

Dr hab. Zdzisław Adamczyk, prof. PŚ.
Politechnika Śląska
Wydział Górnictwa, Inżynierii Bezpieczeństwa
i Automatyki Przemysłowej
Katedra Geologii Stosowanej

Gliwice, 27.05.2025 r.

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

Pana mgr inż. Huberta Makuły

pt. „Odzysk barytu z osadów powstałych w wyniku zrzutu wód dołowych
wzbogaconych w rad”

Promotor: dr hab. Bogusław Michalik, prof. GIIG-PIB

Promotor pomocniczy: dr inż. Krzysztof Wierzchowski, GIIG-PIB w Katowicach

1. Podstawa wykonania recenzji

Recenzję wykonano na podstawie pisma o numerze NOP.6000.30.2025.RN, PWych/2025/05241 Dyrektora Głównego Instytutu Górnictwa w Katowicach Jarosława Zagórowskiego z dnia 14.04.2025 r., dotyczącego opracowania recenzji rozprawy doktorskiej mgr inż. Huberta Makuły pt. „Odzysk barytu z osadów powstałych w wyniku zrzutu wód dołowych wzbogaconych w rad”.

Postępowanie prowadzone jest w dyscyplinie inżynieria środowiska, górnictwo i energetyka.

2. Znaczenie problematyki podjętej w rozprawie doktorskiej

Do wskazanych kilkudziesięciu surowców krytycznych dla Unii Europejskiej, charakteryzujących się dużym ryzykiem niedoboru dostaw, a jednocześnie o dużym znaczeniu gospodarczym, należy m. in. baryt, będący przedmiotem rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Huberta Makuły. A zatem wybór obiektu badań uważam za trafny i uzasadnia on podjęcie poszukiwań źródeł barytu. A jeśli takim źródłem okazałyby się odpady w postaci osadów powstałych w wyniku zrzutu wód dołowych wzbogaconych w rad, jak w tytule rozprawy doktorskiej, to sukces wskazanego odzysku wychodzi naprzeciw minimalizacji zużycia surowców i zmniejszenia ilości odpadów. Podjęcie takiego tematu jest w związku z tym jak najbardziej aktualnym i ważnym zagadnieniem. Z dużym uznaniem doceniam ideę tych badań, które z jednej strony mają określony cel poznawczy i jednocześnie użyteczny. Doceniam odwagę Autora (i Promotorów), gdyż z drugiej strony badania te stwarzały duże ryzyko niepowodzenia – odzysk barytu może być negatywny. Ale nawet w takim przypadku istniałaby możliwość wskazania innych kierunków poszukiwań źródeł tego cennego minerału.

3. Struktura rozprawy doktorskiej oraz jej ogólna ocena

Rozprawa doktorska mgr inż. Huberta Makuły ma charakter doświadczalny i posiada zrównoważony podział treści, na którą składa się 6 rozdziałów (często z podrozdziałami) na 157 stronach z 33 tabelami, 60 rysunkami, jednym załącznikiem, 185 pozycjami w wykazie

cytowanej literatury oraz streszczeniami w języku polskim i angielskim. Kolejność treści jest logiczna i poprawna.

W pierwszych trzech rozdziałach opisano znaczenie barytu dla gospodarki, wprowadzając podstawowe informacje o tym surowcu i uzasadniając podjęcie tematyki badawczej w rozprawie argumentami naukowymi i praktycznymi, wskazując równocześnie na osady wód złożowych w południowej i południowo-zachodniej części Górnośląskiego Zagłębia Węglowego, jako możliwe źródło tego krytycznego surowca. Ta część rozprawy jednoznacznie ujawnia posiadanie przez Kandydata ogólnej wiedzy teoretycznej z dyscypliny inżynieria środowiska, górnictwo i energetyka. W konsekwencji swoje rozważania Doktorant skupia na możliwości ograniczenia zagrożenia radiacyjnego tych osadów, poprzez ich zagospodarowanie, gdyż zawierają one średnio ok. 20% barytu. Logicznie sformułowane rozważania doprowadziły Autora do określenia celów badawczych, dowodzących dwóch sformułowanych tez dotyczących separacji barytu metodą flotacji. Wiedza przedstawiona w tych rozdziałach, w tym o metodach wzbogacania barytu na świecie, pozwoliła również na ustalenie kryteriów, określonych w dalszej części rozprawy, zastosowanych w eksperymentach nad separacją barytu z przedmiotowych osadów.

Umiejętne i trafne połączenie wiedzy z zakresu geologii, hydrogeologii, mineralogii i mineralurgii, umożliwiło Kandydatowi wykonanie z dużą pieczołowitością szczegółowo zaplanowanych eksperymentów i analizę uzyskanych w olbrzymiej ilości wyników, co przedstawił w rozdziałach 4 i 6. Treść tych rozdziałów potwierdza wcześniej już wysnuty wniosek nt. posiadanej ogólnej wiedzy teoretycznej z dyscypliny przez Kandydata.

Rozprawę doktorską wieńczy *Podsumowanie*, w którym Pan mgr inż. Hubert Makuła krótko charakteryzuje rozwiązywany w rozprawie problem, opisuje syntetycznie rezultaty swoich badań, wskazując na realizację celów, dowodzących sformułowanych tez.

Doktorant nie uniknął drobnych, nielicznych błędów redakcyjnych i edycyjnych: (i) numeracji dwóch rozdziałów i jednej tabeli (33), (ii) braku objaśnień na rys. 2 i 3, (iii) interpunkcyjnych i stylistycznych, (iv) nomenklaturowych (np. „skład mineralogiczny” zamiast „skład mineralny”; „eksploatacja” zamiast „wydobycie”; „tony” zamiast „megagramy”), (v) niekiedy przytaczane wartości z tabel nie korespondują z tekstem (np. tab. 7, 8, 27) lub rysunkiem (rys. 16 i tab. 9), (vi) brak powołań w tekście na 7 pozycji literaturowych i 3 pozycji cytowanych w tekście w spisie.

Pragnę jednak podkreślić, że rozprawa napisana jest bardzo starannie, czytelnie i logicznie, a wykazane przeze mnie powyżej nieliczne potknięcia w tak obszernej pracy, nie stanowią moim zdaniem problemu.

Przedłożona dysertacja pod względem formy czyni zadość wymogom formalnym, wskazanym w art. 187 ust. 3-4 Ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce z 2018 r., z późniejszymi zmianami.

4. Ocena merytoryczna rozprawy i uwagi

Wymagania merytoryczne stawiane rozprawom doktorskim, określone w akcie prawnym cytowanym powyżej, stanowią o oryginalności rozwiązania problemu naukowego w

rozprawie oraz ma ona wykazać ogólną wiedzę teoretyczną kandydata w danej dyscyplinie naukowej, a także umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Poniżej dokonuję analizy pod tym względem.

Oryginalność rozwiązania problemu, jakim jest separacja barytu z osadów powstałych w wyniku zrzutu wód dołowych wzbogaconych w rad nie budzi moich wątpliwości. W testach flotacji barytu Autor wykorzystał 6 kolektorów o znanej i opublikowanej, wysokiej skuteczności separacji barytu, a także 6 innych kolektorów, których skuteczność nie jest powszechnie znana. Testy wykonywano w dwóch etapach, tj. z zastosowaniem kolektorów oraz z zastosowaniem kolektorów w konfiguracji z depresorem, a ponadto wykonano testy flotacji odwróconej z zastosowaniem 5 odczynników chemicznych, flotację czyszczącą dla wybranych koncentratów o największych wartościach uzysku, a także separację barytu wirówką Bahco. W celu uzyskania wysokiej skuteczności w separacji barytu z osadów w eksperymentach regulowano różne parametry procesu, np. dawka kolektora, dawka depresora, dawka odczynnika stosowanego we flotacji odwróconej, pH środowiska procesu. Dla wszystkich próbek (i) wyjściowych, (ii) nadawy i (iii) pochodzących z eksperymentów (ponad 350) Autor ustalał wartości wychodu koncentratów, zawartości barytu (ponad 600 pomiarów ilościowych XRD) i wartości jego uzysku oraz wiele oznaczeń składu chemicznego i zawartość nuklidów promieniotwórczych. Te ustalenia przyczyniły się do stworzenia analizy skuteczności wdrożenia metody separacji barytu z osadów.

Na temat posiadanej przez Pana mgr inż. Huberta Makułę ogólnej wiedzy teoretycznej z dyscypliny pisałem w sposób pozytywny powyżej w swojej recenzji. Podkreśliłem również umiejętne i trafne zaplanowanie badań i uzyskanie imponującej ilości wyników, co wskazuje jednoznacznie o umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Huberta Makuły wnosi bardzo istotne fakty, posiadające podstawy naukowe, do praktycznego rozważania pozyskiwania surowca krytycznego – barytu, z osadów wód złożowych w Górnośląskim Zagłębiu Węglowym, co ma duże znaczenie dla krajów Unii Europejskiej, w tym Polski.

Autor wykazał się bardzo dobrą znajomością literatury przedmiotu, prezentując aktualny stan wiedzy (cytowanie 60 pozycji z ostatnich 10 lat), sięgając równocześnie do licznych prac historycznych (23 pozycje z lat 1950-1979).

Dobór metod badawczych jest trafny i wystarczający, co w połączeniu z logiczną interpretacją uzyskanych wyników wskazuje na wysoki poziom naukowy i opanowanie zagadnień z mineralurgii i mineralogii przez Doktoranta. Wszystkie eksperymenty zostały wykonane w sposób solidny i precyzyjny, a każda decyzja w doborze parametrów procesu flotacji skrupulatnie uzasadniona. Uzyskane wyniki zostały rzetelnie dokumentowane w tabelach oraz w sposób graficzny.

Poniżej przedstawiam uwagi krytyczne.

- A. W tezie, moim zdaniem, zastosowano pewien skrót myślowy, gdyż sformułowanie „wzbogacanie barytu charakteryzującego się podwyższoną zawartością nuklidów promieniotwórczych z osadów kopalnianych będących mieszaniną...” raczej odnosi się do „separacji barytu ... z osadów kopalnianych...”, tym bardziej, że w całej pracy

Autor stosuje poprawnie „separacja” albo „uzyskanie koncentratu” w odniesieniu do barytu, a nie „wzbogacanie”.

- B. Brak informacji, jak dokonano rozdzielenia próbek pobranych z osadnika w celu uzyskania 7 frakcji z każdej. Zastosowany termin „frakcja” w odniesieniu do wielkości ziaren nie jest zbyt precyzyjnym, gdyż mamy do czynienia w tym przypadku z „klasami ziarnowymi”; ta uwaga dotyczy tego
- C. w całej pracy.
- D. Na rysunku 16 oraz w tekście przedstawiono i opisano korelację zawartości barytu ustaloną metodami XRD i XRF, jak pisze Autor, podczas gdy metodą XRF ustalono zawartość tlenku baru (BaO), która nie jest tożsama z barytem; dane zamieszczone na tym rysunku, jak wspominałem wcześniej, nie korespondują z tabelą 9, na podstawie której m.in. został on sporządzony, ani z przeliczonym ze składu chemicznego stechiometrycznym barytem z uwzględnieniem SrO; jednakże prawdą jest, że korelacja pomiędzy barytem a barem (ustalonymi odpowiednio metodami XRD i XRF), jest bardzo wysoka.
- E. Komentarz do uzysku barytu w pierwszym etapie badań (Rozdz. 4.2.2.) nie jest zbyt precyzyjny, gdyż najwyższe wartości uzysku osiągnięto przy zastosowaniu kolektorów w ilości np.:
 - 200 g/t dla kolektorów: oleinian sodu, Custo Float B 108, Flotisor 7580, a dopiero w dalszej kolejności dla kolektorów wymienionych w tekście: SDS, sulfonian naftowy, kwas palmitynowy, podobnie jest z ilościami kolektorów dla 500g/t i 1000g/t.
- F. W analizie skuteczności wdrożenia metody separacji barytu z przedmiotowych osadów brakuje pogłębionej oceny przeprowadzonych eksperymentów separacji, traktowanych jako wzbogacanie, metodami stosowanymi w mineralurgii.

W podsumowaniu pragnę podkreślić, że pod względem merytorycznym praca jest poprawna, nie budzi moich wątpliwości co do wymagań stawianym rozprawom doktorskim.

Podczas publicznej obrony rozprawy doktorskiej, proszę Pana mgr inż. Huberta Makułę o odpowiedzi na poniższe pytania.

- A. Czy pojęcie *bariera geochemiczna* ma zastosowanie w przypadku określonych warunków krystalizacji barytu z wód kopalnianych w Górnośląskim Zagłębiu Węglowym?**
- B. Które ze znanych krzywych wzbogacania można zastosować w ocenie procesu separacji barytu z osadów, będących przedmiotem rozprawy?**

5. Wniosek końcowy i jego uzasadnienie

Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Huberta Makuły stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, wskazuje na ogólną wiedzę teoretyczną Kandydata w dyscyplinie inżynieria środowiska, górnictwo i energetyka, a także na umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Zawiera imponującą ilość wartościowych, niepublikowanych

dotychczas wyników badań eksperymentalnych, dotyczących mineralurgii, mineralogii i gospodarki odpadami.

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska Huberta Makuły spełnia warunki określone w art. 187 Ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce z 2018 r., z późniejszymi zmianami i wnioskuję o dopuszczenie Huberta Makuły do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

