

РЕЦЕНЗИЯ

върху дисертационен труд за придобиване на **образователната и научна степен**

“Доктор” по професионално направление

5.10 Химични технологии (Технология на електрохимичните производства)

Автор на дисертационния труд: инж. Анелия Валентинова Гъзова

Тема на дисертационния труд: Електрохимично отлагане и структура на двойни сплави между сребро, антимон и калай

Рецензент: Рашко Стефанов Рашков, д-р, доцент, ИФХ -БАН

1. Кратки биографични данни и характеристика на научните интереси:

Анелия Валентинова Гъзова е родена на 03 ноември 1985 г. Средното си образование завършва през 2005 г. в гр. Пазарджик. През 2009 става бакалавър по Електрохимия, към Катедра по Неорганични и Електрохимични производства на Химикотехнологичен и Металургичен Университет в гр. София, а магистратура по Електрохимия завършва през 2011 в същия университет. На 1 март 2013 г. тя е зачислена като редовен докторант в ХТМУ по професионално направление 5.10 Химични технологии (Технология на електрохимичните производства). По време на докторантурата инж. Анелия Гъзова провежда научна и изследователска работа, обвързана с тематиката на дисертацията ѝ в Университета в Kassel, Institute of Nanostructure Technologies and Analytics, Германия по програма Еразъм за 6 месеца. Очевидно е, че научните интереси на докторантката са насочени в областта на Електрохимията и по специално в отлагане и изследване на бинерни сребърни сплави, отразени в темата на дисертационния труд. Актуалността на тематиката засяга получаване на сплавите сребро-антимон, сребро-калай и антимон-калай от електролити, несъдържащи свободен цианид. Тези сплави намират широко приложение в електрониката и разработването на подходящи електролити са от особено значение за опазване на околната среда.

2. Преглед на дисертационния труд и анализ на резултатите.

Представеният ми за рецензиране дисертационен труд е написан на 103 страници, съдържа 37 фигури и 3 таблици. Цитирани са 106 източника. Основните раздели са: Увод, Литературен обзор, Експериментални методи, Експериментални резултати, Изводи, Приноси и Използвана литература.

2.1. В литературния обзор е направен преглед на употребата и свойствата както на изпозваните основни метали – сребро, антимон и калай така и на техните сплави. Подробната справка относно съставите на електроли за отлагане на сплави сребро-антимон, сребро-калай и антимон-калай отразява недостатъците и преимуществата на отделните компоненти в тях. Вниманието е обърнато и на явленията на самоорганизация в електрохимията. В тази връзка е обоснована и целта на дисертационния труд: изучаване на електрохимичните процеси при отлагането на двойни сплави на сребро, калай и антимон от електролити, недържащи свободен цианид и определянето на условията за наблюдаване на пространствено-временни явления върху повърхността на електрода.

2.2. За решаване на задачите при постигането на целта са използвани както физични, така и електрохимични методи описани в частта «Експериментални методи». Дисертантът е използвал рентгенов флуоресцентен анализ (XRF) и енергийно дисперсионен рентгенов анализ (EDX) за охарактеризиране на разпределението на елементите в покритието, а рентгенов дифракционен анализ (XRD) за определяне на фазовия състав. Измерени са също така микротвърдостта и средната стойност на грапавостта на отложените покритията. Приложени са електрохимични методи – циклична волтамперометрия за изследване на електродните процеси при отлагането на сплавите и галваностатичен за тяхното получаване. Дисертантът е добре запознат с методиките, което е една необходимост в обучителната програма на докторантурата.

2.3. Експерименталните резултати са систематизирани по отношение на електроотлагане в реда сребро, сребро-калай, сребро-антимон и антимон-калай. Добро впечатление прави детайлното описание на диагностичните критерии за определяне на вида на протичащия процес (Таблица 3) на основа, на които са направени редица предположения за протичащите процеси в разгледаните електролити за отлагане на металите сребро,

антимон и калай поотделно и заедно. Добавянето на тиоцианат и калиево-натриев тартарат към сребърния електролит не променят както вида на кривите, така и вида на контролиращите реакции. Чрез диагностичните критерии е установено, че при редукцията на среброто, контролиращият процес е обратим преход на заряд при ниски скорости на разгъвка, докато при високи скорости на разгъвка той е дифузионен. При съвместното отлагане на сребро с калай и антимон както и на калай-антимон сплави също е установено, че контролът на катодните и анодни реакции е дифузионен. Увеличението на плътността на тока при галваностатичното отлагане води до повишаване съдържанието на по неблагородния метал в покритието - в случая, калай и антимон при сребърните сплави и калай за сплавта антимон-калай. Използвайки различни концентрации на калай и антимон в електролитите за отлагане на покрития Sn-Sb, докторантът е представил интересни данни от които е видно, че Sn в зависимост от изходната му концентрация в електролита се отлага в широк процентен състав от 0 до 90 тегл. % при добра оптична хетерогенност. Според мен това означава, че тези сплави биха могли да намерят приложение в практиката.

Получените сплави в дисертацията са изследвани с рентгенов дифракционен анализ и са установени различни по състав фази в зависимост от съдържанието на по неблагородния метал в покритието. Резултатите от EDX и XRD анализи дават едно логично обяснение на наблюдаваните пространствено-времеви структури.

Измерена е микротвърдостта и микрограпавостта на отложените слоеве. За покритията Sn-Sb стойността на микротвърдостта достига 160 kg mm^{-2} при съдържание на калай в сплавта около 30 тегл.%. Тези стойности не са сравнени с подобни по състав покрития, т.к. не са установени такива в литературата. Според мен, това са оригинални данни, които не се споменават в изводите и приносите.

3. Оценка на съответствието между автореферата и дисертационния труд.

Двторефератът отразява коректно резултатите, заключенията и приносите на дисертационния труд.

4. Характеристика и оценка на приносите в дисертационния труд.

Основният принос на дисертационния труд е, че са установени състави на електролити, несъдържащи свободен цианид за отлагането на качествени покрития за двойни сплави на среброто с антимона и калая, както и на сплав антимон-калай, които са от значение за опазване на околната среда.

Вторият принос касае изследване кинетиката на индивидуалното и съвместно отлагане на компонентите на двойните сплави, както и параметрите на получените покрития. Формулировката на този принос по-скоро се отнася към изводите, докато уникални резултати, отнасящи се към измерванията на микротвърдостта, не са отразени.

Третият принос се отнася до намиране на условия за отлагане на сплавни покрития, при които се наблюдават пространствено-времеви структури, с които се обогатяват съществуващите знания.

5. Мнение за публикациите на дисертанта по темата на дисертационния труд.

В дисертационния труд е включена 1 публикация в списание с импакт-фактор Bulgarian Chemical Communication - "Electrodeposition and structure of binary alloys of silver, tin and antimony". Дисертантът е взел участие с доклади на 3 научни форума. Два от докладите са изнесени на международни конференции съответно в Германия и Унгария на EDNANO, като единия от тях е устен.

Съгласно Правилника на ХТМУ за условията и реда за придобиване на образователната и научна степен „доктор”, чл. 11 (4), дисертационният труд трябва да се основава най-малко на една научна публикация в списание с импакт-фактор или на две научни публикации в специализирани научни издания без импакт-фактор, или на три научни публикации в доклади на международни научни форуми, отпечатани в пълен текст в сборници с редактор. Очевидно е, че количествените показатели в случая за получаване на образователната и научна степен „доктор” са изпълнени.

6. Критични бележки и коментари.

Дисертационния труд е написан стегнато, разбираемо с логическа последователност при изложението и обобщаването на резултатите. Имам следните забележки и въпроси към дисертанта:

- Стр.11 “..... ориентацията на кристалитите в покритието се изменя от $\langle 111 \rangle$ през $\langle 111 \rangle$ и $\langle 511 \rangle$ т.е...” е некоректно
- Стр. 35 - плътността на тока е записана $A \cdot dm^{-2}$, трябва да е без точка
- Стр. 41- плътността на тока е дадена в $mA \cdot cm^{-3}$
- Стр. 58 – има несъответствия в таблицата за диагностични критерии- $\Delta E_p = E_p - E_r$ както и V и v - скоростта на разгъвка
- Стр. 59 – на фиг.5а) липсва обозначението (символа) на първия аноден пик
- Стр. 63 – на фиг.9б) са дадени сини триъгълници, които не са обозначени в под фигурния текст за какво се отнасят
- Стр. 64 – Какъв е контрола на реакцията при високите скорости на разгъвка на потенциала?
- Стр. 65 – На какво се дължат двата пика на крива 2 от фиг.10?
- Стр. 77 – в текста на фиг.22 се повтаря два пъти “ втори аноден максимум“
- Стр. 83 – несъответствия на символи и техните цветове на фиг. 28 и фиг.30
- Стр. 84 - липсва коментар на фиг.28 и 29
- Стр. 87 – “ Това е процес на съотлагане на“ – липсва останалата част от изречението
- Стр. 90 – няма коментар нито заглавие за експериментите относно микротвърдостта
- Стр. 91 - да се прецени коментара на фиг.36

7. Лични впечатления за дисертанта.

Познавам инж. Анелия Гъзова, тъй като беше назначена за кратък период в Института по физикохимия при БАН в групата на проф. Кръстев. Правише ми впечатление нейното трудолюбие и любознателност при навлизането в една трудна материя, свързана с усвояването на сложни и непознати за нея методики. Безспорно заслугата за извършването на експериментите по дисертационния труд е нейна.

8. Заключение:

Предвид наукометричните данни, логичното и високо научно изложение на резултатите в дисертационния труд както и направения анализ, независимо от допуснатите в повечето случай технически грешки, показват, че материалът е дисертабилен, а темата е изключително актуална, поради което моята оценка е положителна. С убеденост препоръчвам на членовете на научното жури да гласуват за присъждане на образователната и научна степен “Доктор” на инж. Анелия Гьозова.

София,
29.06.2016 г.

Рецензент: 
/доц. д-р Р.Рашков/