

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Niny Kosińskiej pt.:

„Integracja co-hydrotermalnej karbonizacji z fermentacją beztlenową – waloryzacja produktów dla zastosowań w energetyce”

Podstawa formalna i przedmiot recenzji

Recenzję sporządzono w związku z pismem Pana prof. dr. hab. inż. Roberta Króla, Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka Politechniki Wrocławskiej, nr RDND08/20/2026, z dnia 18.02.2026 roku, dotyczącym sporządzenia recenzji rozprawy doktorskiej mgr inż. Niny Kosińskiej pt. „Integracja co-hydrotermalnej karbonizacji z fermentacją beztlenową – waloryzacja produktów dla zastosowań w energetyce”. Promotorami rozprawy są prof. dr hab. inż. Renata Krzyżyńska oraz prof. Husam Jouhara. Doktorantka reprezentuje dziedzinę nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria środowiska, górnictwo i energetyka.

1. Charakterystyka rozprawy

Recenzowaną rozprawę poświęcono zagadnieniom integracji procesu co-hydrotermalnej karbonizacji z fermentacją beztlenową, ze szczególnym uwzględnieniem możliwości wykorzystania produktów tego procesu w energetyce.

Przedłożona rozprawa obejmuje 63 strony tekstu zasadniczego oraz załącznik zawierający kopie artykułów wchodzących w skład ocenianego zbioru. Zbiór współautorskich artykułów naukowych obejmuje pięć pozycji wyszczególnionych poniżej, w tym cztery artykuły opublikowane oraz jeden artykuł zgłoszony do publikacji w czasopiśmie naukowym:

- 1) Kosińska, N., Krzyżyńska, R., Ghazal, H., & Jouhara, H. (2023). Hydrothermal carbonisation of sewage sludge and resulting biofuels as a sustainable energy source. *Energy*, 275, Article 127337. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2023.127337>, 200 pkt.
- 2) Kosińska, N., Grosser, A., Kwapińska, M., Kwapiński, W., Ghazal, H., Jouhara, H., & Krzyżyńska, R. (2024). Co-hydrothermal carbonization as a potential method of utilising digested sludge and screenings from wastewater treatment plants towards energy application. *Energy*, 299, Article 131456. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2024.131456>, 200 pkt.
- 3) Kosińska, N., Krzyżyńska, R., Grosser, A., Kwapińska, M., Ghazal, H., Jouhara, H., & Kwapiński, W. (2025). Hydrothermal carbonisation products energy properties: The role of digested sludge type and operating conditions. *Thermal Science and Engineering Progress*, 61, Article 103461. <https://doi.org/10.1016/j.tsep.2025.103461>, 20 pkt.
- 4) Kosińska, N., Krzyżyńska, R., Ghazal, H., Jouhara, H., Kwapińska, M., & Kwapiński, W. (2025). Hydrothermal carbonization of digested sludge from wastewater treatment plants: Processes, potential and key challenges. *Science Talks*, 14, Article 100457. <https://doi.org/10.1016/j.sctalk.2025.100457>
- 5) Kosińska, N., Grosser, A., Ślęzak, R., Abdus, S., Ghazal, H., Jouhara, H., Krzyżyńska, R., Leahy, J., & Kwapiński, W. (n.d.). Products of co-hydrothermal carbonization of digested sludge with screening for sustainable energy recovery (złożony do druku)

Należy podkreślić, że wśród powyższych artykułów znajdują się dwie prace opublikowane w czasopismach najwyżej punktowanych w wykazie Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego.

Część opisowa rozprawy w sposób szczegółowy dokumentuje założenia, przebieg oraz

rezultaty przeprowadzonych badań. W rozdziale pierwszym Autorka przedstawiła wprowadzenie do problematyki zagospodarowania osadów ściekowych, a także omówiła znaczenie procesów hydrotermalnej karbonizacji i fermentacji beztlenowej w kontekście gospodarki o obiegu zamkniętym oraz energetyki. W rozdziale drugim sformułowano cel pracy i hipotezy badawcze oraz określono zakres prowadzonych badań. Rozdział trzeci poświęcono metodyce badawczej. Autorka szczegółowo opisała etapy badań wstępnych, właściwych i walidacyjnych, przygotowanie surowców, przebieg procesów hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji, zastosowane metody analityczne, a także badania spalania, pirolizy, gazyfikacji i współfermentacji oraz sposób sporządzenia bilansu masowo-energetycznego. Najobszerniejszy, czwarty rozdział zawiera wyniki badań wraz z ich dyskusją. Przedstawiono w nim wpływ rodzaju osadu oraz warunków procesowych na właściwości produktów hydrotermalnej karbonizacji, oceniono wpływ dodatku skratek na jakość produktów co-hydrotermalnej karbonizacji, a także przeanalizowano potencjał energetyczny otrzymanych produktów stałych i ciekłych. Uzupełnieniem tej części pracy są bilans masowo-energetyczny oraz wstępna ocena ekonomiczna proponowanego rozwiązania. W rozdziale piątym Autorka sformułowała wnioski końcowe, wynikające bezpośrednio z przeprowadzonych badań i odnoszące się do postawionych hipotez badawczych. W końcowej części rozprawy zamieszczono podsumowanie, wskazano kierunki dalszych badań oraz przedstawiono wykaz literatury obejmujący łącznie 69 pozycji z lat 1986÷2025, w tym publikacje naukowe autorstwa badaczy krajowych i zagranicznych. Rozprawę uzupełnia aneks zawierający publikacje stanowiące jej podstawę.

2. Ocena celowości podjęcia tematu

Oczyszczalnie ścieków komunalnych generują znaczne ilości produktów ubocznych, w tym osadów ściekowych oraz odpadów powstających na etapie mechanicznego oczyszczania, takich jak skratki. Osady te, zwłaszcza po procesie fermentacji beztlenowej, nadal wymagają dalszego zagospodarowania, a ich wykorzystanie rolnicze staje się coraz bardziej problematyczne ze względu na obecność zanieczyszczeń organicznych i nieorganicznych, wysoki stopień uwodnienia, rosnące koszty transportu oraz zaostrzające się wymagania środowiskowe. Jednocześnie klasyczne metody termicznego przygotowania i przekształcania osadów, takie jak suszenie, spalanie, współspalanie, piroliza czy zgazowanie, wiążą się z dużym zapotrzebowaniem energetycznym, koniecznością wcześniejszego obniżenia wilgotności oraz problemami eksploatacyjnymi wynikającymi z wysokiej zawartości popiołu, metali i składników mineralnych w osadach. Z tego względu poszukiwanie technologii umożliwiających lokalne, zintegrowane i energetycznie uzasadnione przetwarzanie mokrych odpadów z oczyszczalni ścieków należy uznać za zagadnienie aktualne i istotne zarówno z naukowego, jak i praktycznego punktu widzenia.

Podjęcie przez Doktorantkę tematu rozprawy należy uznać za dobrze uzasadnione. Wynika ono przede wszystkim ze względów praktycznych, odnoszących się z jednej strony do potrzeby ograniczenia masy osadów przefermentowanych oraz kosztów ich zewnętrznego zagospodarowania, z drugiej zaś do możliwości zwiększenia odzysku energii i lepszego wykorzystania strumieni odpadowych powstających bezpośrednio w oczyszczalniach ścieków. Szczególne znaczenie ma w tym kontekście wybór hydrotermalnej karbonizacji oraz co-hydrotermalnej karbonizacji, ponieważ procesy te pozwalają na przetwarzanie mokrych surowców bez konieczności ich wcześniejszego suszenia. Prowadzą one głównie do powstania hydrocharu, a także cieczy procesowej i gazów, stwarzając tym samym możliwość wielokierunkowej waloryzacji produktów. W załączonych publikacjach podkreślono, że hydrotermalna karbonizacja może być technologią komplementarną wobec gospodarki osadowej, umożliwiającą przekształcanie osadów w temperaturze około 160÷250°C i przy ciśnieniu 10÷30 bar w hydrochary, ciecz procesową oraz gazy, przy jednoczesnej możliwości integracji cieplnej z infrastrukturą oczyszczalni.

Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że Doktorantka nie ograniczyła zakresu

pracy wyłącznie do klasycznej hydrotermalnej karbonizacji osadów przefermentowanych, lecz podjęła próbę włączenia do układu również skratek, czyli odpadu wytwarzanego w tej samej oczyszczalni, zwykle traktowanego jako problem eksploatacyjny i logistyczny. Takie ujęcie tematu nadaje pracy wyraźny charakter aplikacyjny, ponieważ odpowiada na rzeczywiste potrzeby oczyszczalni ścieków związane z zagospodarowaniem kilku strumieni odpadowych w jednym, lokalnym układzie technologicznym. Jednocześnie temat ma wymiar poznawczy, gdyż obejmuje ocenę wpływu rodzaju osadu, stopnia jego uwodnienia, parametrów procesu oraz udziału skratek na właściwości produktów stałych i ciekłych, a następnie na ich potencjał energetyczny w procesach spalania, pirolizy, zgazowania oraz fermentacji beztlenowej. W publikacji dotyczącej wpływu rodzaju osadu i warunków hydrotermalnej karbonizacji wykazano m.in., że miejsce poboru osadu silnie wpływa na wartość opałową hydrocharu, natomiast temperatura i czas procesu determinują potencjał metanowy cieczy powstającej w wyniku hydrotermalnej karbonizacji.

Przedstawiony w dysertacji problem badawczy ma również istotne znaczenie z punktu widzenia rozwoju gospodarki o obiegu zamkniętym. Zaproponowane rozwiązanie zakłada bowiem nie tylko redukcję masy odpadów, lecz także odzysk energii z produktów stałych oraz wykorzystanie cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji jako potencjalnego współsubstratu w procesie fermentacji beztlenowej. W tym aspekcie praca wpisuje się w aktualne kierunki rozwoju technologii środowiskowych, w których oczyszczalnia ścieków przestaje być wyłącznie obiektem służącym do oczyszczania ścieków, a staje się lokalnym węzłem odzysku energii, materii organicznej i składników nawozowych. Ujęcie to jest zgodne z kierunkiem przedstawionym w publikacji przeglądowej, w której wskazano na potrzebę energetycznego wykorzystania produktów hydrotermalnej karbonizacji jako paliw stałych oraz współsubstratów w fermentacji beztlenowej.

Celowość podjęcia tematu wzmacnia także fakt, że dotychczasowe badania nad hydrotermalną karbonizacją osadów ściekowych były prowadzone w różnych układach procesowych, jednak nie wyjaśniały kompleksowo wpływu rzeczywistego rodzaju osadu przefermentowanego, jego miejsca poboru w ciągu technologicznym, dodatku skratek oraz dalszej walerizacji obu głównych produktów procesu. W rozprawie połączono badania właściwości hydrocharów i co-hydrocharów, charakterystykę cieczy procesowych, testy potencjału metanowego, eksperymenty termochemiczne oraz bilans masowo-energetyczny. Dzięki temu możliwa była nie tylko ocena jakości produktów, lecz także weryfikacja, czy proponowany układ co-hydrotermalnej karbonizacji oraz co-fermentacji beztlenowej może mieć uzasadnienie technologiczne i energetyczne w warunkach oczyszczalni ścieków.

Podsumowując, wybór tematu rozprawy należy ocenić jako trafny, aktualny i dobrze uzasadniony. Praca dotyczy problemu o wyraźnym znaczeniu praktycznym, jakim jest zagospodarowanie osadów przefermentowanych i skratek, a jednocześnie wnosi element poznawczy przez analizę wpływu parametrów procesu oraz składu surowców na właściwości produktów hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji. Zaproponowany zakres badań pozwala wnioskować o przydatności co-hydrotermalnej karbonizacji jako technologii wspierającej zrównoważoną gospodarkę osadową, ograniczenie kosztów eksploatacyjnych oczyszczalni oraz zwiększenie odzysku energii z odpadów powstających w komunalnych oczyszczalniach ścieków.

3. Merytoryczna ocena rozprawy

Uwzględniając temat rozprawy, sformułowane cele, hipotezy badawcze oraz zakres pracy, należy stwierdzić, że Doktorantka w poszczególnych rozdziałach omówiła analizowane zagadnienia w sposób logicznie uporządkowany. Prowadzi czytelnika od ogólnego problemu gospodarki osadowej w oczyszczalniach ścieków, przez charakterystykę procesu hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji, aż po ocenę energetyczną i bilansową zaproponowanego układu technologicznego.

W rozdziale 1 przedstawiła wprowadzenie do problematyki zagospodarowania odpadów powstających w komunalnych oczyszczalniach ścieków. Słusznie zwróciła uwagę, że w oczyszczalniach powstają nie tylko ścieki oczyszczone, lecz także istotne ilości produktów ubocznych, w tym osady surowe, osady czynne, osady przefermentowane oraz skratki. Prawidłowo wskazała, że osady ściekowe stanowią jedno z głównych obciążeń eksploatacyjnych oczyszczalni, a rosnące wymagania środowiskowe, wzrost liczby mieszkańców objętych systemem kanalizacyjnym oraz modernizacje obiektów powodują zwiększenie ilości wytwarzanych osadów. Doktorantka trafnie zaakcentowała również znaczenie fermentacji beztlenowej jako powszechnie stosowanej metody stabilizacji osadów, umożliwiającej redukcję zawartości substancji organicznej oraz odzysk energii w postaci biogazu.

W dalszej części rozdziału 1 Doktorantka zasadnie omówiła ograniczenia tradycyjnych kierunków zagospodarowania osadów przefermentowanych. W szczególności wskazała na malejącą akceptację dla rolniczego wykorzystania osadów, wynikającą z obecności metali ciężkich, mikrozanieczyszczeń organicznych oraz potencjalnych zmian legislacyjnych. W opinii recenzenta jest to istotny fragment pracy, ponieważ dobrze uzasadnia potrzebę poszukiwania alternatywnych metod przetwarzania osadów. Doktorantka prawidłowo wykazała, że klasyczne procesy termiczne, takie jak suszenie, spalanie, współspalanie, piroliza czy zgazowanie, mimo możliwości odzysku energii, są obciążone licznymi ograniczeniami technologicznymi, w tym wysokim zapotrzebowaniem na energię, problemami związanymi z popiołem, emisjami i powstawaniem smoły oraz koniecznością oczyszczania gazów procesowych.

Logiczną konsekwencją tak przeprowadzonego wprowadzenia jest przedstawienie hydrotermalnej karbonizacji jako technologii szczególnie interesującej w odniesieniu do mokrych odpadów organicznych. Doktorantka prawidłowo opisała istotę tego procesu, polegającą na przetwarzaniu wsadu w środowisku wodnym, w temperaturze około $180\div 250^{\circ}\text{C}$ i pod ciśnieniem autogenicznym, bez konieczności wcześniejszego suszenia. Wskazała również trzy główne produkty procesu: hydrochar, ciecz z hydrotermalnej karbonizacji oraz gaz procesowy. Należy podkreślić, że takie ujęcie tematu jest spójne z publikacją przeglądową stanowiącą część cyklu publikacyjnego będącego podstawą rozprawy doktorskiej, w której hydrotermalną karbonizację osadów ściekowych analizowano przede wszystkim w kontekście energetycznego wykorzystania hydrocharów oraz cieczy procesowych jako potencjalnych współsubstratów fermentacji beztlenowej.

W rozdziale 2 Doktorantka przedstawiła cel pracy, hipotezy badawcze oraz zakres pracy. Cel główny, obejmujący ocenę potencjału współprzetwarzania osadów przefermentowanych i skratek w procesie co-hydrotermalnej karbonizacji, należy ocenić jako sformułowany poprawnie i zgodny z zakresem przeprowadzonych badań. Cele szczegółowe odnoszą się zarówno do jakości produktów stałych i ciekłych, jak i do potencjału termochemicznego co-hydrocharów, potencjału fermentacyjnego cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji oraz oceny bilansowej i ekonomicznej. Taki układ jest właściwy, ponieważ odpowiada charakterowi głównych strumieni produktów poddawanych dalszej waloryzacji: z jednej strony powstaje paliwo stałe, z drugiej zaś ciecz bogata w związki organiczne, którą można rozważać jako współsubstrat w procesie fermentacji beztlenowej.

Hipotezy badawcze sformułowano w sposób spójny z zakresem pracy. Pierwsza hipoteza dotyczy zasadności wykorzystania skratek jako współsubstratu w procesie co-hydrotermalnej karbonizacji z osadami przefermentowanymi. Druga odnosi się do poprawy właściwości paliwowych co-hydrocharów w wyniku dodatku skratek. Trzecia hipoteza, szczególnie istotna w ocenie recenzenta, uwzględnia możliwą złożoność składu cieczy po co-hydrotermalnej karbonizacji oraz ryzyko obecności związków hamujących fermentację beztlenową. Takie sformułowanie hipotez wskazuje, że Doktorantka nie traktowała dodatku skratek wyłącznie jako oczywistego sposobu ulepszenia procesu, lecz uwzględniła również potencjalne negatywne konsekwencje wynikające ze zmienności i niejednorodności tego odpadu.

Rozdział 3 stanowi część metodyczną pracy. Doktorantka podzieliła badania na trzy zasadnicze etapy: badania wstępne, badania właściwe oraz badania walidacyjne. Taki podział należy uznać za uzasadniony. W pierwszym etapie oceniano wpływ rodzaju osadu przefermentowanego oraz warunków procesu hydrotermalnej karbonizacji na właściwości produktów. W drugim analizowano wpływ dodatku skratek na jakość produktów co-hydrotermalnej karbonizacji. W trzecim etapie dokonano pogłębionej walidacji wybranego wariantu technologicznego, obejmującej charakterystykę materiałową, eksperymenty spalania, pirolizy i zgazowania, półciągłą współfermentację oraz bilans masowo-energetyczny.

W podrozdziale 3.1 Doktorantka opisała badania wstępne, w których wykorzystano trzy rzeczywiste strumienie osadów przefermentowanych: przefermentowany osad ściekowy przed odwodnieniem (ADS), zagęszczony przefermentowany osad ściekowy (TDS) oraz odwodniony przefermentowany osad ściekowy (DDS). Na uwagę zasługuje fakt, że surowce pochodziły z różnych punktów ciągu osadowego oczyszczalni, co pozwoliło ocenić nie tylko wpływ wilgotności, lecz także znaczenie rzeczywistego sposobu przygotowania osadu, w tym odwodnienia i ewentualnego udziału polimerów. Jest to istotne, ponieważ w praktyce eksploatacyjnej oczyszczalni ścieków osad przefermentowany nie jest materiałem jednorodnym, a jego właściwości zależą od miejsca poboru. Metodyka eksperymentów hydrotermalnej karbonizacji została przedstawiona szczegółowo: wskazano typ reaktora, masę wsadu, zakres temperatur, czas przebywania, sposób chłodzenia i separacji produktów oraz liczbę powtórzeń. W pracy wykorzystano również współczynnik intensywności reakcji, co pozwoliło na syntetyczne ujęcie łącznego wpływu temperatury i czasu prowadzenia procesu.

W podrozdziale 3.2 opisano badania właściwe dotyczące co-hydrotermalnej karbonizacji osadów przefermentowanych ze skratkami. Doktorantka zastosowała stałe, łagodne warunki procesu, tj. 200 °C i 30 min, a jako wartość zmienną przyjęła udział skratek w mieszaninie. Dobór takich warunków jest logicznym następstwem wyników badań wstępnych, w których wykazano, że zwiększanie intensywności procesu poprawia wybrane właściwości hydrocharów, lecz może pogarszać potencjał fermentacyjny cieczy z hydrotermalnej karbonizacji. W tym miejscu pozytywnie oceniam konsekwencję metodyczną pracy, ponieważ drugi etap nie stanowi przypadkowego rozszerzenia badań, lecz wynika bezpośrednio z wniosków sformułowanych po etapie pierwszym.

W podrozdziale 3.3 przedstawiono etap walidacyjny. W tym zakresie Doktorantka skoncentrowała się na wariancie obejmującym zagęszczony przefermentowany osad ściekowy oraz taki sam osad z 10% dodatkiem skratek. Zakres zastosowanych metod analitycznych jest szeroki i obejmuje zarówno klasyczne analizy, jak i analizy strukturalne oraz powierzchniowe: BET/BJH, XPS, FTIR-ATR i spektroskopię Ramana. Uzupełnienie charakterystyki materiałowej o badania spektroskopowe należy ocenić pozytywnie, ponieważ pozwala ono nie tylko stwierdzić zmianę wyższej wartości opałowej (HHV), zawartości części lotnych oraz popiołu, lecz także wyjaśnić przyczyny tych zmian na poziomie struktury chemicznej i grup funkcyjnych. W dalszej części Doktorantka opisała eksperymenty spalania, pirolizy i zgazowania, a następnie półciągłą współfermentację cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji z osadami ściekowymi. Szczególnie wartościowy jest fakt, że proces fermentacji prowadzono długookresowo, przy stopniowym zwiększaniu udziału cieczy, co lepiej odzwierciedla warunki eksploatacyjne niż wyłącznie testy wsadowe biochemicznego potencjału metanowego (BMP).

Rozdział 4 zawiera wyniki badań oraz ich dyskusję. W podrozdziale 4.1 Doktorantka przedstawiła wpływ rodzaju osadu przefermentowanego i warunków procesowych na właściwości produktów hydrotermalnej karbonizacji. Na podstawie charakterystyki ww. trzech rodzajów osadów wykazała, że różnią się one nie tylko zawartością wody, lecz także składem w przeliczeniu na suchą masę. Jest to ważna obserwacja, ponieważ wskazuje, że interpretacja wyników hydrotermalnej karbonizacji nie może być sprowadzana wyłącznie do wilgotności

początkowej. Doktorantka trafnie powiązała różnice między osadami z miejscem ich poboru w ciągu technologicznym oraz z procesami zagęszczania i odwadniania. W publikacji odpowiadającej temu etapowi badań wykazano, że punkt poboru osadu silnie wpływa na wyższą wartość opałową hydrocharu, natomiast temperatura i czas procesu istotnie oddziałują na potencjał metanowy cieczy z hydrotermalnej karbonizacji.

Analizując charakterystykę hydrocharów, Doktorantka wskazała na spadek zawartości części lotnych oraz wzrost zawartości popiołu wraz ze wzrostem intensywności procesu. Interpretacja ta jest prawidłowa i wynika z degradacji części organicznej oraz koncentracji składników mineralnych w fazie stałej. Interesujące jest również rozróżnienie właściwości hydrocharów otrzymanych z rozpatrywanych osadów, tj. ADS, TDS i DDS. W pracy wykazano, że hydrochary z DDS osiągały najwyższe wartości opałowe, natomiast cieczy powstałe podczas hydrotermalnej karbonizacji TDS charakteryzowały się najwyższym potencjałem metanowym. W konsekwencji Doktorantka słusznie zauważyła, że wybór optymalnego surowca zależy od tego, czy priorytetem jest poprawa jakości paliwa stałego, czy waloryzacja cieczy procesowej w układzie fermentacyjnym.

W podrozdziale 4.2 Doktorantka omówiła wpływ dodatku skratek na jakość produktów co-hydrotermalnej karbonizacji. Wyniki tej części pracy są kluczowe z punktu widzenia zasadniczej idei rozprawy. Wykazano, że dodatek skratek prowadził do obniżenia zawartości popiołu, wzrostu udziału części lotnych, zwiększenia zawartości węgla oraz poprawy wyższej wartości opałowej co-hydrocharów. Szczególnie wyraźny efekt zaobserwowano dla osadu o najniższej zawartości suchej masy, co Doktorantka logicznie wyjaśniła większym względnym udziałem suchej masy pochodzącej ze skratek. W mojej ocenie ta część pracy dobrze potwierdza praktyczne uzasadnienie wykorzystania skratek jako współsubstratu, ponieważ nie są one traktowane jedynie jako odpad wymagający unieszkodliwienia, lecz jako komponent poprawiający jakość produktu stałego.

W odniesieniu do cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji Doktorantka wykazała, że dodatek skratek zwiększał stężenie lotnych kwasów tłuszczowych, przy stosunkowo niewielkich zmianach zawartości nieusuwalnego węgla organicznego (NPOC), azotu amonowego oraz pH. Interpretacja ta jest przekonująca, ponieważ skratki mogą zawierać frakcje łatwiej hydrolizujące, w tym składniki lignocelulozowe, tekstylne i spożywcze, które w warunkach hydrotermalnych częściowo przechodzą do fazy ciekłej. Jednocześnie Doktorantka zachowała ostrożność interpretacyjną, wskazując na dużą zmienność składu skratek oraz odchylenia standardowe w wynikach potencjału metanowego (BMP). Taka ostrożność jest uzasadniona, ponieważ skratki są odpadem silnie niejednorodnym, a ich skład może zmieniać się w zależności od sezonu i warunków eksploatacyjnych.

W podrozdziale 4.3 Doktorantka przedstawiła waloryzację energetyczną surowców oraz produktów hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji. Część ta stanowi najbardziej rozwinięty fragment pracy, ponieważ obejmuje nie tylko charakterystykę produktów, lecz także ocenę ich potencjału w różnych ścieżkach energetycznego wykorzystania. W pierwszej kolejności omówiono właściwości fizykochemiczne zagęszczonego przefermentowanego osadu ściekowego, hydrocharów i co-hydrocharów. Wyniki wskazują, że klasyczna hydrotermalna karbonizacja TDS prowadzi do wzrostu zawartości popiołu i jedynie ograniczonej poprawy właściwości paliwowych, natomiast dodatek 10% skratek korzystnie wpływa na skład co-hydrocharu, zwiększając wyższą wartość opałową, udział węgla oraz końcową zawartość suchej masy, przy jednoczesnym obniżeniu udziału azotu i siarki. Jest to istotne również z punktu widzenia potencjalnych emisji NO_x i SO_x podczas termicznego wykorzystania produktu.

Szczególnie pozytywnie należy ocenić część dotyczącą analiz XPS, FTIR oraz spektroskopii Ramana. Doktorantka nie ograniczyła się do prostego stwierdzenia, że co-hydrochar

charakteryzuje się wyższą wartością opałową, lecz podjęła próbę wyjaśnienia zmian strukturalnych. Wykazała, że hydrotermalna karbonizacja i co-hydrotermalna karbonizacja prowadzą przede wszystkim do reorganizacji grup funkcyjnych, spadku udziału utlenionych form węgla, degradacji części frakcji białkowej oraz wzbogacenia powierzchni w alifatyczne wiązania C-C/C-H. Jednocześnie brak wyraźnego wzrostu aromatyzacji, potwierdzony analizą widm Ramana, wskazuje, że w zastosowanych, łagodnych warunkach procesu nie zachodzi intensywne uwęglanie prowadzące do powstawania silnie skondensowanych struktur aromatycznych. Jest to ważna obserwacja poznawcza, ponieważ pozwala lepiej zrozumieć charakter produktów otrzymanych w niskotemperaturowych warunkach hydrotermalnej karbonizacji.

W dalszej części rozdziału 4.3 Doktorantka przedstawiła potencjał termochemiczny materiałów stałych. Analiza spalania wykazała, że hydrochar i co-hydrochar są bardziej reaktywne niż zagęszczony przefermentowany osad ściekowy, a co-hydrochar osiąga najkorzystniejsze wskaźniki zapłonu, spalania i dopalenia. Jest to spójne z wcześniejszą charakterystyką materiałową i potwierdza, że dodatek skratek poprawia nie tylko statyczne właściwości paliwowe, takie jak wyższa wartość opałowa, lecz także dynamiczne zachowanie materiału podczas spalania. W przypadku pirolizy i zgazowania Doktorantka wykazała bardziej złożony obraz: zagęszczony przefermentowany osad ściekowy charakteryzował się wysokim potencjałem odgazowania i odzysku energii, natomiast co-hydrochar stanowił korzystny kompromis między jakością gazu, reaktywnością i odzyskiem energii. Takie wnioskowanie należy uznać za wyważone i poprawne, ponieważ nie prowadzi do jednostronnego promowania co-hydrocharu, lecz pokazuje jego rzeczywiste zalety i ograniczenia.

Kolejnym ważnym elementem pracy jest ocena potencjału energetycznego cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji. Doktorantka najpierw przedstawiła wyniki testów biochemicznego potencjału metanowego, które wykazały, że dodatek cieczy do osadów ściekowych w warunkach wsadowych nie zawsze prowadzi do poprawy potencjału metanowego. Następnie, w badaniach półciągłych, zastosowała stopniowe zwiększanie dawki cieczy od 1 do 10% v/v, co umożliwiło adaptację mikroflory metanogennej. W mojej opinii jest to jeden z mocniejszych elementów pracy, ponieważ pokazuje różnicę między prostym testem wsadowym, a bardziej realistyczną oceną procesu w warunkach długookresowych. Doktorantka wykazała, że układ zachował stabilność pomimo wzrostu stężenia nieusuwalnego węgla organicznego (NPOC), azotu amonowego i wolnego amoniaku, a stosunek lotnych kwasów tłuszczowych do alkaliczności pozostawał na poziomie świadczącym o stabilnym przebiegu fermentacji.

Analiza statystyczna wyników współfermentacji, obejmująca test Kruskala-Wallisa oraz modele regresji, stanowi wartościowe uzupełnienie części eksperymentalnej. Doktorantka wykazała, że dodatek cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji istotnie zwiększa wydajność biogazu i metanu względem fermentacji samych osadów. Za praktyczny poziom dozowania przyjęła 9% v/v, co jest uzasadnione obserwowanym efektem nasycenia przy dawkach około 9÷10%. W tym miejscu należy podkreślić, że wyniki te mają duże znaczenie aplikacyjne, ponieważ wskazują możliwy zakres dozowania cieczy procesowych do fermentora bez destabilizacji procesu.

Ostatnia część rozdziału 4.3 obejmuje bilans masowo-energetyczny oraz ocenę potencjału ekonomicznego rozwiązania. Doktorantka porównała dwa scenariusze: hydrotermalną karbonizację osadów przefermentowanych oraz co-hydrotermalną karbonizację mieszaniny osadów przefermentowanych ze skratkami. Dodatkowo rozważyła wariant wykorzystania hydrocharu lub co-hydrocharu na miejscu oraz wariant zewnętrznego zagospodarowania produktu stałego. Takie ujęcie należy ocenić pozytywnie, ponieważ uwzględnia różne realne strategie postępowania w oczyszczalniach ścieków. Wyniki bilansu wskazują, że scenariusz co-hydrotermalnej karbonizacji z dodatkiem skratek jest korzystniejszy zarówno w wariacie

energetycznego wykorzystania co-hydrocharu in situ, jak i w wariacie zewnętrznego zagospodarowania produktu stałego. Należy jednak zaznaczyć, że bilans ma charakter wstępny i porównawczy, co Doktorantka uczciwie podkreśliła, wskazując na brak pełnych danych dotyczących zużycia własnego instalacji odzysku energii.

Rozdział 5 zawiera wnioski końcowe. Zostały one sformułowane obszernie i odnoszą się do wszystkich etapów badawczych. Doktorantka wykazała, że rodzaj osadu, miejsce jego poboru oraz wilgotność początkowa mają kluczowe znaczenie dla interpretacji wyników hydrotermalnej karbonizacji. Wskazała również, że osady przefermentowane są trudniejszym substratem do hydrotermalnej karbonizacji niż surowe osady ściekowe, głównie ze względu na ograniczoną poprawę parametrów paliwowych i wysoką zawartość popiołu. Jednocześnie potwierdziła, że dodatek skratek poprawia właściwości co-hydrocharów, a cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji mogą być skutecznie wykorzystywane jako współsubstrat fermentacji beztlenowej, pod warunkiem stopniowego dozowania i adaptacji mikroflory.

W podsumowaniu Doktorantka odniosła się bezpośrednio do postawionych hipotez badawczych. Wszystkie trzy hipotezy zostały uznane za potwierdzone. Taka konkluzja jest zasadna w świetle przedstawionych wyników. Hipoteza pierwsza została potwierdzona przez wykazanie technicznej możliwości współprzetwarzania skratek i osadów przefermentowanych. Hipoteza druga została potwierdzona przez poprawę właściwości paliwowych co-hydrocharów. Hipoteza trzecia została potwierdzona zarówno przez złożony skład cieczy z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji, jak i przez konieczność ostrożnego dawkowania tych cieczy w procesie współfermentacji. Wartościowym elementem końcowej części pracy jest również wskazanie kierunków dalszych badań, obejmujących analizę gazu z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji, usuwanie azotu amonowego oraz weryfikację rozwiązania w skali pilotowej lub technicznej.

W mojej ocenie Doktorantka podjęła się realizacji wielu czasochłonnych i trudnych metodycznie badań, obejmujących zarówno etap laboratoryjny, jak i pogłębioną ocenę właściwości materiałowych, energetycznych oraz technologicznych produktów hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji. Przeprowadzone eksperymenty, obejmujące m.in. charakterystykę osadów przefermentowanych, procesy hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji, analizę właściwości hydrocharów i co-hydrocharów, ocenę składu cieczy procesowych, badania biochemicznego potencjału metanowego, testy półciągłej fermentacji beztlenowej, analizy spalania, pirolizy i zgazowania oraz bilans masowo-energetyczny, pozwoliły Doktorantce na kompleksową ocenę zaproponowanego rozwiązania technologicznego.

Dokonana weryfikacja uzyskanych wyników, zarówno w odniesieniu do danych literaturowych, jak i do wyników własnych przedstawionych w publikacjach stanowiących podstawę rozprawy, umożliwiła sformułowanie spójnych i logicznie powiązanych wniosków końcowych. Wnioski te odnoszą się bezpośrednio do postawionych celów oraz hipotez badawczych i wskazują, że współprzetwarzanie osadów przefermentowanych oraz skratek w procesie co-hydrotermalnej karbonizacji może stanowić uzasadniony kierunek rozwoju zintegrowanej gospodarki osadowej w oczyszczalniach ścieków. W konsekwencji można stwierdzić, że rezultaty badań oraz wynikające z nich wnioski potwierdzają zasadność przyjętych założeń badawczych i trafność głównej koncepcji dysertacji.

Podsumowując ocenę merytoryczną rozprawy stwierdzam, że Doktorantka prawidłowo rozwiązała problem naukowy dotyczący oceny możliwości wykorzystania procesu co-hydrotermalnej karbonizacji do współprzetwarzania osadów przefermentowanych i skratek powstających w oczyszczalniach ścieków. Szczególnie istotne jest to, że w pracy nie ograniczono się wyłącznie do oceny właściwości produktu stałego, lecz uwzględniono również potencjał cieczy procesowych w układzie współfermentacji beztlenowej oraz wykonano bilans masowo-

energetyczny zaproponowanego rozwiązania. Tak szerokie ujęcie problemu pozwoliło na ocenę technologii nie tylko z punktu widzenia laboratoryjnej charakterystyki produktów, lecz także z perspektywy jej potencjalnego zastosowania w warunkach oczyszczalni ścieków.

Sformułowane cele pracy zostały zrealizowane. Doktorantka wykazała, że rodzaj osadu przefermentowanego, jego miejsce poboru w ciągu technologicznym oraz wilgotność początkowa istotnie wpływają na właściwości produktów hydrotermalnej karbonizacji. Wykazała również, że dodatek skratek do osadów przefermentowanych w procesie co-hydrotermalnej karbonizacji poprawia wybrane właściwości paliwowe co-hydrocharów, w szczególności przez zwiększenie wyższej wartości opałowej, wzrost udziału frakcji organicznej oraz ograniczenie zawartości popiołu. Ponadto potwierdziła, że ciecze z hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji, pomimo złożonego składu chemicznego i potencjalnej obecności inhibitorów fermentacji, mogą być wykorzystywane jako współsubstrat w procesie fermentacji beztlenowej, pod warunkiem stopniowego dozowania i adaptacji mikroflory metanogennej.

Podejście do tematyki, dobór metod badawczych oraz sposób interpretacji wyników świadczą o osiągnięciu przez Doktorantkę poziomu dojrzałości naukowej i uzasadniają stwierdzenie, że opanowała ona umiejętność samodzielnego rozwiązywania problemów badawczych. Doktorantka wykazała się znajomością zagadnień z zakresu gospodarki osadowej, procesów hydrotermalnych, fermentacji beztlenowej, konwersji termochemicznej oraz bilansowania masowo-energetycznego układów technologicznych. W pracy umiejętnie połączyła wiedzę teoretyczną z wynikami eksperymentalnymi, co pozwoliło na sformułowanie praktycznych wniosków dotyczących możliwości zastosowania co-hydrotermalnej karbonizacji w oczyszczalniach ścieków.

Na podkreślenie zasługuje również fakt, że Doktorantka wykorzystała szeroki zestaw metod analitycznych, obejmujących zarówno klasyczne oznaczenia fizykochemiczne, jak i zaawansowane techniki instrumentalne, takie jak XPS, FTIR-ATR, spektroskopia Ramana, BET/BJH, TGA/DTG oraz GC-MS. Dzięki temu możliwa była nie tylko ocena parametrów użytkowych hydrocharów i co-hydrocharów, lecz także wyjaśnienie zmian zachodzących w strukturze chemicznej i powierzchniowej materiałów. Istotnym elementem pracy jest także przeprowadzenie długookresowych badań półciągłej współfermentacji, które zwiększają wartość aplikacyjną uzyskanych wyników w porównaniu z klasycznymi testami wsadowymi biochemicznego potencjału metanowego.

Lektura i analiza rozprawy nasunęły również uwagi redakcyjne, formalne oraz dyskusyjne, które jednak nie wpływają na obniżenie wartości merytorycznej pracy. Dotyczą one przede wszystkim potrzeby ujednolicenia nazewnictwa wybranych wariantów technologicznych, konsekwentnego stosowania skrótów, uporządkowania jednostek oraz doprecyzowania niektórych sformułowań. Uwagi te mają charakter porządkujący i mogą przyczynić się do zwiększenia przejrzystości rozprawy, nie podważając wartości uzyskanych wyników ani zasadności przyjętego kierunku badawczego.

Wybrane uwagi w odniesieniu do poszczególnych punktów przedstawiam poniżej:

- W spisie treści wskazano podrozdziały 2.1 i 2.2, natomiast w tekście znajduje się również podrozdział 2.3. Zakres pracy, który powinien zostać uwzględniony w spisie treści.
- W spisie rysunków i tabel należy ujednolicić nazewnictwo. Występuje zarówno określenie „Rysunek”, jak i „Wykres”, np. „*Wykres 10. Widma Ramana...*”. W spisie tabel zapis „Spis tabel.” nie powinien zawierać kropki po tytule nagłówka.
- W wykazie skrótów znajdują się dwa skróty odnoszące się praktycznie do tego samego rodzaju materiału, tj. DDS i DW (strona 9) zdefiniowane jako odwodniony przefermentowany osad ściekowy. To może powodować niejednoznaczność, ponieważ w dalszej części rozprawy zasadniczo stosowany jest skrót DDS dla odwodnionego osadu przefermentowanego. Skrót DW pojawia się incydentalnie i wygląda raczej na pozostałość po terminologii z publikacji albo wcześniejszej wersji tekstu.

- W wykazie skrótów zdefiniowano TDS jako zagęszczony przefermentowany osad ściekowy (strona 11). W samej rozprawie ten skrót jest używany poprawnie. Problem polega jednak na tym, że w publikacji [C] (strona 1), stanowiącej część cyklu, ten sam materiał oznaczany jest jako THDS.
- W rozdziale 3.2.1. „Przygotowanie surowców [B]” znajduje się zapis: „*W badaniach właściwych oceniano wpływ dodatku skratek do trzech typów osadów przefermentowanych – ADS po odgazowaniu (2.6% TS), TDS (12.5%TS), DDS (21.5% TS)...*”. Ten fragment jest poprawny, bo stosuje spójny układ: ADS – TDS – DDS. Natomiast kilka zdań dalej pojawia się zapis: „*Aby ograniczyć zmiany TS% w ADS podczas przechowywania, plan eksperymentalny realizowano w trzech kolejnych seriach: najpierw ADS, następnie TH, na końcu DW.*” Skoro wcześniej w tym samym akapicie wymieniono ADS, TDS, DDS, to końcówka zdania powinna brzmieć: „*...najpierw ADS, następnie TDS, na końcu DDS.*”. Ponadto oznaczenia TH i DW nie są konsekwentne z wcześniejszym zapisem i mogą sugerować inne materiały.
- W rozdziale 3.2.3. „Analiza właściwości [B]” – ponowne użycie ADS/TH/DW. W rozprawie powinno być: „*...analizowano surowce i produkty (ADS/TDS/DDS) oraz produkty mieszanin SC+ADS/TDS/DDS.*”
- W tabeli 3 (strona 33) należy skorygować jednostkę objętości porów. Jeżeli parametr dotyczy objętości porów, powinien być wyrażony w cm^3/g , a nie w cm^2/g .
- W pracy zastosowano liczne symbole i skróty wynikające bezpośrednio z nazw angielskich, m.in. TS, VS, VM, FC, HHV, LHV, BMP, OLR, YB, YM, TDS, DDS, SC, HC czy co-HC. Jest to zrozumiałe z punktu widzenia publikacyjnego, ponieważ rozprawa opiera się na cyklu artykułów anglojęzycznych, a część oznaczeń jest powszechnie stosowana w literaturze międzynarodowej. Ponieważ zasadnicza treść rozprawy została przygotowana w języku polskim, lepsze jest stosowanie symboli i skrótów wynikających z polskich nazw parametrów lub przynajmniej konsekwentne podawanie ich polskich odpowiedników przy pierwszym użyciu. W obecnej formie nadmierne oparcie wykazu skrótów na terminologii anglojęzycznej może utrudniać odbiór pracy, zwłaszcza w tych fragmentach, w których omawiane są podstawowe parametry technologiczne i fizykochemiczne mające utrwalone polskie odpowiedniki.

Wstęp miejscami zawiera informacje o charakterze przeglądowym, powtórzone w treści publikacji przeglądowej [A]. Publikacja [A] szeroko omawia hydrotermalnej karbonizacji osadów ściekowych jako technologię umożliwiającą energetyczne wykorzystanie produktów stałych oraz cieczy procesowych, dlatego we wstępie rozprawy można było mocniej zaakcentować, co z tego przeglądu wynikało bezpośrednio dla konstrukcji własnych badań. Z kolei bardzo dobrze wypadła końcowa część wstępu, w której Doktorantka wskazała skratki jako interesujący współsubstrat do co-hydrotermalnej karbonizacji. To właśnie ten fragment najlepiej uzasadnia oryginalność rozprawy, bowiem stanowi bezpośrednie przejście od przeglądu stanu wiedzy do luki badawczej.

Pewnej korekty wymaga sposób sformułowania części celów szczegółowych. W szczególności cel dotyczący „oceny opłacalności” należałoby doprecyzować, ponieważ w pracy przedstawiono raczej wstępną ocenę bilansowo-ekonomiczną niż pełną analizę opłacalności inwestycyjnej. W rozprawie nie uwzględniono bowiem pełnych kosztów inwestycyjnych, amortyzacji, kosztów eksploatacyjnych instalacji technicznej, kosztów pracy, serwisu, transportu, oczyszczania gazów, gospodarki ociekami oraz potencjalnych przychodów z energii lub usług zagospodarowania odpadów. W związku z tym bardziej adekwatne byłoby określenie: „wstępna ocena potencjału energetyczno-ekonomicznego rozwiązania”.

Hipoteza trzecia jest interesująca i ważna z punktu widzenia praktycznego, ponieważ uwzględnia ryzyko obecności inhibitorów w cieczach co-hydrotermalnej karbonizacji. Warto

jednak zaznaczyć, że w pracy nie przeprowadzono pełnej sezonowej charakterystyki zmienności składu skratek. W związku z tym weryfikacja tej hipotezy dotyczy przede wszystkim składu cieczy oraz jej wpływu na fermentację beztlenową, a nie pełnej oceny zmienności skratek w warunkach wielosezonowej eksploatacji oczyszczalni.

W metodyce badawczej w podrozdziale 3.1 prawidłowo opisano sposób poboru i przygotowania osadów przefermentowanych ADS (przefermentowany osad ściekowy przed odwodnieniem), TDS (zagęszczony przefermentowany osad ściekowy) i DDS (odwodniony przefermentowany osad ściekowy). Warto było jednak już w tym miejscu wyraźnie i syntetycznie wyjaśnić różnice między ADS, TDS i DDS, ponieważ oznaczenia te są kluczowe dla całej dysertacji.

W podrozdziale 3.3 pozytywnie oceniam szeroki zakres metod analitycznych, obejmujący oznaczenia fizykochemiczne, analizę elementarną, BET/BJH, XPS, FTIR-ATR, Raman, GC-MS, TGA/DTG oraz badania fermentacji półciągłej. Tak rozbudowana metodyka pozwala nie tylko określić parametry produktów, ale również interpretować mechanizmy zmian zachodzących w czasie hydrotermalnej karbonizacji i co-hydrotermalnej karbonizacji.

W przypadku wielu analiz korzystne byłoby przedstawienie wyników w postaci punktów eksperymentalnych wraz z krzywymi aproksymacyjnymi oraz parametrami oceny jakości dopasowania, takimi jak współczynnik korelacji lub współczynnik determinacji R^2 oraz odchylenie standardowe. Umożliwiłoby to pełniejszą ocenę zmienności danych oraz siły zależności pomiędzy zmiennymi niezależnymi i wynikowymi. Przykładem właściwego podejścia jest rysunek 19 na stronach 50-51. Zastosowanie podobnej formy graficznej również w innych częściach rozprawy podniosłoby przejrzystość prezentacji wyników i ułatwiłoby ich ocenę statystyczną.

We wniosku 2 występuje zapis: „*hydrochar produkowany z osadów (11-21% początkowej wilgotności)*”. Z kontekstu wynika, że chodzi raczej o 11-21% początkowej suchej masy, a nie wilgotności.

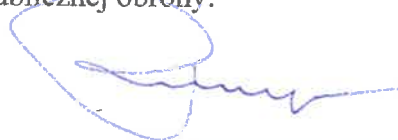
W pracy warto było ograniczyć użycie kategoriycznych określeń, takich jak „jednoznacznie”, „najkorzystniejszy”, „najbardziej korzystny” czy „korzystniejszy”, zwłaszcza tam, gdzie wyniki są związane z ograniczeniami badawczymi wynikającymi ze zmienności składu skratek, skali laboratoryjnej procesu lub uproszczonego charakteru bilansu ekonomicznego.

4. Wniosek

Przedstawiona przez Panią mgr inż. Ninę Kosińską rozprawa doktorska pt.: „*Integracja co-hydrotermalnej karbonizacji z fermentacją beztlenową – waloryzacja produktów dla zastosowań w energetyce*”, stanowi oryginalne rozwiązanie w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w sferze gospodarczej, spełniając ustawowe i zwyczajowe kryteria stawiane rozprawom doktorskim (art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2024 poz. 1571, z późn. zm.)).

Doktorantka wykonała wiele czasochłonnnych i skomplikowanych metodycznie badań, dotyczących oceny możliwości współprzetwarzania osadów przefermentowanych oraz skratek w procesie co-hydrotermalnej karbonizacji. Zweryfikowała uzyskane wyniki w zakresie wpływu rodzaju osadu, warunków procesu oraz dodatku skratek na właściwości produktów stałych i ciekłych, a także określiła ich potencjał energetyczny w procesach termochemicznych i fermentacyjnych.

Wnoszę o dopuszczenie Doktorantki do publicznej obrony.



Koszalin, maj 2026 roku