

## ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу

**Крайовського Володимира Ярославовича**

*«Розвиток фізичних основ термометрії із застосуванням нових чутливих*

*елементів термоперетворювачів»*, подану на здобуття наукового ступеня

доктора технічних наук за спеціальністю

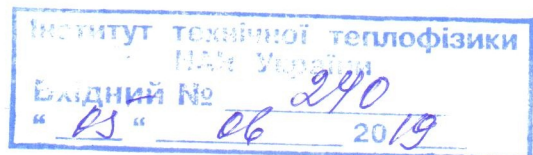
05.11.04 – прилади та методи вимірювання теплових величин

(152 – метрологія та інформаційно-вимірювальна техніка)

**Актуальність теми.** Температурні вимірювання широко застосовуються в різних галузях науки, техніки, медицини, військовій справі тощо. У зв'язку з постійним розширенням предметних областей температурних вимірювань, зокрема необхідності здійснення вимірювань в умовах космосу, перебігу ядерних реакцій у реакторах атомних електростанцій і т. і., проблематика науково-технічних досліджень в галузі температурних вимірювань постійно розширюється, виникає нагальна потреба у прецизійних вимірюваннях в розширеному діапазоні температур.

Забезпечення високих метрологічних характеристик засобів температурних вимірювань потребує, в першу чергу, розроблення сенсорів, здатних зберігати свої характеристики, їх стабільність і відтворюваність в широкому діапазоні температур та впродовж тривалого часу експлуатації. Вищенаведене обумовлює актуальність вирішення поставленої в роботі Крайовського В. Я. комплексної проблеми розвитку фізичних основ термометрії із запровадженням нових чутливих елементів засобів вимірювання температури та методів моделювання їхніх характеристик на основі дослідження властивостей і використання новітніх термометричних матеріалів.

Розв'язання цієї проблеми потребувало від автора проведення глибоких комплексних наукових досліджень на стиках різних наукових напрямів – термометрії, матеріалознавства, новітніх інформаційно-вимірювальних технологій та ін. Такий комплексний підхід дав змогу не тільки пояснити перебіг фізичних процесів в матеріалах чутливих елементів, пов'язаних з їх деградацією, але й запропонувати технологію створення нових матеріалів чутливих елементів термоперетворювачів з прогнозованими характеристиками.



**Обґрунтованість та достовірність отриманих результатів.** Положення та висновки дисертаційної роботи достатньо обґрунтовані теоретичними та експериментальними дослідженнями. Ця оцінка базується на коректній постановці мети та завдань дослідження, використанні перевірених вихідних даних, застосуванні адекватних методів досліджень, логічному та чіткому формулюванні їх результатів, на підтвердженні теоретичних висновків щодо запропонованих технічних рішень і очікуваних властивостей розроблюваних сенсорів численними експериментальними дослідженнями.

Основним засобом досягнення поставленої мети є комплексний підхід до аналізу фізичних основ роботи чутливих елементів засобів вимірювання температури, а також методів їх метрологічних досліджень. В роботі коректно використовуються положення математичного моделювання структурних, енергетичних, кінетичних та термодинамічних характеристик термометричних матеріалів та засобів вимірювання температури; загальної теорії вимірювання та вимірювань теплових величин, зокрема методів рентгенівського та спектрального аналізів.

**Наукова новизна та значення результатів досліджень.** Основні наукові положення, висновки і рекомендації, отримані автором і представлені в дисертації, безпосередньо пов'язані з досягненням мети досліджень, що полягає у розвитку фізичних основ термометрії із запровадженням нових чутливих елементів засобів вимірювання температури та методів моделювання їхніх характеристик з використанням новітніх термометричних матеріалів.

До найважливіших наукових результатів роботи належать наступні:

– запропоновано концепцію моделювання та отримання термостійких чутливих елементів термоперетворювачів на основі новітніх термометричних матеріалів шляхом розроблення методу ітераційного моделювання структурних, енергетичних, термодинамічних та кінетичних характеристик чутливих елементів з урахуванням результатів вимірювань їхніх температурних залежностей;

– запропоновано феноменологічну модель формування структури термічно стабільних чутливих елементів термоперетворювачів на основі новітніх

термометричних матеріалів, а також способи моделювання і отримання термоперетворювачів з високими значеннями температурного коефіцієнту опору (ТКО) та термо-ерс обох знаків;

– розвинуто метод моделювання кінетичних характеристик чутливих елементів термоперетворювачів у широкому температурному діапазоні ;

– встановлено закономірності функцій перетворення чутливих елементів термоперетворювачів із застосуванням новітніх термометричних матеріалів на основі напів-Гейслерових фаз у діапазоні температур  $4,2 \div 1300$  К з покращеними метрологічними характеристиками;

– розвинуто метод отримання лінійки чутливих елементів термопар, обидві вітки яких виготовлені з новітніх термометричних матеріалів електронного та діркового типів провідності, що дозволило у  $4 \div 6$  разів підвищити чутливість термоперетворювачів порівняно з існуючими та одночасно розширити діапазон температурних вимірювань одним термометром;

– розвинуто метод отримання лінійки термічно стабільних чутливих елементів електрорезистивних термометрів з новітніх термометричних матеріалів, що значно розширює діапазон та підвищує точність температурних вимірювань.

**Практичне значення результатів роботи.** Практичне значення роботи полягає у створенні науково-технічних засад моделювання та отримання нових чутливих елементів термоперетворювачів на основі новітніх термометричних матеріалів зі стабільними та відтворюваними характеристиками у діапазоні температур  $4,2 \div 1300$  К. Зокрема, розроблено технологію отримання нових чутливих елементів електрорезистивних та термоелектричних перетворювачів температури зі стабільними та відтворюваними характеристиками у діапазоні  $T=4,2 \div 1300$  К, а також розвинуто методику отримання термічно стабільних матеріалів термоперетворювачів легуванням напів-Гейслерових фаз.

Основні результати теоретичних і експериментальних досліджень автора впроваджені на ряді підприємств і науково-дослідних організацій України, а саме: в ПРАТ НВО «Термоприлад» (м. Львів), на Рівненській атомній станції, в НДІ «Система» (м. Львів), а також у навчальному процесі на кафедрі інформаційно-

вимірювальних технологій Національного університету "Львівська політехніка" та під час виконання науково-дослідних робіт.

**Структура дисертації та зміст розділів.** Дисертація складається з анотації, списку публікацій здобувача за темою дисертації, змісту, переліку умовних позначень, основної частини, що включає вступ, 6 розділів та висновки, списку використаних джерел, який містить 187 найменувань, та 4 додатків. Загальний обсяг дисертації складає 296 сторінок, з яких основний текст викладено на 271 сторінці включаючи 158 рисунків і 110 таблиць.

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертації, вказані мета і завдання досліджень, сформульовано наукову новизну та практичне значення отриманих результатів, показано зв'язок з виконаними НДР, особистий внесок здобувача в публікаціях, представлена інформація з апробації, реалізації і впровадження результатів роботи.

У першому розділі розглянуто принципи електрорезистивної та термоелектричної термометрії, чутливі елементи термометрів опору на основі напівпровідникових матеріалів, особливості кристалічної та електронної структур базових матеріалів чутливих елементів термоперетворювачів. Зазначено, що електрорезистивні термометри, побудовані на основі традиційних напівпровідникових матеріалів, мають високу чутливість та часову стабільність параметрів, і разом з цим мають низьку верхню межу вимірювальних температур. Чутливі елементи термоелектричних перетворювачів, вітка термопари яких виготовлена з інтерметалічних напівпровідників мають, у порівнянні з традиційними, вищу чутливість, більш широкий діапазон температурних вимірювань, а їхні характеристики мало чутливі до впливу магнітного поля.

Зазначено, що чутливі елементи електрорезистивних термоперетворювачів, реалізовані на основі напів-Гейслерових фаз, дають змогу розширити діапазон температурних вимірювань до 1300 К.

Зроблено висновок про те, що розв'язання проблеми розширення діапазону температурних вимірювань термоелектричними термометрами, покращення їхньої чутливості, температурної та часової стабільності лежить у площині пошуку нових

матеріалів термоперетворювачів, однозначності їх термометричних характеристик

**Другий розділ** присвячено розгляду методів та засобів теоретичних та експериментальних досліджень характеристик чутливих елементів термоперетворювачів на основі новітніх термометричних матеріалів, обґрунтуванню методу розрахунку та дослідження структури чутливих елементів термоперетворювачів, методів експериментальних досліджень електроопору, термо-ерс та питомої магнітної сприйнятливості. Вказано, що використання сучасних методів комп'ютерного моделювання структури та характеристик чутливих елементів термоперетворювачів, а також експериментальні вимірювання у провідних європейських наукових центрах особливостей їхньої структури та температурних залежностей кінетичних та магнітних характеристик у широкому температурному діапазоні сприяє забезпеченню достовірності отриманих результатів.

**В третьому розділі** показано, що головним фактором нестабільності характеристик матеріалів на основі напів-Гейслерових фаз є неупорядкованість їхньої структури, що за умов повторювання циклів нагрів-охолодження змінює просторове розташування атомів. Це є причиною невідтворюваності їхніх характеристик, що унеможливорює їхнє використання для термометрії.

Зазначено, що для досягнення стабільності температурних вимірювань у широкому діапазоні температур необхідно забезпечити упорядкованість структури матеріалу. Встановлено стабілізуючий вплив легуючих атомів на параметри матеріалу чутливих елементів термоперетворювачів.

Запропонована феноменологічна модель формування структури термічно стабільних чутливих елементів термоперетворювачів на основі нових термометричних матеріалів, яка розкриває природу напівпровідникових властивостей матеріалу та визначає способи впливу на значення опору та термо-ерс для моделювання і отримання термометрів опору з високими значеннями ТКО.

Розвинуто метод моделювання кінетичних характеристики нових чутливих елементів у широкому діапазоні температур.

Встановлено одну з причин непрогнозованості характеристик чутливих

елементів термоперетворювачів на основі матеріалів з напів-Гейслерових фаз, яка полягає у непрогнозованому генеруванні донорів під час акумулювання домішкових атомів в порожнинах структури чутливих елементів та неврахуванні їх в процесі моделювання характеристик перетворювачів.

**В четвертому розділі** викладено результати модельних і експериментальних комплексних досліджень структурних, енергетичних, кінетичних та магнітних характеристик чутливих елементів на основі напів-Гейслерової фази  $\text{HfNiSn}$ , що дало змогу встановити умови, за яких кінетичні характеристики чутливих елементів є прогнозованими і термічно стабільними впродовж значного інтервалу часу.

Встановлено закономірності функцій перетворення чутливих елементів засобів вимірювання температури на основі новітніх термометричних матеріалів  $\text{Hf}_{1-x}\text{Tm}_x\text{NiSn}$ ,  $\text{Hf}_{1-x}\text{Y}_x\text{NiSn}$ ,  $\text{Hf}_{1-x}\text{Er}_x\text{NiSn}$ ,  $\text{Hf}_{1-x}\text{Lu}_x\text{NiSn}$  та  $\text{HfNi}_{1-x}\text{Ru}_x\text{Sn}$  у діапазоні  $4,2\div 1300$  К. Показано, що значення температури, отримані з вимірювань опору та термо-ерс після 25 циклів нагрів-охолодження в діапазоні  $300\div 1300$  К зберігають стабільність у межах відповідно  $\pm 0,05$  К та  $\pm 0,06$  К.

Показано, що отримані нові чутливі елементи термоперетворювачів відрізняються високою чутливістю (у 4÷6 разів вищою), а відношення зміни значень термо-ерс до діапазону температур є більшим порівняно з відомими термопарами.

Розвинуто метод отримання лінійки термічно стабільних чутливих елементів електрорезистивних термометрів з новітніх термометричних матеріалів. ТКО отриманих термометрів опору є більшим від ТКО металів, але менший за ТКО термометрів опору, виготовлених з напівпровідників. Відзначено, що жодний із відомих термометрів опору на базі традиційних напівпровідників не забезпечує стабільність характеристик у діапазоні температур  $4,2\div 1300$  К.

**В п'ятому розділі** досліджено закономірності функцій перетворення у діапазоні  $4,2\div 1300$  К чутливих елементів термоперетворювачів на основі таких матеріалів:  $\text{TiNiSn}_{1-x}\text{Ga}_x$ ,  $\text{Ti}_{1-x}\text{Y}_x\text{NiSn}$ ,  $\text{Ti}_{1-x}\text{Dy}_x\text{NiSn}$ ,  $\text{Ti}_{1-x}\text{V}_x\text{NiSn}$ ,  $\text{TiNi}_{1-x}\text{Cu}_x\text{Sn}$  та  $\text{TiNi}_{1-x}\text{Co}_x\text{Sn}$ . Досліджена часова стабільність та відтворюваність характеристик чутливих елементів. Експериментально підтверджено, що отримані з вимірювань опору та термо-ерс значення температури в діапазоні  $300\div 1300$  К, після 21 циклу нагрів-

охолодження, лишаються у межах відповідно  $\pm 0,045$  К та  $\pm 0,035$  К.

Удосконалено метод отримання термоелектричної пари чутливого елементу термопари на основі досліджених новітніх термометричних матеріалів. Отримана лінійка чутливих елементів має у 4÷6 разів вищу чутливість та розширює діапазон температурних вимірювань одним термометром.

**В шостому розділі** розглянуто питання моделювання, отримання та дослідження характеристик чутливих елементів термоперетворювачів на основі напів-Гейслерової фази  $ZrNiSn$ .

У діапазоні зміни температур 4,2÷1300 К досліджено функції перетворення чутливих елементів термоперетворювачів з таких термометричних матеріалів:  $ZrNiSn_{1-x}Ga_x$ ,  $Zr_{1-x}Ce_xNiSn$ ,  $Zr_{1-x}V_xNiSn$  та  $ZrNi_{1-x}Rh_xSn$ . Проаналізовано часову стабільність та відтворюваність характеристик чутливих. Експериментально доведено, що значення температури, отримані з вимірювань опору та термо-ерс після 25 циклів нагрів-охолодження в діапазоні 300÷1300 К стабільні у межах відповідно  $\pm 0,03$  К та  $\pm 0,02$  К.

Як і в розділах 4 та 5 отримано лінійку чутливих елементів термоперетворювачів на основі новітніх термометричних матеріалів, які відрізняються підвищеною чутливістю в розширеному діапазоні температур.

У додатках наведено опис термоприладу та акти впровадження результатів дисертаційної роботи в різних організаціях та установах України.

**Висвітлення результатів дисертації в опублікованих працях.** За темою дисертації опубліковано 59 наукових праць, серед яких: 1 монографія, 1 підручник, 44 статті у міжнародних та вітчизняних періодичних фахових виданнях, з яких 6 статей індексується у науко метричній базі Web of Science (ESCI), 9 – Scopus, 10 – Scopus, 2 патенти України на корисну модель, 11 публікацій у збірниках матеріалів міжнародних науково-технічних конференцій.

**Апробація результатів дисертації.** Матеріали дисертаційної роботи обговорювались на 11 міжнародних науково-технічних конференціях.

### **Відповідність змісту автореферату основним положенням дисертації.**

У авторефераті стисло викладено основні результати дисертаційної роботи та повно відображено сформульовані в ній наукові положення, висновки і рекомендації.

### **Використання в докторській дисертації наукових положень, на основі яких захищено кандидатську дисертацію.**

У докторській дисертації наукові положення і висновки, отриманні в кандидатській дисертації, на захист не виносяться. Деякі матеріали кандидатської дисертації використовуються лише в оглядовій частині роботи для характеристики початкового стану питань, що досліджуються.

**Оформлення дисертації.** Дисертація написана українською мовою на високому науково-професійному рівні, містить важливі наукові положення, які характеризуються новизною і корисністю, а також практичні результати, що знайшли застосування в промисловості та в науково-дослідних організаціях. Рівень досліджень та глибина розгляду питань відповідає вимогам до докторських дисертацій. Оформлення дисертаційної роботи та автореферату відповідає вимогам «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету міністрів України № 567 від 24.07.2013 (зі змінами, затвердженими постановами Кабінету Міністрів України № 656 від 19.08.2015, № 1159 від 30.12.2015, № 567 від 27.07.2016) та ДСТУ 3008-95 «Документація. Звіти у сфері науки і техніки. Структура і правила оформлення».

### **Зауваження по дисертаційній роботі та автореферату**

До змісту дисертаційної роботи та автореферату є наступні зауваження.

1. В роботі недостатньо уваги приділено загальній методиці проведення досліджень, яка, на мою думку, повинна охоплювати в сукупності як способи отримання матеріалів із заданою концентрацією легуючих матеріалів, так і методи та методики модельних та експериментальних досліджень характеристик нових матеріалів.
2. По тексту дисертації зустрічаються не зовсім вдалі аналітичні вирази для різних функціональних залежностей. До прикладу, в (1.7) та (1.8) змінною  $B$  позначено



величини різної розмірності; в (1.4), (1.5)-(1.7) відсутній аргумент  $T$  (температура) в лівій частині виразів, який є суттєвим для температурних вимірювань; не названі складові елементи в (1.2); на рис. 3.8б представлено графік в координатах  $(x, y)$ , розрахований за формулою (3.1), але в записі останньої формально відсутня залежність складових від цих аргументів.

3. В роботі не дуже раціонально розподілений матеріал за розділами: р.2 складає близько 10 сторінок, а розділи 3-6 кожен більше 50 сторінок.
4. По тексту роботи зустрічається некоректне застосування логарифмічної функції, а саме – подані логарифми від розмірних фізичних величин. До прикладу, в (1.12), (1.13) це  $\lg R_T$ , де  $R_T$  – питомий опір термісторних термометрів. Теж зауваження стосується позначення осей (в логарифмічному масштабі) на графіках (4.5), (4.7), (4.12), (4.18), (4.28а), та однотипних графіках в розділах 5, 6.
5. У п.4.1.3, 4.3.3, 5.3 наведено результати проведених експериментальних досліджень характеристик чутливих елементів, зокрема питомого електроопору, вказано числові дані з точністю до 4 – 5 десяткових знаків, але достовірність отриманих результатів не повною мірою підтверджена відомостями про використані засоби вимірювальної техніки та їх метрологічні характеристики, методики та умови проведення вимірювань. Не наведені і відомості про похибки (невизначеності) результатів вимірювань.
6. В р.4-6 використано інтерполяційне представлення функціональної залежності характеристик матеріалу чутливого елемента від температури (див., до прикладу, табл. 4.1, 4.2), проте не вказано метод їх отримання та точність інтерполяції, а коефіцієнти  $B_i$  інтерполяційних рівнянь наведені без розмірностей.
7. У висновках наведено не зовсім коректне формулювання проблеми : «...отриманих на основі новітніх термометричних матеріалів з покращеними метрологічними та експлуатаційними характеристиками». Матеріали не мають метрологічних характеристик.

**Загальний висновок.** Наведені вище зауваження не знижують цінність отриманих у представленій роботі результатів та не впливають на загальну

позитивну оцінку дисертаційного дослідження.

Дисертаційна робота Крайовського В.Я. є завершеною науковою працею, що присвячена вирішенню актуальної науково-технічної проблеми розвитку фізичних основ термометрії шляхом запровадження нових чутливих елементів засобів вимірювання температури та методів моделювання їхніх характеристик, отриманих на основі новітніх термометричних матеріалів з покращеними характеристиками, що розширює діапазон температурних вимірювань одним термоперетворювачем, підвищує точність, стабільність та відтворюваність температурних вимірювань у широкому діапазоні температур. У дисертації наведено нові, самостійно отримані автором, науково обґрунтовані, широко апробовані та опубліковані результати досліджень.

Робота повністю відповідає паспорту спеціальності 05.11.04 – прилади та методи вимірювання теплових величин. За сукупністю отриманих наукових результатів, їх актуальністю, новизною, обґрунтованістю, достовірністю та практичною цінністю дисертаційна робота відповідає вимогам діючого «Порядку присудження наукових ступенів», а її автор Крайовський Володимир Ярославович заслуговує присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.11.04.

Професор кафедри  
приладів та систем неруйнівного контролю  
Національного технічного університету України  
«Київський політехнічний інститут  
імені Ігоря Сікорського»,  
д.т.н., професор

 - Ю.В. Куц

Підпис засвідчую  
Вчений секретар  
КПІ ім. Ігоря Сікорського



 А.А. Мельниченко