

dr hab. inż. Sylwia Myszograj, prof. UZ
Uniwersytet Zielonogórski
Instytut Inżynierii Środowiska
ul. Z. Szafrana 15, 65-246 Zielona Góra

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Grażyny Pęciak-Foryś

pt.: *Usuwanie azotu z odcieków po odwadnianiu przefermentowanych osadów ściekowych w oczyszczalni ścieków,*

wykonanej pod kierunkiem:

promotora prof. dr hab. inż. Krzysztofa Barbusińskiego
promotora pomocniczego mgr inż. Piotra Niemca

Podstawa opracowania

Podstawą wykonania recenzji rozprawy doktorskiej mgr inż. Grażyny Pęciak-Foryś pt.: *Usuwanie azotu z odcieków po odwadnianiu przefermentowanych osadów ściekowych w oczyszczalni ścieków,* jest pismo z dnia 14.02.2023 r. od Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Śląskiej, Pana prof. dr hab. inż. Andrzeja Rusina.

Struktura i ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej

Rozprawę doktorską Pani mgr inż. Grażyny Pęciak-Foryś pt.: *Usuwanie azotu z odcieków po odwadnianiu przefermentowanych osadów ściekowych w oczyszczalni ścieków,* stanowi tekst zawarty na 145 stronach, uzupełniony 22 rysunkami, 42 wykresami, 10 zdjęciami i 20 tabelami oraz spis 143 cytowanych pozycji bibliograficznych.

W rozprawie doktorskiej w części teoretycznej zamieszczono streszczenia w języku polskim i angielskim, a tekst główny (39 str.) stanowią rozdziały: *Wstęp, Występowanie azotu w środowisku, Teoretyczne założenia procesów biologicznego usuwania azotu ze ścieków, Podstawy usuwania azotu ze ścieków w bocznym ciągu technologicznym.*

W drugiej zasadniczej części rozprawy doktorskiej (105 str.) Autorka przedstawiła kolejno rozdziały: *Teza, cel i zakres pracy, Charakterystyka oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrzu, Koncepcja badań jako potencjał wdrożeniowy wybranej technologii, Strategia badań oraz sposób realizacji planu badawczego, Badania na modelu ANITATMMox[®], Podsumowanie i wnioski*

oraz odpowiednie spisy: bibliografii, rysunków, wykresów, zdjęć i tabel. Załącznik 1 obejmuje opis założeń i parametrów projektowych instalacji do usuwania azotu.

Układ rozprawy doktorskiej należy uznać za prawidłowy.

We wstępie Autorka, odniosła się do konieczności rozwoju nowych technologii usuwania azotu, która wynika m.in. z potrzeby optymalizacji biologicznego oczyszczania ścieków w instalacjach, w których oczyszczanie powstających odcieków z odwadniania osadów ściekowych jest wyzwaniem

technologicznym. Wymieniła podstawowe przesłanki, które skłoniły ją do podjęcia badań w ramach doktoratu wdrożeniowego.

Następnie zamieszczono przegląd literatury.

W rozdziale 2 zatytułowanym *Występowanie azotu w środowisku* w kolejnych, bardzo syntetycznych podrozdziałach Autorka opisała obieg azotu w środowisku, formy oraz stężenie związków azotu w ściekach komunalnych. Nieuzasadniony jest w tym rozdziale podział tekstu na podrozdziały. Wymienione w sześciu punktach zagadnienia opisano na sześciu stronach, z wieloma powtórzeniami. Podane informacje i dane mają raczej charakter wiedzy podstawowej, niż naukowej analizy danych literaturowych, pomimo ich bardzo bogatej dostępności w poruszonym zakresie tematu. Tekst ten można było zredagować jako jeden spójny rozdział.

W rozdziale 3 *Teoretyczne założenia procesów biologicznego usuwania azotu ze ścieków* Autorka skupiła się na opisanu podstaw biochemicznych przemian form azotu w procesach jednostkowych zachodzących podczas biologicznego oczyszczania ścieków: amonifikacji, autotroficznej i heterotroficznej nityfikacji i denityfikacji. Bardzo istotnym z punktu widzenia zakresu badawczego doktoratu wdrożeniowego jest przegląd i opis rozwoju innowacyjnych metod usuwania azotu ze ścieków. Autorka kompleksowo opisała główne technologie, ze szczególnym uwzględnieniem procesu anammox. Zawarła informacje dotyczące m.in. charakterystycznych mikroorganizmów, mechanizmu procesu oraz czynników wpływających na jego efektywność. Rozdział jest czytelnie uzupełniony o schematy technologiczne instalacji.

Rozdział 4 *Podstawy usuwania azotu ze ścieków w bocznym ciągu technologicznym* dotyczy rozwiązań technicznych i problemów wynikających z konieczności oczyszczania odcieków z odwadniania osadów ściekowych. Niestety informacje zawarte na niespełna 3 stronach są pobieżne, w nawet najmniejszym stopniu nie wyczerpują oczekiwanego opisu problemu.

W części teoretycznej rozprawy doktorskiej podano nieprawidłowe sformułowania i niewłaściwe merytorycznie stwierdzenia, tekst zawiera drobne niedociągnięcia edycyjne i stylistyczne.

Przykładowo:

- nieprawidłowe merytorycznie sformułowania, np.
 - str. 13, ...*Występujący w ściekach azot amonowy, jest w części wykorzystywany do budowy nowych komórek mikroorganizmów, a w części jest usuwany w postaci gazowej*;
 - ogólnie w całym tekście: nieprawidłowo stosowany jest zamiennie zapis *amoniak* i *azot amonowy* np. str. 19... *z dwóch etapów utleniania amoniaku do jonów azotanowych ...oraz redukcja azotu na poziomie* w kontekście oceny efektywności jego usuwania;
 - str. 15, stwierdzono, że w ściekach surowych stężenia azotu ogólnego wynoszą od 50 do 100 mg/dm³. Brak konsekwencji opisu, w Tabeli 1 zestawiono wartości, z których 8 pozycji na wymienione 15, to stężenia azotu ogólnego zdecydowanie poniżej 50 mg/dm³;
 - str. 17, ... *obniżenie stężenia ładunku azotu*.

Po zapoznaniu się z przeglądem danych literaturowych można stwierdzić, że w rozdziałach wprowadzających do poruszanych zagadnień wskazane byłoby większe usystematyzowanie podanych informacji, przereferowanie tekstu w aspekcie wykluczenia wielu powtórzeń oraz przeprowadzenie syntetycznej analizy danych literaturowych. Opracowanie części teoretycznej wskazuje na zadowalającą umiejętność Doktorantki do poszukiwania i systematyzowania wiedzy naukowej, w oparciu o wykazaną w spisie literaturę przedmiotu.

Następną część pracy, stanowią rozdziały dotyczące przedstawienia tezy, celu i zakresu pracy, wyników badań i ich dyskusji oraz podsumowania. Ta część pracy uzupełniona jest opracowaniem graficznym wyników badań i analiz: rysunkami oraz tabelami.

W rozdziale 5 dysertacji Autorka sformułowała tezę i określiła cel oraz zakres rozprawy doktorskiej.

Teza rozprawy doktorskiej:

1. *Zastosowanie innowacyjnej technologii deamonifikacji do oczyszczania odcieków pofermentacyjnych pozwoli na zwiększenie efektywności usuwania azotu całkowitego w głównym ciągu technologicznym oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze.*

W tezie wskazane byłoby niestosowanie skrótu w zapisie identyfikującym substrat badań, np.:

Zastosowanie innowacyjnej technologii deamonifikacji do oczyszczania odcieków z odwadniania przefermentowanych osadów ściekowych pozwoli na zwiększenie efektywności usuwania azotu całkowitego w głównym ciągu technologicznym oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze.

Doktorantka następująco określiła cel pracy: *Celem pracy było wykazanie korzyści i zasadności wdrożenia innowacyjnej technologii deamonifikacji do usuwania azotu z odcieków po odwadnianiu przefermentowanych osadów ściekowych w bocznym ciągu technologicznym w oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze.*

Postawiony cel pracy można uznać za użyteczny, i słuszny tym bardziej, że badania prowadzono w ramach doktoratu wdrożeniowego. Istotne i niezbędne jest uzupełnienie przez sformułowanie celu naukowego z jasno sprecyzowanym wskazaniem na oryginalne rozwiązanie problemu naukowego.

Dla realizacji celu rozprawy doktorskiej Doktorantka ustaliła zadania cząstkowe, które stanowią prawidłowo opracowany harmonogram realizacji badań.

W rozdziale 6 Autorka scharakteryzowała zlewnię oraz ciąg technologiczny oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze:

- Punkt 6.3 *Schemat technologiczny ...* stanowi wyłącznie rysunek 15, powinien być włączony do punktu 6.2.
- W następnych podrozdziałach Doktorantka skupiła się na podaniu źródeł, form i stężeń azotu w latach 2018 i 2019. W tej części opracowania zdecydowanie brakuje podania ilości odcieków, niezbędnych do wyliczenia ładunków różnych form azotu.
- W treści rozprawy znajdują się odniesienia np. ... *poniżej 50% wartości projektowej; znacznie przewyższają wartości projektowe*, nie zostały one jednak w żadnym miejscu wymienione.
- Ponadto na str. 55 podano: *Jak wynika z danych Tabeli 6 za lata 2018-2019 średnia ilość odwadnianego osadu to od 100 do 350 m³/d.* We wskazanej tabeli zestawiono stężenia azotu amonowego i azotu ogólnego w odciekach po procesie odwadniania przefermentowanych osadów ściekowych na wirówkach dekantacyjnych.
- Analiza wpływu dodatkowego źródła węgla na efektywność usuwania azotu powinna być uzupełniona o dane dotyczące ilorazu C:N (BZT₅/N).

W kolejnym 7 rozdziale Autorka bardzo szczegółowo opisała wykorzystaną aparaturę, podając charakterystykę techniczną i technologiczną modelu stanowiska badawczego. Na podkreślenie zasługuje wysoka umiejętność planowania badań, wobec kłopotów wynikających z dostępności sprzętu badawczego w czasie pandemii COVID-19. W ramach korekty harmonogramu badań Doktorantka wdrożyła działania zaradcze i zaprojektowała stanowisko badawcze odzwierciedlające część biologiczną (komory nityfikacji i denityfikacji, osadnik wtórny) oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze.

Oprócz danych zestawionych w tabeli 7 wymagającym uzupełnieniem byłoby podanie i porównanie parametrów technologicznych takich jak obciążenie osadu czynnego ładunkiem zanieczyszczeń organicznych (np. kg BZT₅/kg s.m.·d) czy obciążenie bioreaktora ładunkiem zanieczyszczeń organicznych (np. kg BZT₅/m³·d).

W tej części prac Doktorantka przeprowadziła 5 serii badawczych w różnych wariantach obciążenia układu zmiennym ładunkiem azotu ogólnego. Dane zestawione w tabelach w tym rozdziale są mało czytelne. W opisie wyników badań brakuje zdecydowanie wyliczenia efektywności usuwania co najmniej azotu ogólnego (w %) dla każdej serii badawczej. Podano stężenia w ściekach zasilających układ badawczy i ściekach oczyszczonych, oraz efektywność tylko dla V serii (6% azot amonowy i TKN).

Głównym celem tego etapu badań było ustalenie granicznego stężenia azotu ogólnego w mieszaniu ścieków surowych i odcieków z odwadniania przefermentowanych osadów ściekowych zasilających bioreaktor badawczy, które pozwala na uzyskanie założonej efektywności usuwania azotu i zachowania dobrej kondycji osadu czynnego. Doktorantka potwierdziła prawidłową jakość osadu czynnego w komorach denitryfikacji i nityfikacji we wszystkich seriach badawczych, nie odnajdując negatywnego wpływu wysokich obciążeń ładunkiem azotu ogólnego. Natomiast w zakresie efektywności usuwania azotu ogólnego z odcieków ustaliła ich udział w strumieniu ścieków surowych na poziomie 20% jako możliwy do prowadzenia efektywnego procesu denitryfikacji oraz bez inhibicji procesu nityfikacji. Maksymalne dopuszczalne stężenie azotu amonowego określiła na poziomie 200 mg/dm³. Uzyskane dane doświadczalne pozwoliły na potwierdzenie słuszności realizacji dalszych badań wykazując możliwość usuwania azotu z odcieków z odwadniania osadów przefermentowanych.

Do dalszych badań mających na celu wdrożenie nowej technologii oczyszczania odcieków z odwadniania osadów ściekowych w oczyszczalni Śródmieście w Zabrze Doktorantka wytypowała technologię ANITA™Mox. Technologia ANITA™Mox opiera się na usuwaniu azotu w 2 etapach: nityfikacji tlenowej i beztlenowym utlenianiu amoniaku przeprowadzanego przez bakterie Anammox w reaktorze MBBR z zawieszonymi kształtkami z tworzyw sztucznych. W podrozdziale 7.2 *Wybór technologii do przeprowadzenia badań procesu deamonifikacji* Autorka szczegółowo opisała zasadę działania oraz zalety technologii ANITA™Mox.

Do realizacji badań Doktorantka zbudowała model laboratoryjny (obj. bioreaktora 20 dm³), kształtki (typ K5) zaszczerpione bakteriami Anammox pozyskała z Biofarmy oraz z Grupowej Oczyszczalni ścieków Dębogórze w Gdyni. Podczas badań kontrolowano parametry technologiczne i techniczne: obciążenie ładunkiem azotu amonowego, obciążenie hydrauliczne bioreaktora, stężenie tlenu rozpuszczonego, temperaturę i pH, utrzymując wartości tych parametrów na poziomie zalecanym w technologii ANITA™Mox. Badania przeprowadzono w dwóch seriach, przez 6 i 11 tygodni. Celem tego etapu badań było potwierdzenie skuteczności usuwania azotu amonowego z odcieków na poziomie minimum 75% oraz weryfikacja możliwości aplikacji tej technologii w skali technicznej w oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze.

Pierwszy etap badań nie przyniósł oczekiwanych efektów, uzyskano stopień deamonifikacji na poziomie 20%. Doktorantka podjęła działania naprawcze (obniżenie obciążenia hydraulicznego, dokonano korekty pH, kontrolowano stężenie tlenu rozpuszczonego i zoptymalizowano system napowietrzania). Pomimo tych działań nie osiągnięto stabilnego procesu. Uzupełnieniem badań w poszukiwaniu odpowiedzi na zaistniałe problemy technologiczne było wykonanie testu aktywności bakterii Anammox, który potwierdził konieczność przerwania badań.

Po modernizacji modelu laboratoryjnego (system napowietrzania, system cyrkulacji, sondy pomiarowe) przez 11 tygodni Doktorantka skutecznie prowadziła badania (4 tygodnie etap rozruchu, 4 tygodnie adaptacja, 3 optymalizacja). Wyniki badań i ich szczegółowa analiza potwierdziły

jednoznacznie możliwość usuwania azotu z odcieków z odwadniania osadów przefermentowanych. Doktorantka ostatecznie uzyskała wysoką efektywność usuwania azotu ogólnego na poziomie 84%, jednocześnie wskazując na zadowalające obniżenie wartości ChZT (39%) i BZT₅ (42%). Dużą wartość aplikacyjną miało ustalenie parametrów eksploatacyjnych wybranej technologii w wyniku optymalizacji pracy modelu laboratoryjnego.

Przeprowadzone badania i uzyskane wyniki Doktorantka podsumowała ogólnie, nie podając wniosków końcowych. Testy doświadczalne przeprowadzone na modelu laboratoryjnym wskazują na duży potencjał technologii ANITATMMox i możliwość wdrożenia jej w skali technicznej w oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze, tym samym osiągnięto cel doktoratu wdrożeniowego.

Analizując treść pracy i opis wyników należy stwierdzić, że Doktorantka wykazała się umiejętnością analizy wyników badań, ich opracowania graficznego i syntetycznego podsumowania. Na wysoką ocenę zasługuje doświadczalny wkład Doktorantki w rozwiązanie problemu wynikającego z prowadzenia badań naukowych w czasie trwania pandemii. Doktorantka nie ustrzegła się usterek o różnym charakterze: redakcyjnych, stylistycznym i merytorycznych. Ich wykazanie powinno ułatwić Autorce poprawne opracowanie tekstu publikacji w dalszej pracy naukowej.

Pytania do rozprawy doktorskiej:

1. Proszę o zdefiniowanie zrealizowanego celu naukowego badań.
2. Proszę o uzupełnienie informacji dotyczących wartości parametrów projektowych oczyszczalni ścieków Śródmieście w Zabrze. W treści rozprawy znajdują się odniesienia np. *... poniżej 50% wartości projektowej; znacznie przewyższają wartości projektowe*, nie zostały one jednak w żadnym miejscu wymienione.
3. Wątpliwości budzą zapisy dotyczące ilości odcieków i obliczonych ładunków azotu, np. str. 57 *... stężenie azotu zarówno ogólnego jak i amonowego w odciekach średnio wynosi 1000 g/m³ i powyżej, natomiast ładunek ponad 200 kg/d, co stanowi średnio 20% udziału w ściekach surowych*. Proszę o wyjaśnienie i pokazanie obliczeń.
4. Str. 73 i inne, stwierdzono, że zwiększono stężenie osadu czynnego w celu utrzymania stałego obciążenia osadu ładunkiem zanieczyszczeń. Nie podano w żadnym miejscu opisu założonej wartości tego parametru. Proszę o uzupełnienie i podanie parametrów technologicznych takich jak obciążenie osadu czynnego ładunkiem zanieczyszczeń organicznych (np. kg BZT₅/kg s.m·d) oraz obciążenie bioreaktora ładunkiem zanieczyszczeń organicznych (np. kg BZT₅/m³·d).
5. Proszę o analizę wpływu wartości ilorazu C:N (BZT₅/N) na mechanizm usuwania azotu w prowadzonych badaniach z uwagi na chemolitoautotroficzny charakter reakcji w procesie anammox i możliwość inhibicji procesu związkami organicznymi.
6. Proszę o syntetyczne podsumowanie wpływu parametrów (obciążenie hydrauliczne, obciążenie ładunkiem azotu, temperatura, pH i stężenie tlenu) na eksploatację i efektywność procesu ANITATMMox z uszeregowaniem ich znaczenia w prowadzonych badaniach i porównaniem z danymi literaturowymi dla procesu anammox.

Wniosek końcowy

W recenzowanej rozprawie doktorskiej Pani mgr inż. Grażyny Pęciak-Foryś pt.: *Usuwanie azotu z odcieków po odwadnianiu przefermentowanych osadów ściekowych w oczyszczalni ścieków*, przedstawiono rozwiązanie problemu technologicznego w oparciu o wyniki badań o walorach poznawczych i znacznym potencjale aplikacyjnym. Warunki stawiane rozprawom doktorskim, a zarazem cechy, jakie powinna wykazywać dysertacja, zostały określone w art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1668 z późn. zm.). W odniesieniu do tych zapisów stwierdzam, że rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Pani mgr inż. Grażyny Pęciak-Foryś w dyscyplinie Inżynieria środowiska, górnictwo i energetyka. Doktorantka wykazała się umiejętnością samodzielnego prowadzenia badań naukowych. Warsztat metodyczny zaproponowany przez Doktorantkę był odpowiedni dla realizacji celów pracy, odpowiadający współczesnym standardom badań w tej dziedzinie. Przedmiotem rozprawy doktorskiej jest oryginalne rozwiązanie problemu technologicznego, z możliwością zastosowania wyników badań naukowych w sferze gospodarczej.

Mając powyższe na uwadze rozprawę doktorską oceniam pozytywnie i wnioskuję o dopuszczenie Pani mgr inż. Grażyny Pęciak-Foryś do publicznej obrony.

Sylwia Mysiołowej