



dr hab. inż. Łukasz Kłapiszewski, prof. PP

WYDZIAŁ TECHNOLOGII CHEMICZNEJ
ul. Berdychowo 4, 60-965 Poznań, tel.: +48 61 665 37 48
e-mail: lukasz.klapiszewski@put.poznan.pl, www.put.poznan.pl

Poznań, 9.01.2025 r.

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgra inż. Bernarda MICHAŁKA

zatytułowanej

Technologia suszenia i granulacji chelatów mikroelementowych

Podstawa: Uchwała Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu z dnia 29 listopada 2024 roku oraz stosowne pismo Pana Dziekana Wydziału Chemii UAM prof. dra hab. Macieja Kubickiego z dnia 3 grudnia 2024 roku.

Podstawa prawna: zgodność z elementami uwzględnionymi w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2021 r., poz. 478 z późn. zm.).

Cel i zakres pracy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska Pana mgra inż. Bernarda Michałka została zrealizowana w Przedsiębiorstwie Produkcyjno-Consultingowym ADOB Sp. z o.o. oraz w Zakładzie Chemii Supramolekularnej Wydziału Chemii UAM w Poznaniu.

Materiał stanowiący podstawę recenzowanej dysertacji powstał w trakcie realizacji programu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego „Doktorat wdrożeniowy”. Pracę wykonano pod kierunkiem Pana prof. UAM dra hab. Błażeja Gierczyka, z kolei rolę promotora pomocniczego powierzono Pani dr inż. Magdalenie Matyniak.

Oceniając merytoryczną stronę pracy doktorskiej brano pod uwagę liczne kryteria. Przede wszystkim oryginalność badań i ich nowatorski charakter, trafność wyboru problemu badawczego, metodologię, dobór wykorzystanych metod i technik badawczych, a także poprawność interpretacji wyników oraz ich dyskusji z uwzględnieniem aktualnego stanu wiedzy. Ważny element oceny stanowiła ponadto poprawność zrealizowanego celu badań, jak również użyteczny charakter pracy. Istotny, aczkolwiek dodatkowy aspekt oceny to osiągnięcia naukowe Pana mgra inż. Bernarda Michałka.

Przedmiotem badań przeprowadzonych przez Doktoranta było opracowanie metody oraz sposobu suszenia i granulacji wybranego chelatu mikroelementowego. Surowcem w prowadzonych badaniach był wodny roztwór nawozowy, a produktem mikrogranulat o zdefiniowanej wielkości. Strategia doboru technologii suszenia i granulacji zakładała stosowanie procesu produkcyjnego o charakterze ciągłym, w którym jednocześnie podawany jest roztwór do suszenia i odbierany jest z układu reakcyjnego/produkcyjnego nawóz mikrogranulowany.

W celu otrzymania wybranego nawozu Zn(II)IDHA Doktorant zdefiniował następujące warunki brzegowe: (i) proces otrzymywania ciała stałego powinien odbywać się w jednym urządzeniu, (ii) otrzymany granulak powinien być jednorodny i mieścić się w zakresie wielkości granul/cząstek 200-900 μm , (iii) docelowe rozwiązanie technologiczne powinno zapewnić wydajność produkcji co najmniej 4 tony na dobę, (iv) nawóz powinien zawierać biodegradowalny czynnik chelatujący, (v) wykorzystany proces powinien maksymalnie wykorzystywać sprawność cieplną instalacji oraz (vi) parametry procesu muszą być zoptymalizowane tak, aby otrzymać produkt stabilny w formie stałej.

Z tego względu, że jednym z czynników znacząco wpływających na proces suszenia i granulacji są różnego rodzaju dodatki, Autor analizował efekt wprowadzania poliglukozydowych środków powierzchniowo czynnych i betain do roztworu nawozu wtryskiwanego do złoża fluidalnego podczas produkcji granulatu. Doktorant w szczególności skupił się na badaniu wpływu dodatku środka powierzchniowo czynnego na rozkład wielkości granul w czasie ciągłej pracy aparatu. Ponadto, zbadał wpływ zmian wybranego parametru pracy instalacji – prędkości obrotowej młyna, na stabilność procesu i właściwości produktu końcowego. Finalnie, wykorzystując wyniki eksperymentów, Autor wyznaczył parametry modelu procesu ciągłego opartego na podejściu powiązonym z równaniem bilansu populacji (PBE).

Postawiony przez Pana mgra inż. Bernarda Michałka cel jest jasny i przemyślany. Należy także w tym miejscu podkreślić, że zakres rozprawy doktorskiej stanowi nowość naukową, a ponadto ma istotne odzwierciedlenie praktyczne. Według mojej opinii jest to kluczowe, zwłaszcza w pracach realizowanych w ramach tzw. „doktoratów wdrożeniowych”. Dodatkowo, co chciałbym szczególnie podkreślić, wszystkie zaproponowane badania są aktualne i dość dobrze ze sobą powiązane. Wniosek ten wysuwam na podstawie własnych obserwacji obecnych trendów naukowych w obrębie uprawianej przez Doktoranta tematyki, potwierdzonych informacjami prezentowanymi w ogólnodostępnych naukowcom, ale i nie tylko, bazach naukowych.

Ocena układu rozprawy

Oceniana rozprawa doktorska została przedstawiona na 130 stronach maszynopisu w języku polskim. Dodatkowo, Doktorant w pracy zaprezentował 20 tabel oraz 60 rysunków. Pełen tytuł rozprawy doktorskiej autorstwa Pana mgra inż. Bernarda Michałka brzmi: *Technologia suszenia i granulacji chelatów mikroelementowych*. Został on sformułowany poprawnie i dość dobrze odnosi się do prezentowanych w rozprawie wyników i całego zawartego w niej materiału badawczego.

Rozprawę doktorską otwiera *Streszczenie* (w języku polskim, str. 5–6) oraz *Summary* (w języku angielskim, str. 7–8), po którym Autor zamieścił *Spis treści* (str. 9–10). Kolejno, Pan mgr inż. Bernard Michałek uwzględnił: *Wstęp* (rozdział 1, str. 11), *Część teoretyczną* (rozdział 2, str. 12–42) oraz *Cel pracy* (rozdział 3, str. 43). W części teoretycznej Doktorant pochylił się nad następującymi zagadnieniami: (i) *Rola cynku w organizmie człowieka*, (ii) *Rola cynku w środowisku naturalnym*, (iii) *Przyswajanie cynku przez rośliny*, (iv) *Czynniki chelatujące* oraz (v) *Metody granulacji stosowane w przemyśle nawozowym*. W tejże części Doktorant nawiązał do niemal 100 pozycji bibliograficznych, opublikowanych głównie w czasopiśmie o cyrkulacji międzynarodowej. Niestety brakuje mi najnowszej literatury, głównie z ostatnich 5 lat, która z pewnością wzbogaciłaby zakres merytoryczny recenzowanej pracy. Na plus przemawia dość spora liczba tabel i rysunków, które pozwalają czytelnikowi (nie każdy potencjalny czytelnik musi być chemikiem) w lepszym zrozumieniu podjętej w rozprawie tematyki. Niestety w tym miejscu chciałbym wskazać na słabą jakość niektórych rysunków – w przyszłości proszę, aby zwracał Pan na to większą uwagę. Ponadto, mój niedosyt budzi

brak podsumowania części literaturowej, co pozwoliłoby wprowadzić czytelnika w zakres merytoryczny części eksperymentalnej i wynikowej. Mimo, że Doktorant zawarł bardzo dużo informacji podstawowych, to brakuje przeglądu literaturowego opartego na najnowszych trendach dotyczących realizowanej tematyki badawczej. Sugeruję więc, aby w ramach podsumowania aktualnych trendów *stricte* powiązanych z tematyką pracy doktorskiej przygotował Pan krótkie tabelaryczne zestawienie, które przedstawi Pan podczas publicznej obrony. Mimo wyżej wyszczególnionych komentarzy uznaję część literaturową za poprawną.

W kolejnej części dysertacji Pan mgr inż. Bernard Michałek uwzględnił *Część doświadczalną* (rozdział 4, str. 44–107). Według recenzenta to najistotniejsza część całej rozprawy, którą Autor dodatkowo podzielił na trzy najważniejsze podrozdziały. W pierwszym wyszczególnił zastosowane w badaniach odczynniki chemiczne. W drugim wypunktował i krótko opisał wykorzystane w pracy metody badawcze i techniki pomiarowe, w tym m.in.: TG-DSC/QMS, XRD, HPLC, analizę lepkości, badanie napięcia powierzchniowego i kąta zwilżania, ICP-OES, analizę zawartości wody w produkcie, badanie dynamicznej adsorpcji wody, analizę gęstości właściwej oraz nasypowej. Trzecia część to właściwa *Koncepcja procesu i założenia* (str. 52–107). Tę część oraz najważniejsze cele i wynikające z niej wnioski szczegółowiej opiszę w kolejnej części recenzji.

W końcowej części rozprawy Doktorant zaprezentował: *Podsumowanie i wnioski* (rozdział 5, str. 108–109) oraz *Ocenę możliwości implementacji badań* (rozdział 6, str. 109–110). Dysertację doktorską dopinają: (i) *Spis literatury* (rozdział 7, str. 112–121), (ii) *Spis rysunków* (rozdział 8, str. 122–125), (iii) *Spis tabel* (rozdział 9, str. 125–126), (iv) *Aneks* (str. 127) oraz (v) *Dorobek naukowy* (str. 129–130).

Podsumowując część dotyczącą oceny układu rozprawy, stwierdzam, że przedstawione przez Pana mgra inż. Bernarda Michałka elementy pracy są poprawnie ułożone i oznaczone, umożliwiając czytelnikowi właściwą orientację oraz przebrnięcie przez materiał badawczy w niej zawarty. Sugeruję jedynie, aby w przyszłości przed właściwym określeniem celu badawczego w jakiegokolwiek pracy naukowej Doktorant pomyślał nad hipotezą badawczą – myślę, że to ułatwia dalsze, merytoryczne precyzowanie celu badawczego i określenie zakresu działań w obrębie realizowanego tematu.

Ocena merytoryczna rozprawy

Wraz z postępem cywilizacyjnym, który w ostatnich latach jest niezwykle intensywny, obserwuje się istotną potrzebę dbałości o otaczające środowisko. Niezwykłą rolę w tej perspektywie odgrywać powinno tzw. rolnictwo zrównoważone. To taka właśnie perspektywa nowoczesnego rolnictwa ma stać się cennym wsparciem dla wszystkich rolników, którzy w swojej pracy chcą łączyć cele środowiskowe, społeczne i ekonomiczne, czyli trzy filary przywołanego rolnictwa zrównoważonego. Zgodnie z tą strategią, niezwykle cenne i istotne stają się działania ograniczające wpływ rolnictwa na środowisko, umożliwiające bardziej efektywne i przyjazne dla środowiska wykorzystanie zasobów, np. gleby, ziemi, wody, maszyn, środków ochrony roślin, nasion, nawozów czy energii, przy zachowaniu opłacalności produkcji rolnej i jej społecznej akceptacji. W celu optymalizacji różnorodnych kosztów, jak również zwiększenia możliwości aplikacji przez użytkownika, bardzo dobrym rozwiązaniem wydaje się produkcja nawozów mikroelementowych w fazie stałej.

To właśnie kluczowe zagadnienia w obrębie wyżej wspomnianego obszaru, stanowią domenę recenzowanej dysertacji doktorskiej Pana mgra inż. Bernarda Michałka. Świadczy to zatem o aktualności problemu badawczego, jak i umiejętności doboru tematyki badawczej w aspekcie rozwoju badań podstawowych, ale nade wszystko ich przełożeniu na aspekt użyteczny.

W ramach zrealizowanych badań Doktorant potwierdził możliwość prowadzenia stabilnego procesu suszenia i granulacji Zn(II)IDHA z użyciem wykorzystanych technologii i urządzeń. Zaproponowane przez Pana mgr inż. Bernarda Michałka zmiany polegające na zastosowaniu rekuperacji ciepła z procesu i automatycznego sterowania strumieniem powietrza selektywnego pozwalają na zmniejszenie kosztów prowadzenia procesu czy zmniejszenie ryzyka wystąpienia niechcianych fluktuacji złoża fluidalnego. Stan ustalony – stabilny w przypadku tak złożonego procesu ciągłego jest kluczowym wymogiem do wytworzenia produktu zgodnego ze specyfikacją. Na podstawie uzyskanych przez Autora wyników można było wyznaczyć optymalne warunki procesu suszenia i granulacji w złożu fluidalnym, w celu uzyskania produktu o zdefiniowanych właściwościach fizykochemicznych, m.in.: gęstości nasypowej czy stężenia cynku w produkcie końcowym.

Dodatkowo, Doktorant wyliczył potencjał suszenia, który jest wartością charakterystyczną opisującą wilgotność powietrza procesowego. Bezwymiarowy potencjał suszenia jest stosunkiem niewykorzystanej pojemności suszącej powietrza do maksymalnej możliwej do odparowania ilości wody. Wartość tego potencjału w przypadku omawianych prób (gdy osiągnięto stan stabilny złoża) wyniosła 0,29; co biorąc pod uwagę wydajność suszenia w ujęciu procentowym osiąga wartość ponad 70% i jest wielkością zadowalającą.

Ponadto, Autor w ramach zrealizowanej dysertacji zaproponował zmiany usprawniające kontrolę niektórych parametrów procesu FBSG (granulacja rozpyłowa w złożu fluidalnym), umożliwiające w przyszłości pracę nad zautomatyzowaniem kontroli procesu. Uzupełnienie systemu o czujnik pomiaru wielkości cząstek stałych wychodzących z komory suszarniczej, po przetworzeniu informacji przez odpowiednie oprogramowanie dałoby możliwość sterowania ilością powietrza selektywnego i tym samym kontrolę procesu bez obecności człowieka.

Pan mgr inż. Bernard Michałek wnioskował także, że temperaturę suszenia dla rozmaitych, nowych produktów można z powodzeniem wyznaczać z wykorzystaniem metody termogravimetrycznej sprzężonej z kalorymetrem różnicowym. Metoda ta ponadto może przyczynić się pośrednio do skrócenia czasu potrzebnego do wdrażania innowacyjnych produktów w skali przemysłowej między innymi poprzez zmniejszenie ilości nieudanych prób związanych z zaburzaniem fluidyzacji przez niedosuszenie surowca i minimalizację ilości postojów.

Zaletą opracowanego przez Doktoranta modelu teoretycznego jest to, że obejmuje on ograniczoną liczbę parametrów, które trzeba wyznaczyć na podstawie wyników eksperymentalnych. Dokładność wyników numerycznych uzyskanych przez Autora w badaniu można niewątpliwie poprawić poprzez włączenie do modelu dodatkowych mechanizmów zarodkowania, takich jak nadmierne rozpylenie czy ścieranie. To samo tyczy się dokładniejszego opisu mechanizmu klasyfikacji granulek usuwanych ze złoża. Kwestie te, jak zauważa sam Doktorant wymagają jednak dalszych dodatkowych prac o charakterze zarówno eksperymentalnym, jak i obliczeniowym i będą przedmiotem dalszych badań.

Chciałbym podkreślić, że przeprowadzone w ramach recenzowanej pracy doktorskiej badania powiązane z tzw. „doktoratem wdrożeniowym” mają bezpośrednie przełożenie na technologię suszenia i granulacji nawozu Zn(II)IDHA. W wyniku podjętego tematu rozwiązano istotne elementy zarówno technologiczne, jak i zaprezentowano charakterystykę fizykochemiczną wykorzystanego nawozu. Osiągnięcie wydajności produkcji na poziomie 4600 kg na dobę należyście wpasowuje się w cele postawione na początku badań. Ponadto, technologia, jak zaznacza Autor, znajdzie należyte wykorzystanie w procesie stosowanym w firmie PPC ADOB, a dodatkowo może być zaadoptowana do innych nawozów mikroelementowych, przyczyniając się do przyspieszenia wdrażania nowych produktów na rynek.

Właściwie zaplanowane badania oraz adekwatne i stosownie skorelowane metody badawcze umożliwiły na poszerzenie aktualnego stanu wiedzy na temat opracowania wydajnego sposobu suszenia i granulacji wybranego chelatu mikroelementowego.

Podsumowując wartość merytoryczną ocenianej rozprawy doktorskiej, powstałej w ramach postępowania o nadanie stopnia naukowego doktora przez Pana mgr inż. Bernarda Michałka stwierdzam, że cele/koncepcje są właściwie opracowane, a zrealizowane przez Doktoranta badania w pełni potwierdzają, że zostały one osiągnięte.

W tym miejscu pozwolę sobie jedynie przywołać najistotniejsze mankamenty ocenianej pracy lub drobne pytania/komentarze, które nie umniejszają wartości merytorycznej prezentowanych rezultatów oraz mojej pozytywnej oceny całej rozprawy:

- dysertacja doktorska zawiera dość sporą ilość błędów edytorskich i stylistycznych (brak znaków interpunkcyjnych, literówki, podwójne spacje, etc.), których nie będę w tym miejscu szczegółowo przytaczał;
- niektóre rysunki są nienajlepszej jakości, a dodatkowo część z nich jest w języku angielskim – proszę Doktoranta, aby w przyszłych badaniach zwracał na ten element więcej uwagi;
- pojawiają się drobne przesunięcia w ramach kolejności cytowanej literatury – na przyszłość proszę zwrócić na to baczniejszą uwagę;
- Autor powinien zdecydować się na jednolity zapis jednostek – liczba od jednostki, z wyjątkiem nielicznych przypadków, powinna być rozdzielana spacją. Ponadto, jednostki powinny być zawsze zapisywane w nawiasach kwadratowych (w języku polskim) – niestety w pracy jest różnie;
- na przyszłość zwracam uwagę, aby stosować jednolity zapis zaokrąglania liczb do n -tego miejsca po przecinku – zawsze taki sam przyjęty w całej pracy dla określonej wielkości (zdarzały się niedociągnięcia w tej kwestii, np. w tabeli 10);
- bardzo mnie ciekawi – skąd zainteresowanie takim właśnie tematem, który Pan realizował w ramach swojej pracy doktorskiej? Czy to kwestia przypadku czy może jakiejś współpracy?
- czy podczas prowadzonych prac badawczych posługiwał się Pan metodą planowania eksperymentów (ang. *Design of Experiments*), która w sposób systematyczny i strukturalny pozwoliłaby na zrozumienie relacji przyczynowo-skutkowej w realizowanych procesach?
- czy może Pan przedstawić w krótki sposób, najlepiej w formie tabelarycznej lub wizualnej, porównanie swoich badań do tych dostępnych w najnowszej literaturze (max ostatnich 5 lat), w obrębie uprawianej tematyki badawczej?
- czy może Pan wskazać konkretne obszary działań w obrębie uprawianej tematyki badawczej, które można by rozwijać w dalszych pracach w pierwszej kolejności i dlaczego?

Ocena dorobku naukowego

Na koniec, chciałbym pokrótce podsumować dotychczasową aktywność naukową Pana mgr inż. Bernarda Michałka.

Całkowity dorobek naukowy wyrażony jest w postaci 4 artykułów naukowych, które opublikowane zostały w następujących czasopismach: *Polish Journal of Chemical Technology* (1 praca) oraz *Energies* (3 prace). Doktorant prezentował także wyniki swoich badań na krajowych i międzynarodowych konferencjach naukowych (5 sztuk).

Całokształt dorobku naukowego Doktoranta oceniam jako wystarczający.

Wniosek końcowy

Podsumowując, chciałbym zaznaczyć wkład Pana mgra inż. Bernarda Michałka w rozwój uprawianej dyscypliny naukowej, w szczególności w zakresie opracowania metody suszenia i granulacji wybranego chelatu mikroelementowego, co zostało zrealizowane w ramach programu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego „Doktorat wdrożeniowy”. Sposób zaplanowania eksperymentów, zrealizowania badań, jak i forma przedstawienia wyników świadczą o kompetencjach naukowo-badawczych Doktoranta i są dowodem Jego dobrego poziomu przygotowania do dalszego prowadzenia badań naukowych czy pracy w przemyśle.

Na podstawie oceny rozprawy doktorskiej Pana mgra inż. Bernarda Michałka zatytułowanej *Technologia suszenia i granulacji chelatów mikroelementowych* stwierdzam, że recenzowana praca spełnia wszystkie wymogi ustawowe i zwyczajowe w świetle istniejącego prawa. Dlatego wnioskuję do Wysokiej Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu, o przyjęcie pracy i przeprowadzenie dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Julian Kilgusowski