

Dr hab. inż. Tomasz NIEDOBA, prof. AGH

Kraków, 8 stycznia 2024

Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Wydział Inżynierii Lądowej i Gospodarki Zasobami

Recenzja

pracy doktorskiej mgr inż. Dawida Franke

pt. „Eko-efektywna technologia odzysku metali z płyt obwodów drukowanych”

1. Podstawa opracowania

Podstawą opracowania recenzji jest pismo o numerze RIE-BD.512.85.2023 Rady Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Śląskiej z dnia 28.11.2023 oraz Uchwała tejże Rady z dnia 15.11.2023.

Oceniana praca została napisana pod kierunkiem Pana dr hab. inż. Tomasza Suponika, Prof. Politechniki Śląskiej. Promotorem pomocniczym jest dr inż. Paweł Nuckowski.

2. Przedmiot recenzji

Przedmiotem recenzji jest ww. praca doktorska, na którą składa się jej część zasadnicza oraz sześć publikacji i zgłoszenie patentowe. Część zasadnicza pracy obejmuje 64 strony, w tym spis publikacji własnych (podzielonych na główne i pozostałe) oraz bibliografię. W części zasadniczej pracy zamieszczono 16 rysunków i 13 tabel. Składa się ona z 6 rozdziałów. Spis literatury zawiera 65 pozycji oraz spis publikacji Autora.

3. Uzasadnienie podjętego tematu

Szybki rozwój przemysłu elektrycznego i elektronicznego spowodował wzrost zapotrzebowania na metale ziem rzadkich i innych wartościowych pierwiastków, jednocześnie przyczyniając się do wzrostu ilości odpadów (zużytych sprzętów).

Aby zapobiec wyczerpywaniu się surowców naturalnych oraz zwiększaniu ilości odpadów powodujących, między innymi, degradację środowiska naturalnego należy wydłużyć cykl życia surowców oraz zmniejszyć ilość odpadów. Wydłużenie cyklu życia surowców przy jednoczesnej redukcji odpadów można osiągnąć poprzez odpowiedni recykling zużytych płyt obwodów drukowanych. Stąd też pojawił się pomysł badań nad opracowaniem eko-efektywnej technologii recyklingu płyt obwodów drukowanych (WPCB).

W związku z powyższym uważam, że podjęcie przez Doktoranta tematu „Eko-efektywna technologia odzysku metali z płyt obwodów drukowanych” jest w pełni uzasadniony.

4. Cel, teza i zakres pracy

Cel pracy:

Głównym celem rozprawy było eksperymentalne zweryfikowanie możliwości zastosowania znanych metod z zakresu przeróbki surowców mineralnych, których zintegrowanie pozwoli opracować efektywną i ekonomicznie uzasadnioną technologię recyklingu zużytych płyt obwodów drukowanych zgodną z zasadami zrównoważonej produkcji i gospodarki o obiegu zamkniętym

Tezy badawcze:

Istnieje możliwość opracowania i zastosowania eko-efektywnej technologii do recyklingu zużytych płyt obwodów drukowanych, która wykorzystuje procesy fizyczne z zakresu inżynierii mineralnej i jest zgodna z zasadami zrównoważonej produkcji i gospodarki o obiegu zamkniętym.

Zakres pracy:

Zakres pracy obejmuje, między innymi:

- badania eksperymentalne procesu mielenia z użyciem młyna nożowego;
- badanie procesu separacji (wzbogacania):
 - zastosowanie separacji elektrostatycznej;
 - zastosowanie separacji grawitacyjnej, z użyciem stołu koncentracyjnego i separatora cyklofluidalnego;
 - zastosowanie flotacji;
- oszacowanie efektywności i wpływu ww. procesów na środowisko przyrodnicze i człowieka;
- oszacowanie kosztów inwestycyjnych i eksploatacyjnych dla poszczególnych form recyklingu;
- ocena możliwości zastosowania bioługowania do odzysku metali z półproduktu otrzymanego w wyniku separacji elektrostatycznej;
- określenie etapów eko-efektywnej technologii recyklingu.

5. Charakterystyka pracy – część zasadnicza

Płyty obwodów drukowanych (WPCB) zawierają duże ilości metali, w tym metali szlachetnych, jak również metali uznanych za niebezpieczne dla zdrowia człowieka i środowiska naturalnego. Do badań użyto materiału z płyt WPCB typu F-4, których laminat jest wykonany z włókna szklanego i żywicy epoksydowej oraz metali (ok. 35% masy F-4). Zastosowane metody recyklingu płyt WPCB F-4 zapewniają spełnienie zasad gospodarki o obiegu zamkniętym

(bezodpadowy recykling). Otrzymane produkty, uwolniona mieszanina metali oraz część niemetaliczna mogą być użyte ponownie.

W części zasadniczej rozprawy przedstawiono wielostronne badania (oraz ich wyniki) prowadzące do określenia poszczególnych etapów eko-efektywnej technologii recyklingu płyt WPCB typu F-4 (demontaż, rozdrabnianie, mielenie, separacja). Na uwagę zasługuje wybór najefektywniejszego (spośród czterech) wariantu mielenia w młynie nożowym z uprzednim zastosowaniem ciekłego azotu do schładzania nadawy. Uzyskany materiał poddano procesowi separacji. Następnie, kolejno przebadano i oceniono (pod względem sprawności, kosztów i oddziaływania na środowisko przyrodnicze i zdrowie człowieka) następujące procesy rozdziału:

- separację elektrostatyczną;
- separację grawitacyjną (stół koncentracyjny, separator cyklofluidalny);
- flotację.

Ponadto dla otrzymanych w procesie separacji półproduktów zastosowano metodę bioługowania. Ostatnim etapem eko-efektywnej technologii recyklingu WPCB R-4 jest zabezpieczenie produktów (opakowania jednostkowe), które zostaną przekazane do odpowiednich zakładów w celu wyodrębnienia metali i produkcji materiałów kompozytowych.

Efektem tych wszystkich badań było określenie eko-efektywnej technologii recyklingu płyt WPCB, R-4 (jej poszczególnych etapów).

Rozprawa doktorska, obok części zasadniczej zawiera sześć publikacji oraz opis zgłoszenia patentowego, będących integralnym uzupełnieniem części zasadniczej.

Część zasadnicza rozprawy składa się z sześciu rozdziałów, listy głównych publikacji, listy zgłoszeń patentowych, bibliografii i wykazu publikacji. Praca jest napisana starannie, w sposób przejrzysty i zrozumiały i jest kompletna. Wyniki przedstawiono w tabelkach i na wykresach. Niewielkim mankamentem jest brak zacytowania, z której z sześciu publikacji pochodzą kolejne dane w niej zastosowane. Zauważono dwie drobne pomyłki:

A. na stronie 38 w opisie tab. 5.4 zacytowano nieprawidłowy numer rysunku.

B. na stronie 47 pomyłono w opisie rys. 5.7 oznaczenie (a) z (b).

Część zasadnicza pracy wynika z załączonych artykułów oraz zgłoszenia patentowego, będącymi integralnymi częściami rozprawy doktorskiej.

6. Artykuły będące integralną częścią rozprawy doktorskiej

W pracy zamieszczono sześć artykułów, powiązanych ze sobą logicznie i stanowiących zwartą całość. Liczba punktów za poszczególne artykuły, wg aktualnej punktacji Ministerstwa Nauki z dnia 5 stycznia 2024 roku, to: 140 pkt – Journal of Cleaner Production (artykuł jest w trakcie recenzji); Materials; 100 pkt – Minerals; Gospodarka Surowcami Mineralnymi 70 pkt – Management Systems in Production Engineering; Physicochemical Problems of Mineral Processing.

I. *Impact of grinding of printed circuit boards on the efficiency of metal recovery by means of electrostatic separation.*

Suponik T., Franke D., Nuckowski P., Matusiak P., Kowol D., Tora B.,
Minerals, vol. 11, nr 3, 2021, 281, s. 1-21, DOI:10.3390/min11030281.

W pracy przedstawiono cztery warianty mielenia płyt PCB w młynie nożowym, różniące się warunkami mielenia. Dla każdego wariantu dokonano analizy granulometrycznej uzyskanego materiału, który następnie poddano separacji elektrostatycznej. Dla produktów ES (odpad, produkt pośredni, koncentrat) określono wychody i gęstość. Ponadto przeprowadzono dla nich analizę chemiczną w celu określenia zawartości metali użytecznych.

Porównując wyniki tych analiz określono, między innymi, najefektywniejszy wariant mielenia, który został zastosowany w części zasadniczej pracy doktorskiej.

Artykuł został napisany w sposób przejrzysty, wyniki podano w tabelach oraz na wykresach, między innymi zastosowano diagram kołowy.

II. *Recovery of metals from printed circuit boards by means of electrostatic separation.*

Franke D., Suponik T., Nuckowski P., Gołombek K., Hyra K.,
Management Systems in Production Engineering, P.A. NOVA S.A., vol. 28, nr 4, 2020,
s. 213-219.

W pracy przedstawiono kolejne badania na temat recyklingu płyt obwodów drukowanych (PCB). Do separacji elektrostatycznej użyto materiału o określonym zakresie klas ziarnowych. Nadawę i produkty rozdziału (odpady, koncentrat) poddano wielostronnej analizie w celu wyznaczenia gęstości, wychodu i zawartości ferromagnetyków, jak również zawartości metali dla nadawy i produktów rozdziału.

Na podstawie tych analiz stwierdzono, że proces rozdziału jest wysoce efektywny, ale niewielka część metali znalazła się w odpadach co może być skutkiem niewystarczająco rozdrobnionej nadawy.

III *Evaluation of the efficiency of metal recovery from printed circuit boards using gravity processes.*

Franke D., Suponik T., Nuckowski P., Dubaj J.,
Physicochemical Problems of Mineral Processing, vol. 57, nr 4, 2021, s. 63-77.

W artykule przedstawiono zastosowanie dwóch procesów grawitacyjnej separacji: na stołach koncentracyjnych oraz przy użyciu separatora cyklofluidalnego. Otrzymane wyniki porównano z wynikami poprzednich badań dla procesu separacji elektrostatycznej, z tym że do wszystkich trzech przygotowano identyczne nadawy, uzyskane w młynie nożowym w temperaturze kriogenicznej. Badano efektywność separacji, czystość produktów oraz wychód i gęstość właściwą produktów (koncentrat, produkt pośredni, odpady) dla obu procesów grawitacyjnych. Ponadto określono zawartość metali w nadawie i produktach (z podziałem na pierwiastki użyteczne i bezużyteczne).

Porównanie wyników dla wszystkich trzech procesów separacji (oprócz stołu koncentracyjnego i separacji cyklofluidalnej także separacji elektrostatycznej) przedstawiono na

wykresach przedstawiających udział produktów rozdziału w funkcji ich gęstości i parametrów jakościowych.

IV. *Evaluation of the use of flotation for the separation of ground printed circuit boards.*

Franke D., Kar U., Suponik T., Siudyga T.,

Gospodarka Surowcami Mineralnymi – Mineral Resources Management, Polska Akademia Nauk, vol. 38, nr 1, 2022, s. 171-188, DOI:10.24425/gsm.2022.140605,

Głównym zadaniem przedstawionym w artykule była ocena procesu flotacji zastosowanego do rozdziału metali od tworzyw sztucznych z rozdrobnionych płyt PCB oraz wskazanie wartości parametrów flotacji, dla których sprawność odzysku metali z PCB jest najwyższa. Badania przeprowadzono w czterech etapach. W pierwszym dobrano odczynnik flotacyjny (w celu uzyskania największej efektywności procesu), w kolejnych etapach przeprowadzono testy z użyciem różnych stężeń odczynnika, wydatku powietrza oraz ilości materiału. Na podstawie wyników tych badań określono wpływ odczynników i ich stężeń, jak również wydatków powietrza i zagęszczenia materiału na sprawność procesu flotacji. Wskazano optymalne wartości tych parametrów, dla których sprawność odzysku metali jest najwyższa. Dla otrzymanych optymalnych warunków flotacji zbadano skład chemiczny produktów oraz wskaźniki uzysku i strat. Wyniki poparto tabelami i wykresami (wychód produktów, gęstość, zawartość pierwiastków użytecznych, zawartość pierwiastków nieużytecznych). Dla czterech badanych rodzajów separacji, czyli flotacji, separacji elektrostatycznej oraz procesów grawitacyjnych (stół koncentracyny i separator cyklofluidalny) przedstawiono zestawienie parametrów jakościowych i ilościowych otrzymanych produktów oraz wpływu na środowisko naturalne. Efektem tych analiz było stwierdzenie, że proces flotacji nie powinien być stosowany w tworzonej eko-efektywnej technologii odzysku z PCB.

V. *Recycling of waste printed circuit boards – application potential and selection of eco-efficient methods.*

Franke D., Suponik T.,

Journal of Cleaner Production, Elsevier (manuskrypt w trakcie recenzji)

W artykule określono parametry eko-efektywnej technologii recyklingu płyt drukowanych WPCB (wysoka wydajność, niskie oddziaływanie na człowieka i środowisko naturalne, niskie koszty). Dla łatwiejszej oceny tych parametrów posłużono się podziałem technologii recyklingu na pięć etapów:

Etap I – demontaż (oczyszczenie powierzchni płyt z substancji obcych, brudu);

Etap II – rozdrabnianie;

Etap III – mielenie (z użyciem ciekłego azotu);

Etap IV – separacja i wzbogacanie (separator elektrostatyczny, stół koncentracyny, separator cyklofluidalny, flotacja);

Etap V – zabezpieczenie produktów i dystrybucja.

Dla każdego z etapów określono rodzaje zagrożeń na stanowisku pracy oddziałujących na środowisko przyrodnicze, jak również parametry techniczne i ekonomiczne. Na tej podstawie określono eko-efektywny proces recyklingu WPCB.

Artykuł został napisany w sposób przejrzysty i zrozumiały a wyniki zostały poparte wykresami i tabelami.

VI. *Morphology, phase and chemical analysis of leachate after bioleaching metals from printed circuit boards*

Hyra K., Nuckowski P., Willner J., Suponik T., Franke D., Pawlyta M., Matus K., Kwaśny W., Materials, MDPI, vol. 15, nr 13, 2022, 4373, s. 1-17, DOI:10.3390/ma15134373,

Artykuł jest kontynuacją badań zaprezentowanych w publikacji I, gdzie w wyniku separacji elektrostatycznej otrzymano: koncentrat, produkt pośredni i odpady. Z uwagi na jakość, koncentrat i odpady nie podlegają dalszym procesom separacji. Natomiast dla produktu pośredniego (zawierającego ziarna konglomeratów) zastosowano metodę bioługowania. Dla próbek kontrolnych (w identycznych warunkach) prowadzono bioługowanie chemiczne.

W wyniku wielostronnych analiz chemicznych otrzymanych produktów rozdziału (odciek, osad) stwierdzono, że bioługowanie jest efektywne dla większości metali (nie jest efektywne dla ołowiu i cyny), zatem bioługowanie półproduktu z separacji elektrostatycznej jest możliwe.

Dodatkowym elementem uwzględnionym w rozprawie jest wniosek patentowy, który świadczy o oryginalności otrzymanych wyników i proponowanej technologii recyklingu dla płyt obwodów drukowanych.

7. Uwagi szczegółowe

Praca jest eksperymentalna. Analizy były prowadzone równolegle (na próbach kontrolnych) za pomocą różnych urządzeń. Napisana jest jasno i spójnie. Oprócz kilku literówek i pomyłek w numeracji pojawia się kilka uwag natury dyskusyjnej.

- czytając zasadniczą część pracy ciężko się zorientować, w której z załączonych publikacji należy szukać informacji na temat omawianego doświadczenia. Niewątpliwie pewne odnośniki w tekście ułatwiłyby całociowy odbiór pracy.
- czy rozważano zastosowanie innego typu młyna, np. młyn do rozwarstwiania? Na jakiej podstawie dokonano wyboru młyna nożowego?
- według jakiego kryterium dokonano doboru odczynników w procesie flotacji?
- na rynku obecne się specjalistyczne separatory do obwodów drukowanych PCB, jak np. separatory firm AMS, czy LENZ. Czy rozważano ich zastosowanie w proponowanym rozwiązaniu, zwłaszcza, że podczas procesu separacji elektrostatycznej wybór separatora jest kluczową kwestią?;
- czy rozważano zastosowanie innych procesów separacji grawitacyjnej tj. np. rozdział w osadzarkach, separatory typu Falcon, czy metody sedymentacyjne?

Powyższe uwagi i pytania mają jedynie charakter dyskusyjny i nie umniejszają w niczym osiągnięcia naukowego będącego przedmiotem recenzji. Wykonana ilość różnego typu analiz i wielość rozpatrywanych wariantów pozwala stwierdzić, że rozpatrywana praca doktorska jest na bardzo wysokim poziomie naukowym i świadczy o tym, że Doktorant posiada dużą wiedzę i potrafi samodzielnie rozwiązywać problemy naukowe z zakresu dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka.

8. Opinia końcowa

Na podstawie przedstawionej przez mgr inż. Dawida Franke dysertacji doktorskiej pt. *„Eko-efektywna technologia odzysku metali z płyt obwodów drukowanych”* stwierdzam, że przedłożona dysertacja spełnia wymogi Ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce z dnia 20 lipca 2018 roku (art. 187, ust. 1 i 2, Dz. U. z 2023 roku, poz. 742 z późniejszymi zmianami) i stawiam wniosek Radzie Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Śląskiej o dopuszczenie jej do publicznej obrony. Jednocześnie, biorąc pod uwagę zakres wykonanej pracy oraz jakość opracowania wnioskuje także o wyróżnienie niniejszej rozprawy.

Podpisał Tomasz Niedoba

