

**UNIVERZITET CRNE GORE
VIJEĆE PRIRODNO-MATEMATIČKOG FAKULTETA**

UNIVERZITET CRNE GORE
PRIRODNO-MATEMATIČKI FAKULTET
Broj 2929
Podgorica, 17. 12. 2019. god.

Predmet: Izvještaj Komisije za ocjenu magistarskog rada Tomislava Anđelića

Vijeće Prirodno-matematičkog fakulteta, na sjednici održanoj 23.06.2020. godine, donijelo je *Odluku o imenovanju komisije za ocjenu magistarskog rada* pod nazivom „Gamaspektrometrijsko određivanje radionuklida u vazduhu – metoda sa prevođenjem filtera za vazduh od staklenih vlakana u tečno stanje“, kandidata Tomislava Anđelića (Odluka br. 1390 od 25.06.2020. godine).

Imenovana komisija, u sastavu prof. dr Perko Vukotić – mentor, prof. dr Nataša Raičević i prof. dr Ivana Pićurić, nakon pregleda magistarskog rada, u skladu sa članom 29 *Pravila studiranja na postdiplomskim studijama Univerziteta Crne Gore*, Vijeću Prirodno-matematičkog fakulteta podnosi

IZVJEŠTAJ

o magistarskom radu Tomislava Anđelića: „Gamaspektrometrijsko određivanje radionuklida u vazduhu – metoda sa prevođenjem filtera za vazduh od staklenih vlakana u tečno stanje“.

Prikaz rada

Nakon prvih 6 stranica, na kojima su dati naslov rada, podaci o kandidatu, Izvod rada, Abstract i Sadržaj, slijedi tekst rada na 79 strana, sa Uvodom, šest poglavlja, Zaključkom i Literaturom. Na kraju je dat spisak 18 tabela i 30 slika sadržanih u radu.

U *Uvodu* (2 stranice) kandidat govori o značaju reprezentativnog i tačnog određivanja sadržaja radionuklida u atmosferskom vazduhu, o uobičajenoj metodi gama spektrometrije koja se u tom cilju koristi, kao i o njenim problemima. Zatim definiše tri cilja istraživanja u okviru ovog magistarskog rada, i strukturu samog rada.

U poglavlju *1. Mjerenje radioaktivnosti u atmosferskom vazduhu* (8 stranica) govori se o potrebama za kontinuiranim mjerenjem radioaktivnosti u atmosferskom vazduhu i njegovoj svrsi, o metodama mjerenja te radioaktivnosti i njihovim prednostima i manama. Posebno se razmatraju globalni nuklearni akcidenti u Fukušimi i ispuštanje ^{106}Ru u atmosferu iz postrojenja u regionu Južnog Urala, i njihovo detektovanje i praćenje u Crnoj Gori, u čemu je ovaj kandidat imao vodeću ulogu.

U poglavlju *2. Uzorkovanje vazduha* (6 stranica) navode se prvo vrste filtera za uzorkovanje vazduha, njihove karakteristike, prednosti i mane, a zatim kako se sa njima pripremaju analitički uzorci za gama spektrometriju i kako se to radi u Centru za ekotoksikološka ispitivanja (CETI), jedinoj instituciji u Crnoj Gori akreditovanoj za monitoring radioaktivnosti u vazduhu.

U poglavlju *3. Gama spektrometrija uzoraka atmosferskog vazduha* (11 stranica) prikazani su gama spektrometri i kalibracioni standardi u CETI-ju i njihove karakteristike. Sve akreditovane laboratorije obavezne su da sprovedu postupak verifikacije korišćene

metode, koji podrazumijeva provjeru svih bitnih analitičkih i statističkih parametara metode u cilju dokazivanja njene primjenljivosti. U tom cilju CETI je usvojio dokument koji definiše standardni operativni postupak verifikacije metode gama spektrometrije za sve standardne geometrije koje koristi, čiji je autor ovaj kandidat. U ovom poglavlju daje se i detaljni opis tog postupka, zajedno sa rezultatima verifikacije za standardne geometrije uzoraka – cilindar zapremine 200 cm³ i Marineli posuda zapremine 1000 cm³. Na kraju su opisani metodološki problemi pripreme dobrog analitičkog uzorka vazduha za gama spektrometriju i dat je predlog za njihovo rješavanje kod filtera od staklenih vlakana, koji se detaljno analizira nadalje u ovom magistarskom radu.

U poglavlju 4. *Nov način pripreme analitičkog uzorka od filtera za vazduh načinjenog od staklenih vlakana* (6 stranica) opisana je procedura razaranja filtera od staklenih vlakana u mikrotalasnoj peći Berghof SpeedWave, koja slijedi postupak koji se inače koristi kod razaranja uzoraka iz životne sredine (hrane, zemljišta, sedimenata) za analizu teških elemenata na atomskim apsorpcionim i plazmenim spektrometrima. Filter sa uzorkovanim vazduhom stavlja se u teflonsku digestionu posudu, dodaje se 3 cm³ HNO₃ (koncentracije 65%) i 2 cm³ HF kiseline (koncentracije 40%), miješa se teflonskom šipkom i nakon 10 min posuda se zatvara i stavlja u mikrotalasnu peć. Startuje se rad peći po programu koji se odvija u pet koraka i traje 56 min, sačeka se zatim oko 20 min da se digestiona posuda ohladi i ona se zatim pažljivo otvara u digestoru. Tokom ovog procesa filter od staklenih vlakana prelazi iz čvrste u tečnu fazu, bez gubitka volatilnih radionuklida (temperature u peći do 200 °C, posuda hermetički zatvorena). Digestiona posuda se ispira sa 4M HCl, koja je izabrana kao matriks uzorka zbog njegove trajne stabilnosti i zato što se većina tečnih kalibracionih standarda gama radioaktivnih nuklida pravi u matriksu 4M HCl.

U poglavlju 5. *Razvoj metode gama spektrometrije uzoraka vazduha na filteru od staklenih vlakana koji je preveden u tečno stanje* (23 stranice) sproveden je postupak validacije nove metode. U tom cilju urađena je gama spektrometrija šest analitičkih uzoraka dobijenih prevođenjem u tečno stanje šest filtera od staklenih vlakana, kroz koje prethodno nije prosisavan vazduh, već je na njih, u količinama 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml i 6 ml, nanesen tečni standard miksa radionuklida ²⁴¹Am, ¹⁰⁹Cd, ¹³⁷Cs i ⁶⁰Co poznate aktivnosti. Svi uzorci su snimani na spektrometru po 170 ks živog vremena, u geometriji Marineli posude 1000 cm³ postavljene na kapi detektora. Rezultati ovog eksperimenta pokazuju da su zadovoljena dva osnovna parametra za ocjenu validnosti metode i dobijenih rezultata, tj. njihove tačnosti i preciznosti – *Prinos* se za sve posmatrane radionuklide u svim uzorcima kreće u intervalu (93–103)%, što je u granicama maksimalno dozvoljenog odstupanja od ±10% u odnosu na tačnu vrijednost aktivnosti radionuklida u uzorku, a *Zeta Score* ima maksimalnu apsolutnu vrijednost 0.92, znatno manju od uslova da ona mora biti ≤ 2. Taj eksperiment je dokazao i linearnost metode za sve posmatrane radionuklide, kao i da su granice njihove detekcije dovoljno niske (⁶⁰Co i ¹³⁷Cs na nivou ispod 0.1 Bq, a ¹⁰⁹Cd i ²⁴¹Am na nivou od 2 Bq) da omogućavaju njihovu vrlo osjetljivu detekciju i kvantitativno određivanje u uzorcima atmosferskog vazduha. Urađen je i drugi eksperiment, u kojem je jedan od analitičkih uzoraka iz prvog eksperimenta sniman po 40 ks šest puta uzastopno tokom tri dana, čiji su rezultati potvrdili vremensku stabilnost distribucije radionuklida u uzorku (tečnom rastvoru) kroz zanemarivo mala odstupanja rezultata ponovljenih snimanja (standardna devijacija 0.58% do 1.59%). Zatim su detaljno analizirane mjerne nesigurnosti ove metode gama spektrometrije uzoraka vazduha, njihovi izvori i kvantifikacija. Pokazano je da su kombinovane mjerne nesigurnosti rezultata za ²⁴¹Am, ¹³⁷Cs i ⁶⁰Co oko 8% i da se ne razlikuju značajno za različite nivoe njihove aktivnosti, dok je za ¹⁰⁹Cd, koji ima samo jednu gama liniju i to u niskoenergetskoj oblasti (88 keV) i malog intenziteta (3.6%), ona na nivou od 20%, čemu najviše doprinosi statistika malog broja impulsa u fotopiku.

U poglavlju 6. *Poređenje rezultata nove metode sa uobičajenom metodom koja koristi analitički uzorak dobijen presovanjem filtera od staklenih vlakana* (14 stranica) prikazane su rezultati tri serije gamaspektrometrijskih analiza realnih mjesečnih uzoraka atmosferskog vazduha. Prvo su rađena tri mjesečna uzorka od po 10^4 m^3 vazduha (januar, februar i mart 2020. godine) na filterima od staklenih vlakana, koji su presovani do cilindrične geometrije zapremine 200 cm^3 . Zatim je urađena spektrometrija istih tih filtera, ali nakon njihovog prevođenja u tečno stanje i dodavanja im po 5 ml kalibracionog standarda sa ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{137}Cs i ^{60}Co , i zatim smještanja u Marineli posude zapremine 1000 cm^3 . Obje korišćene metode gama spektrometrije daju rezultate za aktivnosti ^7Be i ^{40}K u analiziranim uzorcima vazduha koji su gotovo idealno saglasni. Realne vrijednosti sadržaja ^{226}Ra , ^{232}Th i ^{137}Cs u atmosferskom vazduhu su oko 10^{-6} Bq/m^3 , pa su njihove varijacije na tom nivou više varijacije fona nego stvarnih vrijednosti koncentracija tih radionuklida, a kalibracioni standard dodat drugoj seriji uzoraka značajno podiže fon spektra sve do linije ^{60}Co na 1332 keV. Određivanje ^{137}Cs nije bilo moguće u drugoj seriji uzoraka, jer je njegovo eventualno stvarno prisustvo u vazduhu pokriveno 10^6 puta većom koncentracijom tog radionuklida u tečnom standardu dodatim uzorcima. No taj tečni standard dodat drugoj seriji uzoraka poslužio je da se preko vrijednosti *Prinosa* i *Zeta Score* ponovo dokažu tačnost i preciznost nove metode gama spektrometrije. Da bi se realnije uporedila osjetljivost dvije korišćene metode gama spektrometrije, urađene su analize mjesečnog uzorka 10^4 m^3 vazduha iz decembra 2020. godine – prvo presovanog filtera do cilindrične geometrije 200 cm^3 , a zatim istog tog filtera prevedenog u tečno stanje u Marineli geometrijama 500 cm^3 i 1000 cm^3 , ali ovog puta bez dodavanja kalibracione tečnosti. Vrijeme snimanja sva tri uzorka je bilo isto (280 ks), a desilo se da sadržaj Ra, Th, K i Cs u vazduhu nije bio iznad njihovog inače veoma niskog detekcionog limita (10^{-5} Bq/m^3). Izmjeren je samo ^7Be u vazduhu, na nivou 10^{-3} Bq/m^3 . Rezultati određivanja minimalne detektibilne aktivnosti (MDA) radionuklida od interesa (^7Be , ^{40}K , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{137}Cs , ^{214}Pb , ^{214}Bi , ^{228}Ac) jasno pokazuju da metoda sa prevođenjem filtera od staklenih vlakana u tečno stanje daje za sve te radionuklide niže vrijednosti MDA od metode sa presovanim filterom, za Marineli posudu 500 cm^3 i dvostruko niže.

U poglavlju 7. *Zaključak* (1 stranica) kandidat konstatuje da su istraživanja sprovedena u njegovom magistarskom radu dokazala, međunarodnim standardima propisanu, zadovoljavajuću tačnost i preciznost razvijene metode gama spektrometrije atmosferskog vazduha na filteru od staklenih vlakana prevedenom u tečno stanje, kao i da su one lako provjerljive, što nije slučaj kod metode gama spektrometrije presovanog filtera. Nova metoda ima značajno veću osjetljivost od uobičajene metode. Prednost analitičkog uzorka pripremljenog prevođenjem filtera od staklenih vlakana u tečno stanje, na način opisan u radu, je i u tome da se on nakon gama spektrometrije može kasnije koristiti i za analize njegove radioaktivnosti na alfa spektrometrima, tečnim scintilacionim brojačima i proporcionalnim brojačima.

Literatura sadrži 59 referenci, primjerenih sadržaju magistarskog rada.

Postavljeni ciljevi i primijenjene metode

Postavljena su bila tri cilja istraživanja: 1) Rješavanje problema homogenosti i gustine analitičkog uzorka od filtera za vazduh od staklenih vlakana; 2) Razvoj i validacija metode gama spektrometrije uzoraka atmosferskog vazduha na filterima od staklenih vlakana prevedenih u tečno stanje; 3) Dokazivanje da ta nova metoda obezbjeđuje zadovoljavajuću tačnost i veću osjetljivost od uobičajene metode koja koristi analitičke uzorke dobijene presovanjem filtera od staklenih vlakana.

U radu je pokazano da su svi istraživački ciljevi uspješno ostvareni. Pri tome je za razgradnju filtera od staklenih vlakana i njegovo prevođenje u tečno stanje korišćeno zagrijavanje u mikrotalasnoj peći visokih performansi, a sadržaj radionuklida u dobijenim analitičkim uzorcima određivan je metodom poluprovodničke gama spektrometrije, uz korišćenje visokokvalitetnih spektrometara i međunarodno verifikovanih softvera za analizu spektara i za neophodnu korekciju rezultata.

Dobijeni rezultati i zaključci o realizovanom istraživanju

Rad sadrži rezultate eksperimentalnih istraživanja, kao i odgovarajuće analize, diskusiju i jasne zaključke. Napisan je u skladu sa pravilima pisanja rada u predmetnoj oblasti, a njegov sadržaj pokazuje da kandidat ima solidno znanje i veoma bogato iskustvo u oblasti primjene metode gama spektrometrije, na osnovu čega je bio u stanju da predloži poboljšanja te metode za analizu specifične vrste uzoraka iz životne sredine, kao i da istraživački korektno, pedantno i detaljno dokaže analitičku vrijednost i prednost tih poboljšanja u odnosu na uobičajenu metodu analize takvih uzoraka. Poglavlja 5. i 6. magistarskog rada ubjedljivo govore tome u prilog i od posebnog su značaja za ocjenu kvaliteta i doprinosa magistarskog rada.

Rezultati dobijeni primjenom u radu korišćenih metoda su validni, a sprovedeno istraživanje je metodološki korektno, i uspješno. Ono je i korisno, jer je vrlo vjerovatno da će nova metoda, razrađena u magistarskom radu, postati dio analitičke rutine u Centru za ekotoksikološka ispitivanja, a moguće i drugdje. U tom cilju, očekuje se da rezultati magistarskog rada budu publikovani i tako prezentovani široj naučnoj i stručnoj javnosti.

Zaključni stav i predlog

Na osnovu prethodno navedenog, Komisija smatra da magistarski rad Tomislava Anđelića, „Gamaspektrometrijsko određivanje radionuklida u vazduhu – metoda sa prevođenjem filtera za vazduh od staklenih vlakana u tečno stanje“, strukturom, sadržajem i kvalitetom zadovoljava propisane uslove.

Stoga, Komisija predlaže Vijeću Prirodno-matematičkog fakulteta da rad prihvati i imenuje komisiju za njegovu odbranu.

KOMISIJA:



dr Perko Vukotić, redovni profesor
PMF-a u penziji, mentor



dr Nataša Raičević, redovni profesor
PMF-a, član



dr Ivana Pićurić, redovni profesor
PMF-a, član