

## Bírálat

### **Dr. Gaál István MTA doktori értekezéséről: „Oxigén és szénreakciók, valamint fémes nyomelemek hatásai diszperziósan keményített volfrámötvözetek mechanikai tulajdonságaira”**

---

#### **Tartalom:**

- Bevezetés
- Az értekezés szerkezete
- Az értekezés formai, kivitelezési kérdései
- Az értekezés témái és az ezekből kialakított tézisek

#### **Bevezetés**

A bíráló olyan fizikus-metallurgus disszertációjáról, hosszú évtizedekig végzett fejlesztő munkásságának összefoglalásáról készült, aki tevékenységének első, a kandidatúrával záródó (1976) szakaszában elméleti szinten megalapozta és kifejlesztette a területe számára fontos közvetlen módszert, a Röntgen diffrakciós szerkezet vizsgálatot és az elektromos ellenállás mérés közvetett módszerét. Ezeket életpályája további szakaszaiban sikeresen alkalmazta az ipari gyakorlatban, mint annak fejlesztését szolgáló kutató és oktató. Hosszú múltra visszatekintő és nagy értékeket felhalmozott, folyamatosan fejlődő és a megjelenő újdonságokkal megküzdő iparág kitartó szolgálata nem volt egyszerű feladat. A feldolgozott tématerület világszerte viszonylag kevés és főképpen az ipari versenyben elkötelezett, vállalati kutató érdekeltségi területe. Ez a kutatási-fejlesztési terület azonban sok év óta a Tudományos Akadémia Műszaki Fizikai Kutató Intézetének, majd Műszaki és Anyagtudományi Intézetének is fontos és eredményes kutatási témája. Ha a doktori mű évtizedeket átfogó tematikájára keressük a magyarázatot, akkor ezt az aktuális témák sokszínűségében, a hosszú időn belül gyorsan fejlődő, új lehetőségeket kínáló anyagtudományban és a szerző igényességében találjuk meg.

Az értekezés témáinak *alkalmazási területe* legnagyobb részét az Egyesült Izzó, ill. GE Tungstam részére végzett háttér kutatás-fejlesztés volt. Ez szorosan kapcsolódott a volfrám gyártás technológiájához, az abban lejátszódó kémiai és fizikai folyamatok és készgyártmányok anyagtudományi elemzéséhez, az ezekhez alkalmas eszközök kifejlesztéséhez. Talán elegendő itt a volfrám unikális kémiai és fizikai tulajdonságaira utalni, ahhoz, hogy a feladatok

nehézségi fokát megítélhessük. A tevékenység magában foglalta nemcsak az izzólámpagyártás különböző történeti korszakaiban fellépő problémák és fejlesztési igények megoldási törekvéseit, de a felgyűlt ismeretanyag hasznosítását a különböző felhasználású nagy olvadáspontú ötvözetekkel foglalkozó külföldi vállalatok (Philips B.V., Plansee) fejlesztési feladataiban is.

### **Az értekezés szerkezete**

Fent elmondottak érthetővé teszik, hogy a sokféleség nehéz szerkesztési probléma elé állította a szerzőt és egyben nem tette könnyűvé a bírálók dolgát. Az értekezés 9. fejezetből áll, amelyek némileg eltérnek az általában az értekezéseknél alkalmazott felépítéstől. „Az értekezés témáinak alkalmazási területei”-ről szóló 1. fejezetet, „Az AKS volfrám technológiája és kúszása” című követi 2.-ként, majd a 3. fejezet a „Kísérleti módszerek”-kel foglalkozik, a 4. fejezet címe a „Torziós repedés nukleáció szobahőmérsékleten”, majd az 5. fejezet az „Oxid zárványok bomlása volfrám mátrixban” a 6. „A kálium zárványok stabilitása”, a 7. „A fémes felületi bevonatok káros hatásai”, a 8. „A 30 Wattos deutérium lámpa oxidkatódjának technológiája” címet viseli. A 9. fejezet az „Összefoglalás és tézisek”. A „Köszönetnyilvánítás” után az irodalomjegyzékek találhatóak. Ebben a szerző a kandidátusi cím megszerzését követő közleményeit két jegyzékben ismerteti az elsőben azokat, amelyek szorosan az értekezés témakörébe tartoznak, és amelyek legtöbbszörben ő maga első szerző, a másodikban azokat, amelyeket egyéb publikációknak nevez, illetve, amelyeknek nem első szerzője. Ezt követik az „Összefoglaló munkák”, az „Adatgyűjtemények” és a „Hivatkozott irodalom”. Az értekezés végén található, mint *Függelék* az egyes fejezeteket kiegészítő F1-es, az 5. fejezethez kapcsolódó „Tórium-oxid bomlása volfrámban” című és az F2-es „A szemcsehatár csúszás gátjai”, továbbá az F3-as Függelék, amelyik a deutérium lámpák fejlesztését célzó, a versenyképes és fenntartható növekedéshez kapcsolódó, GRDI-2000-25471-es jelzésű EU program koordinátorának Gaál István fontos szerepét tanúsító igazoló irata.

A szerző az értekezésben VI. tudományos tézist fogalmaz meg. A tézisekben a saját eredményeken kívül, részben *előzményeket* (I. tézis), ill. *előismeretek* (III: tézis) is közread, ill. egyes tézisekhez csatolja a *tézis üzenetét* (III. és V. tézis), vagy a hasznosítást a minőségbiztosításban (IV. tézis).

### **Az értekezés formai, kivitelezési kérdései**

Az értekezés gondosan betartja az elvárt ~ 100 oldalas keretet.

*A formai kérdésekhez tartozik, hogy az irodalom megadása kicsit komplikáltnak tűnik. Az értekezésben ezeknek a megkülönböztetett sorszámozásoknak nincsen valódi szerepe.*

Előnyös lett volna, ha a különböző kísérletek során alkalmazott ötvözet típusok rövidítéséről, származásáról és kémiai összetételéről *táblázatban* lehetett volna tájékozódni, hasonlóképpen a fontosabb *szakkifejezések és rövidítései* is elérhetőek lettek volna, táblázatos formában.

*Az ábrák egy részén nem kivehető a markeren a méretjelölés (2.2 ábra/bal, 7.1 ábra, 7.2 ábra); vagy hiányzik a marker jel (4.3 ábra, F2.3 /b, c és d ábra). Jó lett volna, ha az ábrák szövegében is megjelentek volna a vonatkozó minták legfontosabb adatai. A tézisekben hivatkozott cikkek képanyaga — érthető módon — csak gyenge minőségben volt megjeleníthető.*

### **Az értekezés témái és az ezekből kialakított tézisek**

A továbbiakban a tézisekből kiindulva kíséreltem meg az értekezés elemzését, a felhasználva a vonatkozó fejezetekben ill. a szerző által megadott irodalomban ismertetteket.

#### **I. tézis**

*Az I. tézis értelmében* a szerző felismerve a Mo és W ötvözetek szobahőmérsékleti tulajdonságait rontó és a szemcsehatárokon megjelenő repedéscsírák jelentőségét, amelyek a hagyományos mechanikai minősítésekkel (egy tengelyű nyomás és fárasztásos hajlítás) nem voltak észlelhetőek, ezek kimutatásához új mechanikai módszert, *szabadvégű csavarást* alkalmazott.

A különböző márkájú, diszperziósan keményített AKSW minőségű, vákuumban, 1473 és 2073 K-en, kontrollált P (O<sub>2</sub>) parciális nyomáson izzított huzalokat a mechanikai vizsgálatok után elektronmikroszkóppal (főképpen SEM) tanulmányozta. A huzal felületének jellegzetességei és a huzal belsejében észlelt rostos szerkezet mikro és nanoszerkezeti megfigyelései, *a mechanikai vizsgálatokkal kapcsolatosan is és a deformációs mechanizmussal összefüggésben is, új felismerésekhez* vezettek, az alábbiak szerint:

1. A szokásos szakítóvizsgálat esetében sem a repedés csírák sem a Lüders-sávok nincsenek szoros korrelációban a keresztirányú rostmérettel, sem a szokásos szakítóvizsgálat paramétereivel.

2. A szobahőmérsékleten végzett szabadvégű csavarásban a huzal palástján megjelenő első repedés megjelenéséhez szükséges torziós deformáció jobb képlékenységi paraméter, mint a szakadást előidéző deformáció.

3. A különböző AKSW márkák csavarási deformációval végzett összehasonlításához a felületen megjelenő  $W_2C$  szigeteket a korábbi metallográfiai felülettisztítás módszerénél hatékonyabban, hőkezeléssel lehet és kell elbontani.

4. A mikro repedések véletlenszerű elhelyezkedésének hátterében a változó terhelő és belső feszültségek, ill. az ezeket okozó mikro és nano szerkezet áll. (pl. K buborékok, diszlokáció szerkezet, stb.)

Az I tézis 5. pontjának az értekezésben található megfogalmazását, hogy „korábban nem alkalmazott vizsgálati eljárást, közvetlen torziós mérést használt a csavarás elsőrendű feszültségeinek 1800K-en bekövetkező lassú relaxációjának követésére” célszerű lett volna kibővíteni a Röntgenvonal profil elemzés és TEM mérések alapján levont következtetéseivel, amelyek a deformáció során végbemenő „discontinuous” (összefüggéstelen) szemcsenövekedéssel kapcsolatosak. Ezek szerint a szakaszos szemcsenövekedés nagyon korai állapotában a szubmikron méretű, elnyúlt szemcsékből álló szerkezetben néhány viszonylag nagyméretű szemcse beágyazottsága a deformáció növekedése során nagyon egyenetlen feszültségeloszláshoz és végül töréshez vezethet. A feszültség relaxációt a mikroszerkezet durvulása során a K buborékokon elakadó diszlokációk akadályozzák.

(Hivatkozott saját irodalom: 1998-2008)

***Mindazonáltal az I. tézist a meglévő fogalmazású alpontjaival együtt elfogadom.***

Úgy vélem azonban, hogy hozzátartozik az I. tézisben megfogalmazott megállapítások értékeléséhez az is, hogy olyan, korábban nem létező technológiai és mérő berendezéseket kellett létrehozni, felhasználni illetve alkalmazni, *amelyekhez szükséges elméleti háttérismereteket és követelményeket az értekezés szerzője alapozta és fogalmazta meg.*

## II. tézis

**A II. tézisben** a szerző mérései alapján megállapította, hogy a W spirálok *márka szerinti megkülönböztetésére* megfelelőnek bizonyult a szobahőmérsékleten végzett torziós (csavarásos) fárasztás is, a korábban alkalmazott, a kúszási tartományban végzett fárasztás mellett.

Ez a tézis véleményem szerint kiegészítésre szorul, **a szerző megfogalmazásában nem tudom elfogadni.**

A márka szerinti megkülönböztetés, mint megnevezés nyilvánvalóan a felhasználók számára fontos minőségbiztosítási feladat. A szerző a kúszási tartományban végzett fárasztás helyett egy szoba hőmérsékleten végzett csavarásos, azaz torziós fárasztást javasol. *Meg kellene azonban foglalmazni*, hogy mely gyártók, milyen márkái és milyen idő intervallumban előállított termékek esetében, továbbá a huzalok milyen egyéb fontos adatainál lehet hatékony ez a megállapítás. A tézisben említett két huzal minta ehhez nem tűnik elegendőnek. Különböző cégek gyárthatnak ugyanazon szabványnak megfelelő huzalokat. Az értekezésben azonban ezekről a szabványokról, ezek változásáról illetve az azokban kötelezően megadandó kémiai, fizikai és mechanikai tulajdonságokról, esetlegesen ehhez előírt vizsgálati módszerekről – ha vannak egyáltalán ilyenek - nem találtam adatokat. Az értekezés alapján nyilvánvaló, *hogy a felhasználást is érintő különbözőségek, a nem közreadott (esetenként vállalati titkot jelentő) technológiai módszerekkel befolyásolt mikro és nano szerkezetben rejlenek.* A tézis megfogalmazása mindenképpen kiegészítésre szorult volna. (Hivatkozott saját irodalom: 1977-2008)

*A tézissel kapcsolatban az alábbi kérdéseim volnának:*

1. A különböző gyártók a különböző márkájú W spirál anyagok esetében mely kémiai és fizikai paramétereket, illetve egyéb tulajdonságokat adják meg és mi az, ami ma is hiányzik a minőség-ellenőrzés szempontjából, egy adott típusú felhasználó, pld. lámpagyártó számára?

Van-e megfelelő EU szabvány, vagy egyéb előírás a különböző huzalminőségekre?

Az elmúlt 50 évben a szabványosítás területén milyen irányú változások történtek?

### III. tézis

**A III. tézis** egy igényes kutatási feladat *megoldási folyamatát és az abból levonható tudományos eredményt* rögzíti. A szerző megállapította, hogy az általa kialakított kísérleti feltételek mellett a  $\text{HfO}_2$  bomlását az oldott oxigén diffúziós sebessége határozza meg. (A részletek leírása a dolgozat 5. fejezetében található, kiegészítve az F1. Függelékkel.)

A volfrám fénoxid ( $\text{MO}_x$ ) zárványainak bomláskinetikáját tanulmányozni, mind elméleti mind kísérleti szempontból összetett feladat. Nemcsak a mérések lefolytatása, de a mérendő minták előkészítése is meghatározó.

Ezt az eredményt kiegészíti és megnöveli a feladat megoldásához nélkülözhetetlen, a különböző hőmérsékleteken végzett fajlagos többletellenállás méréséhez kapcsolódó *mérési eljárás és az annak értékeléséhez* szükséges ismeretanyag. Ezek kidolgozása és alkalmazása *nagy olvadáspontú fémekre*, továbbá azok mikro és nano szerkezetével kapcsolatos összefüggéseinek tisztázása, nagymértékben a szerző nevéhez köthető. A megállapítások érvényességét az adott konkrét esetben TEM-es vizsgálatokkal is igazolták.

(Hivatkozott saját irodalom: 1990)

***A tézist elfogadom.***

### IV. tézis

**A IV. tézis** azt a fajlagos elektromos többletellenállás mérésére alapozott tudományos felismerést tartalmazza, hogy az AKSW huzalokban az oldott Al és Si atomokból oxigén felvétel következtében oxidfázisok képződnek. A mérések segítségével lehetővé vált, az AKSW minőségű huzalokban az oxigén felvétel során keletkező Al és Si oxidfázisok képződési folyamatának (a fajlagos többlet ellenállás csökkenése révén) és bomlási folyamatának (a fajlagos többlet ellenállás növekedése útján való) tanulmányozása, e fázisoknak a huzal hossza mentén megmutatkozó egyenetlen vagy egyenletes eloszlásának kimutatása.

(Hivatkozott saját irodalom: 1978-1989)

***A tézist elfogadom***

## V. tézis

**Az V. tézisben** elért tudományos eredményt az a korábbi tapasztalat és ismeret alapozta meg, amely szerint a különböző típusú izzólámpák üzemi hőmérsékletén a szálak *megbízhatóságának* feltétele a megfelelő *nano méretű káliumzárványok megléte és ezek stabilitása*. Ezért az értekezés szerzője a volfrám jó mechanikai tulajdonságait biztosító *diszperz kálium zárványok stabilitásának* kérdését elemezte az alkáli fémekre alkalmazott állapotfüggvények és kísérletileg ellenőrzött számítások, továbbá egy egyszerűsített modellezés segítségével. Az így nyert adatokból nyert hőtágulási adatok, jó egyezést mutattak egyéb irodalmi kísérleti eredményekkel. Az elméleti megfontolás komplexitását jól jellemzi, hogy ez esetben nemcsak a volfrám huzalok működésének üzemi hőmérsékletét és a működés környezetében lévő gázatmoszféra oxigén tartalmát, stb. kell a gázállapotú diszperz kiválások méretének és alakjának elemzése során számításba venni, de a megelőzően alkalmazott technológiai eljárások körülményei se hagyhatók figyelmen kívül. A tézis megállapításai az alkáli fémek *atomos felépítésű fémjellegéből* továbbá *kimagasló kémiai aktivitásából* és egyben *egymáshoz közel álló tulajdonságaiból* következő lehetőségek együttes megfontolásaiból fakadtak. Ez tette lehetővé a Cs-ra és Rb-ra mért kísérleti adatok transzformálását K adatokká és egy olyan modell kialakítását, mely eredmények segítségével a szerző megállapította, *hogy a kálium zárványok érdemleges stabilitásának az a feltétele, hogy a kálium sűrűsége meghaladja a kritikus sűrűség kétszeresét*. (Hivatkozott saját irodalom: 1990-1993)

### **Az V. tézist elfogadom**

**Kérdésem** a témakörhöz az alábbi:

Az értekezés 6. fejezetében leírtak szerint a K zárványok adott esetekben a jelentős, instabilitást okozó belső feszültségek hatására lépcsőzöttek lesznek. Az ebből az instabilitásból eredő finom lépcsőzöttséget a szerző szerint a szokásos TEM felvételek nem oldják fel. Lát-e esélyt arra, hogy az MTA-MFA-ban már korábban készített és a K zárványokat is elemezhetővé tett, kiváló TEM preparátumokon a megelőzőkénél nagyobb feloldású felvételek készítésével ezek a lépcsők kimutathatóvá válnak, azaz milyen méretűnek feltételezi a lépcsőfokokat?

## VI. tézis

**A VI tézis** a volfrám szálak (huzalok) külső felületi tisztaságának fontosságára hívja fel a figyelmet mindazon elemeket illetően, amelyek szubsztitúciósan oldódhatnak a volfrámban. Ezek az irodalom szerint *folyadékszerű nano réteget* képezhetnek, a szemcsehatárok mentén diffúzió útján tovahaladhatnak és végül diffúziós folyamatok következtében egy diffúzió indukálta szerkezeti átrendeződéshez, rekrisztallizációhoz vezetnek. Az értekezés szerzője modell kísérletekkel tanulmányozta a Ni bevonat és a *korábban még nem vizsgált Si bevonat* károsító hatását. A hidrogénben hőkezelt minták mikro szerkezetének változását töretfelületeik SEM felvételein vizsgálta, amelyek alapján a szemcsehatármenti üregek jelentős durvulását észlelte. (Hivatkozott saját irodalom:1989-1993)

Ahhoz, hogy igazoltnak láthassuk a durvulást, az *összehasonlításhoz* Ni és Si bevonat nélküli, azonos minőségű és technológiai előéletű huzalok töreteinek SEM felvételeire is szükség volna.

**A VI. tézist a szerző kielégítő kiegészítése esetében elfogadom, ennek hiányában elhagyását javaslom.**

**Kérdésem** a VI. tézishez kapcsolódóan, hogy a hivatkozott irodalomban a nano réteg Ni-ben és Fe-ban feldúsult jelenlétére vannak-e nagy érzékenységű felületanalitikai mérési bizonyítékok?

**Összefoglalva:** Dr. Gaál István, a korábbi tudományos fokozatának megszerzését követően, jelentős eredményekkel gazdagította tudomány területét. Az értekezés hiteles adatokat tartalmaz. Javaslom az „Oxigén és szénreakciók, valamint fémes nyomelemek hatásai diszperziósan keményített volfrámötvözetek mechanikai tulajdonságaira” című doktori értekezés nyilvános vitára kitűzését és a vita eredményes lefolytatását követően a mű elfogadását.

Budapest, 2014. jan. 14.

Csanády Andrásné az MTA doktora