

dr hab. Iwona Kowalska

Puławy, 18.05.2023 r.

Instytut Uprawy Nawożenia i Gleboznawstwa

– Państwowy Instytut Badawczy w Puławach

Recenzja rozprawy doktorskiej
mgr inż. Radosława Marcina Góry
pt. „Weryfikacja, opracowanie i optymalizacja nowych produktów
nawozowych na bazie mocznika pod kątem własności fizykochemicznych”

1. Przedmiot recenzji

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska mgr inż. Radosława Marcina Góry pt. „Weryfikacja, opracowanie i optymalizacja nowych produktów nawozowych na bazie mocznika pod kątem własności fizykochemicznych” wykonana w Instytucie Agrofizyki im. Bohdana Dobrzańskiego Polskiej Akademii Nauk w Lublinie, pod kierunkiem promotora prof. dr hab. inż. Mateusza Stasiaka oraz promotora pomocniczego dr inż. Krzysztofa Dziuby. Recenzja została opracowana na podstawie decyzji Rady Naukowej Instytutu Agrofizyki im. Bohdana Dobrzańskiego PAN z dnia 20 marca 2023 roku.

2. Problematyka rozprawy

Problematyka rozprawy mieści się w dziedzinie nauk rolniczych, w dyscyplinie rolnictwo i ogrodnictwo. Współczesne rolnictwo staje przed wieloma wyzwaniami m.in. w zakresie ograniczenia negatywnych oddziaływań na środowisko naturalne. Kluczowym dokumentem jest Dyrektywa Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2016/2284 z dnia 14 grudnia 2016 r. w sprawie redukcji krajowych emisji niektórych rodzajów zanieczyszczeń atmosferycznych, wprowadzona do prawa krajowego ustawą z dnia 7 maja 2020 r. o zmianie ustawy o nawozach i nawożeniu oraz ustawy o Państwowej Inspekcji Ochrony Roślin i Nasiennictwa. Ustawa ta wprowadziła zakaz stosowania od 1 sierpnia 2021 roku na terenie Polski nawozów mocznikowych w pierwotnej postaci, czyli bez dodatku inhibitora ureazy, hamującego procesy enzymatyczne w glebie lub bez otoczkowania granul mocznika biodegradowalną powłoką spowalniającą uwalnianie nawozu do roztworu glebowego. Nowe przepisy regulacyjne wprowadzają konieczność modyfikacji

istniejących nawozów na bazie mocznika pod kątem ograniczenia emisji amoniaku. Podkreślić należy, że zagadnienia te mają szczególne znaczenie w przypadku mocznika, który cechuje się relatywnie największymi stratami azotu w postaci emisji amoniaku.

W świetle powyższych faktów podjęte przez mgr inż. Radosława Marcina Górę badania dotyczące weryfikacji, opracowania i optymalizacji nowych produktów nawozowych na bazie mocznika pod kątem własności fizykochemicznych, należy uznać za bardzo interesujące i aktualne wobec wymagań związanych z ograniczeniem emisji związków azotu. Oprócz korzyści środowiskowych, ma to również wpływ na korzyść ekonomiczną, wynikającą z poprawy wykorzystania składników pokarmowych. Dlatego problemy poruszane w ocenianej rozprawie są bardzo istotne, zarówno ze względów poznawczych jak i użytkowych.

3. Formalna ocena rozprawy

Przedłożona do oceny rozprawa doktorska ma charakter naukowo-praktyczny i realizowana była w ramach II edycji programu „Doktorat wdrożeniowy”. Układ pracy jest oparty na wynikach badań eksperymentalnych. Rozprawa obejmuje 131 stron. Zasadniczą treść opracowania przedstawiono w sześciu rozdziałach:

1. Przegląd literatury (str. 13-40),
2. Cel pracy i hipoteza badawcza (str. 41),
3. Metodyka badań (str. 42-51),
4. Wyniki badań (str. 52-82),
5. Dyskusja wyników (str. 83-103),
6. Wnioski (str. 104-107).

Kolejność rozdziałów i podrozdziałów jest logiczna, a ich tytuły są prawidłowe. Na początku rozprawy (str. 11-12) został zamieszczony wykaz ważniejszych skrótów i oznaczeń używanych w dysertacji. Na końcu rozprawy (od str. 108) został przedstawiony spis 10 tabel, 37 rysunków i 209 pozycji literatury, z czego aż 84,2 % stanowią pozycje obcojęzyczne, które pod względem formalnym i merytorycznym są cytowane w sposób właściwy. Układ pracy jest logiczny i spełnia wymagania stawiane dysertacjom doktorskim. Praca napisana jest językiem zrozumiałym i poprawnym stylistycznie oraz umożliwiającym łatwe śledzenie przeprowadzonych badań i analizę przedstawionych wyników.

4. Merytoryczna ocena pracy

Rozdział 1 - Przegląd literatury

W rozdziale **Przegląd literatury** Doktorant jasno i jednoznacznie wprowadza w tematykę podjętych badań wskazując na rolę azotu w prawidłowym rozwoju roślin oraz jego wpływ na plonowanie. Ważnym elementem tego rozdziału jest opisanie zjawiska strat azotu i jego wpływu na środowisko. Doktorant scharakteryzował także sposoby ograniczania emisji amoniaku z mocznika. Ograniczenie strat azotu jest możliwe poprzez zastosowanie inhibitorów ureazy i nityfikacji, które hamują procesy hydrolizy mocznika w glebie, oraz poprzez pokrycie granul nawozu otoczką polimerową, stanowiącą barierę fizyczną dla uwalnianych składników odżywczych. Doktorant bardzo szczegółowo opisał także właściwości fizykochemiczne nawozów granulowanych. Autor zaprezentował obecny stan wiedzy oraz dorobek krajowych, a głównie zagranicznych ośrodków naukowych związany z tematem dysertacji.

Wyczerpujące przedstawienie problemu było dobrą podstawą sformułowania celu rozprawy i hipotezy badawczej opisanej w następnym rozdziale.

Rozdział 2 - Cel pracy i hipoteza badawcza

Mgr inż. Radosław Marcin Góra w sposób przejrzysty sformował cel pracy, którym było opracowanie nowego, granulowanego produktu na bazie mocznika, o obniżonej emisji amoniaku, z wykorzystaniem otoczek biodegradowalnych oraz inhibitorów ureazy i przetestowanie ich w warunkach laboratoryjnych i przemysłowych.

W hipotezie badawczej Doktorant zakłada, że nowe formułacje nawozowe na bazie mocznika z dodatkiem inhibitora ureazy czy otoczkowane polimerami biodegradowalnymi będą charakteryzować się dobrymi właściwościami fizykochemicznymi oraz mechanicznymi, pozwalającymi na spełnienie istniejących norm dla mocznika granulowanego, jak również umożliwiającymi bezproblemowe ich użytkowanie na etapie produkcji, magazynowania, transportu i rozsiewu. Hipoteza ta jest adekwatna do postawionego problemu badawczego.

Łącząca się logicznie z wprowadzeniem hipoteza badawcza oraz cele pracy zostały postawione w sposób syntetyczny i nie budzą wątpliwości.

Na uwagę zasługuje fakt, że wybrany temat badawczy należy do priorytetowych problemów naukowych, a osiągnięcie zakładanego celu będzie miało nie tylko znaczenie poznawcze, ale także aplikacyjne.

Rozdział 3 – Metodyka badań

Autor w rozdziale **Metodyka badań** opisał szerokie spektrum materiałów, metod badawczych oraz użytej aparatury pomiarowej. Rozdział ten podzielił na 11 podrozdziałów,

z czego 10 jest zatytułowanych tak samo jak podrozdziały w kolejnych rozdziałach: Wyniki badań i Dyskusja wyników.

Do badań właściwości fizykochemicznych Doktorant wytypował 11 formułacji nawozowych na bazie mocznika granulowanego, w tym: dwa obiekty kontrolne (Pulrea, Pulrea BA), sześć nawozów zawierających dodatek inhibitora ureazy (Pulrea InU 1, Pulrea InU 1 BA, Pulrea InU 2, Pulrea InU 2 BA, Pulrea InU 3, Pulrea InU 4) oraz trzy produkty otoczkowane powłoką biodegradowalną (Pulrea O-1-6, Pulrea O-1-10, Pulrea O-2). Opis badanych nawozów oraz ich preparatyka został przedstawione w odrębnym rozdziale i są objęte klauzulą tajności.

Podstawę do opracowania rozprawy doktorskiej stanowiły bardzo pracochłonne i wielowątkowe badania. Przeprowadzone badania uwzględniały siedem aspektów, które determinują właściwe zachowanie produktu w całym cyklu życia, począwszy od produkcji, po aplikację przez użytkownika końcowego.

- Na wstępie Doktorant zbadał wielkość granul za pomocą suwmiarki elektronicznej i rozkład granulometryczny nawozów przy użyciu wstrząsarki laboratoryjnej.
- Następnie Doktorant określił gęstość nasypową w stanie luźnym i zagęszczonym oraz ściśliwość przy użyciu automatycznego testera proszków Hosokawa Powders Tester PT-S (Hosokawa Micron B.V., Cheshire, UK) zgodnie z normą ASTM D6393 (Norma ASTM D6393). Określił także kąt nasypu, kąt zsypania i kąt różnicy formułacji na bazie mocznika granulowanego.
- W kolejnym etapie badań Autor przeprowadził test wytrzymałości pojedynczej granuli (z wykorzystaniem maszyny wytrzymałościowej LLOYD Instruments LRX, jak również przy użyciu twardościomierza Tablet Hardness Tester TBH-425) oraz wykonał badanie wytrzymałości materiału sypkiego i tarcie o materiały konstrukcyjne, tj. blachę nierdzewną, blachę ocynkowaną, blachę czarną i blachę aluminiową, z zastosowaniem aparatu obrotowo-pierścieniowego bezpośredniego ścinania RST-01.
- Następnie Doktorant przeanalizował wpływ powłoki zawierającej inhibitor ureazy oraz otoczki biodegradowalnej na odporność na ścieranie. Badanie ścieralności granul wykonał przy użyciu testera ścieralności granulatów Electrolab EGF-1.
- Kolejnym etapem badań było określenie starty suszenia oraz zawartości wody w badanych próbkach. Do oznaczenia strat suszenia w temperaturze 65°C wykorzystano wagosuszkę firmy RADWAG MA 110.R, a zawartość wody została określona metodą Karla – Fischera w urządzeniu do miareczkowania Metrohm 701 KF TITRINO.

- Doktorant określił także higroskopijności materiału, badając proces absorpcji wilgoci nawozów w czasie, przy różnych wartościach wilgotności względnej powietrza (70, 75 i 80%).
- Następnie Autor zbadał tendencję do zbrylania złoża nawozu pod naporem odzwierciedlającym rzeczywiste warunki przechowywania, przeprowadzając standardowy test przechowywania pod obciążeniem.

Uzyskane wyniki badań zostały opracowane statystycznie.

Dobór i zakres metod badawczych należy uznać za wystarczający i umożliwiający realizację założonych celów oraz weryfikację postawionej hipotezy.

Sposób, w jaki zaplanowano badania, metodyka i zastosowana aparatura świadczą o dużej wiedzy Doktoranta i o umiejętności organizacji badań naukowych. Jest to duży atut kandydata ubiegającego się o stopień doktora.

Rozdział 4 – Wyniki badań

Znaczącą część pracy stanowi rozdział **Wyniki badań**, który został przedstawiony w 10 podrozdziałach i opracowany na podstawie uzyskanych rezultatów z przeprowadzonych badań. Opis wyników badań wskazuje na dobre rozeznanie Doktoranta w zakresie tematyki objętej badaniami. Autor zilustrował wyniki w formie 21 rysunków i 8 tabel, przedstawiając także różnice istotne statystycznie między badanymi obiektami. Dokonał starannej i logicznej analizy uzyskanych wyników badań.

Omówienie wyników jest szczegółowe i świadczy o dużej wiedzy i doświadczeniu badawczym Doktoranta.

Rozdział 5 – Dyskusja wyników

Dyskusja wyników badań zarówno pod względem jakościowym jak i ilościowym jest dość rozbudowana. Podkreślić należy, że Autor poprawnie skonfrontował wyniki badań własnych z danymi opisanymi w literaturze naukowej.

Rozdział 6 – Wnioski

Zawarte w podsumowaniu wnioski zostały sformułowane w sposób poprawny. Otrzymane wyniki i ich analiza pozwoliły Doktorantowi na sformułowanie 21 wniosków.

Przeprowadzone badania pozwalają wnioskować, że Doktorant przygotowując ocenianą dysertację wykazał się wysokim poziomem ogólnej wiedzy teoretycznej z dyscypliny rolnictwo

i ogrodnictwo, jak również umiejętnością samodzielnej pracy naukowej. Prace tę oceniam bardzo dobrze. Nie ulega wątpliwości, że przygotowana przez mgr inż. Radosława Marcina Górę rozprawa jest nowatorska oraz stanowi oryginalne rozwiązanie w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w strefie gospodarczej.

5. Uwagi dotyczące pracy

Lektura przedmiotowej rozprawy skłania do przedstawienia uwag, które są łatwe do skorygowania i w niczym nie umniejszają wartości merytorycznej pracy oraz nie wpływają na pozytywną jej ocenę. Mogą być natomiast pomocne przy dalszych opracowaniach i przygotowywaniu publikacji.

Uwagi do rozdziału „Przeгляд literatury”:

- str. 15, zwroty „konsumpcja mocznika” lepiej było by zastąpić np. zużycie mocznika,
- str. 31, należy dopisać rok, przy cytowaniu pracy Schulza.

Uwagi do rozdziału „Metodyka badań”:

- str. 43, Według jakiej zależności wyznaczono gęstość nasypową utrząsoną? Z jakiej wysokości był sypany materiał przy pomiarze kąta nasypu?
- str. 49, przy określaniu odporności na ścieranie, masę próbki należy podawać z większą dokładnością (nie około).

Uwagi do rozdziału „Wyniki badań”:

- str. 52, „Największym średnim wymiarem granul charakteryzował się nawóz Pulrea O-1-10 (2,72 mm)”. Należy poprawić błąd, gdyż na rysunku 17 wartość ta wynosi 2,78.
- str. 54, „Dla większości zbadanych nawozów (7 formułacji) dominującą frakcją była frakcja 2-3 mm. Nawozy Pulrea BA, Pulrea InU 2 i Pulrea InU 2 BA, Pulrea O-1-6 cechowały się udziałem frakcji 2 - 3 mm powyżej 70% wag”. Należy dodać Pulrea O-2, która cechowała się udziałem frakcji 2 - 3 mm na poziomie 88,5% wag. (tabela 3).
- Wartości podane w tabeli 3 (oprócz zawartości frakcji 1-4 mm) są także przedstawione na rysunku 19.
- str. 55, „Najniższą gęstością utrząsoną względem pozostałych nawozów wykazał Pulrea O-2 (0,727 kg dm⁻³), a najwyższe wartości gęstości osiągnął Pulrea InU 4 (0,825 kg dm⁻³). Przeprowadzona analiza statystyczna (test nieparametryczny Kruskala – Wallisa) wskazała na istotne różnice pomiędzy średnimi rangami dla tych obiektów,...”. Brak wyników analizy statystycznej dla gęstości nasypowej utrząsionej w tabeli 4.

- str. 58, „Obiekt kontrolny Pulrea charakteryzował się odpowiednio dwukrotnie i 1,75 razy wyższymi wartościami naprężenia przy maksymalnym obciążeniu niż Pulrea 1 BA i Pulrea 2 BA”. Nazwy Pulrea 1 BA i Pulrea 2 BA są błędne.
- str. 58, „Pulrea BA i Pulrea InU 1 wykazują istotnie niższą wartość od nawozów otoczkowanych, o odpowiednio 35 i 29%”. Czy jest to wniosek na podstawie analizy statystycznej?
- str. 61, „Istotnie wyższy efektywny kąt tarcia wewnętrzznego od wymienionych nawozów wykazał Pulrea InU BA...”. Nazwa Pulrea InU BA jest błędna.
- str. 62, „W teście Tukey’a stwierdzono istotnie wyższą wartość badanego parametru przy naprężeniu 20 kPa względem naprężenia 5 kPa dla formułacji: Pulrea, Pulrea BA, Pulrea InU 1 BA”. Jest to prawdą także dla formułacji: Pulrea InU 1, Pulrea InU 2, Pulrea InU 3, Pulrea InU 4, Pulrea O-1-6 i Pulrea O-2 (rysunek 22).
- str. 66, tabela 8 – brak odnośnika do tej tabeli w tekście.
- str. 68, tabela 9 – brak opisu wyników kąta tarcia zewnętrznego oraz brak odnośnika do tej tabeli w tekście.
- str. 69, rysunek 27 – błędne przedstawienie wyników analizy statystycznej m.in. dla Pulrea O-2.
- str. 71, rysunek 29 – błędne przedstawienie wyników analizy statystycznej dla Pulrea BA.
- str. 73-75, rysunek 31-33 – Z czego wynikała różna wielkość liczby n pomiędzy procesami absorpcji wilgoci przedstawionymi na rysunkach 31-33?
- str. 81, „Nawozy bez dodatku antyzbrylacza (Pulrea InU 1 BA, Pulrea InU 2 BA i Pulrea InU 3 BA) uległy zbryleniu w stopniu uniemożliwiającym przywrócenie ich do postaci sypkiej”. Nawóz Pulrea InU 3 BA nie był materiałem badań tej rozprawy doktorskiej.

Uwagi do rozdziału „Dyskusja wyników”:

- str. 84, „Największym średnim wymiarem granul charakteryzował się nawóz Pulrea O-1-10 (2,72 mm)”. Na rysunku 17 jest to wartość 2,78 mm.
- str. 86, „Analiza statystyczna wyników badań własnych autora wskazała na istotnie niższą wartość omawianego parametru dla nawozu Pulrea O-2 względem Pulrea InU 4”. Brak wyników analizy statystycznej w tabeli 4 dla gęstości utręzionej.
- str. 86, „Odnosząc otrzymane wyniki do literatury, stwierdzić należy, że gęstość utręciona badanych nawozów, za wyjątkiem Pulrea InU 4, jest niższa wobec zakresu przedstawionego w literaturze”. Proszę podać odnośniki literaturowe.

- str. 87, „Hůla i in. (2017) określili kąt naturalnego zsypu dla 6 nawozów. Dla mocznika wyniósł on 28,7°, dla siarczanu magnezu 32–16 33,2, dla NPK 15-15-15 32,9°, dla superfosfatu 33,5°, dla siarczanu amonu 20% 34,9°, a dla soli potasowej 60% 35,9%”. Proszę poprawić dane dla siarczanu magnezu zgodnie z cytowaną publikacją oraz podać w stopniach miarę kąta zsypu dla soli potasowej.
- str. 91, „W badaniach prowadzonych w niniejszej pracy wykazano, że moduł sprężystości obiektu kontrolnego Pulrea, jak również zdecydowanej większości badanych nawozów (różnice nieistotne statystycznie, $p > 0,05$) wyniósł średnio 47,7 MPa”. W tabeli 6 wykazano różnice statystycznie istotne dla modułu sprężystości.
- str. 91, „Nawozy Pulrea 1 BA i Pulrea 2 BA posiadały istotnie niższy moduł sprężystości niż Pulrea, a Pulrea 1 BA ...”. Proszę poprawić błędne nazwy formulacji nawozowych.
- str. 92, „...oraz granule 2,8 – 3,35 mm i 1,7 – 2,0 μm w proporcji 50:50 (mieszanka II)”. Proszę poprawić jednostkę μm na mm (zgodnie z publikacją Jha i in. 2008).
- str. 93, „W doświadczeniu tym badano wpływ powierzchni materiału na współczynnik tarcia dla czterech powierzchni materiału, tj. blacha nierdzewna, blacha aluminiowa, PVC i nylon oraz sześciu nawozów: CAN 27 (2 źródła pochodzenia), NP 26-14, NPK 12-10-18, NPK 17-17-17, NP 27-6”. W doświadczeniu prowadzonym przez Hofetee (1992) nie badano nawozu NP 27-6, tylko NP 26-7.
- str. 95, „... że brak środka przeciwbrylającego wpływa na zwiększenie ścieralności nawozów – w przypadku Pulrea o 70%, dla Pulrea 1 InU prawie ośmiokrotnie...”. Proszę poprawić nazwę formulacji Pulrea 1 InU.
- str. 98, „W ramach badań przeprowadzonych w ramach niniejszej pracy wyznaczono...”. Zdanie niepoprawne stylistycznie.
- str. 100, „Wzrost wilgotności względnej do 75% spowodował kilkukrotne zwiększenie stopnia absorpcji wilgoci z powietrza, do wartości 2,3% wag. w przypadku najbardziej higroskopijnego nawozu w zestawieniu (Pulrea O-2)”. Według danych zamieszczonych na rysunku 32, najbardziej higroskopijnym nawozem był Pulrea O-1-6.
- str. 101, „Wyniki otrzymane w niniejszej pracy dla mocznika Pulrea są zbieżne z literaturą”. Proszę podać odnośniki literaturowe.

Uwagi do rozdziału „Wnioski”:

- str. 104, wniosek nr 2 - „Pulrea InU 4 cechował się najniższą wartością badanego parametru (o 11% niższą niż obiekt kontrolny),...”. Informacja niezgodna z danymi zamieszczonymi w tabeli 4 oraz z opisem wyników wartości gęstości nasypowej luźnej na str. 55.

- str. 104, wniosek nr 3 - „Wykazano, że gęstość utrząsiona nawozu Pulrea O-2 była istotnie wyższa względem Pulrea InU 4”. Informacja niezgodna z danymi zamieszczonymi w tabeli 4 oraz z opisem wyników wartości gęstości utrząsionej na str. 55.
- str. 105, wniosek nr 10 - „Brak środka przeciwbrylającego wpływa na zwiększenie ścieralności nawozów. W przypadku Pulrea o 70%, dla Pulrea 1 InU prawie ośmiokrotnie,...”. Proszę poprawić nazwę formulacji Pulrea 1 InU.
- str. 106, wniosek nr 16 - „Wszystkie nawozy otoczkowane, tj. Pulrea O-1-6, Pulrea O-1-10 oraz Pulrea O-2, uległy aglomeracji w stopniu powodującym nieodwracalne zbrylenie badanej próbki”. Zgodnie z informacją zawartą w tabeli 10, Pulrea O-1-6 ulegał trudno odkształcalnemu zbryleniu.

Wniosek końcowy

Przedłożona do oceny rozprawa doktorska mgr inż. Radosława Marcina Góry pt. *„Weryfikacja, opracowanie i optymalizacja nowych produktów nawozowych na bazie mocznika pod kątem własności fizykochemicznych”* spełnia warunki określone w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 roku, Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018, poz. 1668 z późn. zm.).

W związku z powyższym zwracam się do Rady Naukowej Instytutu Agrofizyki im. Bohdana Dobrzańskiego Polskiej Akademii Nauk w Lublinie o dopuszczenie mgr inż. Radosława Marcina Góry do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Jednocześnie z uwagi na tematykę pracy, szeroki zakres badań, dużą wartość poznawczą i potencjał aplikacyjny rozprawy, wnioskuję o jej wyróżnienie.

Iwona Kowalska
dr hab. Iwona Kowalska

