

prof. dr hab. Kazimierz Szymański

Koszalin, 28. 07. 2022

Politechnika Koszalińska

75-453 Koszalin

ul. Śniadeckich 2

### **Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Justyny Kiper**

**pt. „Metody zagospodarowania osadów ściekowych z ubocznymi produktami spalania  
węgla oraz biomasy”**

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

Senat Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie na posiedzeniu w dniu 30 maja 2022 roku podjął uchwałę nr 122 powołującą moja osobę na recenzenta w przewodzie doktorskim mgr inż. Justyny Kiper pt. "Metody zagospodarowania osadów ściekowych z ubocznymi produktami spalania węgla oraz biomasy" W przygotowanej recenzji zostaną uwzględnione obowiązujące dokumenty prawne - art. 179 ust. 1 Ustawy z dnia 3 lipca 2018 roku, Przepisy wprowadzające ustawę - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. z 2018 r. poz. 1669 z póź. zm.), art. 14 ust. 1 pkt 1, ust. 2 pkt 2 ustawy z dnia 14.03.2003r, o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. nr 65, poz. 595, z późn. zm.) oraz Rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz.U. poz.261). Promotorem rozprawy jest dr hab. inż. Anna Głowacka, prof. ZUT. Rozprawa doktorska została wykonana w Katedrze Inżynierii Środowiska, Wydziału Budownictwa i Inżynierii Środowiska, Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie

## 2. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa została zredagowana na 48 stronach, w tym Doktorantka załączyła 18 rysunków oraz 8 tabel. W rozprawie powołuje się na 61 pozycji literaturowych w tym 24 anglojęzyczne. Integralną część rozprawy stanowi 9 załączników (fotokopie publikacji) oraz załączniki oświadczeń o wkładzie procentowym współautorów poszczególnych publikacji. Do rozprawy dołączono nośnik elektroniczny zawierający omówienie osiągnięć naukowych stanowiących cykl 8 publikacji powiązanych tematycznie z rozprawą. Część tekstowa rozprawy stanowią rozdziały zawierające: hipotezę i cel naukowy podjętych badań, wprowadzenie, selekcję materiałów organicznych oraz mineralnych, przygotowanie i właściwości mieszanek osadowo-popiołowych, przeprowadzenie testów fitotoksyczności, wykorzystanie popiołów do różnych celów, podsumowanie i wnioski, plany badawcze, zestawienia literaturowe, streszczenie, abstract w j. angielskim oraz wykaz załączników.

Doktorantka, przedkładając do oceny osiągnięcia naukowe, jako cykl ośmiu publikacji powiązanych tematycznie, w ramach realizowanej rozprawy doktorskiej pt. **"Metody zagospodarowania osadów ściekowych z ubocznymi produktami spalania węgla oraz biomasy"** spełnia warunki niezbędne do uzyskania stopnia naukowego doktora. Czołowe miejsce należy przypisać współautorskim publikacjom za 70 punktów wg obecnej punktacji MNiSW, posiadające IF - 0,402 opublikowane w *Przemysłe chemiczne* w 2017 roku, jak też publikację wydaną w *Journal of Ecological Engineering* w 2019 roku, nie posiadającą IF. Doktorantka jest również współautorem (dwie osoby) artykułu naukowego za 50 pkt. wg punktacji ministerialnej, opublikowanej w 2021 roku w czasopiśmie *Advances in Environmental Engineering Research in Poland*. W grupie ośmiu publikacji posiada jeden samodzielny artykuł z 2017 roku za 20 pkt, który został opublikowany w *Ecological Engineering & Environmental Technology*. Tę samą 20 punktową ocenę wg MNiSW uzyskał artykuł z 2018 roku, opublikowany w czasopiśmie technicznym *Gaz, Woda i Technika Sanitarna*. Mimo niewielkiej punktacji (5 pkt) stanowią dwa artykuły konferencyjne z 2017 roku, co można pozytywnie ocenić mając na uwadze aktualny etap rozwoju naukowego Doktorantki. Należy również pozytywnie ocenić udział Doktorantki w czasopismach nie zaliczanych do grupy osiągnięć naukowych w tym za 100 pkt w *DESALINATION ND WATER TREATMENT* z 2020 roku oraz za 5 pkt w czasopiśmie *Wodociągi - Kanalizacja*, jak również artykuł zgłoszony do czasopisma *Materials*.

Doktorantka zamieściła je w formie tabelarycznej ( bez numeracji) na stronie 38, jako literatura własna. Wymienione tu artykuły z grupy osiągnięć naukowych, w formie oryginalnych załączników, cytowane są w materiale tekstowym rozprawy doktorskiej . Recenzent nie widzi potrzeby powtórnego recenzowania wymienionych artykułów. Tym niemniej swoje uwagi, pytania itd. wniesie do materiału stanowiącego rozprawę doktorską.

### **3. Analiza i ocena merytoryczna rozprawy**

Doktorantka formułuje trafną hipotezę, która zakłada możliwość tworzenia mieszanek osadowo-popiołowych, których właściwości fizykochemiczne spełniać będą wymogi stawiane materiałom wykorzystywanym na cele przyrodnicze lub przy produkcji materiałów budowlanych w świetle obowiązujących norm i rozporządzeń. Wskazuje przy tym wykorzystanie ich, przykładowo do rekultywacji gleb antropogenicznych, jako materiał przy zamykaniu wyeksploatowanych składowisk a też jako recyklat stanowiący materiał budowlany. Tym samym prowadzone badania i wynikające z nich informacje wykazują szereg elementów aplikacyjnych. Z tak sformułowanej hipotezy wyłaniają się cele naukowe poszczególnych etapów badań, publikowanych w latach 2017 - 2021 w formie monotematycznego zbioru ośmiu opracowań. Ich rangę recenzent przedstawił w rozdziale 2 niniejszej opinii. Doktorantka, poczynawszy od wprowadzenia do tematyki zagospodarowania osadów ściekowych generowanych w oczyszczalniach ścieków, wskazuje na ich stały przyrost w Polsce, jak również w poszczególnych krajach UE. Jak można zauważyć, w warunkach polskich, uwzględniających Ustawę o odpadach z 2013 roku a też Rozporządzenie Ministra Środowiska z 2015 roku, wskazuje na poszczególne metody zagospodarowania komunalnych osadów ściekowych (KOŚ) z dominującą metodą wykorzystania ich w rolnictwie i przekształcaniu termicznym. Jak można zauważyć w niewielkim stopniu osady te trafiają na składowiska odpadów co było zasługą zmiany prawa polskiego w tym zakresie. Inny pozytywny element gospodarki osadowej w Polsce wynika z faktu coraz większego udziału metod przekształcania termicznego. Tym samym można bardzo pozytywnie ocenić prowadzenie badań Doktorantki w zakresie zagospodarowania osadów ściekowych z jednoczesnym wykorzystaniem ubocznych produktów powstających ze spalania węgla i biomasy. Otrzymywany w tym procesie produkt nawozowy, zawierający znaczące ilości substancji organicznej i biogennej w tym związków azotu i fosforu, jak również potasu może stanowić alternatywę nawozową w stosunku do nawozów komercyjnych. Poglądowy schemat postępowania z osadami komunalnymi przeznaczonymi do rolniczego zagospodarowania ilustruje Doktorantka na rysunku 3, korzystając z Ustawy o odpadach z 2013 roku. Zgodnie z

zaleceniami unijnymi wszelkie działania w tym zakresie winny mieć na uwadze na realizacji prowadzenia gospodarki odpadami o obiegu zamkniętym (GOZ). Mamy wówczas taką formę gospodarki odpadami, w której każdy odpad po niewielkim przekształceniu staje się surowcem i może być wprowadzany do obiegu. Możliwa jest przy tym poprawa bilansu energetycznego zakładów oczyszczania ścieków (recykling energetyczny) oraz recykling nawozowy, wykorzystujący potencjał glebotwórczy (nawozowy). Doktorantka oba rodzaje problemów naukowych prezentuje w swoich pracach (1 - 8) wskazujących na możliwości wykorzystania potencjału substancji biogenych zawartych w osadzie ściekowym oraz minerałach zawartych w popiołach z procesu spalania węgla lub biomasy.

Część badawcza rozprawy wymagała pozyskania materiału o walorach substancji organicznych oraz mineralnych. Próbki materiału pochodziły z dwóch komunalnych oczyszczalni ścieków oraz trzech oczyszczalni przemysłowych. Recenzent uważa taki wybór za reprezentatywny. Warto podkreślić, że odpady pochodzenia mineralnego stanowiły popioły ze spalania słomy i drewna w kotłach fluidalnych, popiół lotny z Elektrowni "Dolna Odra" również ze spalania węgla kamiennego pobrane z elektrofiltrów a też popioło-żużel z Elektrowni "Dolna Odra". Równolegle pobierano żużel po spaleniu osadów ściekowych w Oczyszczalni Ścieków "Pomorzany" oraz "Zdroje". Doktorantka przedstawia też diagram blokowy gospodarki osadowej realizowanej na obu oczyszczalniach. Miejsca poboru próbek materiałów do badań szczegółowo omawiają załączone do rozprawy publikacje. W tabeli 1 rozprawy zamieszczono kody poszczególnych odpadów oraz przyjęte oznaczenia poszczególnych próbek. Charakterystykę tych obiektów Doktorantka omawia dość szczegółowo, jednocześnie skład fizykochemiczny osadów ściekowych. Wyniki badań interpretuje, korzystając ze stosownych aktów prawnych. Dla porównania powołuje się na inne oczyszczalnie ścieków zlokalizowane w województwie warmińsko-mazurskim a też na opracowaniach innych autorów. Wyniki tych badań zostały zestawione w tabeli nr 2. Na uwagę i podkreślenie zasługuje wykorzystanie unikalnych metod badawczych, wykorzystujące specjalne techniki analityczne do których możemy zaliczyć: scaningowy mikroskop elektronowy (SEM) Hitachi TM 3000 wyposażony w jednostkę EDS. Pozwoliło to, dzięki poszczególnym zdjęciom widm energetycznych pierwiastków w tym metali ciężkich, na identyfikację obserwowanej powierzchni badanych osadów odwodnionych i wysuszonych osadów z oczyszczalni "Pomorzany" oraz "Zdroje". Jak wynika z cytowanego przez Doktorantkę Rozporządzenia Ministra Środowiska w sprawie komunalnych osadów ściekowych (Dz.U. 2015 poz.257) dot. stosowania komunalnych osadów ściekowych na cele

rolnicze oraz rekultywację gruntów na cele rolne, do rekultywacji terenów na cele nierolne. Analizując wyniki badań wszystkich parametrów, zebranych w tabeli 2, rzeczywiście nie występują tam przekroczenia wartości dopuszczalnych. To jest korzystny wynik dla urzędów, które decydują o możliwościach wykorzystania osadów ściekowych do różnych celów. Jednakże w przypadku niektórych metali, przykładowo chromu, można podjąć dyskusję naukową stwierdzając, że istnieje możliwość kumulacji tego toksycznego pierwiastka w komunalnych osadach ściekowych i kolejne partie osadów mogą dyskwalifikować dalsze użycie osadów do produkcji nawozów. Zjawisko to może występować również w przypadku wykorzystania przemysłowych osadów ściekowych z przemysłu garbarskiego, który stosował niegdyś duże ilości związków chromu w procesie garbowania skór. Możliwe, że nadal stosuje tego rodzaju związki w procesie technologicznym. Recenzent nie widzi potrzeby dokonywania korekty rozprawy. Tym niemniej Doktorantka może dodać kilka zdań o chromie w trakcie obrony rozprawy a już śmiało przy okazji redagowania kolejnych publikacji. Jak mi wiadomo, również w osadach ściekowych pochodzących z pralni dywanów, zlokalizowanej na terenie Pomorza Środkowego stwierdzono podwyższone stężenie związków chromu. Nie były one usuwane w trakcie typowego procesu oczyszczania ścieków, ale odnotowano ich obecność w osadach ściekowych. W pracy nr 5 Doktorantka przy okazji rozważań nad ściekami pralniczymi pominęła w tym medium udział metali ciężkich (oczywiście nie było to obowiązkowe). Bardzo praktyczne i przebadane rozwiązanie zastosowano zajmując się pilotową oczyszczalnią ścieków pralniczych. Kolejne rysunki (7,8, 9) wskazują na znaczący zakres prowadzonych tam badań, uwzględniający również metale ciężkie. W przypadku osadów pobranych z zakładów browarniczych stężenie chromu stwierdzono w serii pomiarowej nr 2 na poziomie ok. 300 mg/kg s.m. Poproszę jednak Doktorantkę o komentarz tego zjawiska na obronie rozprawy. W nawiązaniu do tematu rozprawy, jako szczególnie ciekawy, stwierdzam rozdział zatytułowany "przygotowanie i właściwości mieszanek osadowo-popiołowych". Doktorantka temu zagadnieniu poświęciła dużo uwagi, ze względu na potrzebę doboru mieszanek o korzystnych właściwościach nawozowych, wymagających badań fizykochemicznych i testu fitotoksyczności. Mieszanki te, w przeliczeniu na suchą masę, połączono w stosunku 1 : 1. Skład fizykochemiczny uwzględniał badania zawartości związków nawozowych: N, P, K i metali alkalicznych: Ca i Mg oraz mikrośladników: Cu, Zn, Mn, Mo i Fe. Tabele 4 i 5 ilustrują skład fizykochemiczny tych mieszanek. Badania te uzupełnione o szereg innych składników mieszanek osadowo-popiołowych. Zagadnienie to zostało szczegółowo omówione w recenzowanym materiale i poszczególnych publikacjach. Recenzenta nieco poruszają

określenia typu "na bazie", typowe dla opracowań z dyscypliny *budownictwo*. Proponuję w przyszłości stosować zamiennie "z użyciem, wykorzystaniem itd". Nie dziwi recenzenta podwyższona zawartość cynku w badanym materiale. Pierwiastek ten uznawany jest "za wszędobyłski" i zazwyczaj w ośrodku gruntowym występuje w ilościach nadmiarowych.. Zauważono również przekroczenia w badanych próbkach, w stosunku do obowiązujących aktów prawnych, w przypadku związków kadmu, nieznacznego niklu oraz chromu. Poproszę Doktorantkę o wskazanie prawdopodobnych form występowania tych metali w środowisku gruntowym. Pomocne w wyjaśnieniu mogą być prace naukowe dotyczące tzw. specjacji metali ciężkich w danym środowisku. Częściową odpowiedź na to pytanie znajdujemy w pracach Doktorantki I.2 i I.3. Bardzo pogładowo elementy zawartości składników pokarmowych w poszczególnych mieszankach dla nawozów organiczno-mineralnych ilustruje rysunek 10. Tym samym limituje to wykorzystanie wspomnianych mieszanek w rolnictwie i rekultywacji gruntów na cele rolnicze. Potwierdzenie przydatności poszczególnych mieszanek do szerokiego stosowania przyrodniczego potwierdzają testy fitotoksyczności. Badania te przeprowadzono w dwóch seriach, stosując dwie różne metody badawcze. Pierwsza seria to wykorzystanie ogólnodostępnych narzędzi laboratoryjnych. Metoda ta została bardzo szczegółowo opisana w rozprawie. Druga seria badań fitotoksyczności to wykorzystanie specjalistycznych mikrobiotestów diagnostycznych Phytotoxit. Wykorzystano wówczas roślinę jednolistną (*Sorghum saccharatum*) oraz dwoma roślinami dwuletnimi (*Lepidium sativum*, *Sinapis alba*). Badania są standardowe i pozwalają na obliczenie toksyczności. System klasyfikacji został opracowany na podstawie doniesień literaturowych oraz zestawione na rysunku 11. Druga seria testów, określająca wpływ mieszanek osadowo-popiołowych na wschody roślin testowych wraz z analizą poszczególnych zjawisk ilustruje rysunek 12, natomiast wzrost roślin testowych na przygotowanym podkładzie zamieszczono na rysunku 13. Analiza poszczególnych serii badań na podkładach charakteryzowała się opóźnionym wzrostem roślin z wyjątkiem podkładu przygotowanego z osadu przemysłowego oraz odpadu po spaleniu osadu ściekowego, w którym wystąpiła stymulacja wzrostu korzeni (*Lepidium sativum*) na poziomie 7,4 %. Doktorantka wskazuje również na możliwości wykorzystania popiołów z procesów termicznych osadów ściekowych do celów przyrodniczych i materiałów budowlanych. W pierwszym przypadku to ze względu na zawartość składników nawozowych a w drugim przypadku jako alternatywnych komponentów w produkcji materiałów budowlanych, ze względu na właściwości pucolanowe i hydrauliczne. Możliwe, że największe ilości popiołów trafiają do budownictwa drogowego. Rozdział poświęcony tym zagadnieniom został

rozbudowany o charakterystyki istotne w budownictwie i znajduje znaczące odzwierciedlenie w pracach Doktorantki w tym: I.1, I.2 i I.3. Większość tych badań wykonano z uwzględnieniem stosownych ustaw oraz norm budowlanych. Z tych badań wynikają zestawienia tabelaryczne (tab. 9) oraz opracowania graficzne - dyfraktogramy (rys. 15 - 18), poczynając na badaniach wykorzystujących metodę dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), analizę EDS oraz analizę termogravimetryczną, sprzężoną ze spektrometrią mas (TG - MS). Ten etap rozprawy doktorskiej recenzent ocenia bardzo pozytywnie. Podsumowując stwierdzam, że rozprawa doktorska Opiniowanej zawiera istotne elementy, charakterystyczne dla tego typu opracowań. Została zredagowana z należytą starannością, z zachowaniem właściwej formy językowej i merytorycznej. Znajduje to odzwierciedlenie w załączonych publikacjach. Recenzent kilka uwag i pytań zamieścił w tekście recenzji i prosi o ustosunkowanie się Doktorantki w trakcie obrony rozprawy. Nie rzutują one w żadnym stopniu negatywnie na wartość naukową rozprawy.

#### 4. Podsumowanie i wniosek końcowy

Osiągnięcia naukowe Doktorantki poparte cyklem 8. publikacji powiązanych tematycznie mogą stanowić rozprawę doktorską. Rozprawa zawiera dobrze udokumentowaną hipotezę i zrealizowany cel naukowy podjętych badań. Doktorantka w trakcie badań dokonała selekcji materiałów organicznych oraz mineralnych. Wykorzystała osady ściekowe oraz popioły i żużle, jako materiały odpadowe, do produkcji pełnowartościowych produktów. Wymagało to przeprowadzenia szczegółowych badań właściwości mieszanek osadowo-popiołowych, testów fitotoksyczności oraz popiołów z procesów termicznych. W rezultacie wskazała na możliwości wykorzystanie materiałów odpadowych do różnych celów, co podkreśla aplikacyjny charakter prowadzonych badań. Wyniki badań opublikowała w czasopiśmie naukowych załączonych do recenzji. Rangę tych czasopism recenzent omawia w rozdziale drugim.

Tym samym rozprawę doktorską mgr inż. Justyny Kiper pt. **"Metody zagospodarowania osadów ściekowych z ubocznymi produktami spalania węgla oraz biomasy"** mając na uwadze obowiązujące dokumenty prawne - art. 179 ust. 1 Ustawy z dnia 3 lipca 2018 roku, Przepisy wprowadzające ustawę - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. z 2018 r. poz. 1669 z późn. zm.), art. 14 ust. 1 pkt 1, ust. 2 pkt 2 ustawy z dnia 14.03.2003r, o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. nr 65, poz. 595, z późn. zm.) oraz Rozporządzenie Ministra Nauki i

Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz.U. poz.261) przedkłada Senatowi Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie do dalszego procedowania o nadanie mgr inż. Justynie Kiper stopnia naukowego doktora, w dziedzinie *nauk technicznych*, w dyscyplinie *inżynieria środowiska*.

Krzysztof Symonides