

Dr hab. inż. Stanisław M. Rybicki  
Wydział Inżynierii Środowiska  
Katedra Technologii Środowiskowych  
Politechnika Krakowska  
Ul. Warszawska 24  
31-155 Kraków

## RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Dominiki Sobotki

*pt.: „Badanie efektywności usuwania azotu ze ścieków w reaktorze sekwencyjnym z granulowanym osadem czynnym”*

### 1. Podstawa formalna opracowania recenzji

Podstawę formalną opracowania recenzji stanowi uchwała Rady Wydziału Inżynierii Lądowej i Środowiska Politechniki Gdańskiej, zlecenie z dnia 21.06.2018 r. oraz umowa o dzieło: opracowanie recenzji rozprawy doktorskiej p. mgr inż. Dominiki Sobotki.

### 2. Przedmiot recenzji i zawartość rozprawy

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska mgr inż. Dominiki Sobotki pt.: „**Badanie efektywności usuwania azotu ze ścieków w reaktorze sekwencyjnym z granulowanym osadem czynnym**”. Promotorem pracy jest Prof. dr hab. inż. Jacek Mąkinia, prof. zw. Politechniki Gdańskiej, a promotorem pomocniczym dr hab. inż. Krzysztof Czerwionka, prof. nadzw. Politechniki Gdańskiej. Praca ma charakter badawczy, zawiera jednak bardzo silną część teoretyczną. Praca o znaczącej jak na rozprawę doktorską objętości 221 stron, składa się z 6 zasadniczych części (z oznaczeniami rzymskimi) składających się na 13 kolejno numerowanych rozdziałów (z oznaczeniami cyframi arabskimi). Tekst zasadniczy poprzedzony jest streszczeniem pracy w języku polskim oraz jego angielskojęzycznym odpowiednikiem (*Summary*) oraz ponadto zawiera wykaz najważniejszych symboli i oznaczeń. Zakończenie pracy stanowią, zamieszczone po wnioskach: Spis pozycji literaturowych, spis rysunków oraz spis tabel i załączników. Bibliografia obejmuje 447 pozycji (doktorantka jest współautorką 4 z nich) z czego w przypadku dwóch publikacji jest pierwszym autorem.

Praca zawiera 29 rysunków oraz 36 tabel w tekście oraz dwudziestodwustronicowy dodatek na który składają się: dane z pomiarów on-line w reaktorze SBR podczas hodowli granulowanego osadu anammox, zestawienie problemów eksploatacyjnych i awarii układu w trakcie hodowli osadu granulowanego anammox. W załącznikach zamieszczono także wykresy: zmiany stężeń form azotu w trakcie testów porcjowych prowadzonych przy różnych

wyjściowych wartościach parametrów wpływu (np. odczynu, proporcji związków azotu, temperatury, stężenia tlenu rozpuszczonego).

Część I – „Wstęp” liczy 7 stron i nie ma wyróżnionych numerycznie rozdziałów, jego treścią jest uzasadnienie ważności tematyki usuwania azotu ze ścieków, szczególnie ze ścieków miejskich, zostały w nim także zasygnalizowane współczesne technologie usuwania azotu. W dalszej części tego rozdziału Doktorantka wyróżniła nienumerowane części „Cykl przemian azotu w oczyszczalniach ścieków” oraz „Cel i zakres pracy”. Autorka stwierdza, że głównym celem pracy jest określenie efektywności usuwania azotu ze ścieków o wysokich stężeniach azotu oraz deficycie związków organicznych w procesie anammox oraz wskazuje na cele cząstkowe prowadzące go osiągnięcia założonego głównego celu pracy, a mianowicie:

- Hodowlę bakterii anammox w reaktorze sekwencyjnym i badanie właściwości wyhodowanego granulowanego osadu anammox;
- Badanie wpływu czynników środowiskowych na szybkość procesu anammox, wśród tych czynników wymieniono : obciążenie ładunkiem azotu, pH, temperaturę oraz sposób napowietrzania).

Część II – „Podstawy teoretyczne” jest najobszerniejsza, liczy bowiem 69 stron i składa się z czterech rozdziałów. W pierwszym z nich, na 10 stronach przedstawiono bardzo klarownie specyfikę ścieków o wysokim stężeniu azotu, kolejny (liczący 16 stron) zogniskowany jest na omówieniu problematyki oczyszczania ścieków o podwyższonych stężeniach azotu wraz z przeglądem i krytyczną analizą metod oczyszczania tego typu ścieków, z przyczyn oczywistych (tematyka pracy) więcej uwagi poświęcono metodom biologicznym. Kolejny rozdział pracy zawiera opis podstaw teoretycznych procesu anammox ze szczególnym uwzględnieniem wpływu czynników środowiskowych (takich jak pH, temperatura, stężenie tlenu rozpuszczonego i ładunek azotu) na szybkość procesu anammox, a także zawiera opis metod rozruchu reaktorów pracujących z wykorzystaniem procesu anammox, 26 tej części czyni ją najdłuższym rozdziałem całej pracy doktorskiej. Kontynuacją jest zestawienie informacji odnośnie charakterystyki oraz mechanizmu granulacji osadu anammox, w tej – liczącej 22 strony – części przedstawiono metody oceny parametrów fizycznych, kinetycznych oraz specyficznej metodyki analizy mikrobiologicznej granulowanego osadu anammox. Część teoretyczną zamyka pięciostronicowy rozdział będący prezentacją możliwości zastosowania procesu anammox do oczyszczania ścieków o wysokich stężeniach azotu w skali technicznej.

Część III – „Metodyka badań”, w trzech rozdziałach, na 19 stronach zawiera opis laboratoryjnych układów badawczych, materiałów wykorzystywanych w trakcie badań oraz procedur badań laboratoryjnych dotyczących wpływu czynników środowiskowych na szybkość procesu anammox wraz z opisem zastosowanych metod analitycznych i statystycznych. Badania prowadzone były na ściekach syntetycznych o składzie powszechnie obecnie stosowanym w badaniach laboratoryjnych.

Część IV – „Wyniki i dyskusja wyników” obejmuje pięć rozdziałów na 62 stronach, jako pierwsze (na 13 stronach) zaprezentowano wyniki dotyczące hodowli granulowanego osadu anammox m.in. przebieg eksploatacji reaktora SBR w trakcie rozruchu i hodowli granulowanego osadu anammox, ocenę właściwości fizycznych granulowanego osadu

anamnox, analizę mikrobiologiczną biocenozy granulowanego osadu anamnox. W kolejnych punktach zamieszczono wyniki badań dotyczących wpływu czynników środowiskowych na przebieg procesu anamnox, w szczególności w rozdziale 10 przedstawiono wyniki badań wpływu ładunku azotu, w rozdziale 11 omówiono wpływ pH, w kolejnym, najobszerniejszym rozdziale 12 wykazano wpływ temperatury a w końcowym rezultaty badań nad wpływem tlenu rozpuszczonego. Doktorantka przyjęła jednolitą strukturę tych rozdziałów, gdyż po przedstawieniu wyników badań własnych, dokonywała obszernej dyskusji uzyskanych rezultatów wobec danych literaturowych.

W przedostatniej części V – „Podsumowanie” przedstawiono wytyczne dotyczące sposobu prowadzenia hodowli biomasy granulowanego osadu anamnox, pozwalające na uzyskanie możliwie najwyższej efektywności usuwania azotu.

Pracę zakończono wnioskami, przedstawionymi w części VI, liczącej pięć stron, które zostaną scharakteryzowane w dalszej części recenzji.

Rozprawę doktorską zamykają spisy: literatury, rysunków oraz tabel a także streszczenie w języku polskim i jego angielskojęzyczne tłumaczenie.

### **3. Ocena merytoryczna rozprawy**

#### **3.1 Ocena doboru tematu i podstaw teoretycznych rozprawy**

Tematyka pracy została dobrana bardzo dobrze, wpisuje się bowiem w obszar tych zagadnień inżynierii środowiska, które dotyczą badań nad rozpoznaniem uwarunkowań efektywności procesów biologicznych i biochemicznych stanowiących o przebiegu relatywnie nowej technologii anamnox. Doktorantka swoimi badaniami nie tylko poszerzyła zakres wiedzy procesowej, ale przedstawiła szereg wniosków i zaleceń eksploatacyjnych bardzo ważnych ze względu na ciągłe podnoszenie wymogów dotyczących ścieków oczyszczonych w zakresie związków azotu.

Cele, które postawiła sobie Doktorantka, szczególnie cel II, który wydaje się być istotniejszy z punktu widzenia badawczego, czyli określenie wpływu czynników środowiskowych na szybkość procesu anamnox, mają duże znaczenie zarówno w warstwie poznawczej jak i wdrożeniowej.

Wysoko należy ocenić przyjętą metodę pracy, która znalazła odzwierciedlenie w układzie tekstu poszczególnych rozdziałów. Polegała ona na bieżącym porównywaniu uzyskanych wyników w badaniach własnych Doktorantki z dokonaniem innych zespołów badawczych z najlepszych ośrodków badawczych, zajmujących się tą tematyką. Zwiększyło to objętość pracy doktorskiej oraz wydłużyło liczbę referencji literaturowych, ale stworzyło bardzo silne merytorycznie podstawy do dyskusji wyników.

Doktorantka nie wskazała też swojej pracy, ograniczając się do wyspecyfikowania jej celów. Taka decyzja jest wielką rzadkością we współczesnych rozprawach doktorskich, należy jednak zwrócić uwagę, iż nie istnieje wymóg formalny postawienia i udowodnienia tezy, gdyż obowiązujące Rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19. stycznia 2018 roku w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności

w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz.U.2018, poz.261) nie zawiera w ogóle pojęcia tezy pracy doktorskiej. Recenzent uważa takie postępowanie, polegające w pracach badawczych na rezygnacji z tezy na korzyść wyraźnego postawienia celów, za jak najbardziej właściwe. Doktorantka prowadząc badania, w przeważającej części poszerzając granice wiedzy dotyczącej procesu anammox, nie chciała zapewne antycypować co kryje się w nieznanym (lub nie do końca rozpoznanym) obszarze czynników wpływających na przebieg badanego procesu. Takie podejście świadczy o dużej profesjonalnej dojrzałości Autorki jako naukowca. Dlatego kolejną część niniejszej recenzji pracy doktorskiej dotyczyć będzie osiągnięcia celów postawionych we wstępie do rozprawy.

### 3.2. Cele rozprawy oraz ocena stopnia ich osiągnięcia

Doktorantka postawiła sobie dwa cele :

- I. Hodowlę bakterii anammox w reaktorze sekwencyjnym i wykonanie badań właściwości wyhodowanego granulowanego osadu anammox;
- II. Badania/określenie wpływu czynników środowiskowych na szybkość procesu anammox, wśród tych czynników wymieniono: obciążenie ładunkiem azotu, pH, temperaturę oraz sposób napowietrzania.

Wyniki prac badawczych wskazują jednoznacznie, że cele te zostały w pełni osiągnięte, a wybór metod badawczych i końcowa interpretacja uzyskanych wyników zostały dokonane w sposób właściwy i gwarantujący realizację postawionych celów. Koncepcja badań zawarta w pracy stanowi osiągnięcie własne Autorki, a przyjęty plan badań i metodyka jego realizacji znajdują uzasadnienie w aktualnym stanie wiedzy, który obejmuje zagadnienia z zakresu zarówno badań podstawowych jak i wskazania zaleceń praktycznych do wdrożenia w przedsiębiorstwach eksploatacyjnych.

Uzyskane wyniki doprowadziły do sformułowania wniosków końcowych, z których za najważniejsze należy uznać następujące stwierdzenia:

- i. W zakresie hodowli bakterii i badań właściwości wyhodowanego osadu:
  - a. Rozruch reaktora SBR zaszczepionego pozbawioną aktywności biomasą zawierającą kultury bakterii anammox zakończył się powodzeniem, a sześćdziesięciodniowy czas rozruchu badanego reaktora był krótszy niż czasy prezentowane w literaturze;
  - b. Wykazano, iż w wyhodowanym granulowanym osadzie anammox dominowały bakterie z rodzaju *Candidatus Brocadia*;
- ii. W zakresie określenia wpływu czynników środowiskowych na szybkość procesu anammox:
  - a. Najwyższą efektywność usuwania azotu uzyskano w warunkach zbliżonych do warunków hodowli granulowanego osadu anammox prowadzonej w reaktorze SBR tj. temperatura (30°C), pH (8,0), warunki beztlenowe (0,0 g m<sup>-3</sup>) oraz obciążenie ładunkiem azotu (< 2,2 kg N m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>).

- b. Wykazano, iż zarówno stężenie tlenu, jak i sposób napowietrzania reaktora SBR, mają wpływ na szybkość usuwania azotu. Bardziej korzystne warunki do rozwoju bakterii anammox w układzie deamonifikacji stwarzają układy z naprzemiennym napowietrzaniem niż układy z ciągłym napowietrzaniem.
  - c. Ciągłe napowietrznie nawet w niewielkim stężeniu ( $0,4 \text{ g O}_2 \text{ m}^{-3}$ ), powodowało większą inhibicję procesu anammox niż pojawiające się w reaktorze okresowe wysokie stężenia tlenu ( $1 \text{ g O}_2 \text{ m}^{-3}$ ).
  - d. Stwierdzono, iż pomimo zasilania reaktora substratem o składzie sprzyjającym rozwojowi bakterii anammox w wyhodowanych granulach osadu wraz z bakteriami anammox występowały jeszcze inne bakterie (m.in. AOB, bakterie heterotroficzne) prowadzące równoległe odrębne procesy biochemiczne, które miały bezpośredni wpływ na efektywność usuwania azotu w reaktorze SBR.
  - e. Badania wykazały zmienność stechiometrii procesu usuwania azotu w zakresie, przede wszystkim w proporcji  $\text{NO}_3^-/\text{NH}_4\text{-N}$ .
- iii. W zakresie możliwości aplikacyjnych:
- a. Udowodniono, że w warunkach wysokiego obciążenia reaktora ładunkiem azotu ( $2,2 - 2,4 \text{ kg N m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ ), głównym inhibitorem procesu anammox był  $\text{HNO}_2$ , a nie jak zazwyczaj zakładano  $\text{NH}_3$ .
  - b. Badania wykazały, iż możliwa jest stabilna i efektywna ( $E_{\text{fAN}} > 80\%$ ) praca reaktora SBR z granulowanym osadem anammox w temperaturze poniżej  $15^\circ\text{C}$ , co jest istotne z uwagi na możliwość zastosowania wyhodowanego osadu anammox do usuwania azotu w ciągu głównym oczyszczania ścieków, gdzie temperatura procesu waha się w przedziale  $12\text{-}22^\circ\text{C}$ .

Wymienione wyniki świadczą o osiągnięciu w pełni założonych celów badań i prac studialnych realizowanej rozprawy doktorskiej.

### 3.3. Ocena naukowej wartości rozprawy

W swojej pracy Doktorantka:

1. Podjęła ambitny i trudny temat o wyjątkowo dużym znaczeniu dla nowoczesnej eksploatacji oczyszczalni ścieków, szczególnie tych, które zobligowane są do wysokoefektywnego usuwania azotu.
2. Krytycznie i czytelnie przedstawiła swoje zdanie na temat znaczącej ilości pozycji literatury naukowo-badawczej krajowej i zagranicznej, na podstawie której: uzasadniła zasadność podjęcia wybranej przez Doktorantkę tematyki, sprecyzowała obszar własnego problemu badawczego oraz wyznaczyła jednoznaczne cele badań, a także opracowała stanowiska badawcze wraz z metodyką pozwalającą na realizację tego przedsięwzięcia.
3. Samodzielnie przeanalizowała różne technologie usuwania azotu, opisane w literaturze, mogące prowadzić do wyboru właściwej metody analizy zjawiska i trafnie wybrała te z nich, które stanowiły podstawę do interpretacji uzyskanych wyników badań własnych.

4. Przeanalizowała oraz zinterpretowała obszerny materiał badawczy, według metodyki, która stanowi własny dorobek Doktorantki.
5. Przedstawiła szczegółowo sposób hodowli osadu granulowanego dającego w efekcie podstawę do pełnoskalowego stosowania procesu anammox w oczyszczalniach ścieków, w tym – co jest szczególnie cenne – wykazała możliwość udanego stosowania procesu w głównym strumieniu ścieków, przy temperaturze w zakresie 12-22°C;
6. Wskazała na wpływ najważniejszych czynników technologicznych na efektywność badanego procesu; szczególnie cenne są badania nad inhibicją procesu;
7. Bardzo duży zakres i szczegółowość wyników badań dały obraz specyficznych problemów z jakimi muszą się zmierzyć jednostki wdrażające nowoczesną, lecz wymagającą operacyjnie metodę anammox, co z kolei pozwoliło na pokazanie w jaki sposób metodyka ta może być wykorzystywana w praktyce przedsiębiorstw i jednostek odpowiedzialnych za oczyszczanie ścieków.

#### 4. Uwagi końcowe

##### 4.1 Uwagi o charakterze dyskusyjnym

1. Temat pracy – w szczególności użycie określenia „*Badanie efektywności usuwania azotu ze ścieków (...)*” – wydaje się Recenzentowi za mało podkreślające rzeczywiste osiągnięcia Doktorantki, wydaje się, że bardziej celowym – wobec bardzo dobrze udokumentowanych rezultatów badań byłby mocniejszy tytuł np. : „*Określenie najważniejszych czynników środowiskowych warunkujących usuwanie azotu ze ścieków (...)*”.
2. Zakres temperatury w którym prowadzono pomiaru wpływu tego parametru technologicznego na efektywność procesu określono na 10-55°C dla wpływu krótkotrwałego i 11-30°C dla wpływu długotrwałego. Recenzent uważa za wskazane wyjaśnienie w trakcie obrony, dlaczego takie właśnie zakresy zostały przyjęte do planu badań?
3. W pktcie 10.2 „*Zmienność stechiometrii procesu usuwania azotu*”, Doktorantka analizowała zmianę stechiometrii procesu usuwania azotu  $\text{NH}_4\text{-N}:\text{NO}_2\text{-N}:\text{NO}_3\text{-N}$ , w trakcie długoterminowej hodowli granulowanego osadu anammox oraz wpływu obciążenia ładunkiem azotu na szybkość procesu anammox. Na str. 127 skonstatowano cyt.: „*W okresie pierwszych 130 dni pracy reaktora SBR stosunek  $\text{NO}_3\text{-N}/\text{NH}_4\text{-N}$  był bardzo zmienny. Następnie jego wartość się ustabilizowała i utrzymywała na poziomie  $(-0,03 \pm 0,18)$ . Można zaobserwować, że uzyskana w badaniach własnych wartość była znacznie niższa niż uznawana za typową(...)*”. Wartość uzyskana przez Doktorantkę jest bardzo niska, w dodatku referencja, na którą powołano się w wyjaśnieniu, jako na cyt.: „*Porównywalną, równie niską wartość  $\text{NO}_3\text{-N}/\text{NH}_4\text{-N}$  (którą-SMR) uzyskali w swoich badaniach Tang i wsp. (2009) oraz Chamchoi i Nitorisavut (2007)*” była wyraźnie wyższa niż uzyskana przez Autorkę (dodatnie 0,04). Recenzent proponuje wyjaśnienie tej kwestii w trakcie obrony.

## 4.2 Uwagi dotyczące redakcji tekstu

1. W ocenie pracy w zakresie edytorskim należy stwierdzić, że:
  - a. recenzowana rozprawa doktorska została napisana według ogólnie przyjętego, klasycznego układu powiązanych ze sobą części i rozdziałów;
  - b. układ pracy jest czytelny, a poszczególne rozdziały tworzą układ wynikowy, co jest szczególnie cenne wobec silnego aspektu praktycznego pracy;
  - c. rysunki i tabele są czytelne, choć zawierają bardzo obszerną dawkę danych;
  - d. spis tabel, rysunków oraz ważniejszych skrótów i symboli znacznie ułatwia poruszanie się w tekście rozprawy.
2. Bibliografia pracy doktorskiej, odzwierciedla nadzwyczaj staranne i dogłębne studia literaturowe, stanowiące bardzo silny fundament recenzowanej pracy doktorskiej. Należy tu podkreślić właściwe korzystanie z literatury krajowej i światowej, co jest niełatwe wobec dużej liczebności publikacji w zakresie technologii usuwania azotu ze ścieków. Na 447 wybranych przez Doktorantkę pozycji literaturowych 22 to pozycje w języku polskim, natomiast kolejne 36 to pozycje w języku polskim autorów afiliowanych w polskich jednostkach badawczych. Doktorantka zachowała też właściwe proporcje dotyczące wieku publikacji, gdyż jedynie ok. 3% stanowią pozycje wydane przed 20 i więcej laty (są to pozycje fundamentalne, ponadczasowe) ok.21% to pozycje wydane pomiędzy 10 a 20 lat temu, pozostałe ok. 76% to artykuły z ostatniej dekady. Także przegląd jednostek zagranicznych, z których publikacje te pochodzą świadczy o bardzo dobrym rozpoznaniu stanu wiedzy przez Doktorantkę.
3. Bardzo obszerne studia literaturowe i ich nadzwyczaj czytelne przedstawienie pozwalają wyrazić nadzieję, że ten obszerny fragment pracy doktorskiej stanie się osnową podręcznika akademickiego i/lub podręcznika dla profesjonalistów, bardzo potrzebnego obecnie wobec coraz szerszego stosowania procesu anamnox w krajowych oczyszczalniach ścieków.
4. Tekst został nadzwyczaj starannie sprawdzony, recenzent dopiero w trakcie trzeciego czytania znalazł nieznaczną niekonsekwencję stylistyczną polegającą na stosowaniu liczby pojedynczej i mnogiej w stosunku do jednego podmiotu w jednym zdaniu. Pewne wątpliwości budzi użycie sformułowania cyt.:”*strumień wód poosadowych stanowi zaledwie 1-2,5% ilości ścieków(...)*”; wydaje się wskazane uściślenie, że zapewne chodzi o natężenie dopływu.

Uwagi te w żaden sposób nie obniżają poziomu merytorycznego i ogólnej, bardzo wysokiej oceny dysertacji, której siłą jest duży zestaw dobrze udokumentowanych wyników badań laboratoryjnych prowadzonych przez Doktorantkę.

## 5. Wniosek końcowy

Rozprawa doktorska Pani mgr inż. Dominiki Sobotki pt.: *Badanie efektywności usuwania azotu ze ścieków w reaktorze sekwencyjnym z granulowanym osadem czynnym* została wykonana na wysokim poziomie naukowym i zawiera wyniki oryginalnych badań. Autorka wykazała w pracy doktorskiej bardzo dużą wiedzę i udowodniła, że posiada umiejętność samodzielnego prowadzenia badań. Zastosowane w pracy metody badań i ich interpretacja są właściwe, wyniki badań zasługują na szerokie rozpropagowanie. Szczególnie cenne jest wykazanie możliwości efektywnego prowadzenia procesu na strumieniu ściekowym w niskiej temperaturze.

Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska Pani mgr inż. Dominiki Sobotki pt.: *Badanie efektywności usuwania azotu ze ścieków w reaktorze sekwencyjnym z granulowanym osadem czynnym* spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim określone Rozporządzeniem Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19. stycznia 2018 roku w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz.U.2018, poz.261)” i dlatego wnioskuję o przyjęcie rozprawy przez Radę Wydziału Inżynierii Lądowej i Środowiska Politechniki Gdańskiej i dopuszczenie do publicznej obrony.

Jeśli zasady obowiązujące na Politechnice Gdańskiej wymagają, aby wniosek o wyróżnienie pracy zawarty był w recenzji, proszę traktować konkluzję mojej recenzji jako wniosek o wyróżnienie pracy doktorskiej p. mgr inż. Dominiki Sobotki.



Kraków, 09 września 2018r.