

Prof. dr hab. inż. Krzysztof BARBUSIŃSKI  
Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki  
Katedra Inżynierii Wody i Ścieków  
ul. Konarskiego 18, 44-100 Gliwice

Gliwice, 6 czerwca 2022 r.

## **RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ mgr inż. Agnieszki Garlickiej**

pt.: *„Wpływ hydrodynamicznej dezintegracji zagęszczonych osadów nadmiernych na przebieg i efektywność procesu fermentacji metanowej”*

Recenzowana rozprawa doktorska została wykonana w Politechnice Warszawskiej na Wydziale Instalacji Budowlanych, Hydrotechniki i Inżynierii Środowiska. Promotorem rozprawy jest dr hab. inż. Adam Muszyński, prof. uczelni, a promotorem pomocniczym dr inż. Katarzyna Umiejewska, prof. uczelni.

### **1. Podstawa opracowania recenzji**

Podstawą opracowania recenzji było pismo nr RND-ISGiE-43/2022 Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka prof. dr hab. inż. Tomasza Wiśniewskiego z dnia 28 kwietnia 2022 roku w związku z powołaniem mnie przez Radę Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Warszawskiej (Uchwała nr 45/II/2022 z dnia 12 kwietnia 2022 r.) na recenzenta pracy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszki Garlickiej.

### **2. Zasadność podjęcia tematu pracy doktorskiej**

W biologicznych oczyszczalniach ścieków powstają osady ściekowe jako uboczny produkt procesu oczyszczania. Osady te stwarzają zagrożenie sanitarne, wynikające z obecności w nich drobnoustrojów chorobotwórczych, pasożytów, wirusów itp. oraz ze względu na skłonność do szybkiego zagniwania (beztlenowego rozkładu materii organicznej) i związanego z tym wydzielania odorów. Osady ściekowe w oczyszczalniach poddawane są procesom przeróbki i unieszkodliwiania, aby zmniejszyć ich masę i objętość, oraz stabilizacji składu chemicznego w celu znacznego zmniejszenia zawartości materii organicznej, a tym samym pozbawienia ich zdolności do szybkiego zagniwania. Ponadto stabilizacja osadów ściekowych polepsza ich zdolność do odwadniania oraz zmniejsza liczbę patogenów. W przypadku średnich i dużych oczyszczalni ścieków preferowanym sposobem stabilizacji osadów jest fermentacja metanowa w wydzielonych, zamkniętych komorach fermentacyjnych. Proces ten pozwala

uzyskać wysoki stopień mineralizacji osadu, zmniejszenie jego objętości i możliwość wykorzystania powstającego biogazu do produkcji ciepła i energii elektrycznej.

Energetyczne wykorzystanie biogazu zmniejsza koszty eksploatacyjne funkcjonowania oczyszczalni. Dlatego obecnie coraz częściej poszukuje się rozwiązań, które intensyfikują produkcję biogazu i jego wykorzystanie tak, aby w pełni pokryć zapotrzebowanie oczyszczalni na ciepło i energię elektryczną, a w niektórych przypadkach wyprodukować nawet nadmiar energii elektrycznej w stosunku do własnych potrzeb oczyszczalni. Wśród innowacyjnych rozwiązań w tym zakresie można wymienić m.in. proces kofermentacji polegający na wspólnej fermentacji osadów ściekowych i innych substratów organicznych, prowadzenie dwustopniowej stabilizacji osadów, fermentację termofilową (w podwyższonej temperaturze w stosunku do fermentacji mezofilowej), a także zastosowanie dezintegracji osadów ściekowych. Każdorazowo działania takie wymagają wnikliwych badań i analizy technologiczno-ekonomicznej.

Istnieje wiele sposobów dezintegracji osadów nadmiernych, różniących się pochodzeniem energii wprowadzanej do układu. Wśród stosowanych wyróżnia się metody: mechaniczne, chemiczne, termiczne, biologiczne oraz hybrydowe, będące połączeniem co najmniej dwóch różnych sposobów dezintegracji. W procesie dezintegracji substancje organiczne zawarte w kłaczkach osadu czynnego, takie jak białka i polisacharydy, mogą zostać uwolnione z osadu czynnego i przekształcone do łatwo biodegradowalnych lotnych kwasów tłuszczowych, a następnie wykorzystane jako źródło węgla organicznego w procesach biologicznego usuwania ze ścieków związków biogennych, w wyniku wprowadzenia zdeintegrowanych osadów do reaktorów biologicznych oczyszczalni. Ponadto, podobnie jak w przypadku procesu kofermentacji, dezintegracja osadu może zwiększać efektywność produkcji biogazu, a co za tym idzie zwiększać niezależność energetyczną oczyszczalni. Wyniki wielu badań wykazały także, że proces dezintegracji pozwala na uzyskanie lepszych efektów odwadniania osadów przefermentowanych.

Doktorantka podczas analizy literatury naukowej zauważyła, że w publikacjach dotyczących stosowania różnych metod dezintegracji w celu zwiększenia efektywności fermentacji metanowej, stosunkowo rzadko analizowany jest aspekt energochłonności stosowanego rozwiązania technologicznego. Ocena zwiększenia efektywności procesu beztlenowej przeróbki dokonywana jest przede wszystkim na podstawie wzrostu produkcji biogazu lub zawartości metanu w biogazie oraz na podstawie redukcji suchej masy organicznej. Jedynie w nielicznych przypadkach, jak zauważyła Doktorantka, wprowadzenie obróbki wstępnej osadu, poza zwiększeniem produkcji biogazu, pozwalało na zachowanie dodatniego bilansu energetycznego. Dlatego uznała, że należy przeprowadzić badania związane z zastosowaniem procesu dezintegracji osadów ściekowych w celu zwiększenia efektywności fermentacji metanowej ze szczególnym naciskiem na ustalenie parametrów procesu dezintegracji, przy

których będzie można osiągnąć dodatni bilans energii, uwzględniając energię włożoną w proces dezintegracji i uzyskaną z uzyskanego biogazu. Do badań zastosowała dezintegrację hydrodynamiczną, która pomimo, że pozwala na osiągnięcie podobnej efektywności i większej atrakcyjności ekonomicznej w stosunku do powszechnie stosowanej metody ultradźwiękowej, to stosunkowo mało jest wyników badań opisanych w literaturze dotyczących jej zastosowania jako obróbki wstępnej osadów ściekowych.

Biorąc pod uwagę powyższe rozważania należy uznać, że **wybór przez doktorantkę tematyki oraz zakresu pracy doktorskiej jest aktualny i w pełni uzasadniony.**

### **3. Zakres pracy doktorskiej**

Przedstawiona do recenzji rozprawa obejmuje 139 stron łącznie z bibliografią, streszczeniami, spisem tabel, rysunków i załącznikiem. Praca składa się z 8 głównych ponumerowanych rozdziałów (Wstęp, Fermentacja metanowa, Dezintegracja osadów nadmiernych, Cel i zakres pracy, Metodyka badawcza, Analiza i dyskusja wyników, Wnioski i Literatura) oraz dodatkowo ze streszczeń (w języku polskim i angielskim), Wykazu skrótów, Spisu rysunków i tabel oraz Załącznika zawierającego 3 tabele. Bibliografia obejmuje 202 pozycje z czego 87% stanowią prace w języku angielskim. Ponad 34% przytoczonej literatury to publikacje z ostatnich 5 lat (od 2017 roku). Praca zawiera 40 rysunków (w tym zdjęcia, schematy i wykresy) oraz 24 tabele (dodatkowo 3 tabele w załączniku). Elementy te w logiczny sposób powiązane są z prezentowanymi treściami.

**Rozdział 1** obejmuje krótki wstęp. **W rozdziale 2** Doktorantka opisała fazy rozkładu związków organicznych, czynniki mające wpływ na prawidłowy rozwój poszczególnych grup mikroorganizmów prowadzących kolejne fazy fermentacji, a także przedstawiła i opisała najważniejsze grupy bakterii i archeonów odpowiedzialne za poszczególne fazy beztlenowej przeróbki.

**W rozdziale 3** opisano szczegółowo na czym polega proces dezintegracji osadów nadmiernych oraz metody dezintegracji osadów z wyszczególnieniem ich zalet i wad. Przedstawiono także informacje dotyczące procesu dezintegracji hydrodynamicznej oraz możliwości zastosowania procesu dezintegracji w układzie technologicznym oczyszczalni ścieków wraz z możliwymi korzyściami. W rozdziale tym zamieszczono przegląd literatury dotyczącej energochłonności zastosowania różnych metod dezintegracji w celu zwiększenia efektywności procesu fermentacji metanowej. Doktorantka stwierdziła, że w literaturze dotyczącej stosowania różnych metod dezintegracji w celu zwiększenia efektywności fermentacji metanowej, stosunkowo rzadko analizowany jest aspekt energochłonności stosowanego rozwiązania technologicznego, a ocena zwiększenia efektywności procesu beztlenowej przeróbki dokonywana jest przede wszystkim na podstawie wzrostu produkcji biogazu/metanu oraz na podstawie redukcji suchej masy organicznej. Jedynie w nielicznych przypadkach wprowadzenie obróbki wstępnej poza zwiększeniem produkcji biogazu/metanu pozwalało na zachowanie dodatniego bilansu

energetycznego. Dlatego, należy się zgodzić z wybraną tematyką pracy doktorskiej i uznać, że badania dotyczące ustalenia parametrów przy jakich należy prowadzić proces dezintegracji, aby osiągnąć dodatni bilans energii są obecnie działaniami jak najbardziej aktualnymi i niezbędnymi.

**W rozdziale 4** zawarto cel pracy, tezę oraz opisano krótko zakres pracy. Jako cel pracy przyjęto ocenę możliwości zwiększenia efektywności fermentacji metanowej poprzez zastosowanie procesu hydrodynamicznej dezintegracji zagęszczonych osadów nadmiernych przed ich wprowadzeniem do komory fermentacyjnej.

Tezę pracy przedstawiono w brzmieniu: „*Proces hydrodynamicznej dezintegracji zagęszczonych osadów nadmiernych zwiększa efektywność fermentacji metanowej przy zachowaniu dodatniego bilansu energetycznego*”.

Zakres pracy obejmował badania dotyczące:

- wpływu procesu hydrodynamicznej dezintegracji zagęszczonych osadów nadmiernych nieprzefermentowanych i przefermentowanych na przebieg i efektywność fermentacji metanowej;
- wpływu procesu hydrodynamicznej dezintegracji zagęszczonych osadów nadmiernych i kiszonki kukurydzy na przebieg i efektywność kofermentacji metanowej;
- zbiorowisk mikroorganizmów odpowiedzialnych za proces beztlenowej przeróbki osadów ściekowych i kiszonki kukurydzy;
- wpływu procesu hydrodynamicznej dezintegracji zagęszczonych osadów nadmiernych na zjawisko reflokulacji.

**W rozdziale 5** (Metodyka badawcza) przedstawiono bardzo szczegółowo koncepcję badań, zastosowane w eksperymentach osady ściekowe wraz opisem przygotowania tych substratów do procesu fermentacji, charakterystykę zastosowanych dezintegratorów oraz reaktorów do prowadzenia fermentacji metanowej, opis badań fermentacji metanowej i zjawiska reflokulacji w osadach nadmiernych poddawanych dezintegracji. Ponadto, opisano analizy kontrolne obejmujące badania fizykochemiczne, mikrobiologiczne, zastosowanie analizy obrazu, a także przedstawiono metodyki obliczeniowe.

**W rozdziale 6** (Analiza i dyskusja wyników), omówiono szczegółowo wyniki przeprowadzonych eksperymentów badawczych, których głównym celem była ocena możliwości zwiększenia produkcji biogazu i metanu, przy zachowaniu dodatniego bilansu energetycznego, z nieprzefermentowanych i przefermentowanych osadów nadmiernych, poddawanych przed procesem fermentacji metanowej mechanicznej obróbce wstępnej. Jako metodę wstępnej obróbki osadów nadmiernych zastosowano hydrodynamiczną dezintegrację (HD), a proces prowadzono przy różnych poziomach gęstości energii ( $E_L$ ). Rozdział ten został podzielony na 4 podrozdziały, w których opisano:

- Podrozdział 6.1. Wpływ hydrodynamicznej dezintegracji osadów na proces fermentacji metanowej,
- Podrozdział 6.2. Wpływ hydrodynamicznej dezintegracji na proces kofermentacji metanowej,
- Podrozdział 6.3. Wpływ hydrodynamicznej dezintegracji osadów nadmiernych na zjawisko reflokulacji,
- Podrozdział 6.4. Strukturę zbiorowisk mikroorganizmów odpowiedzialnych za prowadzenie procesu fermentacji metanowej.

**W podrozdziale 6.1** przedstawiono wyniki badań w celu zwiększenia efektywności procesu fermentacji metanowej osadów ściekowych. Zagęszczony osad nadmierny (ZON) stanowiący substrat (w mieszaninie z zagęszczonym osadem wstępnym, w stosunku 1:1, wprowadzanej do komory fermentacyjnej) poddano procesowi HD przy różnych poziomach gęstości energii ( $E_L$ ), odpowiednio 70, 140 i 210 kJ/l (eksperymenty E\_FM1, E\_FM2 i E\_FM3). Zaobserwowano, że wraz ze wzrostem wartości  $E_L$  dochodziło do coraz efektywniejszej dezintegracji osadów, o czym świadczył wzrost zawartości w cieczy osadowej związków organicznych, wyrażonych jako ChZT i LKT. Największy wzrost rozpuszczonego ChZT (z 261 do 2810 mg O<sub>2</sub>/l) i wartości LKT (z 26 do 1418 mg/l) obserwowano dla dezintegracji przy  $E_L = 210$  kJ/l. Wraz ze zwiększaniem wartości gęstości energii użytej w procesie HD, zwiększały się także wartości wydajności uwalniania związków organicznych z ZON ( $W_{ChZT}$  i  $W_{LKT}$ ) w przeliczeniu na ilość energii zużytej w procesie HD. Maksymalne wartości ChZT i LKT uzyskano dla  $E_L = 210$  kJ/l i wyniosły one odpowiednio 26,4 mg ChZT/kJ i 6,6 mg LKT/kJ.

Następnie badano przebieg produkcji biogazu oraz procentową zawartość metanu w biogazie, uzyskane w eksperymentach E\_FM1, E\_FM2 oraz E\_FM3. Istotny wpływ HD na produkcję i skład biogazu odnotowano przy  $E_L = 140$  kJ/l i 210 kJ/l. Dla  $E_L = 140$  kJ/l (eksperyment E\_FM2) całkowita produkcja biogazu w KF1–140 kJ/l była większa o 39% w stosunku do KF2-kontrolnej. Dla komory z dezintegracją od 14 dnia procesu procentowa zawartość metanu zawierała się w zakresie od 60% do 80%. Dla  $E_L = 210$  kJ/l (eksperyment E\_FM3) produkcja biogazu w komorze fermentacji (KF1–210 kJ/l) była aż o 52% większa od wartości w komorze kontrolnej. Pomimo tego, od 10 dnia procentowa zawartość metanu w biogazie z obu komór (KF1–210 kJ/l i KF2-Kontrolnej) kształtowała się na podobnym poziomie, w zakresie od 60 % do 80%.

W komorach fermentacyjnych (E\_FM2 i E\_FM3), do których wprowadzono ZON poddany procesowi HD przy  $E_L = 140$  kJ/l i 210 kJ/l, uzyskano znacznie wyższe wartości jednostkowej produkcji biogazu  $Y_{biogaz}$  i  $Y_{CH_4}$  niż w komorze kontrolnej. W przypadku eksperymentu E\_FM2, różnica w wartościach  $Y_{biogaz}$  i  $Y_{CH_4}$  odnotowana pomiędzy KF1–140 kJ/l i KF2-kontrolną wynosiła odpowiednio 37% i 152%. Wzrost  $Y_{CH_4}$  w E\_FM2 był znacząco wyższy od wzrostu  $Y_{biogaz}$  w tym eksperymencie, co wynikało ze zwiększenia udziału metanu w produkowanym biogazie w KF1-140 kJ/l. W przypadku

eksperymentu E\_FM3, wartości  $Y_{\text{biogaz}}$  i  $Y_{\text{CH}_4}$  uzyskane dla KF1–210 kJ/l były odpowiednio o 53% i 35% większe niż w komorze kontrolnej. Jednak wykonany bilans energetyczny dla eksperymentów E\_FM2 i E\_FM3, dla których uzyskano znaczące zwiększenie produkcji metanu, wykazał że zarówno w przypadku prowadzenia HD przy  $E_L = 140$  kJ/l oraz 210 kJ/l, nie odnotowano dodatniego zysku energetycznego netto.

W celu możliwości osiągnięcia dodatniego bilansu energetycznego, dalsze badania prowadzono w trzech kierunkach:

1. "dofermentowanie" osadu przefermentowanego po poddaniu go procesowi hydrodynamicznej dezintegracji (eksperymenty E\_FM4 i E\_FM5),
2. obróbka wstępna ZON poprzez prowadzenie dezintegracji przy niższych gęstościach energii 10 kJ/l, 35 kJ/l oraz 70 kJ/l (eksperymenty E\_ZON1-E\_ZON3),
3. kofermentacja ZON z KK po poddaniu go/ich procesowi hydrodynamicznej dezintegracji (eksperymenty E\_KM1 i E\_KM2). To zagadnienie opisano w ramach podrozdziału 2 pt. „*Wpływ hydrodynamicznej dezintegracji na proces kofermentacji metanowej*”.

**Ad 1.** W tym etapie badań sprawdzano, czy poddając procesowi beztlenowej przeróbki zdeintegrowany osad przefermentowany można wyprodukować dodatkową ilość biogazu/metanu. W tym celu osady przefermentowane z eksperymentów E\_FM1 i E\_FM3 ponownie zdeintegrowano przy zadanym poziomie gęstości energii równym odpowiednio 70 kJ/l i 210 kJ/l, a następnie poddawano je procesowi fermentacji metanowej (eksperymenty E\_FM4 i E\_FM5). Wyniki badań wykazały, że poddając procesowi fermentacji metanowej zdeintegrowany hydrodynamicznie osad przefermentowany można wyprodukować dodatkową ilość metanu/biogazu. Wykazano także, że całkowita ilość energii użyta w procesie HD jest istotnym parametrem wpływającym na zwiększenie dostępności substratów dla mikroorganizmów i intensyfikację produkcji biogazu, a także jednostkową produkcję metanu  $Y_{\text{CH}_4}$ .

**Ad 2.** W tym etapie badań realizowano wstępną obróbkę zagęszczonego osadu nadmiernego (ZON) poprzez prowadzenie dezintegracji przy niższych gęstościach energii 10 kJ/l, 35 kJ/l oraz 70 kJ/l (eksperymenty E\_ZON1-E\_ZON3). Wraz ze wzrostem gęstości energii uzyskiwano zwiększenie efektywności dezintegracji osadów ściekowych (wyrażonej jako stopień dezintegracji  $DD_{\text{ChZT}}$ ). Porównując stopień dezintegracji w tych eksperymentach z wartościami tego wskaźnika uzyskanymi podczas prowadzenia procesu HD przy wyższych gęstościach energii (70-210 kJ/l), liniową zależność pomiędzy wartościami  $DD_{\text{ChZT}}$  a  $E_L$  uzyskano dla ZON zdeintegrowanych przy wartości  $E_L$  wynoszącej maksymalnie 140 kJ/l. Zastosowanie wyższej gęstości energii (210 kJ/l) spowodowało zdecydowany wzrost stopnia dezintegracji, nie wykazujący już liniowej zależności. Na podstawie tej analizy wywnioskowano, że pomiędzy wartościami 140 kJ/l i 210 kJ/l może znajdować się wartość graniczna

gęstości energii, powyżej której następuje intensywne uwalnianie do cieczy osadowej substancji organicznych obserwowane jako wzrost wartości  $Ch_{ZT}$  i stopnia dezintegracji  $DD_{Ch_{ZT}}$ . Dodatkowo stwierdzono, że graniczna wartość gęstości energii, powyżej której obserwowany jest skokowy wzrost stopnia dezintegracji  $DD_{Ch_{ZT}}$  zależy w dużej mierze od pochodzenia dezintegrowanego osadu nadmiernego, co może oznaczać, że gęstość energii nie jest jedynym czynnikiem wpływającym na efektywność procesu dezintegracji. Istotnymi są również pochodzenie osadu, a nawet jego partia w przypadku próbek pochodzących z tego samego obiektu.

W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono także, że zastosowanie przed procesem fermentacji metanowej ZON dezintegracji HD przy niskich poziomach gęstości energii (10 kJ/l – 70 kJ/l) nie wpływa w sposób istotny na zwiększenie  $Y_{CH_4}$ , a w przypadku większości analizowanych próbek spowodowało nawet obniżenie wartości tego parametru w porównaniu do próbek kontrolnych niedezintegrowanych. Możliwym wyjaśnieniem zmniejszenia  $Y_{CH_4}$  w tych próbkach mogła być reflokulacja zdeintegrowanych kłaczków osadów, która polega na ponownym łączeniu się rozdrobnionych cząstek osadu w większe skupiska, w wyniku czego dochodzi do obniżenia biodostępności materii organicznej.

**Ad 3.** Ostatnim etapem badań dotyczącym możliwości osiągnięcia dodatniego bilansu energetycznego, opisanym w **podrozdziale 6.2**, było sprawdzenie, czy wykorzystanie dodatkowego kosubstratu w postaci kiszonki kukurydzy pozwoli na zwiększenie efektywności procesu fermentacji metanowej zagęszczonych osadów nadmiernych i uzyskanie pozytywnego bilansu energetycznego. W ramach tego etapu przeprowadzono dwa eksperymenty oznaczone jako E\_KM1 i E\_KM2. W pierwszym z nich (E\_KM1) określono jednostkową produkcję metanu ( $Y_{CH_4}$ ) poszczególnych substratów i ich mieszanin: zagęszczonego osadu nadmiernego (ZON), kiszonki kukurydzy (KK), mieszaniny zagęszczonego osadu nadmiernego i kiszonki kukurydzy w stosunku 1:1 (ZON + KK 1:1) oraz mieszaniny zagęszczonego osadu nadmiernego i kiszonki kukurydzy w stosunku 3:1 (ZON + KK 3:1). Wyniki uzyskane w eksperymencie E\_KM1 były podstawą do wyznaczenia stosunku zmieszania kosubstratów (ZON i KK) w eksperymencie E\_KM2, w którym zbadano, czy zastosowanie wstępnej obróbki, polegającej na poddaniu procesowi HD jednego lub obu kosubstratów, pozwoli na zwiększenie efektywności procesu kofermentacji metanowej.

Poddanie procesowi fermentacji metanowej mieszaniny ZON i KK w stosunku 3:1 spowodowało wzrost  $Y_{CH_4}$  o 24% w stosunku do próbki ZON. Natomiast zwiększenie udziału KK do 50% (ZON + KK 1:1) pozwoliło na jeszcze wyższy wzrost jednostkowej produkcji metanu, wynoszący 65% w stosunku do próbki ZON, co wynikało z dużo wyższego potencjału metanowego, jakim charakteryzowała się KK w stosunku do ZON. Na podstawie wyników uzyskanych w eksperymencie E\_KM1, do kolejnego etapu badań wytypowano stosunek ZON:KK równy 1:1 w celu sprawdzenia, czy zastosowanie

hydrodynamicznej dezintegracji jako metody wstępnej obróbki w procesie kofermentacji ZON i KK pozwoli na zwiększenie potencjału metanowego wsadu, kierowanego do komór fermentacyjnych, czyli uzyskanie jeszcze wyższej produkcji metanu.

Poddanie procesowi hydrodynamicznej dezintegracji (przy  $E_L=10$  kJ/l) jednego lub obu kosubstratów w mieszaninie ZON i KK przyczyniło się do wyraźnego zwiększenia potencjału metanowego tych mieszanin w stosunku do wsadu niepoddawanego obróbce wstępnej. Najwyższą produkcję metanu obserwowano w mieszaninie ZON i KK, w której dezintegrowano ( $E_L=10$  kJ/l; energia właściwa  $E_w = 254$  kJ/kg s.m.) tylko zagęszczony osad nadmierny, co znalazło odzwierciedlenie w najwyższym potencjale metanowym, wynoszącym 220 Nml/g s.m. Odnotowana wartość  $Y_{CH_4}$  była o 15% wyższa od wartości tego wskaźnika dla mieszaniny ZON + KK 1:1 bez obróbki wstępnej (192 Nml/g s.m.). Dla pozostałych mieszanin ZON + KK 10 kJ/l oraz ZON 10 kJ/l + KK 10 kJ/l również odnotowano zwiększenie potencjału metanowego, lecz nieco niższe, równe odpowiednio 11% i 9%. Obserwowany wzrost wartości  $Y_{CH_4}$  świadczy o tym, iż zastosowana metoda obróbki wstępnej zwiększyła podatność substratu na proces kofermentacji metanowej.

Wykonany bilans energetyczny wykazał, że jedynie w przypadku, gdy procesowi HD przy  $E_L = 10$  kJ/l poddawano tylko ZON, nakłady energetyczne poniesione na obróbkę wstępną były równoważone przez ilość energii dodatkowo wyprodukowanej z metanu podczas kofermentacji mieszaniny ZON 10 kJ/l + KK 1:1, z uwagi na uzyskany w tym wariantcie 15% wzrost jednostkowej produkcji metanu, obliczony w stosunku do wsadu bez obróbki wstępnej (ZON + KK 1:1). W przypadku pozostałych wariantów bilans energetyczny był ujemny.

**W podrozdziale 6.3.** przedstawiono wyniki badań wpływu hydrodynamicznej dezintegracji osadów nadmiernych na zjawisko reflokulacji. Jak już wcześniej wspomniano, jednym z powodów zmniejszenia produkcji metanu w zdeintegrowanych osadach nadmiernych poddawanych procesowi fermentacji metanowej może być zjawisko reflokulacji, czyli ponownego łączenia się rozdrobnionych cząstek osadu w większe aglomeraty. W celu sprawdzenia słuszności tej hipotezy, zdeintegrowane osady ściekowe w procesie HD przy różnych poziomach  $E_L$ , tj. 10, 35 i 70 kJ/l (eksperymenty  $E\_ZON1$ ,  $E\_ZON2$  oraz  $E\_ZON3$ ) Doktorantka poddała badaniom mikroskopowym według opracowanej autorskiej metody analizy obrazu. Obserwacje prowadzono dla próbek ZON natychmiast po dezintegracji oraz po 24 godzinach od momentu dezintegracji.

Wyniki badań mikroskopowych potwierdziły skuteczność hydrodynamicznej dezintegracji osadów nadmiernych, objawiające się rozpadem kłaczków. Zwiększaniu gęstości energii z 10 do 70 kJ/l towarzyszył stopniowy wzrost rozdrobnienia kłaczków osadu. Jednak po 24 godzinach, dla każdej z analizowanych gęstości energii, w próbkach poddanych wcześniej dezintegracji obserwowano ponowne łączenie się kłaczków osadu w większe aglomeraty, co świadczy o zachodzeniu procesu



reflokulacji zdeintegrowanych osadów nadmiernych. Podobnych zmian w strukturze i morfologii kłaczków osadu przed i po 24 godzinach inkubacji próbki nie stwierdzono w przypadku osadów nie poddawanych hydrodynamicznej dezintegracji. Na podstawie analizy tych wyników stwierdzono, że wraz ze wzrostem wartości  $E_L$  użytej w procesie HD zmniejszał się procentowy udział dużych kłaczków o wielkości  $\geq 500$  pikseli. Po 24 godzinach od dokonania dezintegracji, procentowy udział dużych kłaczków ( $\geq 500$  pikseli) dla każdej z analizowanych wartości  $E_L$  był większy niż bezpośrednio po procesie HD. Natomiast udział kłaczków o wielkości  $\geq 500$  pikseli przed i po 24 godz. inkubacji ZON niepoddawanych procesowi HD kształtował się na bardzo zbliżonym poziomie dla wszystkich przeprowadzonych eksperymentów.

W przypadku eksperymentu E\_ZON3 uzyskano bardzo wysoki, ponad 70%, stopień reflokulacji ( $\eta_{R^{24h}}$ ) osadów nadmiernych a uzyskane wartości  $\eta_{R^{24h}}$  wynosiły 86%, 84% oraz 71% odpowiednio dla  $E_L$  10, 35 i 70 kJ/l. W przypadku dwóch pozostałych eksperymentów również odnotowano znaczące wartości  $\eta_{R^{24h}}$ , które zawierały się w zakresach 47-82% i 30-78% odpowiednio dla E\_ZON1 i E\_ZON2. Rezultaty te świadczą, że 24 godziny po dezintegracji osadów nadmiernych dochodziło do ponownego łączenia się kłaczków tych osadów w większe aglomeraty. Wyniki tych badań, bardziej szczegółowo omówione w pracy doktorskiej, wykazały również, że stopień reflokulacji osadów ściekowych nie jest uzależniony wyłącznie od gęstości energii zastosowanej w procesie hydrodynamicznej dezintegracji. Doktorantka stwierdziła, że istotny wpływ mają także morfologia i właściwości kłaczków, wynikające z parametrów technologicznych danej oczyszczalni ścieków. Zdaniem recenzenta istotną rolę odgrywa także przyjęty układ technologiczny konkretnej oczyszczalni ścieków.

**W podrozdziale 6.4.** przedstawiono wyniki badań dotyczących struktury zbiorowisk mikroorganizmów odpowiedzialnych za prowadzenie procesu fermentacji metanowej. Badania bioróżnorodności zbiorowisk mikroorganizmów w reaktorach przeprowadzono metodą sekwencjonowania amplikonu genu rybosomalnego 16S rRNA. Wyniki przeprowadzonych badań mikrobiologicznych wykazały, że skład mikrobioty w badanych próbkach był kształtowany przede wszystkim przez pochodzenie inokulum oraz rodzaj substratu - osadu nadmiernego i kiszonki kukurydzy. Nie stwierdzono natomiast wpływu parametrów dezintegracji hydrodynamicznej na skład mikrobioty.

Sekwencjonowanie amplikonu genu 16S rRNA wykazało, że pomimo dużej liczby wykrytych gatunków, niezależnie od badanych substratów i inokulum oraz zastosowanych parametrów technologicznych, w procesie beztlenowej przeróbki dominowały bakterie i archeony, należące odpowiednio tylko do 5 typów (*Chloroflexi*, *Bacteroidota*, *Firmicutes*, *Actinobacteriota* i *Proteobacteria* - średnio 70% ogółu bakterii) i 2 rzędów (*Methanosarciniales* i *Methanomicrobiales* - średnio 75% ogółu

archeonów). Znacznie większą bioróżnorodnością charakteryzowały się zbiorowiska bakterii, odpowiedzialnych za hydrolizę, acidogenezę i acetogenezę, niż metanogenne archeony.

Na podstawie uzyskanych wyników badań, w **rozdziale 7** przedstawiono krótko wnioski.

**Na podstawie przedstawionych powyżej informacji stwierdzam, że układ pracy doktorskiej, zastosowane metody badawcze, jak również omówienie wyników badań przez Doktorantkę spełniają zwyczajowe wymogi stawiane rozprawom doktorskim.**

#### **4. Elementy nowości naukowej**

Za najbardziej istotne elementy nowości naukowej ocenianej pracy doktorskiej należy uznać:

- Opracowanie przez Doktorantkę autorskiej metody analizy obrazu do badań wpływu hydrodynamicznej dezintegracji osadów nadmiernych na zjawisko reflokulacji.
- Wykazanie, że w zdeintegrowanych osadach nadmiernych, szczególnie przy niskich gęstościach energii, dochodzi do zjawiska reflokulacji, czyli ponownego łączenia się rozdrobnionych cząstek osadu w większe aglomeraty oraz, że efektem tej reflokulacji może być obniżenie biodostępności materii organicznej dla mikroorganizmów prowadzących fermentację metanową, co wpływa na zmniejszenie efektywności procesu fermentacji osadów nadmiernych, a co za tym idzie na obniżenie produkcji biogazu i metanu.
- Wykazanie, że stopień reflokulacji osadów ściekowych nie jest uzależniony wyłącznie od gęstości energii zastosowanej w procesie hydrodynamicznej dezintegracji, a istotny wpływ ma także morfologia i właściwości kłaczków osadu, wynikające z parametrów technologicznych danej oczyszczalni ścieków.
- Ustalenie, że głównym czynnikiem, kształtującym skład zbiorowisk mikroorganizmów prowadzących proces fermentacji metanowej, jest pochodzenie inokulum i rodzaj substratu oraz, że parametry dezintegracji hydrodynamicznej nie mają wpływu na skład mikrobioty.
- Przeprowadzenie kompleksowych badań dotyczących zastosowania hydrodynamicznej dezintegracji, przy różnych gęstościach energii, w stosunku do zagęszczonych osadów nadmiernych, co pozwoliło na wykazanie, że dezintegracja tych osadów, przed ich wprowadzeniem do komory fermentacyjnej, zwiększa efektywność procesu fermentacji.

#### **5. Uwagi krytyczne i szczegółowe**

Doktorantka, jak na tak duży zakres badań i ilość uzyskanych wyników przedstawiła bardzo skrótowo wnioski, zwłaszcza że na 6 przedstawionych wniosków tylko 4 odnoszą się do badań technologicznych, których zakres był bardzo szeroki a wyniki opisano w trzech podrozdziałach rozdziału „Analiza i dyskusja wyników”. Kolejne 2 wnioski odnoszą się do badań mikrobiologicznych, których

wyniki opisano w jednym podrozdziale wymienionego rozdziału głównego. Przy tak „oszczędnych” wnioskach brakuje rozdziału będącego podsumowaniem zrealizowanych badań zwłaszcza, że pewną trudność w czytaniu części pracy obejmującej wyniki i ich dyskusję stanowi bardzo rozbudowane przedstawianie wyników badań literaturowych „wplecione” w wyniki badań Doktorantki.

Doktorantka nie przedstawiła także swojej wizji kierunków dalszych badań. Takie podejście jest ważne, ponieważ świadczy o tym, że Doktorantka ma wizję dalszych eksperymentów i świadomość, że zakres przeprowadzonych badań w ramach doktoratu nie wyczerpuje w pełni analizowanego problemu.

Pomimo powyższych uwag krytycznych należy stwierdzić, że recenzowana praca jest wartościowa merytorycznie, a także starannie opracowana pod kątem edytorskim. Znalezione usterki redakcyjne występują sporadycznie, co dobrze świadczy o zaangażowaniu Doktorantki w uzyskaniu dużej estetyki rozprawy doktorskiej. Poniżej wymieniono uwagi krytyczne i usterki zauważone w pracy.

1. Zdaniem recenzenta w spisie skrótów brakuje wyjaśnienia, co oznacza ASV. Wyjaśnienie tego skrótu znajduje się na stronie 46 pracy, ale potem w całym rozdziale 6.4, chociaż używa się ten skrót wielokrotnie, nie ma przypomnienia jego określenia. Nie jest to skrót powszechnie znany, zwłaszcza dla osób, które nie są mikrobiologami.
2. Strona 32. W zdaniu „*Ostatnim etapem badań było sprawdzenie, czy....*”, jest „pozytywanego” zamiast „pozytywnego”.
3. Strona 35, tabela 5.2. – Obciążenie reaktora zawartością związków organicznych A – jest [kg BZT5/kg s.m.] a powinno być [kg BZT5/kg s.m. · d].
4. Strona 92. W zdaniu „*Na rys. 6.16 przedstawono przykładowe....*”, jest „przedstawono” zamiast „przedstawiono”.
5. Strona 97. W zdaniu „*Efektom tej reflokulacji może być....*” jest „wływa” zamiast „wpływa”, a także jest „mikroorganizmów” zamiast „mikroorganizmów”.
6. Doktorantka często używa zwrotu „badania wykazały”. Powinno być „wyniki badań wykazały”.
7. Doktorantka nągminnie używa zapisu znaków % i °C wstawiając spację między wartością a znakiem, np. 15 %; 4 °C. Prawidłowa zasada jest taka, że „*między wartością liczbową a literowym oznaczeniem miary, czyli skrótem, stawiamy spację, natomiast między wartością liczbową a oznaczeniem miary za pomocą symbolu albo połączenia skrótu i symbolu, spacji nie stawiamy*”. Odnośnie tych regulacji podaję dwa linki wyjaśniające dokładnie to zagadnienie:
  - [https://rip.pan.pl/index.php?option=com\\_content&view=article&id=1045:spacje-w-oznaczeniach-miar&catid=44&Itemid=208](https://rip.pan.pl/index.php?option=com_content&view=article&id=1045:spacje-w-oznaczeniach-miar&catid=44&Itemid=208)
  - <https://sjp.pwn.pl/poradnia/haslo/Odstepy-lub-ich-brak-w-oznaczeniach-jednostek-miar;16709.html>

Zamieszczone uwagi powinny być uwzględnione przy przygotowywaniu publikacji zawierających wyniki pracy.

## 6. Zagadnienia wymagające wyjaśnienia

Poniżej przytaczam pytania, na które będę oczekiwał odpowiedzi:

1. Ponieważ Doktorantka nie przedstawiła wizji kierunków dalszych badań oczekuję informacji w tej sprawie, w szczególności dotyczących faktu, że nie udało się uzyskać dodatniego bilansu energetycznego zakładanego w tezie pracy. Czy zdaniem Doktorantki w procesie dezintegracji hydrodynamicznej możliwe jest osiągnięcie dodatniego bilansu energetycznego?
2. Jakie przesłanki zadecydowały o wyborze przez Doktorantkę kiszonki kukurydzy jako kosubstratu w procesie kofermentacji metanowej i dlaczego nie wykonano badań porównawczych z innym kosubstratem?

## 7. Podsumowanie i wniosek końcowy

Oceniana rozprawa doktorska posiada wysoki poziom merytoryczny oraz wnosi nowe elementy poznawcze w zakresie zastosowania procesu hydrodynamicznej dezintegracji zagęszczonych osadów nadmiernych do zwiększenia efektywności procesu fermentacji metanowej. Praca stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, obrazuje znaczną wiedzę ogólną Doktorantki, a także umiejętność prowadzenia przez Nią badań naukowych, opracowywania wyników i wyciągania wniosków. Praca obejmuje aktualną i ważną tematykę naukową, a uzyskane wyniki dają solidną podstawę do dalszych ciekawych badań, które w przyszłości mogą znaleźć praktyczne zastosowanie.

Podsumowując ocenę przedstawionej do recenzji rozprawy doktorskiej stwierdzam, że **spełnia ona wymagania formalne w odniesieniu do prac doktorskich** oraz odpowiada wymogom zawartym w Ustawie z dnia 14 marca 2003 r. „o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki” (Dz.U. z 2017 r., poz. 1789 z późn. zm.) oraz klasyfikuje się do dyscypliny **Inżynieria środowiska** (zawierającej się w nowej dyscyplinie **Inżynieria środowiska, górnictwo i energetyka**). Dlatego wnioskuję o dopuszczenie Pani mgr inż. Agnieszki Garlickiej do publicznej obrony przed Radą Naukową Dyscypliny Inżynieria środowiska, górnictwo i energetyka.

Jednocześnie doceniając wysoki poziom merytoryczny oraz zawarte w rozprawie nowe elementy poznawcze i naukowe, a także estetykę i staranność edytorską stwierdzam, że **w mojej ocenie praca doktorska mgr inż. Agnieszki Garlickiej zasługuje na wyróżnienie.**

