

Katedra Górnictwa
Wydział Geoinżynierii, Górnictwa i Geologii
Politechnika Wrocławska
ul. Na Grobli 15, 50-421 Wrocław

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Pawła Friebe

pt. „Badania nad technologią odzysku metali ziem rzadkich ze zużytego sprzętu wyposażonego w magnesy NdFeB”

Podstawa prawna recenzji: Pismo Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Środowiska,
Górnictwo i Energetyka Politechniki Śląskiej,
Pana prof. dr hab. Andrzeja Labusa nr RIE-BD.512.48.2025 z dn. 31.10.2025 r.

1. Ocena ogólna pracy

Rozprawa doktorska dotyczy zagadnień związanych z opracowaniem i oceną kompleksowej technologii odzysku stopu magnezów neodymowych NdFeB ze zużytego sprzętu elektronicznego, w szczególności z dysków twardych HDD, z wykorzystaniem zintegrowanego, wieloetapowego ciągu operacji mechanicznych. Tematyka ta jest niezwykle aktualna, zarówno z punktu widzenia gospodarki o obiegu zamkniętym, jak i przemysłowych potrzeb związanych z odzyskiem metali ziem rzadkich, których znaczenie dla nowoczesnych technologii stale rośnie. Problem zagospodarowania odpadów w postaci magnezów neodymowych, trudnych w recyklingu oraz silnie oddziałujących magnetycznie, stanowi istotne wyzwanie technologiczne, a możliwości ich efektywnego odzysku mają duże znaczenie strategiczne dla wielu sektorów gospodarki.

Autor podjął temat łączący kilka obszarów nauki i techniki: inżynierię materiałową, przeróbkę mechaniczno-fizyczną, analizę właściwości materiałów oraz techniki separacji i rozdrabniania. Tak szerokie ujęcie zagadnienia należy ocenić jako ambitne i bardzo dobrze uzasadnione merytorycznie. Cenną wartością pracy jest jej silne osadzenie w praktyce technicznej oraz realnych problemach związanych z recyklingiem komponentów elektronicznych. Warto podkreślić, że projektowane i badane przez Autora rozwiązania, w tym oryginalny układ dezintegratora, metody separacji oraz strategia dwuetapowego mielenia, zostały opracowane z myślą o rzeczywistych potrzebach przemysłowych, co podnosi walor aplikacyjny rozprawy.

Istotnym atutem pracy jest kompleksowy charakter badań własnych. Autor przedstawił pełny ciąg technologiczny obejmujący demontaż, separację magnetyczną, grawitacyjną i optyczną, rozdrabnianie wstępne i docelowe, a także szczegółowe analizy materiałoznawcze z wykorzystaniem XRD, XRF, SEM-EDS oraz ICP-AES. Zademonstrowano możliwość uzyskania droбноziarnistego stopu NdFeB o wysokiej czystości oraz stabilnym składzie fazowym, co potwierdza zasadność i skuteczność opracowanego rozwiązania. Przedstawione wyniki świadczą o dużej samodzielności Doktoranta, znajomości zaawansowanych technik badawczych oraz umiejętności integrowania ich w spójną, przemyślaną procedurę technologiczną.

Jednocześnie należy zauważyć, że w recenzowanej rozprawie doktorskiej występują również pewne niedoskonałości o charakterze naukowym. W szczególności brakuje pełnej analizy niepewności pomiarowych oraz statystycznej walidacji kluczowych wyników, co jest istotne przy ocenie jakości proszków i skuteczności procesów separacji. Autor nie przedstawia jednoznacznego zestawienia parametrów technicznych i wydajnościowych, co utrudnia pełną ocenę przewagi proponowanego rozwiązania na tle osiągnięć przedstawionych w cytowanej literaturze. Ponadto interpretacja niektórych wybranych wskaźników granulometrycznych, takich jak współczynnik jednorodności, wymaga doprecyzowania i ściślejszego odniesienia do przedstawionych danych tabelarycznych.

Pomimo tych uwag należy podkreślić, że praca wyróżnia się wysokim stopniem zaawansowania technologicznego, dużym wkładem własnym Autora oraz istotnym potencjałem wdrożeniowym. Opracowana przez Doktoranta technologia recyklingu stopu NdFeB ma charakter innowacyjny i może znaleźć zastosowanie w procesach odzysku metali ziem rzadkich w skali przemysłowej. Rozprawa wnosi wartościowy wkład do rozwoju metod odzysku surowców krytycznych, a przedstawione w niej wyniki stanowią solidną podstawę do dalszych badań i rozwoju technologii „magnet-do-magnet”.

Ocena ogólna pracy jest pozytywna. Zakres, złożoność oraz rozbudowana część eksperymentalna rozprawy spełniają wymagania stawiane pracom doktorskim, a przedstawione rozwiązania dowodzą wysokich kompetencji badawczych i inżynierskich Autora.

2. Omówienie struktury i zakresu rozprawy

Przedstawiona rozprawa doktorska posiada klasyczną, przejrzystą strukturę odpowiadającą standardom prac naukowych w dyscyplinie naukowej Inżynieria środowiska, Górnictwo i Energetyka. Składa się z dziewięciu zasadniczych rozdziałów poprzedzonych wstępem oraz uzupełnionych streszczeniami w dwóch językach, spisem treści i wykazem literatury. Układ pracy jest logiczny, a kolejne rozdziały stopniowo wprowadzają czytelnika w problematykę, przechodząc od analiz ogólnych do badań szczegółowych oraz implementacji praktycznej.

W rozdziale 1 Autor wprowadza w tematykę recyklingu stopów NdFeB i odzysku metali ziem rzadkich ze zużytych elementów elektronicznych, przedstawiając znaczenie tych materiałów dla współczesnych technologii oraz wskazując na problemy związane z ich pozyskiwaniem i gospodarką odpadami. Uzasadniono potrzebę opracowania efektywnej technologii magnet-to-magnet oraz określono główne przesłanki podjęcia badań.

W rozdziale 2 i 3 Autor formułuje cel pracy, zakres prowadzonych badań oraz główne założenia metodologiczne dotyczące opracowania zintegrowanej technologii odzysku stopu NdFeB. Autor przedstawia również hipotezy badawcze. Rozdziały te porządkują obszar badawczy oraz określają relację między poszczególnymi częściami pracy.

W rozdziale 4 Autor przeprowadził analizę literatury w bezpośrednim odniesieniu do zakresu realizowanych badań. Najpierw scharakteryzowano budowę dysków twardych HDD oraz zawarte w nich metale, ze szczególnym uwzględnieniem magnesów NdFeB i ich znaczenia materiałowego. Następnie przedstawiono przegląd technologii recyklingu HDD, obejmujący zarówno podejścia mechaniczne, jak i procesy hydrometalurgiczne oraz metody magnet-to-magnet opisywane w literaturze. W dalszej części Autor omówił procesy inżynierii mineralnej wykorzystywane w rozprawie do recyklingu: rozdrabnianie, separację magnetyczną, mielenie, klasyfikację granulometryczną, separację grawitacyjną, optyczną oraz elektrostatyczną. Rozdział ten stanowi solidne tło teoretyczne dla części doświadczalnej, pokazując, że zastosowany w pracy ciąg operacji unitarnych jest dobrze zakorzeniony w aktualnym stanie wiedzy.

W rozdziale 5 Autor przedstawił materiały oraz metody badawcze wykorzystane w pracy, opisując w sposób spójny i szczegółowy cały ciąg technologiczny recyklingu dysków twardych HDD. Zaprezentowano zarówno procesy manualne, jak i pełny wariant mechaniczny, obejmujący kolejne etapy rozdrabniania, separacji, klasyfikacji i mielenia, charakterystyczne dla inżynierii mineralnej. Rozdział zawiera również opis metod analitycznych i pomiarowych zastosowanych do oceny jakości uzyskanego proszku NdFeB, w tym technik identyfikacji fazowej, analiz chemicznych oraz pomiarów operacyjnych i środowiskowych. Całość stanowi dobrze uporządkowaną i kompletną prezentację procedur badawczych, jednoznacznie ukazując szeroki zakres i złożoność prac eksperymentalnych wykonanych przez Autora.

W rozdziale 6 Autor przedstawił wyniki badań własnych oraz ich dyskusję, obejmując zarówno analizę recyklingu manualnego, jak i szczegółową ocenę wieloetapowego procesu recyklingu mechanicznego. Zaprezentowano efektywność kolejnych operacji jednostkowych - od rozdrabniania i separacji, przez demagnetyzację, aż po docelowe mielenie i uzyskanie koncentratu przeznaczonego do produkcji nowych magnesów neodymowych. W rozdziale omówiono także skuteczność różnych metod separacji, ocenę granulometrii materiału oraz zmiany jakości uzyskiwanych frakcji. Autor zestawiał wyniki pod kątem uzysku, czystości materiału oraz potencjalnej możliwości odtworzenia stopu NdFeB. Uzupełnieniem części technologicznej jest analiza kosztowa i środowiskowa obu wariantów recyklingu, pozwalająca na kompleksową ocenę opracowanej technologii. Rozdział stanowi najbardziej rozbudowaną część pracy i dostarcza kluczowych danych potwierdzających skuteczność proponowanego podejścia.

W rozdziale 7 Autor przedstawił syntetyczne podsumowanie przeprowadzonych badań, porządkując ich najważniejsze rezultaty oraz wskazując, które elementy opracowanej technologii okazały się kluczowe dla uzyskania wysokiej czystości stopu NdFeB. Podsumowanie wyraźnie łączy część teoretyczną z wynikami eksperymentalnymi, pokazując, w jaki sposób poszczególne operacje jednostkowe wpływały na końcowy efekt procesu.

W rozdziale 8 sformułowano wnioski wynikające z rozprawy, obejmujące zarówno aspekty technologiczne, jak i aplikacyjne. Autor podkreślił skuteczność opracowanego ciągu recyklingowego, możliwości jego praktycznego wdrożenia oraz obszary wymagające dalszych badań. Wnioski są czytelne, spójne z przedstawionymi wynikami i adekwatne do celów pracy.

W rozdziale 9 zamieszczono kompletny wykaz literatury, obejmujący zarówno pozycje dotyczące procesów inżynierii mineralnej, jak i źródła z zakresu materiałoznawstwa, recyklingu komponentów elektronicznych oraz technologii odzysku metali ziem rzadkich. Zestawienie to świadczy o dobrym rozeznaniu autora w aktualnym stanie wiedzy i zapewnia solidne podstawy teoretyczne pracy.

Całość rozprawy cechuje przejrzysty układ, konsekwentne wprowadzanie nowych elementów oraz logiczne powiązanie części teoretycznej z badaniami eksperymentalnymi i analizą praktyczną. Praca jest obszerna, bogato ilustrowana i napisana w sposób technicznie dojrzały, co ułatwia śledzenie złożonych zależności procesowych i konstrukcyjnych.

3. Uwagi do pracy

- a) Najwięcej wątpliwości budzi brak analizy niepewności pomiarów w przypadku określania składu pierwiastkowego badanych stopów. Przykładowo, w Tab. 6.22. „Wyniki badania stopu NdFeB za pomocą metody zgodnej z PN-EN ISO 26845:2009 oraz ICP-AES i XRF” Autor umieścił jedynie wartości punktowe dla metody ICP-AES (ppm) oraz wartości punktowe dla XRF (%). Warto byłoby dodać informacje o błędzie pomiaru, niepewnościach, powtarzalności, liczbie

wykonanych pomiarów, granicy detekcji oraz ewentualnych błędach wprowadzonych przez próbkę (tzw. *matrix effect*). ICP–AES zawsze podaje niepewność lub RSD (*Relative Standard Deviation*), natomiast XRF cechuje się wysoką zmiennością zależną od matrycy. Przykładowo, w pracy podano wartość XRF dla Nd = 26%, ale nie wiadomo, czy oznacza to $26,0\% \pm 0,2\%$, czy raczej $26\% \pm 3\%$.

- b) Z pracy wynika, że testy wykonano na jednej grupie HDD. Tymczasem dyski twarde różnią się między sobą typem zastosowanego magnezu, zawartością domieszek (Dy, Co), masą zespołu VC oraz konstrukcją. W konsekwencji przedstawiona technologia nie została jednoznacznie wykazana jako uniwersalna, mimo że taka teza pojawia się w rozprawie.
- c) W podsumowaniu Autor pisze: *„Tradycyjne technologie odzysku NdFeB ze zużytego sprzętu elektronicznego łączą procesy rozdrabniania z pełnym przerobem hydrometalurgicznym. Przykładowo w patencie US20210032725 po etapie kruszenia i wstępnej separacji magnetycznej prowadzi się trawienie kwasowe w celu rozpuszczenia pierwiastków ziem rzadkich, następnie ich chemiczne strącanie, spiekanie osadu oraz rafinację powstałego stopu. Rozwiązanie to, choć skuteczne, jest pracochłonne, generuje ścieki i wymaga stosowania toksycznych reagentów.”* Jest to jednak opis jakościowy - brakuje danych liczbowych, takich jak koszty, wydajności, selektywność czy czystość REE, a także porównania z wynikami uzyskanymi przez Autora.
- d) Część dotycząca modelowania procesu rozdrabniania została potraktowana bardzo pobieżnie. Autor prezentuje jedynie podstawowe parametry, ale nie przedstawia pełnych modeli kinetycznych, które byłyby oczekiwane w pracy o takim zakresie.
- e) Żadne z urządzeń stosowanych w badaniach nie zostało opisane pod kątem błędu pomiarowego ani procedury kalibracji.
- f) W przypadku badań separacji magnetycznej brakuje krzywych magnetycznych sił separacji, takich jak natężenie pola magnetycznego, gradient pola czy charakterystyki siły separującej.
- g) Pomiar zapylenia przedstawiono jedynie jako zakres wartości, bez podania liczby wykonanych pomiarów i informacji o powtarzalności.
- h) Autor nie przedstawił bilansu masowego całego ciągu technologicznego. W mojej opinii brakuje jednej zbiorczej tabeli, w której znalazłyby się: masa wejściowa, masa poszczególnych frakcji oraz masa produktów finalnych.
- i) Autor stosuje własną, poprawną definicję współczynnika jednorodności U , różną od powszechnie stosowanej w literaturze ($U = d_{90}/d_{10}$). Z tego powodu interpretacja wartości U wymaga większej precyzji. Z danych w Tab. 6.21 wynika, że jednorodność materiału zwiększa się jedynie do 1h mielenia. Natomiast w przedziale 5–10 h wskaźnik U ponownie rośnie, co oznacza poszerzenie rozkładu i spadek jednorodności.
- j) Wydajność procesu porównano bez uwzględnienia strat materiałowych. Nie wiadomo, ile materiału stracono w formie odpadów ani czy rozdrabnianie nie powodowało utraty części frakcji. W takiej analizie bilans strat byłby uzasadniony i istotny dla oceny technologii.

4. Wniosek końcowy.

W przedstawionej do recenzji rozprawie Doktorant wykazał się umiejętnością formułowania problemów badawczych, doboru odpowiednich metod eksperymentalnych oraz prowadzenia kompleksowych analiz materiałowych i procesowych związanych z recyklingiem magnesów neodymowych NdFeB ze zużytego sprzętu elektronicznego. Praca świadczy o dojrzałości naukowej Autora, jego zdolności do integrowania wiedzy z zakresu inżynierii materiałowej, przeróbki mechanicznej, technologii separacji oraz analityki chemicznej,

a także o umiejętności krytycznej oceny wyników i formułowania wniosków na podstawie szeroko zakrojonych badań eksperymentalnych.

Rozprawa wnosi wartościowy wkład w rozwój technologii odzysku metali ziem rzadkich poprzez zaproponowanie i przebadanie zintegrowanego ciągu operacji mechanicznych prowadzących do uzyskania wysokiej jakości proszku NdFeB. Autor opracował i zweryfikował innowacyjny układ recyklingowy, obejmujący dezintegrację, separacje fizyczne oraz dwuetapowe mielenie, a następnie przeprowadził szczegółową ocenę materiałoznawczą otrzymanych produktów. Praca posiada wyraźny komponent aplikacyjny i może stanowić punkt wyjścia do dalszego rozwoju technologii „magnet-do-magnet” w skali przemysłowej.

Zakres badań, ich złożoność oraz poziom techniczny rozprawy odpowiadają wymaganiom stawianym pracom doktorskim w dyscyplinie Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka. Tematyka pracy jest zgodna z profilem badawczym Doktoranta, a przedstawione wyniki i wnioski spełniają kryteria określone w art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r - *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (tj. Dz. U. z 2024r., poz. 1571 z późn. zm.)

Na tej podstawie wnoszę do Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Śląskiej w Gliwicach wniosek o dopuszczenie Doktoranta do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.

Podpisał Robert Król