

Gdańsk, 24 maja 2021

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Michała Piątka

Modelowanie kinetyki procesu wytwarzania biogazu z materiałów lignocelulozowych

Opinia została opracowana na zlecenie Instytutu Inżynierii Mechanicznej, SGGW w Warszawie.

Promotor rozprawy doktorskiej: **prof. dr hab. inż. Aleksander Lisowski**

Promotor pomocniczy: **dr inż. Magdalena Dąbrowska**

I. Zawartość rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska obejmuje 68 stron w jednym tomie; składa się z następujących części:

- streszczenia (w języku polskim i angielskim),
 - wykazu publikacji stanowiących pracę doktorską
 - ✓ **Piątek M.**, Lisowski A., Dąbrowska M., 2021. Surface-Related Kinetic Models for Anaerobic Digestion of Microcrystalline Cellulose: The Role of Particle Size. *Materials* 14, 487. **(140 pkt., IF = 3.057)**
 - ✓ **Piątek M.**, Lisowski A., Dąbrowska M., 2021. The effects of solid lignin on the anaerobic digestion of microcrystalline cellulose and application of smoothing splines for extended data analysis of its inhibitory effects. *Bioresource Technology* 320, 124262. **(140 pkt. IF= 7.539)**
1. Wprowadzenia
 2. Problemu i hipotez badawczych
 3. Celu badań
 4. Metodyki badań
 5. Wyników i dyskusji
 6. Wniosków
 7. Literaturę zawierającą 46 pozycji literatury i obejmującą najnowsze publikacje w renomowanych czasopismach; 37 cytowanych prac pochodzi z ostatnich 10 lat.
 8. Załączniki zawierające wyżej wymienione prace stanowiące pracę doktorską

II. Cel, teza i zakres rozprawy

Cel pracy jest podzielony na zakres naukowy i użyteczny, przy czym **celem naukowym** jest: „Opracowanie nowego modelu uwzględniającego ubytek dostępnej powierzchni podczas hydrolizy celulozy w procesie fermentacji anaerobowej.”

oraz

„Zbadanie potencjalnego wpływu nierozpuszczalnych lignin na hydrolizę i metanogenezę procesu fermentacji.”

Celem użytecznym jest:

„Opracowanie wytycznych dotyczących projektowania reaktorów fermentacji anaerobowej materiałów lignocelulozowych.”

Autor formułuje **hipotezę badawczą**:

- ✓ „Modele uwzględniające ubytek dostępnej powierzchni celulozy lepiej opisują proces jej hydrolizy w procesie fermentacji anaerobowej”;
- ✓ „Nierozpuszczone ligniny są inhibitorem zarówno hydrolizy, jak i metanogenezy.”

Zakres rozprawy został przedstawiony w streszczeniu i obejmuje:

- szeroki przegląd literatury i wykazanie luk wiedzy w zakresie wiarygodnych modeli matematycznych fermentacji oraz wpływu lignin w formie stałej na fazę produkcji metanu w procesie fermentacji anaerobowej.
- projekt oraz wykonanie stanowiska badawczego do prowadzenia procesu fermentacji anaerobowej.
- opracowanie nowych modeli matematycznych uwzględniających ubytek dostępnej powierzchni hydrolizowanego materiału
- weryfikację adekwatności modeli na podstawie porównania z eksperymentem oraz modelem kinetyki rzędu I.

Cel rozprawy jest sformułowany w sposób jasny i precyzyjny, a zawarty w recenzowanej rozprawie doktorskiej materiał badawczy w postaci kompleksowo przeprowadzonych badań i analiz w pełni odpowiada sformułowanemu celowi oraz zakresowi rozprawy.

III. Treść rozprawy

W **Streszczeniu** przedstawionym w języku angielskim i polskim, Autor omawia zakres pracy oraz uzyskane wyniki.

W Rozdziale 1. **Wprowadzenie**, Doktorant omawia przedmiot pracy oraz przedstawia ciekawą i obszerny przegląd literatury w aspekcie stosowania metod obróbki wstępnej oraz związanych z nimi inhibitorami fermentacji, wpływie lignin w formie stałej i rozpuszczanej, akumulacji lotnych kwasów tłuszczowych, rozdrobnienia cząstek lignocelulozy, efektywności enzymów takich jak celulaza, kinetyki hydrolizy celulozy, jej rozdrobnienia i powierzchni właściwej. Doktorant stwierdza, że brak jest wiedzy dotyczącej wpływu wymiaru cząstek krystalicznej celulozy na kinetykę procesu hydrolizy oraz modeli matematycznych opisujących zależność procesu fermentacji od jej rozdrobnienia.

Ponadto, Doktorant stwierdza, że aspekt wpływu lignin w formie stałej nie został przebadany w stopniu satysfakcjonującym, szczególnie w aspekcie zaburzeń procesu takich jak nadmierna akumulacja lotnych kwasów tłuszczowych. Te aspekty wynikające z przeglądu literatury pomogły sformułować cel oraz hipotezę badawczą pracy.

Rozdział 2 przedstawia **Problem i hipotezy badawcze** omówione wyżej.

Rozdział 3 **Cel badań** poświęcono przedstawieniu omówionym już celom naukowym i utylitarnemu.

W rozdziale 4 **Metodyka badań** przedstawiono metodę przygotowania próbek celulozy z wykorzystaniem separacji sitowej, metody oznaczenie wilgotności materiału, gęstości właściwej, stopnia polimeryzacji, stopnia krystalizacji, powierzchni właściwej oraz wskaźnika retencji wody. Następnie omówiono badania eksperymentalne fermentacji ze szczególnym uwzględnieniem rozdrobnienia celulozy oraz efektu inhibicji wywołanej obecnością krystalicznej ligniny. Następnie przedstawiono znowelizowany model matematyczny fermentacji, uwzględniający ubytek cząstki celulozy w trakcie procesu. Przedstawiono metodę weryfikacji modeli oraz wprowadzono pojęcie inhibicji poprzez powiązanie jej z długością poszczególnych etapów procesu fermentacji. Rozdział zakończono omówieniem stosowanej analizy statystycznej.

W rozdziale 5 przedstawiono **Wyniki i dyskusję**. Omówiono w nim wyniki badań mikroskopowych odseparowanych frakcji celulozy poddanej następnie fermentacji. Wykazano, że rozdrobnienie nie wpływa na uzysk biogazu lecz na szybkość procesu. Weryfikacja różnych modeli udokumentowała wyższość znowelizowanego modelu uwzględniającego ubytek cząstki celulozy. Określono stałe kinetyki i ich zależność od rozdrobnienia. Następnie omówiono wpływ ligniny w formie stałej na inhibicję procesu fermentacji.

Rozprawę kończy rozdział **6. Wnioski** gdzie w sposób syntetyczny podsumowano uzyskane w rozprawie wyniki oraz sformułowano najistotniejsze wnioski.

IV. Oryginalność rozprawy

Recenzowana rozprawa stanowi oryginalny przyczynek do opisu oraz modelowania złożonych procesów fermentacji. Należy podkreślić unikalność badań w aspekcie badania hydrolizy i fermentacji różnych frakcji celulozy. Wykazano przy tym wyższość znowelizowanego modelu fermentacji uwzględniającego ubytek cząstki celulozy, szczególnie w przypadku wariantu cząstek sferycznych. Doktorant wyznaczył stałe kinetyki dla modelu cząstek cylindrycznych oraz sferycznych dla różnych rozmiarów cząstek. Globalny błąd względny dopasowania wyniósł 2,08% i 1,71%, odpowiednio dla modelu cząstek cylindrycznych i sferycznych. Wykazano, że powierzchnia cząstek jest kluczowa dla procesu hydrolizy celulozy. Zwrócono uwagę na proces aglomeracji i występującą w związku z tym nieliniowość.

Następnie omówiono zagadnienie inhibicji procesu fermentacji oraz wpływu ligniny na jej zakres. Wykazano, że nierozpuszczalne ligniny są inhibitorem zarówno hydrolizy, jak i metanogenezy.

Wszystko to przesądza w mojej ocenie o oryginalności pracy i istotnym wkładzie w rozwój procesów fermentacji metanowej. Uzyskany materiał badawczy w pełni pozwala na stwierdzenie, że cel oraz zakres recenzowanej rozprawy zostały zrealizowane a teza pracy dowiedziona.

V. Wartości poznawcze pracy

Istotne znaczenie dla recenzowanej rozprawy ma to, że zaprezentowano nowe wyniki kompleksowych badań numerycznych procesu fermentacji. Wykazano, że „modele uwzględniające ubytek powierzchni materiału hydrolizowanego w procesie fermentacji anaerobowej lepiej opisują badane zjawisko od modelu kinetyki rzędu pierwszego.” Szczególnie dobrze opisuje rzeczywistość wersja dla cząstek sferycznych. Z analizy rezultatów wynika, że nierozpuszczalne ligniny są inhibitorem zarówno hydrolizy, jak i metanogenezy. Negatywny wpływ nierozpuszczalnych lignin na metanogenezę ujawnia się szczególnie dla tzw. kultur niezbalansowanych, gdzie brakuje metanogenów.

Zaprezentowane w rozprawie rezultaty wnoszą istotny wkład poznawczy w dziedzinie inżynierii rolniczej zwłaszcza w zakresie zagadnień podstaw teoretycznych procesu hydrolizy i fermentacji.

VI. Wartości użytkowe pracy

Recenzowana rozprawa ma niewątpliwie walor aplikacyjny, wynikający z aktualności poruszanych zagadnień, szczególnie w aspekcie fermentacji odpadów lignocelulozowych.

Podsumowując, pragnę jeszcze raz podkreślić dużą wartość użyteczną przeprowadzonych badań i recenzowanej pracy. Autor wykazał, że możliwe jest ograniczenie procesów inhibicji poprzez stosowanie odpowiednich obróbek wstępnych.

VII. Uwagi krytyczne i dyskusyjne

VII.1. Uwagi o charakterze merytorycznym (w kolejności zgodnej z układem rozprawy)

W rozprawie zaprezentowano oryginalne oraz kompleksowe ujęcie zagadnienia co stanowi niewątpliwie osiągnięcia naukowe Doktoranta. Poniższe uwagi nie umniejszają mojej pozytywnej oceny rozprawy doktorskiej.

Uwagi ogólne:

1. Generalnie opis warunków eksperymentu nie jest pełny a czasem sprzeczny:
W rozdziale 4 (str. 16) podano, że niezbalansowane inokulum (po 3 miesiącach przechowywania w warunkach 20 °C) było użyte w drugim eksperymencie gdzie badano wpływ lignin. W pracy 2 str. 60 podano, że w tym przypadku użyto świeżego inokulum, natomiast niezbalansowane inokulum (po 4 miesiącach przechowywania w warunkach 20 °C) było wykorzystane w pierwszym eksperymencie dla badania wpływu rozdrobnienia celulozy na fermentację. Jak to było w rzeczywistości?
2. Czy próbowano uzyskać niezbalansowane inokulum innymi metodami np. poprzez jego stres w warunkach niskiego pH lub wysokiej temperatury?
3. Dlaczego wartość stałej kinetycznej dla cząstek sferycznych jest mniejsza niż dla cząstek cylindrycznych?
4. Powierzchnia właściwa cząstek frakcji 32–45 µm jest większa od frakcji 20–32 µm ze względu, zdaniem Autora, na ich aglomerację. Co zdaniem doktoranta jest ważniejsze brak sferycznej symetrii czy ewentualna porowatość ?
5. Autor twierdzi, że inhibicja fermentacji zależy od koncentracji ligniny liniowo (str. 63) choć wydaje się, że w zakresie małych koncentracji lignina ma dodatni wpływ – powodując zakrzywienie funkcji. Proszę o komentarz.

Uwagi drobniejsze:

1. Str. 10. „Problematyczna, niska kinetyka hydrolizy celulozy jest związana z reakcjami enzymatycznymi, takimi jak warunki reakcji, aktywność celulazy,...”
2. Str. 61. „The results are shown in. – zdanie niedokończone”
3. Str. 63. “It can be stated that in conditions, where the hydrolysis rate is low and a long duration is required to reach maximum inhibition, methanogens are also inhibited because methanogens consume VFAs, which are provided to them by hydrolysis.”
4. Brak odwołania do rysunków w suplemencie utrudnia ich identyfikację.

VII. 2. Uwagi porządkowe (w kolejności zgodnej z układem rozprawy)

Rozprawa doktorska przygotowana jest starannie pod względem edytorskim i językowym. Poprawna jest struktura i plan pracy.

VIII. Uwagi końcowe

Praca napisana jest w sposób dość zrozumiały, zamieszczono w niej wiele szczegółowych informacji pozwalających na dokładne przeanalizowanie materiału badawczego. Powyższe uwagi krytyczne mają na celu jedynie pomoc w wykorzystaniu przedstawionego materiału dla dalszych prac nad zagadnieniem fermentacji.

IX. Wniosek do Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Mechanicznej, SGGW w Warszawie.

Przedstawiona do oceny rozprawa doktorska jest wartościową pracą naukową. Doktorant wykazał się umiejętnością formułowania problemów badawczych i rozwiązywania ich przy

użyciu metod eksperymentalnych i numerycznych właściwych przedstawianej dziedzinie, w tym kinetyki procesu fermentacji. Na szczególne wyróżnienie zasługuje oryginalne opracowanie nowego modelu fermentacji uwzględniającego ubytek substratu (celulozy).

Podsumowując, wysoko oceniam dorobek Doktoranta w zakresie rozwoju procesu fermentacji i jego modelowania.

Przedstawiona rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego oraz pokazuje, że kandydata posiada ogólną wiedzę teoretyczną w dyscyplinie naukowej: „Inżynieria Mechaniczna” w wystarczającym zakresie. Potwierdza, że Doktorant posiadał umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Zaprezentowana w rozprawie analiza stanowi rozwiązanie zadania naukowego i spełnia w moim przekonaniu wymagania stawiane rozprawom doktorskim.

Biorąc powyższe pod uwagę, stwierdzam, że:

1. Rozprawa doktorska **mgr inż. Michała Piątka** spełnia wymagania art. 13 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. *o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki* (Dz. U. Nr 65, poz. 595, stan prawny na dzień 30 września 2011 r.) i w związku z art. 179 ust. 1 ustawy z dnia 3 lipca 2018 r. *Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (Dz. U. z 2018 r. poz. 1669 z późn. zm.) wnosząc o dopuszczenie jej do publicznej obrony.
2. Zakres rozważań rozprawy kwalifikuje ją do dziedziny nauk inżynieryjno-technicznych i dyscypliny *inżynieria mechaniczna* według nowej klasyfikacji dziedzin i dyscyplin określonej w rozporządzeniu z dnia 20 września 2018 r. (Dz. U. z 2018 r. poz. 1818).

