



Poznań 5.10.2023

Dr hab. Włodzimierz Urbaniak prof. UAM  
Zakład Chemii Analitycznej  
Wydział Chemii  
Uniwersytet im. Adama Mickiewicza  
w Poznaniu

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr Dariusza Lewandowskiego pt „Określenie stopnia odzysku miedziowców z odpadu płyt obwodów drukowanych metodą mechaniczną i termiczną” wykonanej w Katedrze Technologii i Urządzeń Zagospodarowania Odpadów, Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki Politechniki Śląskiej w Gliwicach**

Podstawą formalną przygotowania niniejszej recenzji jest Uchwała Rady Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Śląskiej z dnia 13.07.2023 roku.

Recenzowana rozprawa, napisana pod kierunkiem promotora prof. dr hab. inż. Jolanty Biegańskiej oraz promotora pomocniczego dr inż. Waldemara Ścierańskiego, podejmuje problem racjonalnego zagospodarowania zużytego sprzętu elektrycznego i elektronicznego (ZSEE), ze szczególnym uwzględnieniem odpadowych płyt obwodów drukowanych, dla których autor stosuje, dość powszechne w literaturze przedmiotu określenie z języka angielskiego - Waste Printed Circuit Boards (WPCB).


Problem zagospodarowania tzw. e-odpadów ma charakter globalny. Na świecie już obecnie powstaje ich ponad 60 mln ton rocznie, ze stałą tendencją wzrostową. Jednocześnie skala ich zagospodarowania jest daleko niezadowalająca. Poza problemami środowiskowymi, istotnym aspektem jest niezwykle wysoka wartość surowców metalicznych zawartych w e-odpadach, a WPCB stanowiące 3-6 % całości zużytego sprzętu elektrycznego i elektronicznego, stanowią jedną z najcenniejszych frakcji w strumieniu odpadów ZSEE, głównie ze względu na relatywnie wysokie zawartości miedziowców (Cu, Ag, Au).

Jednocześnie są także jedną z frakcji najtrudniejszych do przetwarzania, ze względu na wielokomponentowy skład (tworzywa polimerowe, ceramika, metale) oraz duże rozproszenie najcenniejszych składników, co znacząco utrudnia ich odzysk. Nic dziwnego więc, że wiele zespołów badawczych na całym świecie intensywnie pracuje nad optymalnymi sposobami zagospodarowania WPCB. W tym kontekście podjęty przez doktoranta problem jest niezwykle potrzebny, aktualny, i pozycjonuje się w głównym nurcie badań związanych z wprowadzeniem modelu gospodarki przyszłości, w którym zasoby krążą w zamkniętym obiegu przy zminimalizowanym powstawaniu odpadów, czyli gospodarki o obiegu zamkniętym – GOZ.

Powszechnie stosowane metody postępowania z WPCB obejmują mechaniczną separację, procesy pirometalurgiczne i hydrometalurgiczne, stosowane samodzielnie lub łącznie, w różnych kombinacjach. W przypadku ocenianej rozprawy doktorskiej, doktorant zajął się stosunkowo wąskim, ale niezwykle ważnym w procesie recyklingu WPCB, problemem zbadania i porównania skuteczności dwóch wybranych metod odzysku miedziowców, tzn. mechanicznej i termicznej, ze szczególnym naciskiem na prawidłowe przygotowanie próbek do badań. W tym kontekście tytuł pracy w pełni odpowiada jej treści.

#### Ocena formalna

Praca została przygotowana w formie zwięzłego maszynopisu – łącznie 149 numerowanych stron, w klasycznym układzie zawierającym część literaturową, cel i zakres pracy, część doświadczalną, omówienie wyników, bibliografię oraz pozostałe elementy wymagane w tego typu opracowaniu (streszczenie w języku polskim i angielskim, spisy tabel, rysunków, wykaz stosowanych skrótów itp.). Praca napisana jest prawidłowo pod względem językowym i stylistycznym, jakkolwiek wychwyciłem błędy interpunkcyjne, co czasami zmusza do szukania właściwego sensu czytanego zdania, czy niezręczne sformułowania, np. „wzrost rozwoju” (str. 5) zamiast „wzrost” lub „rozwój”, czy na str. 58 sformułowanie „jest nie reprezentatywne” zamiast po prostu „nie jest reprezentatywne”. Jednak błędów takich jest niewiele i zasadniczo nie przeszkadzają one w śledzeniu wywodów autora. Także pod względem edytorskim praca jest opracowana z należytą starannością. Układ pracy jest przejrzysty, z dużą ilością zdjęć, rysunków oraz tabel i zestawień, które mimo dużej ilości informacji są na ogół dość czytelne, a ich zamieszczenie w pracy jest uzasadnione. Jedyne z obowiązku recenzenta muszę wspomnieć, że zdarzają się niepotrzebne dopiski, zapewne z końcowego etapu opracowywania pracy, w rodzaju „[Wpisz tutaj]” (str. 34, 105-111), „(kraj)” (str. 26), pozostawianie prawie pustych stron, z tylko jednym niewielkim rysunkiem (np.






str.27), czy zdania sprawiające wrażenie urwania się w połowie (str. 118). Są to jednakże drobiazgi, które nie umniejszają ogólnie pozytywnej oceny formalnej pracy.

Ocena merytoryczna.

Cześć literaturowa, stanowiąca ok. 1/3 pracy, składa się z trzech rozdziałów, w których kolejno zostały omówione rodzaje płyt obwodów drukowanych, miedziowce oraz wybrane metody przetwarzania odpadowych płyt obwodów drukowanych. Kontekst rozważań dotyczących znaczenia odzysku surowców zawartych w zużytym sprzęcie ZSEE, a w szczególności WPCB, został zakreślony dość szeroko, od ekologicznych, poprzez energetyczne, technologiczne, do ekonomicznych, przy czym w większości tematów autor wykazał się dobrą i bardzo dobrą wiedzą oraz umiejętnością syntetycznego przedstawienia problemu. Omawiając miedziowce, poza ogólną ich charakterystyką, bardzo szeroko i kompetentnie opisał wartość rynkową tych materiałów, podkreślając aspekt ekonomiczny recyklingu WPCB. W części dotyczącej procesów przetwarzania, obok ich ogólnej charakterystyki, syntetycznie zestawiał oraz porównał wady i zalety poszczególnych metod w oparciu o dostępny stan wiedzy. Należy także podkreślić, że w części tej doktorant wskazał na znaczenie recyklingu WPCB nie tylko w aspekcie środowiskowym, czy jako źródła surowców metalicznych, ale także w zakresie możliwości wykorzystania energetycznego, czym w mojej ocenie w pełni wpisuje się w dyscyplinę naukową Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka.

W części „Cel i zakres pracy”, doktorant jako główny cel rozprawy doktorskiej wskazał porównanie skuteczności odzysku miedziowców, metodą mechaniczną i termiczną, z różnych typów WPCB. Ponadto wskazał dwa cele dodatkowe – określenie istotnych właściwości WPCB, warunkujących skuteczny odzysk oraz prawidłowe przygotowanie próbek do badań. Doktorant w swojej rozprawie szczegółowo opisuje kolejne etapy prowadzące do osiągnięcia tych celów. Pod tym względem jest pełna zgodność opisanych celów i treści pracy. Został jednoznacznie sformułowany problem badawczy oraz sposób jego rozwiązania. Biorąc pod uwagę wyraźnie praktyczny aspekt pracy, takie sformułowanie celu i zakresu pracy można uznać za uzasadnione, jednakże w mojej ocenie brakuje jednoznacznego sformułowania hipotezy badawczej, mimo że w zasadzie wszystkie niezbędne elementy do jej sformułowania zostały w tej części pracy przedstawione. Dlatego też, w trakcie obrony pracy proszę o sformułowanie i przedstawienie przez doktoranta swojej wersji hipotezy/hipotez badawczych.



W części doświadczałnej zostały opisane stanowiska badawcze, tzn. stanowisko urządzeń przygotowania próbek ogólnych, stanowisko badań termicznych oraz stanowisko badań mechanicznych, które zostały przygotowane specjalnie do realizacji pracy doktorskiej. Należy przy tym podkreślić, że w celu przeprowadzenia badań związanych z rozkładem termicznym materiałów niemetalicznych z odpadowych płyt obwodów drukowanych, doktorant zrealizował autorski projekt budowy pieca do pirolizy odpadów wielomateriałowych (DL1) oraz stanowisko do pomiaru ubytku masy w czasie, w atmosferze powietrza (DL2). W mojej ocenie, bardzo rzeczowe i wnikliwe opisy tych stanowisk świadczą o głębokim zaangażowaniu doktoranta w ich budowę oraz potwierdzają umiejętność zaplanowania, wykonania i efektywnego wykorzystania wyników prac eksperymentalnych.

W kolejnym rozdziale doktorant charakteryzuje materiał badawczy, uzasadniając, w mojej ocenie bardzo rzeczowo i kompetentnie, powody podziału materiału badawczego na dwie grupy próbek oraz zasady doboru metod badawczych. W przypadku analiz chemicznych doktorant stosuje wiele metod, tzn. WD XRF, AAS, ICP-MS oraz wolumetryczną (miareczkową). Tak szeroki zestaw metod badawczych jest jak najbardziej uzasadniony, co zresztą potwierdziły uzyskane wyniki. Jednakże w odniesieniu do tego fragmentu pracy nasuwa się kilka pytań i wątpliwości, o wyjaśnienie których prosiłbym w trakcie obrony. Doktorant określa metodę WD-XRF jako metodę półilościową, mimo że metoda ta jest uznawana często za metodę podstawową dla wielu oznaczeń środowiskowych. Jakkolwiek zasadniczo zgadzam się z ostrożnym podejściem do wyników uzyskiwanych metodą WD-XRF, to wydaje się jednak, że szersze uzasadnienie takiego podejścia byłoby celowe, szczególnie w kontekście realnych możliwości wykorzystania wyników badań w praktyce. Kolejna wątpliwość dotyczy roztwarzania próbek w wodzie królewskiej (HCl/HNO<sub>3</sub>). W przypadku próbek zawierających srebro, zazwyczaj stosuje się dwustopniowe rozpuszczanie. Najpierw w kwasie azotowym(V) rozpuszcza się srebro, a następnie w wodzie królewskiej pozostałe metale, aby wyeliminować błąd pomiaru wynikający z wytrącania się nierozpuszczalnego chlorku srebra. Czy w tym przypadku były obserwowane efekty z tym związane? Czy było to obserwowane w przypadku analizy materiałów certyfikowanych? Mam także uwagi dotyczące prezentacji wyników badań. Np. w tabelach 9.7 i 9.19 brak jednostek przy zawartościach pierwiastków. Zapewne chodzi o [%], ale to powinno być w opisie tabeli. W tabelach zestawiających wyniki analiz, brak określenia błędu pomiarowego. Trzeba wprawdzie przyznać, że doktorant zamieszcza wyniki cząstkowe, służące do ustalania wyników uśrednionych, jednakże uważam, że obliczenie i wskazanie błędów pomiarowych, np.



odchylenia standardowego przy konkretnych wynikach, np. tak jak to zostało przedstawione w tabeli 8.7 dla składu chemicznego certyfikowanego materiału odniesienia, mogłoby znacznie ułatwić interpretację rozbieżności w wynikach. Dotyczy to także wyników badania gęstości nasypowej (tab. 9.15 , 9.16) gdzie wyniki cząstkowe, zawierając trzy miejsca po przecinku, prowadzą do wyniku uśrednionego z czterema miejscami po przecinku. Statystyczna analiza błędów zapewne wykazała by, że w przypadku średniej, już drugie miejsce po przecinku jest obciążone dużym błędem. Pomiar cząstkowy z dokładnością +/- 1g nie może prowadzić do wyniku z dokładnością 0,1 g. Przy opisie wyników podanie błędów powinno być standardem. Proszę o ustosunkowanie się do tego problemu w trakcie obrony.

W kolejnym, 9. Rozdziale doktorant bardzo skrupulatnie opisał przygotowanie próbki średniej. W mojej ocenie świadczy to dojrzałości badawczej i umiejętności wychwycenia istotnych etapów badań. Przygotowanie uśrednionej próbki do analiz, jest jednym z kluczowych etapów analitycznych i najczęściej błędne wyniki tutaj mają swoje źródło. Doktorant wykazał, że rozumie ten problem, obszernie opisując sposób postępowania minimalizujący możliwość powstawania błędów na tym etapie. Chciałbym jednak zwrócić uwagę na pewne aspekty z tym związane. Doktorant, pomimo należytej staranności w przygotowaniu średniej próby, rozbieżności w uzyskanych wynikach analiz tłumaczy niehomogenicznością próbki. Trudno z tym polemizować, bo to świadczy o dużej dozie sceptycyzmu i ostrożności w ocenie wyników. Jednakże jest także aspekt błędu metody pomiarowej i jej walidacji oraz brak statystycznej obróbki wyników. Uważam, że w kolejnych badaniach, doktorant powinien na ten aspekt zwrócić większą uwagę. Jednakże konkluzja, że przy takim materiale, jedynie duże próbki mogą dać reprezentatywny wynik, jest jak najbardziej słuszna. Doktorant uwzględnił to przy realizacji badań, co m. in. wymagało zaprojektowania odpowiednich stanowisk badawczych.

Wracając jeszcze do kwestii formalnych uważam, że rozdział 9. powinien jednak być przed rozdziałem 8., w którym, jak wynika z opisu (str. 64), są badane próbki już uśrednione. Chyba, że były jakieś inne powody takiej kolejności rozdziałów. Proszę o wyjaśnienie tej kwestii.

Nie ulega wątpliwości, że prawidłowe pobranie i przygotowanie próbki oraz odpowiednia analityka jest zagadnieniem kluczowym dla opracowania skutecznych metod odzysku metali z odpadów płyt obwodów drukowanych, ale także dla prawidłowych rozliczeń między uczestnikami rynku recyklingu WPCB. Treść rozprawy w pełni potwierdza, że

doktorant ma tego świadomość, potrafi zaplanować i wykonać odpowiednie eksperymenty oraz przedstawić i zinterpretować wyniki badań.

Poza rozdziałami dotyczącymi przygotowania próbek i ich analizy chemicznej, rozbudowany jest rozdział o procesach termicznego rozkładu, co w mojej ocenie dobrze wpisuje się w zakres dyscypliny obejmujący też energetykę. Jednym z produktów pirolizy jest ciekła frakcja smołowo-olejowa, która może być wykorzystywana jako niezależnie paliwo. Jednakże, jak wynika z treści rozprawy, głównym celem termicznego rozkładu WPCB jest otrzymanie pozostałości po pirolizie (karbonizatu), który jest znacznie lepszym materiałem do odzysku metali, niż opisane w kolejnym rozdziale metody mechanicznego odzysku miedziowców na stole wodnym. Należy przyznać, że skrupulatność opisu badanych procesów oraz zestawień wyników jest godna uwagi. Dla mnie ciekawym i niespotykanym sposobem porównania poszczególnych prób, jest podawanie w wielu tabelach z wynikami badań analitycznych, także wartości surowców, i co jest nawet wskazane w tytułach tabel jako podstawowy parametr. Czy poza podstawą do rzetelnych rozliczeń między kontrahentami jest jeszcze inny powód takiej prezentacji wyników?

W rozdziale „Podsumowanie i wnioski” podstawowym elementem jest tabelaryczne zestawienie wad i zalet opisanych w rozprawie doktorskiej procesów termicznego i mechanicznego przetwarzania WPCB, z którego wynika, że procesy pirolizy należą do metod najbardziej perspektywicznych. Zamieszczone w pracy podsumowanie oraz wnioski są w mojej ocenie prawidłowe i w pełni zgodne z treścią rozprawy. Jednakże biorąc pod uwagę ilość informacji zawartych w pracy, są dość lakoniczne i można byłoby je nieco rozbudować. W zasadzie nie jest to uwaga krytyczna, a raczej uznanie dla wkładu pracy i uzyskanych wyników, które umożliwiają i zasługują na znacznie szersze omówienie. Ale można także przyjąć przedstawioną rozprawę za bardzo dobry materiał źródłowy do kolejnych badań, które, mam taką nadzieję, będzie realizował mgr Dariusz Lewandowski.

Końcowa część rozprawy zawiera bibliografię oraz spisy rysunków i tabel. Zestawione w bibliografii piśmiennictwo obejmuje 132 pozycje związane z tematyką pracy. Przy wielu trudnodostępnych źródłach podane są niezbędne informacje umożliwiające dotarcie do nich, a przy źródłach internetowych jest podany termin dostępu. Należy jednak wytknąć drobne „potknięcia”, jak np. dość często pojawiający się dopisek [Google Scholar] czy [CrossRef], zapewne z wczesnej fazy przygotowania spisu literatury, czy drobne niekonsekwencje w sposobie cytowania patentów. Jednakże całościowy dobór literatury, a w szczególności jej wykorzystanie, w mojej ocenie wykazuje dobre przygotowanie teoretyczne doktoranta do



podjęcia badań i napisania samej rozprawy. Spis literatury zawiera odsyłacze do licznych sprawozdań z badań czy rozdziałów w monografiach ze współautorstwem doktoranta, co świadczy o głębokim zaangażowaniu w tematykę związaną z rozprawą doktorską. Szkoda tylko, że w pracy nie został zamieszczony odrębny, pełny spis dorobku doktoranta związany z tematyką rozprawy i innymi tematami. Mam nadzieję, że zostanie to przedstawione w trakcie obrony pracy.

Reasumując, pomimo pewnych uwag krytycznych, mających oczywiście charakter dyskusyjny, stwierdzam, że mgr Dariusz Lewandowski przedstawioną do recenzji rozprawą doktorską jednoznacznie wykazał, że posiada dobrze ugruntowaną ogólną wiedzę teoretyczną, a także praktyczną, właściwą dla osoby ubiegającej się o nadanie stopnia doktora w dyscyplinie naukowej Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka.

Warsztat metodyczny zaproponowany przez doktoranta jest odpowiedni do realizacji określonych celów i odpowiada współczesnym standardom w tej dziedzinie. Właściwe zaplanowanie i realizacja badań oraz ich skrupulatne opisy, umożliwiające wszechstronną interpretację, potwierdzają umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

W mojej ocenie przedstawiona praca może być także przykładem wykorzystania oryginalnych rozwiązań i wyników badań w sferze gospodarczej, o czym świadczy uzyskanie ochrony patentowej na wynalazek, ściśle związany z tematyką pracy, dotyczący sposobu przerobu odpadów ZSEE poprzez pirolizę niskotemperaturową (patent polski PL230826), którego doktorant jest współautorem. Podkreśla to także aspekt wdrożeniowy i innowacyjny badań zrealizowanych przez doktoranta.

Tym samym rozprawa spełnia wymogi określone w art. 13 ust. 1. ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. z 2003 poz. 595 z późniejszymi zmianami), w związku z czym wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Śląskiej w Gliwicach o przyjęcie rozprawy doktorskiej mgra Dariusza Lewandowskiego i dopuszczenie do dalszych etapów przewodu doktorskiego przewidzianego w procedurze uzyskania stopnia naukowego doktora.

