

РЕЦЕНЗИЯ

от проф. д-р Емил Георгиев Михайлов,

Химикотехнологичен и металургичен университет – София,

на дисертационен труд за присъждане на образователната и научна степен

„Доктор“, научна област: 5. Технически науки, професионално направление 5.8.

„Проучване, добив и обработка на полезни изкопаеми“, докторска програма:

„Обогатяване и рециклиране на суровини“

Автор на дисертационния труд: маг. инж. Иванка Димитрова Вълчанова

Тема на дисертационния труд: „Разработване на течно-екстракционна система за пречистване и концентриране на цинк-съдържащи разтвори“

Рецензията е изготвена на основание на решение от Първото заседание на Научно жури, (утвърдено със Заповед № 788/21.11.2023 г. на Ректора на МГУ „Св. Иван Рилски“), състояло се на 24.11.2023 г.

1. Общи сведения за докторанта, процедурата и представените материали

Маг. инж. Иванка Димитрова Вълчанова е зачислена за редовен докторант към катедра „Обогатяване и рециклиране на суровини“ със Заповед на Ректора на МГУ „Св. Иван Рилски“ - № Р-813/25.10.2021 г.

Докторантката е положила успешно предвидените в индивидуалния учебен план изпити, съгласно Удостоверение ССПМ № 368 - 2023/02.11.2023 г. Отчислена е с право на защита със Заповед на Ректора на МГУ „Св. Иван Рилски“ - № Р-787/21.11.2023 г.

Дисертационният труд е разгледан и обсъден на разширен катедрен съвет на катедра „Обогатяване и рециклиране на суровини“, Миннотехнологичен факултет, МГУ „Св. Иван Рилски“, проведен на 27.10.2023 г.

Представеният от маг. инж. Иванка Димитрова Вълчанова комплект материали на електронен носител е в съответствие с Правилата и процедурите за приемане и обучение на докторанти и придобиване на ОНС „Доктор“ на МГУ „Св. Иван Рилски“ и включва следните документи:

- Заявление за стартиране на процедура;
- Протокол от заседанието (предварителна защита) на катедра „Обогатяване и рециклиране на суровини“ № 96/27.10.2023 г.;
- Заповеди за зачисляване и отчисляване от докторантура;

- Заповед № 788/21.11.2023 г. на Ректора на МГУ „Св. Иван Рилски“ за утвърждаване на състава на Научното жури за публична защита на дисертационния труд;
- Удостоверение за издържани изпити (ССПМ № 368 - 2023/02.11.2023 г.);
- Декларация за оригиналност;
- Диплома за завършено висше образование;
- Автобиография;
- Дисертационен труд;
- Автореферат на дисертацията;
- Списък на приноси в дисертацията;
- Списък на публикациите по дисертационния труд.

2. Актуалност на темата

Понастоящем над 90% от цинка в световен мащаб се произвежда чрез конвенционалния хидрометалургичен метод, който е разработен за третиране на сулфидни руди. За производството на цинк по този метод чистотата на електролита е от изключително значение. През последните години, поради изчерпване на богатите сулфидни рудни находища, за задоволяване на потребностите от цинк, възниква необходимостта от преработване на суровини с по-ниско качество и повишено съдържание на примеси, което води до влошаване качеството на катодния цинк. Това налага, както оптимизиране на съществуващите, така и разработване и прилагане на нови технологични подходи за отделяне на примесите и подобряване на ефективността на пречистване. В този смисъл, целта и задачите на дисертационния труд за получаване на електролит, подходящ за производство на цинк с много високо качество, са научно-актуални и технологично значими. Решаването на задачите води до разработване на течно-екстракционна система за извличане и концентриране на цинк, която може да се използва в индустриалната практика.

3. Обща характеристика на дисертационния труд

Дисертационният труд е в обем от 167 страници, като включва въведение, 8 части за решаване на формулираните основни задачи, списък на основните приноси, списък на публикациите по дисертацията и използвана литература. Цитирани са общо 204 литературни източника, 4 от които са на кирилица и 200 на латиница. Работата включва общо 66 фигури и 56 таблици.

4. Структура и съдържание на дисертационния труд

Във въведението ясно е дефинирана актуалността на проблема и подхода за постигане на основната цел на дисертационния труд.

В част „*Литературен обзор*“ е представен задълбочен литературен обзор, включващ основните методи за получаване на цинк, като е обърнато особено внимание на хидрометалургичния метод и етапите на пречистване. Подробно е разгледан процесът на течна екстракция, като основен етап за пречистване и концентриране на цинк-съдържащи разтвори. В заключение са направени изводи от извършения литературен обзор.

В част „*Цел и задачи на дисертационния труд*“ е обоснована актуалността на проблема, поставени са задачите, които трябва да бъдат решени за постигане на основната цел.

В част „*Методология на изследването*“ е представена подробна информация за използваните материали и методологията на изследването, която представлява последователност от експериментални методи и процедури.

В част „*Резултати и дискусия*“ са представени резултатите от експерименталната работа. Определени са оптималната концентрация на избрания екстрактант ди-2-етилхексил фосфорна киселина (di-2-ethylhexyl phosphoric acid, D2EHPA), оптималната температура за провеждане на течно-екстракционните тестове и максималното натоварване на органичната фаза с цинк. Построени са екстракционната и реекстракционната изотерми и са конструирани диаграмите на McCabe-Thiele за етапите на екстракция и реекстракция и въз основа на получената от тях информация е определена максималната степен на извличане на цинк. Представени са резултатите от промивните и реекстракционните експерименти, както и от тестовите в непрекъснат режим на работа. Предложена е течно-екстракционна система за селективно извличане на цинк и получаване на цинков електролит с много висока чистота. В края на тази част са изведени общи изводи от интерпретираните експериментални данни.

В част „*Обобщени изводи*“ са представени обобщените изводи, направени въз основа на получените резултати.

В част „*Научно-приложни приноси*“ са изведени научно-приложните приноси на база на резултатите от лабораторните експерименти.

В част „*Публикации по дисертационния труд*“ са представени публикациите по дисертационния труд.

В част „*Литература*“ са описани използваните литературни източници.

Извършена е огромна по обем теоретична и експериментална работа, от която е получена много информация за постигане на целта на дисертационния труд. Резултатите от експериментите са визуализирани в графичен и табличен вид, като подробно е дискутирана всяка част от изследването. Изводите от дисертационния труд са точно дефинирани и обосновани, а приносите са актуални и значими не само от научна, но и от практическа гледна точка.

5. Публикации по дисертационния труд, авторство на получените резултати

По дисертационния труд са представени три публикации, една от които е самостоятелна, а две са в съавторство. Първата публикация на докторанта е в списание „Sustainable Extraction and Processing of Raw Materials“, което е с двойно научно рецензиране и е включено в редица международни бази данни, втората е в списание „Геология и минерални ресурси“, а третата е в Годишника на МГУ „Св. Иван Рилски“.

Внимателният прочит на представените публикации дава основание за становището, че маг. инж. Иванка Димитрова Вълчанова е аналитичен и задълбочен изследовател, съчетаващ добра теоретична подготовка с богат практически опит.

6. Приноси и значимост на дисертационния труд

Приносите в дисертационния труд са правилно дефинирани на базата на големия обем експериментална работа, получените и интерпретирани резултати и направените изводи, в съответствие с целта и задачите на дисертационния труд. В дисертационния труд са представени 9 научно-приложни приноса:

1. Предложен е оптимизиран метод за отстраняване на желязото от набогатени излужващи разтвори, използвани за захранване на процеса на течна екстракция, който представлява комбинация от процесите окисление, неутрализация и химично утаяване. Установено е, че с използването на този подход се достига изключително висока ефективност при отделяне на желязото, което в противен случай би се екстрахираше от D2ЕНРА (ди-2-етилхексил фосфорна киселина) съвместно с цинка. Освен това, заедно с желязото, по този начин биха могли да бъдат отделени и други елементи, които имат неблагоприятно въздействие върху процесите на течна екстракция и електролиза, като арсен, антимон, алуминий и силиций.

2. Разработена и приложена е методика за теоретично определяне на необходимия брой екстракционни и реекстракционни стъпала във вериги за течна екстракция на цинк. Методиката включва експериментално генериране на изотермите

при предварително подбрани фазови О/А отношения и конструиране на диаграмите на McCabe-Thiele с операционни линии, осигуряващи максимална ефективност при етапите на екстракция и реекстракция.

3. Приложен е модифициран експериментален подход за определяне на конфигурацията на екстракционните и реекстракционните стъпала, включващ корекция на рН в етапа на екстракция и осигуряващ висок цинков трансфер, ниска концентрация на цинк в рафината и минимизирана ко-екстракция на примеси.

4. Експериментално е тествана система за пречистване на органичната фаза, състояща се от последователно свързани стъпала за физична и химична промивка, при използването на която е възможно да бъдат отстранени основните метали (Cu, Cd, Co, Ni), катионни примеси (Ca, Mg) и халогениди (Cl, F).

5. Установен е съставът на промивния разтвор, използван при стъпалата на химична промивка в системата за пречистване. Експериментално е доказано, че с използването му се постига много висока степен на пречистване и отстраняване на калций, кадмий и мед от органичната фаза. Освен това, отработените промивни разтвори могат да бъдат рециклирани към етапа на екстракция, без загуби на цинк и промяна на характеристиките на хранящите разтвори.

6. Разработена и приложена е стратегия за предотвратяване образуването на гипс в точно-екстракционната верига, която включва: 1) разреждане на разтворите, така че да се избегне насищането им с калций; 2) корекция на рН за минимизиране на екстрахирането на калция от D2EHPA и 3) химична промивка на органичната фаза.

7. Предложена е точно-екстракционна система, включваща две екстракционни стъпала, едно стъпало за физично отстраняване на увлечените примеси, две стъпала за химична промивка, две реекстракционни стъпала и един буфер за набогатена органична фаза LOT (конфигурация 2E x LOT x 1W x 2Sc x 2S). Установено е, че с използването на тази система се постига селективно извличане на цинка при високи съдържания на примеси, ефективната му реекстракция и концентриране до получаване на цинков електролит с много висока чистота.

8. Доказано е, че течната екстракция може напълно и адекватно да замени конвенционалната очистка в процеса за получаване на катоден цинк от сярнокиселинни разтвори.

9. Практическата значимост на дисертационния труд, отразяваща реализацията на приносите и новостите се изразява и в комбинирането на разработената точно-екстракционна система с процеса на електролиза за получаване на цинкови катоди с чистота 99.995% Zn и качество Special High Grade (SHG).

На базата на изведените научно-приложни приноси, може да се твърди, че в резултат на изследването е разработен цялостен технологичен подход, комбиниращ процесите на окисление, неутрализация и химично утаяване, и процесът на течна екстракция с интегрирана промивка на органичната фаза за отстраняване на примесите, с помощта на който се достига пълно и селективно извличане на цинка от разтвори, получени след излужване на различни цинк-съдържащи суровини и получаване на краен продукт с високо качество.

7. Оценка на автореферата

Авторефератът е разработен в обем от 36 страници, като отговаря на изискванията на съответните нормативни документи и отразява пълно, обективно и достоверно същността на дисертационния труд.

8. Въпроси, критични бележки и препоръки

Нямам съществени критични бележки и коментари по дисертационния труд и материалите, свързани с него. Изследването напълно отговаря и дори надвишава изискванията за получаване на образователна и научна степен „доктор“.

Като препоръка мога да предложа тестването и верифицирането на разработената течностно-екстракционната система за пречистване на цинк-съдържащи разтвори в индустриален мащаб.

9. Заключение

В заключение смятам, че всички поставени в дисертацията цели са постигнати успешно. Публикуваните резултати и приносите в представената от маг. инж. Иванка Димитрова Вълчанова дисертация за получаване на научната степен „Доктор“ по научна специалност 5. Технически науки, професионално направление: 5.8. „Проучване, добив и обработка на полезни изкопаеми“, (Докторска програма: „Обогатяване и рециклиране на суровини“) на тема: „Разработване на течностно-екстракционна система за пречистване и концентриране на цинк-съдържащи разтвори“ са достатъчни по значимост, а самият труд притежава всички качества за получаване на научната степен „Доктор“, съгласно изискванията на ЗРАСРБ, Правилника за приложението му и Правилата и процедурите за приемане и обучение на докторанти и придобиване на ОНС „Доктор“ в МГУ „Св. Иван Рилски“.

Научно-приложните приноси в дисертацията са резултат на едно системно и задълбочено изследване в областта на цинковата хидрометалургия и представляват

оригинална разработка на докторантката, която успешно би могла да се прилага в индустриалната практика.

Като се има предвид гореизложеното, давам своята положителна оценка за рецензирания по-горе дисертационен труд, автореферат, постигнати резултати и приноси, и предлагам на почитаемото научно жури да присъди образователната и научна степен „доктор” на маг. инж. Иванка Димитрова Вълчанова в област на висше образование: 5. Технически науки, професионално направление: 5.8. „Проучване, добив и обработка на полезни изкопаеми“, Докторска програма: „Обогатяване и рециклиране на суровини“.

София,
20.12. 2023 г.

Рецензент:
/проф. д-р Емил Михайлов/