



Płock, 27 listopada 2022

Prof. dr hab. inż. Małgorzata Kacprzak
Politechnika Warszawska,
Wydział Budownictwa, Mechaniki i Petrochemii,
09-400 Płock, Łukasiewicza 17

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Sławomira Kaczmarka

zatytułowanej

**“CHEMICZNA PRZERÓBKA OSADÓW ŚCIEKOWYCH W CELU ICH
ROLNICZEGO WYKORZYSTANIA”**

Przygotowana na podstawie pisma z dnia 02 listopada 2022

Prof.dr.hab. Roberta Pietrzaka, Prodziekana Wydziału Chemii

Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu

Promotor: dr hab. Przemysław Andrzejewski, prof. UAM

1. Problem badawczy

Osady ściekowe przez wiele lat uważane były za uciążliwy odpad powstający w wyniku procesów oczyszczania ścieków, a ich zagospodarowanie w różnych krajach ma odmienne preferencje. W takich europejskich krajach jak Holandia czy Szwajcaria jest kojarzone przede wszystkim z tzw. ostatecznym unieszkodliwieniem czyli spalaniem. W innych jak Anglia, Włochy, Hiszpania czy Cypr jako tzw. „*biosolids*”, czyli osady spełniające odpowiednie normy jakościowe stosowane są do nawożenia gleb, również w kontekście upraw rolniczych. Charakterystyka jakościowa osadów ściekowych wskazuje jednak na obecność zarówno cennych makro- i mikronutrientów (materia organiczna, azot, fosfor, siarka, cynk, miedź) jak i zanieczyszczeń (metale ciężkie, WWA, PCB, mikroorganizmy patogenne, wiele tzw. „nowych” związków toksycznych dla środowiska). Jednak coraz większe zapotrzebowanie na alternatywne dla nawozów sztucznych - nawozy organiczne sprawiło, że także powstające na bazie odpadów produkty stają się poszukiwane i szeroko stosowane na powierzchni gruntów, także w praktyce rolniczej. Ponadto zmienia się forma stosowania osadów ściekowych, którą

wprowadza się do gleb – z ustabilizowanych i odwodnionych w formy bardziej przekształcone – w wyniku reakcji chemicznych czy termicznych. Osady stają się składnikami kompostów, substytutów glebowych, nawozów organiczno-mineralnych. Tracą przy tym status odpadu i stają się komercyjnymi produktami na wolnym rynku. Stąd tak ważne jest, aby nie stanowiły zagrożenia dla środowiska, a w konsekwencji dla zdrowia ludzi.

Mgr inż. Sławomir Kaczmarek przedstawił rozprawę doktorską dotyczącą określenia skuteczności kilku metod przetwarzania osadów ściekowych opartych na chemicznej higienizacji (z wykorzystaniem tlenku wapna, tlenku magnezu oraz kwasu siarkowego) w aspekcie ich rolniczego wykorzystania, z uwzględnieniem obecności wybranych zanieczyszczeń (metali ciężkich, niektórych WWA, diklofenaku, mikroplastiku).

Pomimo faktu, że skład jakościowy osadów ściekowych i jego zmiany zachodzące w wyniku procesów przeróbki osadów jest analizowany od wielu lat; to jednak wciąż brakuje badań odnoszących się do zmian zawartości tzw. „emerging contaminants”. Wynika to przede wszystkim z faktu zarówno braku standardów metodyki (samej procedury tego rodzaju oznaczeń w tak trudnej matrycy jaką są osady ściekowe) jak i wyboru spośród tak naprawdę setek różnych związków chemicznych będących czy to składnikami leków, czy elementami np. mikroplastików. Stąd moim zdaniem problem badawczy jest aktualny, ważny i kluczowy nie tylko z punktu widzenia gospodarki o obiegu zamkniętym, ale także jako element wyzwania zrównoważonego rozwoju. Nowość jak i poziom naukowy pracy jest bardzo dobry, biorąc pod uwagę wagę temat badań oraz wymagania i potencjał rynku. Poza tym rzadko zdarza się, żeby jednocześnie przy optymalizacji nowej technologii zajmować się analizą jakościową pod kątem niestandardowych zanieczyszczeń (badania podstawowe). A w tej pracy, pomimo że jest to doktorat wdrożeniowy, taki aspekt został uwzględniony.

2. Cel pracy

Uzasadnionym głównym celem pracy, wykonanej w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy”, było opracowanie i optymalizacja technologii wytwarzania granulatu na bazie komunalnych osadów ściekowych oraz określenie efektywności powyższej technologii w odniesieniu do usuwania/degradacji wybranych mikrozanieczyszczeń.

Sformułowano następujące problemy badawcze:

„1: *Wybranie zanieczyszczeń środowiskowych w komunalnych osadach ściekowych będących przedmiotem badań (metody analityczne)*

2: *Sprawdzenie skuteczności działania stosowanych metod higienizacji osadów ściekowych na zanieczyszczenia środowiskowe.*

3: *Sprawdzenie skuteczności działania nadtlenosiarczanu (VI) potasu (PDS) jako środka wspomagającego usuwanie zanieczyszczeń środowiskowych i metody jego aktywacji.*

4: *Określenie możliwości rolniczego wykorzystania produktu nawozowego powstałego po higienizacji komunalnego osadu ściekowego...”.*

Aby zweryfikować cel pracy i rozwiązać powyższe problemy badawcze autor, w zakresie pracy uwzględnił zarówno badania o charakterze podstawowym (analiza wybranych metali ciężkich

i WWA, diklofenaku oraz mikroplastiku) jak i szereg prac o charakterze rozwojowym służących opracowania i optymalizacji technologii wytwarzania z osadów ściekowych granulowanego produktu o właściwościach nawozowych.

3. Ocena układu pracy i zawartości merytorycznej

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska jest napisana w języku polskim i składa się z 162 stron uporządkowanych w następujący sposób: część teoretyczna obejmująca rozdziały - wstęp, stan wiedzy, cel pracy oraz właściwa część empiryczna gdzie znajduje się opis metodyki badawczej, wyniki analiz, podsumowanie, wnioski i bibliografia. Rozprawę uzupełnia wykaz dorobku naukowego, patentów oraz wykaz skrótów, symboli i odniesień. Ogólnie układ pracy doktorskiej i kolejność rozdziałów uważam za właściwy, choć w mojej ocenie zaburzony został stosunek części teoretycznej do części badawczej. Zwyczajowo przyjmuje się, że część teoretyczna nie powinna przekraczać 1/3 objętości całej pracy, w tym przypadku stanowi niemal połowę. Bibliografia to 196 pozycji – na którą składają się odnośniki w j. polskim jak i angielskim. Wszystkie mieszczą się w zakresie omawianego problemu badawczego. Przy czym są to publikacje naukowe, branżowe, akty prawne, podręczniki akademickie. Tutaj zwracam uwagę, że część cytowanych publikacji została wydana przed 2000 rokiem. O ile rozumiem umieszczenie publikacji, które są znaczące dla rozwoju dyscypliny, to jednak cytowanie materiałów konferencyjnych sprzed ponad 20 lat jest dyskusyjne.

Rozdział 2 *Stan wiedzy* został podzielony na 4 podrozdziały, które też zostały jeszcze szczegółowiej podzielone na kolejne paragrafy/punkty, co wydaje się zbyt zawile. Wynika to oczywiście z faktu, że problematyka osadów ściekowych jest bardzo szeroka, a autor chciał przybliżyć czytelnikom, którzy nie są związani z tzw. „branżą wodno-kanalizacyjną” zagadnienia związane z powstawaniem osadów (czyli procesy oczyszczania ścieków) i ich przetwarzaniem (technologie stabilizacji tlenowej i beztlenowej). Opisano także większość metod zagospodarowania. Ponieważ przedmiotem pracy była ocena efektywności usuwania wybranych zanieczyszczeń, w podrozdziale 2.4 umieszczono charakterystykę jakościową substancji, które były analizowane, a więc - leki, WWA, mikroplastiki i metale ciężkie. Dodatkowo uwzględniono obowiązujące prawodawstwo. Połączenie podejścia typowo technologicznego (inżynierskiego) i analitycznego okazało się dla autora trudnym zadaniem. Stąd też w tym rozdziale znalazło się dość dużo informacji podstawowych i w moim odczuciu zbędnych np. treści zapisane w podrozdziale dotyczącym samego procesu oczyszczania ścieków (szczegółowe definicje, przesłanki procesu oczyszczania).

Rozdział 4 to opis stosowanej metodyki badawczej. Scharakteryzowano aparaturę użytą do badań, opisano także stosowane metodyki analityczne. Część eksperymentalna świadczy o dobrej znajomości metod analitycznych stosowanych przez Doktoranta. Na uwagę zasługuje podrozdział w którym uwzględniono problem przeskalowania procesu z ilości osadów i reagentów chemicznych stosowanych w skali laboratoryjnej do ilości niezbędnych do pracy reaktorów w instalacji pilotażowej. Przeskalowanie procesu i uzyskanie odpowiedniej efektywności jest bowiem jednym z największych problemów technologicznych. Rozdział jednak jest dość chaotycznie zorganizowany i przez to dość trudny w zrozumieniu zawartych w nim treści. Przydałby się schemat pokazujący poszczególne etapy badań oraz schemat samej instalacji pilotażowej, tym bardziej że doktorant opisuje metodykę także w rozdziale kolejnym,

który powinien zawierać tylko same wyniki. Niewątpliwie ten rozdział wymaga uporządkowania.

W rozdziale 5 znajdują się zestawione i omówione wyniki otrzymane przez doktoranta w trakcie prowadzenia badań. Uzyskane rezultaty wskazują na skuteczną efektywność zastosowanych metod higienizacji do zmniejszenia zawartości normowanych metali ciężkich oraz rozkładu WWA (piren, antracen, benzoapiren, fenantren). Jeśli chodzi o diklofenak, który jest jednym z najpowszechniej stosowanych leków (o czym świadczą także wyniki uzyskane przez doktoranta) to jego degradacja była zależna od zastosowanej metody higienizacji. Natomiast dużą odpornością na reagenty użyte przez doktoranta wykazał się mikroplastik. Te rezultaty potwierdzają dużą negatywną rolę jaką odgrywa mikroplastik w środowisku.

Jednym z ważnych rozdziałów w pracy jest podrozdział 5.6 opisujący efekt ilości stosowanych reagentów na przebieg reakcji. Jest to tym bardziej istotne, że są to reakcje egzotermiczne, więc możliwość praktycznego wprowadzenia tej technologii musi być bezpieczna i podlegać całkowitej kontroli. Otrzymane rezultaty potwierdziły, że proponowana technologia może stanowić dobrą alternatywę dla innych metod higienizacji, a produkt ma satysfakcjonujące właściwości nawozowe i duży potencjał rynkowy.

Prace kończy rozdział podsumowujący oraz wnioski. W pracy niewątpliwie zabrakło wnikliwszej dyskusji wyników. Tym bardziej, że w trakcie przygotowania rozdziału „Stan wiedzy” posłużono się 190 odnośnikami literaturowymi, a więc był bardzo szeroki materiał do dyskusji uzyskanych wyników. W rozdziale podsumowującym krótko opisano wyniki objęte zakresem prac i odniesiono się przede wszystkim do efektywności stosowanych metod higienizacji osadów i możliwości wytwarzania użytecznego produktu.

4. Pytania i uwagi krytyczne

Rozprawa doktorska przygotowana przez mgr inż. Sławomira Kaczmarka jest dedykowana przede wszystkim opracowaniu i optymalizacji technologii przetwarzania osadów ściekowych z uwzględnieniem ich higienizacji i usuwania wybranych zanieczyszczeń: metali ciężkich, WWA, diklofenaku czy mikroplastiku. Jest to doktorat wdrożeniowy, a więc przede wszystkim liczy się efekt praktyczny i możliwość wdrożenia wyników prac w podmiotach gospodarczych. I ten efekt został w pełni zrealizowany.

Jeśli chodzi o uwagi ogólne do pracy to zostały przedstawione powyżej. Biorąc pod uwagę zakres ujętego w rozprawie zagadnienia i jego wartość naukową mam następujące szczegółowe pytania/uwagi merytoryczne:

1. W trakcie prowadzenia badań stwierdzono znaczny ubytek zawartości metali ciężkich. Ponieważ stosowano metodykę z tzw. „wodą królewską” można uznać, że była to niemal całkowita zawartość metali. Z czego ten ubytek wynikał? Na stronie 107 jako możliwe wyjaśnienie Doktorat podaje, że jest to związane z wprowadzeniem dodatkowych składników potrzebnych do reakcji. Jednak uzyskane wyniki nie potwierdzają takich wprost proporcjonalnych zależności dla wszystkich badanych pierwiastków. Proszę o dokładniejsze wyjaśnienie tego problemu

2. Na większości wykresów (np. 10-16) podano wartość odchylenia standardowego (lub błęd stan. Jednocześnie w treści rozprawy Autor podał informację, że analiza metali po procesach higienizacji była robiona jednokrotnie. To skąd te wartości odchyżeń?

Praca niewątpliwie powinna być bardziej usystematyzowana jeśli chodzi o opis metodyki. Jak zaznaczyłam wcześniej przydałyby się choć schematy obrazujące zakres badan i analiz. Brakuje także wielu oznaczeń umieszczonych na wykresach.

Generalnie rozprawa jest napisana poprawnie z prawidłowym układem tekstu, na zadowalającym poziomie merytorycznym i edytorskim. W treści pracy znajdują się nieliczne błędy terminologiczne, sformułowania żargonowe oraz drobne błędy językowe. Nie obniżają one jednak zasadniczo wartości merytorycznej samej pracy

5. Znaczenie dla praktyki i rozwoju dyscypliny:

Rozprawa doktorska przedstawiona do recenzji uzupełnia wiedzę z dyscyplin inżynieria środowiska (gospodarka osadami ściekowymi); chemia analityczna (analiza mikroplastików, diklofenaku) czy chemia rolna (odzyskiwanie związków nawozowych). Efektem doktoratu wdrożeniowego ma być przede wszystkim praktyczna wiedza możliwa do zastosowania na skalę gospodarczą, a tutaj ten warunek został znakomicie wypełniony. Doktorant jest bowiem współautorem dwóch patentów odnoszących się bezpośrednio do technologii opisywanej w rozprawie oraz kolejnych kilku zgłoszeń patentowych z tego zakresu. Powstała technologia ma szansę na szerokie zastosowanie w warunkach wielu oczyszczalni ścieków.

Pomimo zgłoszonych uwag (które są związane bardziej ze stroną redakcyjną pracy) pozytywnie oceniam przyjętą w pracy metodologię, jej wartość naukową i zadowalający opis. Tym bardziej, że opracowanie samych procedur badawczych wymagało od doktoranta wiele wysiłku. Osady ściekowe są bowiem medium bardzo trudnym w praktyce analityki chemicznej, a ich skład jakościowy często przyczynia się do otrzymania zafałszowanych wyników analiz.

6. Podsumowanie

W podsumowaniu, biorąc pod uwagę aktualność tematyki, zakres przyjętych przez doktoranta prac badawczych, wysiłek włożony w ich realizację należy uznać, że z naukowego i praktycznego punktu widzenia rozprawa doktorska przedłożona do recenzji stanowi rozwiązanie istotnego problemu utylitarnego jakim jest wdrożenie bezpiecznych dla środowiska technologii przetwarzania osadów ściekowych w kontekście ich przyrodniczego zagospodarowania. Przygotowanie rozprawy wymagało od doktoranta zdobycia bardzo dużego zakresu wiedzy zarówno z gospodarki odpadami jak i chemii analitycznej a także opanowania wielu umiejętności praktycznych i samodzielnego prowadzenia badań naukowych w trudnych warunkach instalacji pilotażowej. Potwierdzają to zarówno doniesienia konferencyjne i artykuły opublikowane przez doktoranta w trakcie prowadzenia badań jak i uzyskane patenty.

W końcowej konkluzji stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska: *“Chemiczna przeróbka osadów ściekowych w celu ich rolniczego wykorzystania”* spełnia warunki i wymogi określone w *Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym* niezbędne do uzyskania stopnia doktora, a jej wyniki mają znaczenie praktyczne (co jest wymogiem dla doktoratu wdrożeniowego). **Na podstawie tego zgodnie z polskim prawem stawiam wniosek przyjęcie**

ww. rozprawy a jej autora mgr inż. Sławomira Kaczmarka o dopuszczenie do obrony przed odpowiednią komisją.


Małgorzata Kacprzak