

Prof. dr hab. inż. Zygmunt Kowalski
Instytut Gospodarki Surowcami Mineralnymi i Energią
Polskiej Akademii Nauk w Krakowie

Kraków 2024-07-20

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Marcina Bieguna
pod tytułem „Nowe nawozy mikroelementowe na bazie azotanu amonu”

Recenzję wykonano na podstawie uchwały Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Chemiczna Politechniki Wrocławskiej z dnia 22 maja 2024.

Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Podjęty w pracy doktorskiej temat związany jest z opracowaniem technologii produkcji nowych mikroelementowych stałych kompozytów nawozowych, na bazie azotanu(V) amonu i takich pierwiastków mikroelementowych jak cynk, mangan, miedź i żelaza. Badanymi mikroelementami były sole nieorganiczne i chelaty mikroelementowe. Dla zwiększenia stabilności termicznej badanych kompozytów, zastosowano dolomit. Zaproponowana metoda wzbogacania nawozów w mikroelementy może znaleźć zastosowanie w projektowaniu i produkcji nawozów mikroelementowych na bazie azotanu(V) amonu spełniających wymogi jakościowe i związane z bezpieczeństwem procesu, oraz w opracowaniu metod i procedur badawczych w celu kontroli ich jakości i standaryzacji. Potwierdzono to zarówno w testach laboratoryjnych, jak i przemysłowych. Badania umożliwiły opracowanie wstępnych złożów koncepcji technologicznej wytwarzania nowych nawozów mikroelementowych dla procesu ciągłego w skali 2t/h.

Należy podkreślić realizację badań przedstawionych w pracy doktorskiej w pełnym cyklu badawczo-rozwojowym od badań laboratoryjnych poprzez skalę pilotową do skali przemysłowej. Utylitarny charakter pracy potwierdza podjęcie prac przedwdrożeniowych i wdrożeniowych w zakładach produkujących nawozy saletrzano-amonowe (ZA Kędzierzyn), oraz uzyskany wspólny patent PL. 244724 pt. „Sposób otrzymywania warstwowych

nawozów saletrzanych”, (uprawnieni ZA Kędzierzyn i Politechnika Wroclawska), w tym zakresie.

Tak szeroki i kompleksowy zakres badań jest niezbyt często spotykany w pracach doktorskich i stąd też jest godny uwagi.

Niezależnie od przedstawionej niżej szczegółowej oceny należy pozytywnie ocenić szeroki zakres badań własności fizykochemicznych wykonanych w ramach recenzowanej rozprawie doktorskiej i zastosowanie nowoczesnych technik badawczych właściwości nowych nawozów mikroelementowych na bazie AN. Praca została starannie zaplanowana i wykonana z zastosowaniem odpowiednich technik badawczych, które wzajemnie się uzupełniają, co potwierdza posiadanie przez doktoranta umiejętności planowania badań i odpowiedniego całościowego ujęcia ich wyników.

Na podstawie badań doświadczalnych i analizy danych określono wpływ poszczególnych surowców stosowanych do produkcji, oraz wyznaczono optymalny skład otrzymywanych nawozów mikroelementowych, parametry procesu ich otrzymywania, oraz wskaźniki zużycia surowców. Należy podkreślić kompleksowy zakres badań i analiz, jaki zaprezentowano w rozprawie doktorskiej.

Praca doktorska liczy jest niezwykle obszerna, liczy 326 stron, oraz zawiera 263 pozycje cytowanej literatury, 110 rysunków (a także oraz dodatkowo 145 rysunków w Załączniku nr 1) i 62 tabele (a także 2 tabele w Załączniku nr 2). Praca jest dobrze zredagowana. Należy podkreślić dobry układ tekstu i bardzo dobre opracowanie graficzne rysunków i tabel.

Celem recenzowanej rozprawy doktorskiej (pkt. 3) było opracowanie kompozycji stałych nawozów mikroelementowych na bazie azotanu(V) amonu, jako źródła azotu. Zakres pracy obejmował w szczególności: wpływ dodatków soli nieorganicznych i chelatów mikroelementowych, oraz dolomitu na termiczny rozkład azotanu(V) amonu; badania stopnia schelatowania mikroelementów w modelowym środowisku nawozowym; Wpływ parametrów procesu na własności wytwarzanych produktów; Opracowanie wstępnej koncepcji technologicznej procesu technologicznego.

Pod względem merytorycznym rozprawę doktorską podzielono na dwie części. Pierwsza z nich to wprowadzenie, oraz część literowa (pkt. 1 i 2), oraz opis celu i zakresu pracy (pkt. 3). Drugą część, eksperymentalną przedstawia pkt.4. Założenia do koncepcji technologicznej omówiono w pkt. 5. Pkt. 6 przedstawia Wnioski, pkt. 7, Podsumowanie. Ponadto dołączono streszczenia w języku polskim i angielskim, zestawienie cytowanej literatury, spisy rysunków, tabel i załączników, wykaz skrótów użytych w pracy, a także wykaz dorobku naukowego doktoranta.

W części literaturowej (pkt. 2) bardzo obszernie opisano: rolę składników pokarmowych w odżywianiu roślin; nawozy mikroelementowe; rolę produkcji azotanu(V) amonu w przemyśle nawozowym; problem synergizmu w kompozycjach nawozów azotowo-mikroelementowych, proces produkcji nawozów saletrzano-amonowych. Przedstawiono też badania patentowe dotyczące nowości opracowywanych metod produkcji. .

Całość części literaturowej oceniam pozytywnie, gdyż udało się w niej kompleksowo przedstawić obszerną problematykę związaną pośrednio i bezpośrednio z tematem opiniowanej pracy doktorskiej.

Metodykę i analitykę badawczą opisano w Części Eksperymentalnej (pkt. 4.1-4.3) charakteryzując w szczególności materiały użyte do badań, aparaturę badawczą, stosowaną analitykę i metody badawcze. W pkt. 4.4 tej części scharakteryzowano wybrane składniki kompozycji nawozowych. Pkt. 4.5 przedstawia wyniki badań wpływu mikroelementowych składników kompozycji nawozowych na proces dekompozycji azotanu(V) amonu. Pkt. 4.6 wyniki badań wpływu dolomitu na własności termiczne rozkładu mieszanek mikroelementowych składników kompozycji nawozowych. Pkt. 4.7 omawia wyniki badań trwałości i przyswajalności opracowanych mieszanek, a pkt. 4.8 opisuje sposoby ich wytwarzania w warunkach laboratoryjnych, oraz badania termiczne, fizykochemiczne i użytkowe otrzymanych kompozycji nawozowych.

Cel pracy został osiągnięty. Wykazano, że możliwe jest otrzymanie bezpiecznych w produkcji, magazynowaniu i obrocie nawozów mikroelementowych na bazie azotanu(V) amonu. Korzystne kompozycje powinny zawierać [% mas.]: do N – 28; Zn – 0,2 w postaci chelatu EDTA lub IDHA, oraz dolomit jako uzupełnienie. Z uwagi na walory jakościowe i prostotę metody wprowadzania chelatów mikroelementowych korzystne jest zastosowanie aparatu fontannowego.

Wnioski odzwierciedlają wyniki badań.

Uwagi ogólne

Cele pracy zostały osiągnięte i poparte opracowanymi wynikami badań, które oceniam jako bardzo wartościowe, zarówno pod względem naukowym, jak i wdrożeniowym. Tym samym spełnione zostały warunki do pozytywnej oceny merytorycznej przedstawionej rozprawy doktorskiej.

Analizując pracę doktorską pozwolę sobie na sformułowanie następujących uwag:

1. Wyniki badań przedstawionych części doświadczałnej mają pewien mankament formalny.

Wszystkie tabele i rysunki powinny być tak sformułowane aby zawierać pełne dane

opisujące tabele, czy rysunki, aby nie trzeba by było ich szukać w tekście (używany jest termin *self explaining* w literaturze naukowej). Ułatwia to bardzo analizę wyników.

2. Język pracy, bardzo staranie opracowanej, został odpowiednio sprawdzony.
3. Pomimo wysokiej oceny merytorycznej, uważam, że praca jest zbyt obszerna i mimo wszystko mogłaby być krótsza.
4. Analizy termiczne są bardzo ważną i wartościową częścią pracy doktorskiej, ale obejmują w sumie aż około 30% objętości tekstu. Proszę o komentarz.
5. Uwaga formalna: Pkt.7 Wnioski powinien być poprzedzony przez pkt.6 Podsumowanie.

Uwagi szczegółowe

1. Str.8, pkt 4.5 – proponuję bez ...nad...tak jak w pozostałych podtytułach
2. Str. 10 ostatni akapit – to stwierdzenie nie zgadza się z danymi z rys.4.
3. Str. 19 – wyjaśnienie kursywą do rys. 3. Wydaje się celowe podanie zakresu ilościowego wysokich zawartości materii organicznej i substancji mineralnych, podobnie jak dla pH.
4. Str. 55 pkt. 2.2.2 – chelaty, a chelatory proszę sprecyzować różnice.
5. Str. 39, pkt. 2.3.4 – chyba chodzi o fazy krystaliczne, a nie przemiany krystalograficzne.
6. Str. 39 pkt. 2.3.4 – brak jakichkolwiek danych o wspomnianej fazie VI.
7. Str. 53 pkt. 2.5. – w przeglądzie patentów brak skrótu patentu PL. 244724
8. Str. 59, pkt. 7 i 8 proponuję usunąć ...nad... i odpowiednio sformułować
9. Str. 73, pkt. 4.4.1 - analizy termiczne przedstawione w Załączniku 1 są interpretowane w tej części tekstu, co jest kłopotliwe dla czytelnika pracy. Czy mimo wszystko nie należałoby włączyć rysunków z Załącznika nr 1 do tej części tekstu. Proszę o komentarz.
10. Str. 87, pkt. 44. – Załącznik nr 2 zawiera tylko 2 tabele bez opisu. Należałoby je włączyć do tej części tekstu.

Tak niewielka ilość uwag potwierdza moją bardzo wysoką ocenę pracy doktorskiej. Doktorant wykazał się umiejętnościami planowania i wykonywania eksperymentów przy wykorzystaniu nowoczesnych technik laboratoryjnych i metod analitycznych. Należy pozytywnie ocenić wykonanie szerokiego zakresu badań, które zostały właściwie zinterpretowane i podsumowane. Bardzo cennym elementem pracy doktorskiej jest realizacja zakresu badań zawartych w pracy doktorskiej w pełnym cyklu badawczo-rozwojowym od badań laboratoryjnych poprzez skalę pilotową do skali przemysłowej. Wysoko też należy ocenić dorobek publikacyjny doktoranta obejmujący 16 publikacji z listy filadelfijskiej (w

tym 6 związanych bezpośrednio z pracą doktorską, o łącznym IF=38,8 i 7 zgłoszeń patentowych.

Recenzowaną pracę doktorską oceniam jako bardzo dobrą pracę eksperymentalną. Uważam podjęcie tego tematu za bardzo wartościowe i celowe.

Stwierdzam, że przedstawiona praca doktorska spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim określone art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2021r., poz. 478 z późn.zm.), w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych, w dyscyplinie inżynieria chemiczna, oraz wnoszę o jej przyjęcie i dopuszczenie mgr inż. Marcina Bieguna do jej publicznej obrony.

Zygmunt Kowalski