

Lublin, dn. 16.12.2025 r.

Recenzja**rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Ewy Szydłowskiej-Braszak
pt. „Opracowanie innowacyjnej technologii odzysku molibdenu i innych metali
ze zużytych katalizatorów przemysłu petrochemicznego”**opracowana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Chemiczna Politechniki Śląskiej
(pismo RDICH.512.4.2025 z dnia 15 października 2025 r.)

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska została zrealizowana na Wydziale Chemicznym, w Katedrze Chemii Nieorganicznej Politechniki Śląskiej pod kierunkiem Promotora prof. dr hab. inż. Piotra Dydo oraz Promotora pomocniczego dr hab. inż. Katarzyny Leszczyńskiej-Sejdy. Recenzowana rozprawa doktorska została przygotowana w ramach programu Doktorat Wdrożeniowy, edycja nr 5, projekt nr DWD/5/0626/2021, w latach 2021 – 2025.

Wstęp

Recenzowana rozprawa poświęcona jest problematyce odzysku molibdenu oraz metali towarzyszących, takich jak nikiel i kobalt, ze zużytych katalizatorów przemysłu petrochemicznego. Pani mgr inż. Ewy Szydłowska-Braszak podjęła temat o dużym znaczeniu naukowym i praktycznym, wpisujący się w aktualne światowe trendy związane z gospodarką o obiegu zamkniętym oraz zrównoważonym rozwojem przemysłu. Zagadnienie odzysku metali cennych, strategicznych i krytycznych, takich jak molibden, nikiel i kobalt z surowców wtórnych ma szczególne znaczenie dla Unii Europejskiej, zarówno z punktu widzenia bezpieczeństwa surowcowego, jak i ochrony środowiska naturalnego. W rozprawie trafnie podkreślono, że zużyte katalizatory petrochemiczne stanowią istotne wtórne źródło molibdenu i innych metali, a ich właściwa utylizacja jest niezbędna ze względu na zawartość związków siarki, metali ciężkich i węglowodorów, kwalifikujących je jako odpady niebezpieczne. Warto również zwrócić uwagę na skalę problemu - według danych cytowanych przez Autorkę, każdego roku powstaje od 150 do 200 tysięcy ton zużytych katalizatorów petrochemicznych. Przedstawione informacje uzasadniają potrzebę prowadzenia badań nad efektywnymi metodami ich przetwarzania i odzysku cennych pierwiastków.

Podsumowując, rozprawa podejmuje aktualne i istotne zagadnienie z zakresu inżynierii chemicznej i ochrony środowiska. Tematyka badawcza została dobrze osadzona w kontekście współczesnych wyzwań technologicznych i ekologicznych, a jej wyniki posiadają znaczący potencjał aplikacyjny w obszarze recyklingu odpadów i odzysku pierwiastków strategicznych.

Ocena formalna

Przedstawiona do oceny dysertacja doktorska mgr inż. Ewy Szydłowskiej-Braszak została napisana w formie klasycznej i obejmuje 146 stron maszynopisu w języku polskim. Rozpoczyna się spisem treści oraz wstępem. W spisie treści niestety nie umieszczono numeracji stron, co nieco utrudnia orientację w strukturze pracy i czyni go mało funkcjonalnym. W dysertacji wyróżnić można dwie zasadnicze części: literaturową oraz eksperymentalną. Część literaturowa rozprawy zawiera się na 28 stronach. Autorka poświęciła ją metodom odzysku metali ze zużytych katalizatorów przemysłu petrochemicznego, przedstawiając najnowsze doniesienia literaturowe na temat wydzielania molibdenu różnymi metodami, następnie niklu i kobaltu (rozdział 2). Opisała procesy pirometalurgiczne (spiekanie z węglanem sodu, wytapianie, prażenie) oraz metody hydrometalurgiczne, a także sposoby odzysku molibdenu z wykorzystaniem procesów bioługowania. Następnie przedstawiła ługowanie niklu kwasami mineralnymi oraz jego odzysk metodą wymiany jonowej oraz ekstrakcji rozpuszczalnikowej. Ekstrakcja rozpuszczalnikowa kobaltu z roztworów powstałych po ługowaniu odpadowego katalizatora stanowiła treść kolejnego podrozdziału. Kolejne fragmenty pracy dotyczą gospodarki metalami odzyskiwanymi ze zużytych katalizatorów przemysłu petrochemicznego w aspekcie zasobów naturalnych, recyklingu, produkcji i zastosowań przemysłowych oraz analizy rynku i stanowią bardzo interesującą częścią rozprawy doktorskiej. Część literaturowa rozprawy napisana jest w sposób logiczny, spójny i przejrzysty, co świadczy o szerokiej wiedzy Doktorantki z tej dziedziny. Dokonała Ona obszernego przeglądu literaturowego, na który składa się 147 pozycji bibliograficznych. Tezy, cele i zakres pracy (rozdział 3) obejmują dwie strony maszynopisu i poprzedzają rozdział 4. Metodykę badań. Omówienie wyników i wniosków stanowią treść rozdziału 5. Na 63 stronach tego rozdziału Doktorantka dokonała charakterystyki surowca stosowanego w badaniach, przeanalizowała wyniki uzyskane z prażenia zużytych katalizatorów petrochemicznych oraz z badań ługowania alkalicznego związków molibdenu z wyprążonego katalizatora oraz opisał wyniki wydzielania H_2MoO_4 z ługu alkalicznego. Następnie przedstawiła wyniki badań ługowania niklu i kobaltu oraz opisała



badania nad selektywnym odzyskiem niklu i kobaltu metodą ekstrakcji rozpuszczalnikowej, celem uzyskania ich koncentratu. Pani mgr inż. Ewa Szydłowska-Braszak zaproponowała schemat technologiczny opracowanej technologii przemysłowej i zweryfikowała uzyskane w warunkach laboratoryjnych parametry procesu w skali przemysłowej. Rozdział 6. Opis wdrożenia opracowanej technologii do warunków przemysłowych stanowi w mojej ocenie zwięzłe podsumowanie prowadzonych badań, a przedstawione wnioski potwierdzają, że tezy badawcze zostały w pełni zweryfikowane i zrealizowane. Autorka nie tylko opracowała kompletny, spójny i zoptymalizowany ciąg technologiczny, lecz także doprowadziła go do etapu rzeczywistego wdrożenia przemysłowego, co w obszarze technologii odzysku surowców krytycznych stanowi osiągnięcie wyjątkowe. Wkład ten obejmuje zarówno poszerzenie stanu wiedzy naukowej, jak i stworzenie rozwiązania o wymiernym znaczeniu gospodarczym, środowiskowym i aplikacyjnym. Realny efekt wdrożeniowy oraz potwierdzony rynkowo potencjał opracowanej metody świadczą o wysokiej innowacyjności, kompetencjach badawczych i umiejętności praktycznej implementacji wyników badań przez Autorkę pracy. Końcowe części rozprawy, tj. spisy tabel, rysunków, symboli, literatura oraz wykaz dorobku naukowego dopełniają formalną i dokumentacyjną stronę rozprawy. Struktura przedłożonej do oceny dysertacji potwierdza kompleksowe ujęcie problemu - od analizy aktualnego stanu wiedzy, poprzez szczegółowe badania eksperymentalne i ich weryfikację w skali technicznej, aż po opracowanie i opis wdrożenia rozwiązania przemysłowego. Tak zaplanowana struktura nadaje ocenianej rozprawie doktorskiej spójność i klarowność, jednocześnie podkreślając zarówno jej wartość naukową, jak i praktyczny, wdrożeniowy charakter.

Ocena merytoryczna

Przedstawiony przez Panią mgr inż. Ewę Szydłowską-Braszak w rozprawie doktorskiej materiał doświadczalny i dyskusja uzyskanych wyników wnoszą znaczący element nowości naukowej w obecny stan wiedzy. Wszystkie postawione cele pracy zostały poprawnie i w pełni zrealizowane. Przeprowadzone badania odznaczają się oryginalnością, a ich rezultaty znajdują odzwierciedlenie w praktyce. Za najważniejsze i najbardziej wartościowe osiągnięcia recenzowanej rozprawy doktorskiej uważam:

1. opracowanie kompletnej i możliwej do wdrożenia technologii selektywnego odzysku molibdenu, niklu i kobaltu ze zużytych katalizatorów petrochemicznych, integrującej procesy prażenia, ługowania i wytrącania;



2. wyznaczenie i optymalizację niskotemperaturowego procesu prażenia utleniającego, prowadzonego bez dodatków mineralnych co umożliwiło skuteczną konwersję siarczków molibdenu do tlenku molibdenu(VI), ograniczyło emisję związków siarki i zminimalizowało straty molibdenu związane z sublimacją;
3. opracowanie efektywnego procesu ługowania alkalicznego, który pozwolił na uzyskanie wysokiego odzysku molibdenu (>85%) w formie molibdenianu(VI) sodu;
4. syntezę kwasu molibdenowego(VI) o czystości powyżej 95%, spełniającego wymagania rynkowe i jakościowe;
5. opracowanie zrównoważonej i wysokowydajnej technologii odzysku niklu i kobaltu, z wykorzystaniem ługowania kwasem siarkowym(VI) o niskim stężeniu przy wydłużonym czasie i bezpośredniego strącania produktów o jakości odpowiadającej zastosowaniom przemysłowym;
6. zaawansowaną analizę statystyczną procesów, obejmującą modelowanie matematyczne i powierzchnie odpowiedzi, która umożliwiła precyzyjne określenie wpływu parametrów operacyjnych na efektywność odzysku metali;
7. pełną integrację procesów termicznych i hydrometalurgicznych w jednolity, zoptymalizowany ciąg technologiczny - wniesienie istotnego wkładu do rozwoju hydrometalurgii w Polsce;
8. wdrożenie technologii do działalności operacyjnej przedsiębiorstwa, co przełożyło się na powstanie nowej linii produktowej, redukcję odpadów niebezpiecznych, realne korzyści ekonomiczne; dowód komercyjnego potencjału rozwiązania to sprzedaż łącznie 6696 kg kwasu molibdenowego(VI) w latach 2023–2025 co umożliwiło wejście na rynek europejski producentów związków molibdenu.

Ocena dorobku naukowego

Recenzowany dorobek naukowy Autorki charakteryzuje się dużą spójnością tematyczną, wysokim poziomem merytorycznym oraz stopniowym, konsekwentnym rozwojem kompetencji badawczych w obszarze recyklingu metali nieżelaznych, hydrometalurgii, technologii odzysku metali krytycznych i zagospodarowania odpadów przemysłowych. Jest to dorobek o wyraźnym profilu specjalistycznym, skoncentrowany na opracowywaniu i doskonaleniu technologii odzysku molibdenu, niklu, kobaltu czy wolframu, szczególnie ze zużytych katalizatorów petrochemicznych i innych surowców odpadowych.



Publikacje naukowe Doktorantki ukazały się w latach 2004-2023 i obejmują artykuły w specjalistycznych czasopismach, w tym o zasięgu międzynarodowym (Materials, 140 pkt MEiN, IF 3.2). Autorka opisała w nich nie tylko przemysłową technologię wytwarzania kwasu molibdenowego z katalizatorów odpadowych, ale opublikowała wyniki badań dotyczące odzysku wolframu, produkcji nadrenianu amonu oraz technologii przetwarzania zgorzelin miedzianych, co świadczy o szerokim doświadczeniu w obszarze technologii metali nieżelaznych oraz o systematycznym rozwoju dorobku na przestrzeni kilkunastu lat.

Wkład mgr inż. Ewy Szydłowskiej-Braszak w rozwój dyscypliny widoczny jest również w opublikowanych rozdziałach monografii naukowych w latach 2023-2025. Rozdziały te dotyczą technologii zagospodarowania zużytych katalizatorów petrochemicznych, odzysku molibdenu, niklu i kobaltu oraz praktycznych aspektów przemysłowych procesów hydrometalurgicznych. W profilu naukowym Autorki można także wyróżnić aktywność konferencyjną, obejmującą ponad 15 wystąpień na konferencjach krajowych i międzynarodowych. Doniesienia prezentowane były zarówno na konferencjach branżowych (m.in. „Recykling Metali Nieżelaznych”, „Metalurgia Metali Nieżelaznych”), jak i na forach interdyscyplinarnych. Warto byłoby doprecyzować, czy zgłoszone wystąpienia konferencyjne miały charakter prezentacji ustnych (komunikatów), czy też były to wystąpienia plakatowe. Z przedstawionego wykazu projektów badawczych wynika, że Autorka od wielu lat aktywnie uczestniczy w realizacji prac B+R dotyczących odzysku metali nieżelaznych, zarówno jako kluczowy członek zespołu, jak i kierownik projektów. Realizowane projekty mają wyraźny charakter aplikacyjny, ukierunkowany na opracowanie, optymalizację i wdrażanie technologii odzysku metali ze zużytych katalizatorów oraz innych odpadów przemysłu metali nieżelaznych. W wielu przypadkach prace zakończyły się wdrożeniem technologii do działalności produkcyjnej lub budową instalacji testowych, co świadczy o dojrzałości i praktycznej użyteczności osiągniętych rezultatów. Całokształt aktywności projektowej świadczy o dużej konsekwencji w rozwijaniu specjalistycznej tematyki, istotnej z przemysłowego punktu widzenia, oraz o umiejętności skutecznego przenoszenia wyników badań do praktyki gospodarczej.

Podsumowując, dorobek naukowy Autorki jest różnorodny i ukierunkowany na istotne problemy współczesnej gospodarki surowcami krytycznymi. Prace mają charakter zarówno poznawczy, jak i wyraźnie aplikacyjny, a ostatni wymieniony komponent czyni ten dorobek



wartościowym i dobrze rokującym dla dalszego rozwoju w obszarze technologii metali nieżelaznych i recyklingu przemysłowego.

Obowiązkiem recenzenta jest również wskazanie pewnych nieścisłości oraz kwestii dyskusyjnych, których oczywiście bardzo trudno uniknąć podczas opracowywania tak obszernego materiału badawczego. Lektura dysertacji skłoniła mnie do sformułowania następujących pytań i komentarzy:

1. Przegląd literatury dysertacji obejmuje szeroki zakres metod odzysku molibdenu, niklu i kobaltu, ale ma charakter opisowy – brakuje: oceny zalet i wad poszczególnych rozwiązań, porównania procesów pod względem kosztów, selektywności i wdrożenia, czy wskazania technologii komercyjnych jako punktów odniesienia. W przeglądzie literaturowym, zwłaszcza w rozdziale 2.3 przydałaby się tabela przedstawiająca: poszczególne metody, ich selektywność, warunki procesowe, efektywność odzysku, ograniczenia czy szacunkowe koszty poszczególnych procesów.
2. Rozdziały 2.7-2.9 w ocenie recenzenta cechują się wysoką wartością merytoryczną oraz spójną analizą znaczenia molibdenu, niklu i kobaltu w kontekście transformacji energetycznej, dostępności zasobów oraz potencjału recyklingu. Rozważenia wymagają jednak uzupełnienie rozdziału o syntetyczną analizę cen rynkowych omawianych pierwiastków, obejmującą ich poziom, zmienność oraz główne czynniki wpływające na wahania cen. Uwzględnienie aspektu cenowego pozwoliłoby wzmocnić ekonomiczny kontekst opisanych rozważań, a także lepiej wytłumaczyć zasadność rozwoju technologii odzysku metali ze zużytych katalizatorów przemysłowych. Ceny surowców krytycznych stanowią bowiem istotny czynnik determinujący opłacalność procesów recyklingu, bezpieczeństwo surowcowe oraz decyzje inwestycyjne w sektorze przemysłowym, szczególnie w warunkach rosnącego popytu i ograniczeń podaży.
3. W części rozprawy doktorskiej dotyczącej badań eksperymentalnych przedstawiono wybrane parametry katalizatorów poddawanych recyklingowi. Czy dokonywano opisu zmienności wsadu pomiędzy partiami (co ma duże znaczenie dla skalowania procesu). Czy wykonywano analizę fazową (XRD), powierzchni (BET), morfologii (SEM/TEM), lub oceniano zawartości siarki, koksu, czy metali pomiędzy partiami?
4. Które z zaawansowanych technik analizy składu katalizatorów, czy oznaczania stężenia metali w roztworach lub koncentratach wykonywała Doktorantka samodzielnie, lub czy były to badania zlecone? Proszę o doprecyzowanie.



5. Deklarowane wartości wydajności odzysku metali (85% Mo, 70% Ni/Co) nie są wyjaśnione: dlaczego takie progi przyjęto, czy wynikają one z danych literaturowych czy są warunkiem technologicznym, czy też są to granice opłacalności przemysłowej.
6. Opis tezy miesza motywację, cel i tło doświadczeń. Podrozdział 3.1 zawiera informacje o: doświadczeniu zawodowym Autorki, historii projektów IMN, czy znaczeniu molibdenu. Teza powinna ściśle dotyczyć hipotezy. Teza mówi o opracowaniu technologii, ale nie wskazano, które parametry będą zmieniane, jakie wielkości będą mierzone, co jest kryterium sukcesu technologii. Proszę dodać krótkie ramy badawcze.
7. W treści rozprawy wielokrotnie użyto słów: „innovacyjna technologia”, „zaawansowana”, „zintegrowane procesy”, proszę doprecyzować co dokładnie stanowi nowość: nowe parametry prażenia, nowy mechanizm konwersji Na_2MoO_4 do H_2MoO_4 , nowa konfiguracja etapów czy nowe modele matematyczne/statystyczne.
8. W podrozdziałach 5.6 i 5.7 zabrakło Recenzentowi porównania uzyskanych wyników z alternatywnymi układami ekstrahentów opisanymi w literaturze (porównanie jedynie z danymi ref. 147). Proszę o przedstawienie stosownych przykładów w oparciu o przegląd literatury.
9. Nieliczne, drobne błędy edytorskie, niefortunne sformułowania, lub błędy w numeracji tabel, itp. na stronach: 5, 8, 10, 34, 42, 45, 46, 48, 52, 81, 85, 86, 108, 140.

Przedstawione powyżej komentarze lub sugestie nie umniejszają w żadnym stopniu wysokiej wartości merytorycznej zaprezentowanych wyników, a co szczególnie istotne, nie wpływają na **pozytywną ocenę** recenzowanej dysertacji. Ich wskazanie może okazać się jednak przydatne w planowaniu przyszłych badań oraz podczas przygotowywania kolejnych opracowań naukowych.

Wniosek końcowy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska Pani mgr inż. Ewy Szydłowskiej-Braszak pt. „Opracowanie innowacyjnej technologii odzysku molibdenu i innych metali ze zużytych katalizatorów przemysłu petrochemicznego” dotyczy ważnego i aktualnego problemu, wnosi istotny wkład w odzysk składników o wysokiej wartości rynkowej, takich jak molibden, nikiel i kobalt ze zużytych katalizatorów petrochemicznych, w postaci produktów o jakości handlowej. Ponadto zaproponowane rozwiązania technologiczne wspierają realizację



założeń gospodarki cyrkularnej oraz strategii odzysku ww. składników, zgodnie z polityką Unii Europejskiej i globalnymi trendami w zakresie zielonych technologii i efektywnego zarządzania zasobami.

W podsumowaniu stwierdzam, że recenzowana przeze mnie rozprawa doktorska Pani mgr inż. Ewy Szydłowskiej-Braszak spełnia kryteria określone w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (t.j. Dz. U. z 2024 r., poz. 1571 ze zm.). Na tej podstawie wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Chemiczna na Wydziale Chemicznym Politechniki Śląskiej o dopuszczenie Pani mgr. inż. Ewy Szydłowskiej-Braszak do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Ponadto składam **wniosek o wyróżnienie recenzowanej rozprawy doktorskiej**, motywując go aktualnością podjętej tematyki badawczej, jej rozległym zakresem, wysoką jakością prezentowanych wyników, ważnym aspektem praktycznym oraz istotnym wkładem uzyskanych rezultatów w rozwój technologii utylizacji zużytych katalizatorów służącej odzyskowi surowców cennych, strategicznych i krytycznych ze źródeł wtórnych. Autorce udało się stworzyć kompleksowe rozwiązanie umożliwiające pełne zagospodarowanie odpadu niebezpiecznego, potwierdzone badaniami w skali przemysłowej oraz skutecznym wdrożeniem do warunków operacyjnych. Technologia realnie zmniejsza obciążenia środowiskowe oraz ryzyka prawno-ekologiczne związane z gospodarką odpadami, jednocześnie wpisując się w założenia gospodarki cyrkularnej oraz europejskie strategie odzysku surowców krytycznych. Opracowany proces umożliwia odzysk metali o wysokiej wartości rynkowej w postaci pełnowartościowych produktów handlowych, co nadaje mu istotny wymiar ekonomiczny i przemysłowy. Znaczenie praktyczne pracy potwierdza jej wdrożenie do działalności produkcyjnej przedsiębiorstwa oraz wygenerowanie realnych przychodów ze sprzedaży kwasu molibdenowego(VI). Praca stanowi modelowy przykład technologii odzysku surowców strategicznych ze źródeł wtórnych i wyróżnia się zarówno oryginalnością rozwiązań, jak i ich udokumentowaną skutecznością oraz dojrzałością wdrożeniową. Z tych względów rozprawa w pełni spełnia kryteria do nadania jej wyróżnienia.

Podpisano odręcznie przez autora

