сар., 2004).

Испитивано је понашање глинених композита-црвеног муља из боксита Гане у смислу њихове примјене у индустрији грађевинске керамичке цигле, као средство за рециклажу отпада боксита. Почетни сирови узорци су карактерисани дифракцијом X-зрака (XRD), флуоресцентном спектроскопијом X-зрака (XRF), Фуријеровом трансформационом инфрацрвеном спектроскопијом (FTIR) и термогравиметријском анализом (Tg-DTA). Узорци су сушени на 100 °C и жарени на 1000 °C да се утврди губитак жарењем. 1g узорка је мијешано са 6g литијум

тетрабората ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) и фузионисано (стопљено) на 1050°C да се направе стабилна стопљена стаклена зрна. За анализу елемената у траговима, узорак је измјешан са везивом PVA и пресован у пелете под притиском од 10 t (Dodoo-Arlin и сар., 2013).

У раду где су анализирани материјални извори и вршено геохемијско истраживање два типа депозита боксита и земљиште terra rossa, узорци су уситњени на млину и извршена им је хемијска анализа. Садржај главних елемената је одређиван помоћу XRF. За анализу је кориштен XRF спектрометар Philips PW2404, према GB/T14506.28–93 хемијским аналитичким процедурама за силикатне стијене. Концентрација елемената у траговима и ријетких елемената земље је одређивана употребом XR-ICP-MS, према DZ/T0223-2001 ICP-МС процедуре, при температури од 20°C и влажности од 30 % (Wei и сар., 2013).

Приликом испитивања хемијског атмосферског утицаја на састав боксита (Columbian River), главни и елементи у траговима анализирани су помоћу XRF. Репродуктивност се оцјењивала вишеструком анализом препарата истог узорка, а тачност анализом познатих геохемијских стандарда стијена под истим аналитичким условима као и код узорака. Прецизност за већину главних и елемената у траговима је била већа од 10% (2σ), осим за Na_2O и K_2O , као и за елементе у траговима који имају ниске концентрације (<10 ppm). На основу поновљених анализа BXVO-2 ($n = 10$) прецизност за већину главних елемената је била већа од 2% (2σ), осим за K_2O ($2\sigma = 2,7\%$), тачност за микроелеменате је углавном била већа од 10% (2σ), осим за one при низим концентрацијама (<10 ppm), попут U, Th i Pb (Liu и сар., 2013).

Брз развој глобалне индустрије глинице довео је до значајног повећања у производњи глинице и преради глинице из небокситних извора. Локална глина је самљевена, активирана калцинацијом и третирана са сумпорном киселином у циљу издавања алуминијума. Хемијски састав узорака глине је одређиван примјеном XRF анализе (Numluk i Chaisena, 2012).

Елементарни хемијски састав узорака из Парагоминаса (Бразил), одређиван је помоћу технике флуоресцентних X-зрака. Припрема узорка је вршена топљењем, због елиминисања ефекта величине честица, оријентације и минералогије. Оригинални узорци су дробљењи, а затим подијељени на девет фракција величина честица. Поступак фузије се састојао од загријавања смјесе узорка и флукса на температури око 1100°C , омогућавајући флуксу да се топи и узорку да се раствори. Као финални производ након хлађења је добијенmonoфазни стаклени диск. За 1g узорка који се анализирао, користило се 0,8 g литијум-тетрабората и 0,2 g литијум-метабората (Marino, 2012).

XRF спектрометрија се показала као добра техника за анализу оксида керамичких ватросталних материјала, као много бржа и репродуктивнија од традиционалних метода. Узорци су припремани топљењем са смјесом литијум тетрабората и метабората (50:50) у односу 1:10, осим код узорака са хромом, где су припремани у односу 1:50. Овај однос је одређиван посебно, за сваки тип ватросталног материјала (Gazulla, 2004).

У студији испитивања ефикасности различитих хидрометалуршких процеса алкалне екстракције алуминијума из резида боксита (црвени мул), квантитативне анализе чврстих материјала су вршene са WDXRF уређајем (Kaußen и Friedrich, 2018).

Приликом испитивања потенцијалне употребе црвеног муља као пулоланског материјала за замјену пепела у самозбијајућем бетону, испитивање су физичке и хемијске особине црвеног муља, укључујући садржај оксида и минерала су проучавани помоћу XRD и XRF техника (Liu и Poon, 2016).

У циљу испитивања еволуције бокситног масива, вршene су петролошке студије помоћу XRD, XRF и оптичке микроскопије (de Oliveira и сар., 2013).

Приликом квантитативне фазне анализе узорака боксита из различитих геолошких региона, за одређивање елементарног састава и нивоа нечистота, кориштена је рендгенска флуоресцентна анализа. Узорци су припремани топљењем 0,3 g прашкастог узорка помијешаног са 6 g 12-22 литијум метабората/тетрабората на приближно 1050°C. Добијени стаклени дискови су анализирани помоћу WDXRF PANalytical PW 2404 4 kW уређаја. Елементи су одређивани као оксиди. Губитак жарењем (LOI) је одређиван на 1000°C, мјерењем губитка масе осушеног узорка (100°C) помоћу LECO TGA 601. Анализа елементарног састава помоћу XRF је показала блиско слагање са подацима добијеним помоћу XRD анализе и омогућила је процјену састава некристалне компоненте у узорцима боксита (Gan и сар., 2013).

У циљу процјене здравственог ризика и контролисања извора загађења узрокованог сировим цементним брашном, развијен је онлајн рендгенски флуоресцентни анализатор за мјерење тешких метала. Директно изнад транспортне траке мјерени су Pb, Cr, Ti, Fe, Ca и S. Поређењем прецизности и тачности онлајн XRF анализатора у поређењу са ICP-MS и CHNS/O, показано је да се висока прецизност и тачност може добити за Fe, Ti, Ca и S, али низа за Pb и Cr (Qing и сар., 2016).

Приликом комплетне анализе боксита Sierra Leone, за утврђивање минералошког и хемијског састава кориштена је комбинација метода XRD, ICP и XRF. Будући да XRD даје податке за чврсте кристалне фазе у узорку, али не и за аморфне, за стварање комплетне слике о саставу узорка, потребно је користити комбинацију ових метода (Dobra и сар., 2016).

Комбинација хемијских метода анализе и XRF методе је кориштена и код процјене квалитета боксита из Orin-Ekiti (југозападна Нигерија). Обје методе су показале блиске вриједности свих параметара, у свим узорцима (Babatunde и Dayo-Olabgende, 2015).

У току минералошке и физичко-хемијске карактеризације бокситне руде из Santa Katarine (Бразил) у сврху њене употребе за производњу ватросталних материјала, узорцима су утврђиване хемијске, минералошке, термалне и микроструктурне особине. Кориштене су различите методе анализе: XRF, XRD, DTA и SEM (de Aquino и сар., 2011).

XRF има широку примјену у цементној индустрији за контролу квалитета материјала. Позната је као тачна и прецизна метода, али минералошке варијације међу узорцима и величина честица утичу на мале варијације у саставу, репродуктивност и тачност XRF анализе. Да би се осигурала униформност у величини честица, кориштена су различита помоћна средства за мљевење и извршена је компаративна анализа узорака. Узорци сировог цементног брашна су мијешани са различитим помоћним средствима као што су графит, аспирин и литијумборат, затим су пресовани и подвргнути XRF анализи. Циљ је био да се утврди које средство за мљевење би произвело најмању стандардну девијацију.

Показано је да се најбољи резултати, односно најнижа стандардна девијација добије када се користи смјеса графита са литијум боратом, која минимализује расипање рефлектованих зрака на површини пелета (Tuopine и сар., 2015).

Приликом проналажења правог начина за анализу ватросталних материјала XRF методом узорци су припремани различито и мјерени су под различитим условима. Припремљени су узорци у праху, тако да су најприје самљевени, а затим сипани у капсуле за мјерење на XRF апарату. Други дио узорака је припремљен топљењем са смјесом литијум-метабората са литијум-тетраборатом у односу 3:1. Мијешано је 5g ове смјесе са 0,5 g узорка у праху. Обје врста узорака су снимане на EDXRF уређају под вакуумом и под ваздухом. За калибрацију су кориштени стандардни референтни узорци ватросталних материјала. Тачнији резултати су добијени мјерењем под вакуумом, код обје врсте узорака (Janča и сар., 2018).

У процесу производње глинице из боксита производи се и пуно црвеног муља. Проведено је истраживање у циљу екстракције алуминијума из црвеног муља, методом испирања са хлоридном киселином, уз редукцију хематита и процес десиликатизације. Методом XRF одређиван је састав црвеног муља у свим фазама процеса (Ramdhani и сар., 2018).

Од укупно 145 литературних навода, употребљених за писање дисертације, овде су наведени само они, који су кориштени за приказ досадашњих истраживања:

1. de Aquino, T. F., Riella, H. G., & Bernardin, A. M. (2011). Mineralogical and Physical-Chemical Characterization of a Bauxite Ore from Lages, Santa Catarina, Brazil, for Refractory Production. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review* 32 (3), 137–149.
2. Babatunde, O. A and Dayo-Olabgende, O. (2015). Evaluation of Bauxite from Orin-Ekiti, Ekiti State, South-West Nigeria using Chemical and Spectroscopic Methods of Analysis. *Global Journal of Pure and Applied Chemistry Research* 3 (3), 15-19.
3. Dobra G., Kiselev A., Filipescu L., Alistarh V., Anghelovici N. and Iliev S. (2016). Full Analysis of Sierra Leone Bauxite and Possibilities of Bauxite Residue Filtration. *Journal of Siberian Federal University. Engineering & Technologies* 9 (5), 643-656.
4. Dodoo-Arhin D., Konadu D. S., Annan E., Buabeng F. P., Yaya A., Agyei-Tuffou B. (2013). Fabrication and Characterisation of Ghanaian Bauxite Red Mud-Clay Composite Bricks for Construction Applications, *American Journal of Materials Science* 3(5), 110-119.
5. Gan, B. K., Taylor, Z., Xu, B., van Riessen, A., Hart, R. D., Wang, X., Smith, P. (2013). Quantitative phase analysis of bauxites and their dissolution product, *International Journal of Mineral Processing*, 123, 64–72.
6. Gazulla, M. F., Gómez, M. P., Barba, A. and Jarque, J. C. (2004). Characterization of ceramic oxide refractories by XRF and XRD, *X-Ray Spectrometry*, 2004 (33), 421–430.
7. Janča, M., Šiler, P., Opravil, T., & Kotrla, J. (2018). Determination accuracy of analysis refractory materials by X-ray fluorescence, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 379, 012034.
8. Kaußen F.M., Friedrich B. (2018). Phase characterization and thermochemical simulation of (landfilled) bauxite residue ("red mud") in different alkaline processes optimized for aluminum recovery. *Hydrometallurgy* 176, 49–61.
9. Laine-Ylijoki, J., Rustad, I., Syrjä, J.-J. and Wahlström, M. (2004). Suitability of XRF-methods on on-site testing of waste materials. Espoo Nordtest, NT Techn Report 545, NT

- Project No.1586-02, 44 p.
10. Liu, R-X., Poon, C-S. (2016). Utilization of red mud derived from bauxite in self-compacting concrete. *Journal of Cleaner Production* 112, 384-391.
 11. Liu, X-M. , Rudnick L. R., McDonough, F. W., Cummings, L. M. (2013). Influence of chemical weathering on the composition of the continental crust: Insights from Li and Nd isotopes in bauxite profiles developed on Columbia River Basalts. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 115, 73–91.
 12. Marino, S. L. (2012). The Flotation of marginal gibbsite bauxite ores from Paragominas-Brazil. Master Thesis, Department of Metallurgical Engineering, The University of Utah.
 13. Numluk, P., and Chaisena, A. (2012). Sulfuric Acid and Ammonium Sulfate Leaching of Alumina from Lampang Clay. *E-Journal of Chemistry* 9 (3), 1364-1372.
 14. de Oliveira, F. S., Varajão, A. F. D. C., Varajão, C. A. C., Boulangé, B., Soares, C. C. V. (2013). Mineralogical, micromorphological and geochemical evolution of the facies from the bauxite deposit of Barro Alto, Central Brazil. *Catena* 105, 29–39.
 15. Qing, S., XinLei, Z., Yan, Z., WenBao, J., YongSheng, L., DaQian, H., & ShengNan, C. (2016). Development of an online X-ray fluorescence analysis system for heavy metals measurement in cement raw meal. *Spectroscopy Letters*, 49 (3), 188–193.
 16. Ramdhani, E. P., Wahyuni, T., Ni'mah, Y. L., Suprapto, and Prasetyoko, D. (2018). Extraction of Alumina from Red Mud for Synthesis of Mesoporous Alumina by Adding CTABr as Mesoporous Directing Agent. *Indonesian Journal of Chemistry* 18 (2), 337–343.
 17. Rouessac F. and Rouessac A. (2007). Chemical analysis: modern instrumentation and methods and techniques, 2nd ed., Chichester: John Wiley & Sons, 263-285.
 18. Silva, A.N.G.F., Santos, D. R., Sampaiao, A. J., Garrido, M.S.F., and Medeiros E. M. (2010). Study on ore dressing and characterization of different granulometric fractions that compound bauxite from Pará/Brazil. *Light Metals* 2010, 69-74.
 19. Tyopine, A.A., Wangum, A.J. and Idoko, E.A. (2015). Impact of Different Grinding Aids on Standard Deviation in X-Ray Fluorescence Analysis of Cement Raw Meal. *American Journal of Analytical Chemistry* 6, 492-494.
 20. Wei, X., Ji, H., Li, D., Zhang, F., and Wang, S. (2013). Material source analysis and element geochemical research about two types of representative bauxite deposits and terra rossa in western Guangxi, southern China. *Journal of Geochemical Exploration* 133, 68–87.
 21. Živanović, V. (2011). XRF Analysis of Mineralogical matrix effects and Differences between pulverized and fused Ferromanganese slag. *Chemical Industry & Chemical Engineering Quarterly* 17 (2), 231-237.

 - 3) С обзиром на предмет истраживања, може се рећи да се допринос ове дисертације огледа у доказивању могућности карактеризације боксита новом методом, као и у доказивању утицаја начина припреме узорака на резултате испитивања.
 - 4) Научни допринос дисертације се огледа у добијеним информацијама о прецизности и тачности са којом се могу одредити поједине компоненте боксита XRF методом, а добијени резултати би требали допринијети примјени XRF методе у свакодневним анализама у индустрији прераде боксита. Поступак анализе би се знатно скратио и метода би била економски исплатива.

Образац -3

- 1) Укратко истаћи разлог због којих су истраживања предузета и представити проблем, предмет, циљеве и хипотезе;
- 2) На основу прегледа литературе сажето приказати резултате претходних истраживања у вези проблема који је истраживан (водити рачуна да обухвата најновија и најзначајнија сазнања из те области код нас и у свијету);
- 3) Навести допринос тезе у рјешавању изучаваног предмета истраживања;
- 4) Навести очекivanе научне и прагматичне доприносе дисертације.

V МАТЕРИЈАЛ И МЕТОД РАДА

- 1) Као материјал рада, кориштени су различити типови боксита, са различитих лежишта: "Бразил", "Јајце", "Грчка" и "Мађарска", као и цертификовани узорци боксита. За ова истраживања изабрани су боксити различитог минералошког састава. Боксит "Бразил" је хидрагилитни (глибински) тип боксита, боксит "Јајце" бемитно-дијаспорни, боксит "Грчка" дијаспорно-бемитни и боксит "Мађарска" је хидрагилитно-бемитни тип боксита.
- 2) - Припрема узорака за хемијску анализу стандардним методама
Топљење узорака са смјесом Na_2CO_3 и $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (3:1) – JUS B. G8. 520/92 i ISO 6994/86
 - Минералошка карактеризација узорака боксита рентгенском дифракцијом
 - Одређивање појединих компоненти у узорку стандардним методамаОдређивање Al_2O_3 (потенциометријска титрација JUS B.G8.512/82),
Одређивање Fe_2O_3 (спектрофотометријска метода VAMI – метода MA.B.M.018),
Одређивање SiO_2 (спектрофотометријска метода VAMI Санкт Петербург-MA.BM.006-"Бирач")
Одређивање TiO_2 (спектрофотометријска метода JUS B. G8. 514)
Одређивање влаге (гравиметријска метода JUS B. G8.500, JUS B.G8.501, MA.BM.001-"Бирач")
Одређивање губитка масе жарењем (GŽ), (спектрофотометријска метода JUS B.G8.510/8, ISO 6606/1986, MA.BM.002-"Бирач")
 - Припрема узорака за анализу рентгенском флуоресцентном спектрометријом
 - Топљење узорака са литијум-тетраборатомПресовање узорака помијешаних са воском
 - Одређивање појединих компоненти (Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SiO_2 , TiO_2) у узорцима рентгенском флуоресцентном спектрометријомБудући да су за анализе боксита примијењене стандардне методе испитивања, може се рећи да су оне адекватне, а пратећи управо свјетске трендове, ова дисертација се и бавила испитивањем нове, савременије методе.
Испоштован је план истраживања, који је дат приликом пријаве докторске дисертације.
Добијени резултати су показали да би за поуздано истраживање било добро анализирати још неке параметре.
Статистичка обрада података је адекватна.
 - 1) Објаснити материјал који је обрађиван, критеријуме који су узети у обзир за избор материјала;
 - 2) Дати кратак увид у примијењени метод истраживања при чemu је важно оцијенити следеће:
 1. Да ли су примијењене методе истраживања адекватне, довољно тачне и савремене, имајући у виду достигнућа на том пољу у свјетским нивоима;
 2. Да ли је дошло до промјене у односу на план истраживања који је дат приликом пријаве

- докторске тезе, ако јесте зашто;
3. Да ли испитивани параметри дају довољно елемената или је требало испитивати још неке, за поуздано истраживање;
 4. Да ли је статистичка обрада података адекватна.

VI РЕЗУЛТАТИ И НАУЧНИ ДОПРИНОС ИСТРАЖИВАЊА

- 1) Минералошка анализа узорака боксита са различитих лежишта "Бразил", "Јајце", "Грчка" и "Мађарска" показала је да су наведени боксити различитог минералошког састава. Боксит "Бразил" је типични хидрагилитни тип боксита, "Јајце" бемитно-дијаспорни, "Грчка" дијаспорно-бемитни и "Мађарска" хидрагилитно-бемитни. Хемијска анализа је показала велики распон у погледу квалитета боксита, који се одређује на основу вриједности силикатног модула. Боксит "Бразил" је са силикатним модулом -10,41, "Јајце"-27,77, "Грчка"-12,10 и "Мађарска"-9,65.

Провјером прецизности установљено је да се XRF метода показала прецизном код узорака "Бразил", "Мађарска" и "Јајце", у случају одређивања Fe_2O_3 , док се приликом одређивања садржаја SiO_2 и TiO_2 показала прецизном код свих узорака. Код одређивања Al_2O_3 , стандардна метода се показала прецизнијом. Провјером тачности методе, приликом одређивања садржаја алуминијума, гвожђа, силицијума и титана, у сваком од узорака боксита припремљених пресовањем, установљено је да је XRF метода показала систематску грешку.

Дошло се до закључка да је у циљу добијања веће тачности методе неопходно промијенити методу припреме узорака и уместо пресовања увести методу припреме узорака топљењем.

Калибрационе криве за одређивање алуминијума, гвожђа, силицијума и титана, добијене XRF методом у узорцима припремљеним топљењем, имале су боље корелационе факторе и ниже стандардне девијације.

Добијени резултати су показали да се XRF метода може сматрати прецизном за одређивање садржаја Fe_2O_3 , SiO_2 и TiO_2 , у узорцима који су припремљени методом топљења. У погледу прецизности, али и тачности за одређивање Al_2O_3 , бољом се показала стандардна метода. Провјером тачности, закључено је да се XRF метода показала тачном код одређивања Fe_2O_3 само за узорак боксита "Мађарска". Слично, приликом одређивања SiO_2 , XRF метода је показала тачност само код узорка боксита "Бразил". За разлику од ових резултата, код одређивања TiO_2 , XRF метода је показала тачност код три узорка, док је код узорка боксита "Јајце" установљена систематска грешка.

С обзиром на добијене резултате, може се рећи да је за коначне закључке о овој методи потребно повећати број узорака, као и број испитиваних параметара, користити више цертификованих стандардних боксита за израду калибрационе криве и припрему топљених перли покушати извести са другачијим односом узорка и флукса (топитеља).

- 2) Добијени резултати су јасно приказани, правилно, логично и јасно тумачени,

при чему је аутор докторске дисертације испољио доволно критичности.

- 3) Приликом истраживања дошло се до сазнања да је начин припреме узорака утицао на прецизност и тачност приликом одређивања појединачних компоненти у различитим типовима боксита, односно да се бољи резултати постижу код узорака боксита који су припремани методом топљења.

Дисертација представља значајан теоријски допринос на подручју истраживања боксита. Будући да је за описану квалитета боксита потребно имати информације о његовом хемијском и минералашком саставу, јасно је да би увођење нове методе, која би омогућила брзо добијање резултата са прихватљивом тачноћу и прецизношћу, имало несумњив значај за индустрију прераде боксита. Као нови истраживачки задаци, наметнула су се даља испитивања у овом пољу, у смислу извођења анализа методом топљења, са различитим односима средства за топљење и узорка.

Резултате истраживања и научни допринос докторске дисертације потврђују и радови објављени у сљедећим часописима, од којих су два на SCI листи:

- 1) Blagojević D., Lazić D., Kešelj D., Ostožić G., Imamović M. (2018). Determination of Titanium Dioxide Content in Bauxites Using X-ray Fluorescence Spectrometry by Fusion and by Pressing. *Acta Chimica Slovenica* 65 (2), 380-387.
ISSN:1318-0207, DOI:10.17344/acsi.2017.4098;
<https://journals.matheo.si/index.php/ACSi/article/view/4098/1723>;
Impact factor 2017/2018.: 1.104
- 2) Blagojević D., Lazić D., Kešelj D., Obrenović Z., Ostožić G., (2018). Determination of Iron Oxide Content in Bauxites Using X-Ray Fluorescence Spectrometry by Pressing: A Comparative Study with Spectrophotometric Method. *Science Journal of Chemistry* 6 (6), 108-114.
ISSN: 2330-0981, DOI: 10.11648/j.sjc.20180606.12;
<http://www.sciencepublishinggroup.com/journal/paperinfo?journalid=125&doi=10.11648/j.sjc.20180606.12>
- 3) Blagojević D., Lazić D., Kešelj D., Škundrić B., Dugić P., Ostožić G., Determining The Content Of Silicon Dioxide In Bauxites Using X-Ray Fluorescence Spectrometry.
Овај рад је прихваћен у часопису *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering (IJCCE)* и према добијеној потврди од наведеног часописа, биће објављен 2019. године у Vol.38.
http://www.ijcce.ac.ir/article_34231.html, Impact factor 2017.: 0.860

- 1) Укратко навести резултате до којих је кандидат дошао;
- 2) Ошијенити да ли су добијени резултати јасно приказани, правилно, логично и јасно тумачени, упоређујући са резултатима других аутора и да ли је кандидат при томе испољавао доволно критичности?
- 3) Посебно је важно истаћи до којих нових сазнања се дошло у истраживању, који је њихов теоријски и практични допринос, као и који нови истраживачки задаци се на основу њих могу утврдiti или назирati.

VII ЗАКЉУЧАК И ПРИЈЕДЛОГ

- 1) Докторска дисертација мр Драгане Благојевић је урађена према правилима научно-истраживачког рада. Свеобухватном анализом, утврђено је да ова докторска дисертација представља оригинални научни допринос у области примењене аналитичке хемије, што потврђују објављени радови у часописима на SCI листи (један објављен, а други прихваћен) и један рад у признатом америчком часопису.
- 2) На основу укупне оцјене дисертације, Комисија даје позитивну оцјену о завршеној докторској дисертацији под називом „Карактеризација различитих типова боксита рентгенском флуоресцентном спектрометријом” мр Драгане Благојевић и предлаже члановима Наставно-научног вијећа Природно-математичког факултета и Сенату Универзитета у Бањој Луци да прихвати овај Извјештај и омогући кандидату јавну одбрану докторске дисертације.
- 1) Навести најзначајније чињенице што тези даје научну вриједност, ако исте постоје дати позитивну вриједност самој тези;
- 2) На основу укупне оцјене дисертације комисија предлаже:
- да се докторска дисертација прихвати, а кандидату одобри одбрана,
 - да се докторска дисертација враћа кандидату на дораду (да се допуни или измијени) или
 - да се докторска дисертација одбија.

ПОТПИС ЧЛАНОВА КОМИСИЈЕ

Датум: 29.03.2019. године

1.
 Др Звјездана Санчић, доцент,
 Природно-математички факултет,
 Универзитет у Бањој Луци, ужа
 научна област: Неорганска хемија,
 предсједник;

2.
 Др Драгица Лазић, редовни
 професор, Технолошки факултет,
 Универзитет у Источном Сарајеву,
 ужа научна област: Неорганске
 хемијске технологије, ментор,
 члан;

3.
 Др Драган Манојловић, редовни
 професор, Хемијски факултет,
 Универзитет у Београду, ужа
 научна област: Аналитичка хемија,
 члан;

4. Зоран Обрековић

Др Зоран Обрековић, ванредни професор, Технолошки факултет, Универзитет у Источном Сарајеву, ужа научна област: Аналитичка хемија;

5. Драгана Кешељ

Др Драгана Кешељ, доцент, Технолошки факултет, Универзитет у Источном Сарајеву, ужа научна област: Хемијске технологије, члан.

ИЗДВОЈЕНО МИШЉЕЊЕ: Члан комисије који не жели да потпише извјештај јер се не слаже са мишљењем већине чланова комисије, дужан је да унесе у извјештај образложение, односно разлог због којих не жели да потпише извјештај.