

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Ewy Szydłowskiej – Braszak
pt. „Opracowanie innowacyjnej technologii odzysku molibdenu i innych metali ze
zużytych katalizatorów przemysłu petrochemicznego”**

Przedstawione w recenzowanej pracy wyniki nawiązują do tematyki badań prowadzonych przez Instytut Metali Nieżelaznych w Gliwicach oraz promotorów pracy prof. dra hab. inż. Piotra Dydo oraz dr hab. inż. Katarzyny Leszczyńskiej-Sejdy, którzy zajmują się wieloma aspektami oczyszczania i odzysku metali, w szczególności z surowców odpadowych.

Ośmiomiliardowa cywilizacja człowieka produkuje dużą ilość odpadów. Ich zagospodarowanie stanowi nie lada wyzwanie. Potrzebie rozwiązania problemu narastającej ilości odpadów wychodzi naprzeciw koncepcja tak zwanej gospodarki obiegu zamkniętego, która opiera się na dwóch założeniach. Z jednej strony ochrona środowiska wymaga minimalizacji ilości składowanych odpadów. Z drugiej zaś, odpady często mogą być cennym surowcem. Szczególnie chemia jest w tym kontekście ważnym kierunkiem poszukiwania nowych technologii budując metody zrównoważonego rozwoju.

Recenzowana praca wpisuje się w ten kierunek badań, podejmując problematykę recyklingu tytułowych metali. Na stronie 35 Doktorantka formułuje cel pracy jako opracowanie selektywnego odzysku molibdenu, niklu i kobaltu, z uwzględnieniem efektywności procesowej, jakości produktów końcowych oraz wpływu środowiskowego. Zakres zrealizowanych badań obejmował (i) dobranie parametrów prażenia utleniającego w celu utlenienia MoS_2 do MoO_3 oraz obniżenie stężenia siarki po prażeniu, (iii) zaprojektowanie skutecznego procesu ługowania alkalicznego w celu przeniesienia molibdenu do roztworu w formie molibdenianu(VI) sodu, (iv) opracowanie efektywnej metody konwersji molibdenianu(VI) sodu do kwasu molibdenowego(VI) o wysokiej czystości, (vii) wdrożenie opracowanej technologii odzysku niklu i kobaltu (viii) przeprowadzenie walidacji opracowanej technologii w skali pilotażowej, podczas wdrożenia w warunkach przemysłowych.

Konstrukcja rozprawy jest typowa dla pracy doktorskiej. Składa się z części:

- (i) literaturowej, zatytułowanej analizą literatury, gdzie Autorka omawia problemy chemii badanych metali w szczególności ich oczyszczania i odzysku. Ważnym problemem są wzajemne interakcje metali decydujące o możliwości ich selektywnego odzysku w przypadku współwystępowania. Podsumowując, to

- ciekawym fragmentem pracy wykazującym znajomość badanej tematyki oraz umiejętność wyboru treści koniecznych dla prowadzenia planowanych badań;
- (ii) tezy, cele i zakres pracy; części
 - (iii) metodyki badań;
 - (iv) omówienia wyników badań;
 - (v) opisu wdrożenia opracowanej technologii do warunków przemysłowych;
 - (vi) wniosków;
 - (vii) literatury.

Praca zawiera spis tabel, rysunków oraz wykaz symboli i skrótów. Liczy 146 stron. Autorka cytuje 147 pozycji literaturowych.

Doktorantka waliduje tezę, że możliwe jest opracowanie innowacyjnej technologii selektywnego odzysku molibdenu oraz niklu i kobaltu, ze zużytych katalizatorów petrochemicznych, poprzez zastosowanie odpowiednio dobranych i zintegrowanych procesów jednostkowych. W szczególności w trakcie badań opracowała ciąg technologiczny, łączący etap prażenia utleniającego z ługowaniem alkalicznym oraz wytrącaniem, uzyskując odzysk molibdenu na poziomie powyżej 85%. Istotnym etapem procesu jest prażenie utleniające w niskiej temperaturze, bez udziału dodatków mineralnych. W warunkach takich następuje konwersja siarczków molibdenu do formy tlenku molibdenu(VI) jednocześnie obserwuje się straty molibdenu w wyniku sublimacji. Z odzyskanych frakcji uzyskuje kwas molibdenowy(VI) o czystości powyżej 95%, który spełnia wymogi jakościowe dla zastosowań przemysłowych. Istotną nowością jest wykorzystanie wysalania w celu ograniczenia rozpuszczalności molibdenu. Odzysk niklu i kobaltu prowadzić można w procesach hydrometalurgicznego ługowania w kwasie siarkowym(VI) o niewielkim stężeniu.

Pracę oceniam bardzo wysoko. Imponuje zakres przeprowadzonych eksperymentów, które wymagały biegłości oraz precyzji w pracy laboratoryjnej. Jednocześnie zastosowanie metody planowania eksperymentu pozwoliło na minimalizację koniecznych do prowadzenia eksperymentów oraz jasny obraz uzyskiwanych interakcji pomiędzy badanymi parametrami (temperatura, czas reakcji, stosunek fazy ciekłej do stałej). Uzyskane obrazy, wykresy 3D pozwalają łatwo zorientować się jak należy optymalizować prowadzone procesy. To ważny, często niedoceniany element prac technologicznych. Praca uzyskuje niezwykle przejrzystą formę. Metoda odzyskiwania molibdenu opisana przez Doktorantkę nie została dotychczas opisana w literaturze naukowej, stanowi istotny wkład w rozwój wiedzy dotyczącej hydrometalurgicznego przetwarzania surowców wtórnych. Nosi więc znamiona innowacyjności naukowej. W Polsce często zapominamy, że innowacja to kategoria rynkowa. Innowacja wymaga, by rynek ją *kupił*. To właśnie wdrożenie przesądza o innowacyjności rozwiązania. Rezultaty badań mają istotny wymiar aplikacyjny. Opracowana technologia została wdrożona. Osiągnięto realne efekty ekonomiczne, realizując sprzedaż pilotażowej partii kwasu molibdenowego(VI) w skali tonowej. Praca broni się więc sama, stanowiąc poważne osiągnięcie technologiczne i rzeczywistą innowację, także w aspekcie rynkowym. W pełni podzielam zdanie Doktorantki, że jej wyniki wnoszą istotny wkład w rozwój wiedzy z zakresu zagospodarowania wyeksploatowanych katalizatorów petrochemicznych oraz odzysku tytułowych metali. Cytując za pracą, *Technologia wspiera realizację założeń gospodarki cyrkularnej oraz strategii odzysku tytułowych metali, zgodnie z politykami Unii Europejskiej i globalnymi trendami w zakresie zielonych technologii i efektywnego zarządzania zasobami. Proces zaś może być zastosowany jako modelowy przykład nowoczesnej technologii odpadowej, służącej odzyskowi surowców cennych, strategicznych i krytycznych z surowców wtórnych, co czyni go konkurencyjnym wobec tradycyjnych metod pozyskiwania tych składników ze źródeł pierwotnych.*

Praca napisana jest niezłym językiem. Można odnaleźć jedynie drobne usterki. Na przykład poniżej przedstawiam precyzyjną analizę zdania (str. 4): *Utylizacja tych odpadów jest konieczna, ponieważ zostały one sklasyfikowane jako niebezpieczne odpady przemysłowe:* (i)

zdanie powtarza dwukrotnie słowo odpady, (ii) forma „niebezpieczne odpady przemysłowe” brzmi jak bezpośredni przekład z angielskiego (*hazardous industrial waste*) po polsku lepszy jest termin: odpady niebezpieczne pochodzenia przemysłowego, (iv) z kolei zwrot „jest konieczna, ponieważ” jest poprawny, trudno jednak doszukać się znaczenia, o które chodzi autorowi; coś nie gra; jeżeli utylizacja jest konieczna to czemu odpady nie są utylizowane, (v) Znacznie lepiej odwrócić szyk postulując konieczność utylizacji. Przeredagowane zdanie brzmi teraz: *Konieczność utylizacji odpadów wynika z ich klasyfikacji jako odpadów niebezpiecznych pochodzenia przemysłowego*. Rozumiemy wreszcie, że potrzeba by utylizować te odpady to priorytet, czyli dokładnie to, co Autorka ma na myśli. Ciekaw jestem czy Doktorantka zgodzi się z moją interpretacją. Takich drobnych nieprecyzyjnych sformułowań jest w pracy więcej. Podsumowując jednak, są to drobne błędy, które należą do poprawek redakcyjnych. Prace doktorskie nie mają jednak redaktora, poza samym autorem.

W czasie lektury nasunęły mi się także pewne pytania.

1. Na ile badane odpady mają stały skład, zapewniając powtarzalne wyniki eksperymentu. Czy Doktorantka prowadziła badania ich składu w czasie. Czy zmienność takich odpadów może stanowić problem technologiczny.

1. Ciekaw jestem jak Doktorantka ocenia metodę eksperymentu planowanego. Czy już wcześniej stosowała taką metodę, czy była to w jej przypadku nowość. Jak wstępnie wyznaczano zakres badanych parametrów.

2. Ciekaw jestem, czy wdrożenie może być kontynuowane w sposób ciągły. Wdrożenie to najtrudniejszy etap każdej pracy technologicznej, który wymaga wielu działań pozanaukowych. Czy Doktorantka napotkała takie problemy *pozanaukowe* a jeżeli tak to jakie?

Liczę na atrakcyjną dyskusję w czasie obrony.

Autorka jest współautorką **4 publikacji** (str. 140) oraz **11 patentów**. Brała udział w realizacji wielu projektów badawczych. Analiza dorobku wyraźnie wskazuje, że priorytetem badawczym było realizowane wdrożenie. Fakt ten wyraźnie współgra z deklaracją, że pracę przygotowano w ramach programu Doktorat Wdrożeniowy, edycja nr 5, projekt nr DWD/5/0626/2021, w latach 2021 – 2025. Doktorantka brała udział w realizacji wielu projektów badawczych, w tym w szczególności M-ERA.NET 2/2020/5/2021, Narodowe Centrum Nauki; Produkcja materiałów proszkowych przeznaczonych do wytwarzania przyrostowego metali i stopów wysokotopliwych do zastosowań w przemyśle lotniczym i kosmicznym; członek zespołu badawczego; Okres realizacji: 01.06.2021 – 31.05.2024. Była też kierownikiem projektu POIR.01.01.01-00-1306/20 3/1.1.1/2020 Szybka Ścieżka, 2021 - 2023, Technologia odzysku molibdenu oraz metali towarzyszących ze zużytych katalizatorów molibdenowych; Kierownik B+R, a więc tematu bezpośrednio związanego z tematem swojej pracy doktorskiej.

Na koniec warto jeszcze raz podkreślić, że praca jest **wzorcowym przykładem wdrożenia innowacji**. Praca nie wyróżnia się dorobkiem naukowym. Innowacją nie jest jednak artykuł naukowy, a są skrzynki Inpostu. To rynek i ekonomia decyduje o innowacyjności. Z tego punktu widzenia warto pomyśleć o możliwości **wyróżnienia pracy**. **Ponieważ praca doktorska obok części merytorycznej jest także pewną procedurą formalną trudno mi jednoznacznie rozstrzygnąć, czy prace wdrożeniowe mogą być wyróżniane**. Z pewnością wątpliwości rozstrzygnięte zostaną w trakcie obrony doktorskiej.

Konkludując, wyniki uzyskane w rozprawie doktorskiej stanowią istotny wkład w rozwój chemii i technologii tytułowych metali, w tym szczególnie molibdenu. Po analizie przedstawionych treści rozprawy potwierdzam ścisły związek pomiędzy przedstawionym celem pracy, a wnioskami końcowymi. Stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Ewy Szydłowskiej – Braszak spełnia wszystkie warunki określone w artykule 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2020 r. poz. 85 z późniejszymi zmianami). Wnioskuje zatem o dopuszczenie mgr inż. Ewy Szydłowskiej – Braszak do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Dokument
podpisany przez
Jarosław Polański
Data: 2025.11.10
08:59:04 CET