



**AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE**

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej

Katedra Techniki Ciepłej i Ochrony Środowiska

**Prof. dr hab. Aneta Magdziarz**

Kraków, 31 lipca 2024 r.

## **RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ**

**Pana mgr. inż. Vishwajeet**

**pt.: „Hydrothermal carbonisation and plasma gasification of sewage sludge”**

**wykonanej w Politechnice Wrocławskiej**

**na Wydziale Mechaniczno-Energetycznym**

**Promotorzy: dr hab. inż. Tomasz Hardy, prof. PWR  
dr Amit Arora**

### **1. Podstawa opracowania**

Niniejsza recenzja rozprawy doktorskiej Pana mgr. inż. Vishwajeet opracowana została na podstawie pisma dr hab. inż. Bartosza Zajączkowskiego, prof. uczelni, Zastępcy Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka z dn. 16.05.2024 r., otrzymanego w dniu 19.06.2024 r.

### **2. Wprowadzenie**

Osady ściekowe to pozostałości z oczyszczania ścieków, w tym osady z komór fermentacyjnych oraz innych instalacji wykorzystywanych do oczyszczania ścieków. Ilość i skład osadów ściekowych zależy od rodzaju ścieków oraz od metody ich oczyszczania. Pomimo tego, że osady ściekowe stanowią niewielką część objętości przetwarzanych ścieków to mogą stanowić potencjalne zagrożenie dla środowiska, jeśli nie są właściwie zagospodarowane, ze względu na zawartość metali ciężkich, mikroorganizmów patogennych (tj. bakterie, wirusy), farmaceutyków, a także mikroplastików. Jednocześnie osady ściekowe zawierają dużą ilość substancji organicznych i pierwiastków biogennych, w związku z tym mogą być wykorzystywane w rolnictwie jako nawozy (źródło azotu i fosforu), do produkcji kompostu oraz w rekultywacji zdegradowanych terenów. W związku z tym odpowiednie zarządzanie

Wydział Mechaniczno-Energetyczny

osadami ściekowymi jest priorytetowe szczególnie w kontekście gospodarki o obiegu zamkniętym oraz ograniczonych zasobów surowcowych, z których pozyskuje się fosfor. Według GUS<sup>1</sup>: „w 2022 roku w oczyszczalniach ścieków przemysłowych i komunalnych wytworzono 1012,4 tys. ton suchej masy osadów ściekowych. Zaobserwowano wzrost przekształcania termicznego osadów o 15%”.

Badania naukowe dotyczące termochemicznego przetwarzania osadów ściekowych są niezbędne, przede wszystkim z powodów środowiskowych, technologicznych, ekonomicznych oraz stosowania się do obowiązujących przepisów prawnych w Polsce i Unii Europejskiej. Zgodnie z Ustawą o odpadach (Dz.U. 2020 poz. 797) oraz Rozporządzeniem Ministra Środowiska w sprawie składowisk odpadów (Dz.U. 2019 poz. 1396) osady ściekowe muszą być odpowiednio przetworzone, aby zminimalizować ich negatywny wpływ na środowisko. Dlatego termochemiczne przetwarzanie osadów ściekowych jest jednym z zalecanych sposobów postępowania z takimi odpadami.

Termochemiczne przetwarzanie osadów ściekowych w procesach tj. hydrotermiczne uwęglanie (*ang. Hydrothermal carbonization*, HTC), piroliza, zgazowanie oraz spalanie, umożliwia znacząco redukując objętość osadów, co zmniejsza ilość ich składowania i obniża koszty związane z zarządzaniem. Przetwarzanie osadów ściekowych pozwala na odzysk energii i surowców, np. w procesie HTC i pirolizy otrzymujemy tzw. biowęgiel, który może być zastosowany jako nawóz lub materiał do sekwestracji węgla, w procesie zgazowania – gaz, który może być źródłem energii lub surowcem w procesach chemicznych. Badania w obszarze termochemicznego przetwarzania osadów ściekowych prowadzą do rozwoju bardziej efektywnych i ekonomicznie opłacalnych metod ich przetwarzania, a także wpływają na ochronę środowiska oraz przyczyniają się do bardziej wydajnego wykorzystania zasobów chroniąc surowce naturalne. Hydrotermiczne uwęglanie jest technologią przetwarzania odpadów (w tym osadów ściekowych) do bardziej jednorodnej i skondensowanej energetycznie formy. Z powodu dużej zawartości wody w osadach ściekowych technologia HTC jest optymalnym sposobem ich utylizacji. Otrzymany w ten sposób biowęgiel (tzw. *hydrochar*) ma znacznie mniejszą objętość niż pierwotny materiał oraz jest to bardziej stabilna forma materiału węglowego, który nie jest podatny na biodegradację. Dodatkowo, z roztworu wodnego po procesie HTC można odzyskać składniki odżywcze, takich jak fosfor i azot, przyczyniając się do zamknięcia cyklu biogeochemicznego tych pierwiastków. Wytworzony w procesie HTC biowęgiel można również poddać procesowi zgazowania w celu otrzymania gazu syntezowego. Zastosowanie zgazowania plazmowego tj. wysokich temperatur powoduje, że większość materiału organicznego zostaje przekształcona w gaz, co minimalizuje ilość pozostałości stałej po procesie.

Recenzowana rozprawa doktorska przedstawia wyniki badań dotyczące ww. problemu naukowego. Doktorant, mgr inż. Vishwajeet podjął się badań naukowych w zakresie hydrotermicznego uwęglania osadów ściekowych, następnie zgazowania plazmowego otrzymanych biowęgla i wykorzystania pozostałości stałej po zgazowaniu.

---

<sup>1</sup> Główny Urząd Statystyczny, Ochrona środowiska 2023, Warszawa

Dzięki tak zaplanowanym badaniom Doktorat dowiódł, że osady ściekowe można zagospodarować zgodnie z ideą gospodarki o obiegu zamkniętym.

Biorąc pod uwagę powyższą analizę, stwierdzam, że podjęta przez Doktoranta tematyka zagospodarowania osadów ściekowych w procesach termochemicznych jest w pełni uzasadniona i interesująca, z punktu widzenia naukowego i aplikacyjnego. Doktorant udowodnił, że posiada wiedzę dotyczącą aktualnych problemów i wyzwań w obszarze gospodarki odpadami. Moim zdaniem, rozprawa doktorska mgr. inż. Vishwajeet pt. „*Hydrothermal carbonisation and plasma gasification of sewage sludge*” jest ważna pod względem poznawczym i użytecznym oraz jest zgodna ze współczesnymi trendami naukowymi.

### **3. Zakres rozprawy doktorskiej**

Rozprawa doktorska mgr. inż. Vishwajeet napisana jest w języku angielskim, liczy 116 stron i składa się z 6 rozdziałów obejmujących: streszczenie po polsku i angielsku, krótkie wprowadzenie, cel pracy, charakterystykę materiału badawczego i opis metodyki badań, wyniki i analizę badań eksperymentalnych, podsumowanie i wnioski końcowe, a także plan dalszych badań. Rozprawę kończy spis literatury obejmujący 157 pozycji (w tym 1 pozycja, której Doktorant jest współautorem). W pracy nie zamieszczono spisu rysunków, tabel oraz wykazu skrótów i symboli.

Rozprawę rozpoczyna bardzo syntetyczne wprowadzenie do tematu pracy, zawierające charakterystykę osadów ściekowych, informacje dotyczące regulacji prawnych w zakresie zarządzania osadami oraz opis metod: hydrotermicznego uwęglania i zgazowania plazmowego. Szkoda, że na podstawie przeglądu stanu wiedzy Doktorant nie sformułował wniosków, wskazując na istnienie luki badawczej w obszarze termochemicznego przetwarzania osadów ściekowych. Wskazał natomiast, że praca odnosi się do tzw. SDG (z ang. *Sustainable Development Goals*) czyli Celi Zrównoważonego Rozwoju, a konkretnie do SDG 7, 9 i 13 czyli odpowiednio: czysta i dostępna energia; innowacyjność, przemysł, infrastruktura; oraz działania w dziedzinie klimatu.

Jako główny cel pracy Doktorant wskazał zbadanie możliwości termicznej utylizacji osadów ściekowych z wykorzystaniem metody hydrotermicznego uwęglania oraz zgazowania plazmowego. W zakresie badań uwzględnił również wykorzystanie pozostałości stałej po zgazowaniu jako surowca w branży budowlanej. Moim zdaniem istotnym uchybieniem jest brak postawionych tez rozprawy. Tezy pomagają skoncentrować badania na konkretnych pytaniach i problemach. Ponadto, pozwalają one łatwiej ocenić czy badania zostały przeprowadzone zgodnie z założeniami i czy postawione pytania zostały odpowiednio zbadane/przeanalizowane i rozwinięte. Autor pracy powinien dostarczyć dowody i logiczne argumenty, aby poprzeć swoje tezy, co podnosi wartość naukową pracy.

Rozdział 2 obejmuje charakterystykę materiału badawczego i opis metodyki badań oraz zastosowanych metod analitycznych. Do badań Doktorant wybrał cztery rodzaje

osadów ściekowych (materiał pierwotny, wtórny i po fermentacji beztlenowej), które poddał procesowi hydrotermicznego uwęglania, a następnie otrzymany biowęgiel – zgazowaniu plazmowemu. Proces HTC prowadził w laboratoryjnym reaktorze w czterech temperaturach 180, 200, 225 i 300 °C dla dwóch czasów przebywania 5 minut i 1 godzin oraz 4 godziny dla jednej z próbek osadu ściekowego. Istotnym elementem procesu HTC jest etap odfiltrowania wody poprocesowej od części stałej, którego metodykę Doktorant przedstawił w podrozdziale 2.3. Podrozdział 2.4 Doktorant poświęcił szczegółowemu omówieniu procedur analitycznych, które zastosował podczas wyznaczania parametrów fizykochemicznych osadów ściekowych i produktów ich termochemicznego przetwarzania. W ramach realizacji badań Doktorant wykonał: analizę elementarną tj. oznaczenie zawartości C, H, N i S; analizę termiczną TG/DTA; oznaczenie ciepła spalania, a także zastosował następujące techniki instrumentalne: atomową spektroskopię emisyjną; atomową spektroskopię absorpcyjną oraz skaningową mikroskopię elektronową. Omówienie metodyki oraz specyfiki procesu zgazowania Doktorant zamieścił w podrozdziale 2.5. Doktorant szczegółowo opisał technologię procesu zgazowania jako obiecującą w zakresie zarządzania odpadami i odzyskiwania energii, przynoszącą korzyści środowiskowe i ekonomiczne pomimo złożonego i kosztownego procesu. Podkreślił również innowacyjność zastosowanych rozwiązań technicznych układu laboratoryjnego do zgazowania plazmowego. Podał dokładne parametry procesu i przedstawił schemat stanowiska badawczego. Opis zakresu badań kończy omówienie wykorzystania popiołu (produktu ubocznego) ze zgazowania plazmowego osadów ściekowych do produkcji płytek, jest co bardzo dobrym rozwiązaniem w kontekście gospodarki o obiegu zamkniętym i produkcji tzw. produktów o wartości dodanej.

W rozdziale 3 Doktorant przedstawił wyniki swoich badań i ich analizę. Rozdział rozpoczyna się od analizy składu chemicznego biowęgla otrzymanych w procesie HTC w różnych warunkach. Charakterystyka biowęgla obejmowała badania: i) termicznego zachowania się biowęgla w atmosferze powietrza i azotu z wykorzystaniem analizy termogravimetrycznej (w pracy przedstawiono krzywe TG i DTG); oraz ii) kinetyki – na podstawie wyników TG wyznaczono energię aktywacji. W podrozdziale 3.2 Doktorant przedstawił procedurę i efektywność odwodnienia osadów ściekowych po zastosowaniu procesu HTC. Podrozdział 3.3 dotyczy procesu zgazowania biowęgla i analizy składu gazu otrzymanego w tym procesie oraz analizy elementarnej popiołu powstającego po zgazowaniu plazmowym. Omówiono skład chemiczny popiołu oraz wyniki badań w kontekście ich wpływu na środowisko i możliwości dalszego wykorzystania. Dodatkowo Doktorant przedstawił wyniki analizy mikroskopowej pozostałości stałej po procesie zgazowania. Analiza SEM i EDX dostarczyła informacji o budowie morfologicznej i rozkładzie pierwiastków, co pomaga w zrozumieniu zachodzących zmian strukturalnych i chemicznych podczas procesu. Ostatnią część rozdziału 3 stanowią wyniki badań dotyczące zastosowania popiołu powstającego po zgazowaniu plazmowym do produkcji płytek ceramicznych.

W rozdziale 4 Doktorant przedstawił podsumowanie i wnioski końcowe, z których wynika, że osiągnął zakładane cele naukowe. Pomimo realizacji założonego planu badawczego, Doktorant widzi konieczność dalszych badaniach, m.in. planuje wykonanie badań biowęgla w kierunku ich zastosowania do uzdatniania wody, zastosowania katalizatora w procesie HTC oraz zwiększenia wydajność w procesie zgazowania plazmowego.

Oceniając stronę edytorską rozprawy doktorskiej, stwierdzam, że układ pracy czasami jest chaotyczny, brakuje usystematyzowania pewnych pojęć i wprowadzenia skrótów oznaczeń np. dla poszczególnych próbek i analiz. Doktorant nie uniknął błędów edytorskich, interpunkcyjnych, stylistycznych i innych. Powyższe uwagi nie rzutują na zrozumienie przedstawionego zagadnienia badawczego.

#### **4. Ocena rozprawy**

Recenzowaną rozprawę oceniam pozytywnie. Temat rozprawy odpowiada zawartości pracy. Wybór tematu i zakres pracy wynikają z aktualnego stanu wiedzy, a przede wszystkim z aktualnego zapotrzebowania na rozwój technologii przetwarzania osadów ściekowych. Doktorant jasno zdefiniował cel badawczy, który zrealizował wykonując szerokie spektrum badań laboratoryjnych, a zastosowane metody badawcze zostały dobrane adekwatne do zakresu badań. Podsumowując, stwierdzam, że cel pracy został osiągnięty.

Wartość naukowa i merytoryczna rozprawy doktorskiej:

1. Doktorant skutecznie zastosował proces hydrotermicznego uwęglania (HTC) do odwadniania osadów ściekowych, uzyskując biowęgiel, który posiada potencjał energetyczny i materiałowy.
2. Doktorant przeprowadził eksperymenty w różnych warunkach temperatury oraz czasów przebywania, co pozwoliło na dokładne zrozumienie wpływu tych parametrów na efektywność procesu HTC.
3. Otrzymany biowęgiel został następnie użyty w procesie zgazowania plazmowego, co jest nowatorskim podejściem w termicznym przetwarzaniu osadów ściekowych. Zaprojektowane stanowisko laboratoryjne do zgazowania plazmowego, świadczy o zdolnościach technicznych i inżynierskich Doktoranta.
4. Doktorant znalazł zastosowanie w budownictwie dla pozostałości stałej po zgazowaniu, co podkreśla praktyczne i ekonomiczne wykorzystanie otrzymanych wyników badań.
5. Uwzględniając środowiskowe elementy w swoich badaniach, Doktorant udowodnił, że jego praca naukowa ma wartość praktyczną w kontekście zrównoważonego rozwoju i gospodarki odpadami.

Moja ocena pracy jest pozytywna. Mam jednak pytania i uwagi krytyczne, które moim zdaniem będą punktem wyjścia do dyskusji podczas publicznej obrony niniejszej rozprawy doktorskiej.

*Pytania i uwagi krytyczne:*

- Tabela 2.1.1. Czy osad ściekowy o zawartości wilgoci ponad 80% może mieć wartość opałową ponad 17 MJ/kg? Czy podane wartości nie dotyczą osadów ściekowych w formie suchej, tzw. db dry basis?
- Podrozdział 2.4.2 Procedura analizy termicznej: Doktorant podaje parametry analizy, tzn. 4-etapowy program temperaturowy, niestety w pracy nie zamieszczono wyników dla takich pomiarów. Co oznacza również twierdzenie, że pomiar był prowadzony w atmosferze azotu i tlenu? Czy Doktorant miał na myśli powietrze?
- Rozdział 3: Analiza składu chemicznego. W tabeli 3.1.1 Doktorant podaje skład elementarny biowęgla otrzymanych w procesie HTC. W jakim stanie były analizowane te próbki? Brakuje istotnych informacji dotyczących ich przygotowania do analizy, w jakiej temperaturze i jak długo były suszone. Najważniejsza kwestia, Doktorant nie przedstawił wyników analizy fizykochemicznej dla surowych osadów ściekowych.
- Tabela 3.1.3. Jaka była procura oznaczenia popiołu i części lotnych? Część wyników wydaje się być błędna? Czy możliwe jest żeby biowęgiel uzyskany z osadów ściekowych miał zawartość części lotnych powyżej 70-80%? Proszę o wyjaśnienie.
- Analiza termiczna: Rys. 3.1.1-6, oś X – podawanie wartości temperatury z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku nie ma sensu. Dlaczego Doktorant nie przedstawił krzywych TG i DTG od początku pomiaru tj. od 20-25 °C? Wskazane byłoby również zaprezentowanie wyników analizy termicznej dla surowców przed procesem HTC, wtedy można by porównać wpływ tego procesu na proces spalania surowego i przetworzonego osadu ściekowego. Jakie wnioski można wyciągnąć z otrzymanych wyników analizy termicznej? Proszę omówić proces spalania otrzymanych biowęgla na podstawie wykonanej analizy TGA. Rys. 3.1.7-12: co było motywacją do wykonania badań analizy termicznej w atmosferze azotu? Proszę o wyjaśnienie i podanie konkluzji z otrzymanych wyników.
- Obliczenia kinetyczne: zaproponowany sposób obliczenia energii aktywacji jest bardzo uproszczony. Dla jakiej szybkości grzania prowadzono pomiary termogravimetryczne? Proszę skomentować uzyskane wyniki energii aktywacji.
- Rys. 3.2.1-3: Usunięcie wody po procesie HTC. Wszystkie trzy wykresy powinny mieć ten sam zakres na osi X (czas). Z otrzymanych wyników można wywnioskować, że po procesie pozostało ok. 30 g biowęgla. Jaka była ostatecznie zawartość wilgoci w otrzymanych biowęglach?
- Zgazowanie plazmowe: Czy wyniki przedstawione w tabeli 3.3.1 dotyczą otrzymanego gazu? Proszę o wyjaśnienie i komentarz. Analizując skład gazu z procesu zgazowania (na podstawie rys. 3.3.1-7) można stwierdzić, że gaz zawierał CO, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> i H<sub>2</sub>, których sumaryczna zawartość nie przekracza 40%, co stanowiło pozostałą część. Jak była metodyka analizy gazu?
- W tabelach 3.4.1 i 3.4.2 Doktorant przedstawił skład chemiczny biowęgla uwzględniający zawartość pierwiastków tj. Ti, Fe, K, Mg, Mn, Al i Na. Co z zawartością fosforu w biowęglach? Fosfor jest pierwiastkiem, którego zawartość w osadach

*Atkey*

ściekowych jest istotna i znacząca. Wyniki analizy EDX potwierdziły obecność fosforu, chociaż w bardzo małej ilości. Należy pamiętać, że analiza EDX nie jest analizą ilościową, szczególnie w kontekście materiałów takich jak osady ściekowe czy biowegle, a raczej jakościową. Proszę o wyjaśnienie tej kwestii

Podsumowując ocenę rozprawy pragnę podkreślić, że powyższe uwagi i komentarze mają charakter dyskusyjny i nie podważają wartości naukowej pracy, a jedynie mogą być wykorzystane w przyszłej pracy naukowej Doktoranta.

## 5. Podsumowanie

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Vishwajeet stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego dotyczącego przetwarzania osadów ściekowych metodą hydrotermicznego uwęglania oraz zgazowania plazmowego. Zaproponowana metodologia badań została przeprowadzona w sposób poprawny i zgodny z przyjętymi standardami naukowymi, co pozwoliło Doktorantowi na uzyskanie wyników badań eksperymentalnych, które mogą mieć wpływ na planowanie zagospodarowania osadów ściekowych zgodnie z założeniami gospodarki o obiegu zamkniętym. Otrzymane wnioski wnoszą nową wiedzę, jednocześnie otwierając możliwości dalszych badań.

Uważam, że mgr inż. Vishwajeet posiada umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej oraz ogólną wiedzę teoretyczną w dyscyplinie naukowej *Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka*, co jednoznacznie wynika z przedstawionej rozprawy.

Podsumowując, stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska mgr. inż. Vishwajeet pt.: „Hydrothermal carbonisation and plasma gasification of sewage sludge” spełnia warunki i wymagania stawiane rozprawom doktorskim określonym w art. 187 ust. 1 i 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (tj. Dz. U. z 2022 r., poz. 574 z póź. zm.). **Wobec powyższego stawiam wniosek do Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Wrocławskiej o dopuszczenie mgr. inż. Vishwajeet do kolejnych etapów przewodu doktorskiego o nadanie stopnia naukowego doktora nauk technicznych.**



