

ЗАКЛЮЧЕНИЕ диссертационного совета **24.1.225.01**,  
созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения  
науки «Федеральный исследовательский центр  
«Казанский научный центр Российской академии наук»  
Министерства науки и высшего образования Российской Федерации  
по диссертации на соискание ученой степени **кандидата наук**

Аттестационное дело № \_\_\_\_\_

Решение диссертационного совета от 12 октября 2022 г., протокол № 19

о присуждении **Бузюрову Алексею Владимировичу**, гражданину Российской Федерации, учёной степени кандидата химических наук.

Диссертация **«Новый подход к определению давления пара труднолетучих соединений методом сверхбыстрой калориметрии»** по специальности 1.4.4. Физическая химия принята к защите 15 июня 2022 г., протокол № 08, диссертационным советом 24.1.225.01, созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Казанский научный центр Российской академии наук» (ФИЦ КазНЦ РАН) Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 420111, Республика Татарстан, г. Казань, ул. Лобачевского, д. 2/31, приказ Минобрнауки РФ № 553/нк от 23.05.2018.

Соискатель **Бузюров Алексей Владимирович**, 04.01.1995 года рождения, в 2017 г. окончил Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет» (ФГАОУ ВО КФУ) по специальности «Фундаментальная и прикладная химия». В 2017-2021 гг. обучался в очной аспирантуре ФГАОУ ВО КФУ по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки.

Диссертация выполнена на кафедре физической химии Химического института им. А.М. Бутлерова ФГАОУ ВО КФУ.

Научный руководитель – кандидат химических наук, доцент **Нагриманов Руслан Наильевич**, доцент кафедры физической химии Химического института им. А.М. Бутлерова ФГАОУ ВО КФУ.

**Научный консультант** – доктор наук **Шик Кристоф Эрик Георг**, ведущий научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории сверхбыстрой калориметрии Химического института им. А.М. Бутлерова ФГАОУ ВО КФУ.

**Официальные оппоненты:**

**Блохин Андрей Викторович**, доктор химических наук, профессор (специальность 02.00.04 – Физическая химия), заведующий кафедрой физической химии Белорусского государственного университета, г. Минск,

**Гавричев Константин Сергеевич**, доктор химических наук (специальность 02.00.04 – Физическая химия), заведующий лабораторией термического анализа и калориметрии Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук, г. Москва, дали положительные отзывы на диссертацию.

**Ведущая организация** – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки **Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук** – в своем положительном заключении, составленном и подписанном старшим научным сотрудником лаборатории химии летучих координационных и металлорганических соединений, кандидатом химических наук Жериковой Ксенией Васильевной, указала, что «диссертационное исследование Бузюрова А.В. ...является законченной научно-квалификационной работой. Основная цель работа: разработка методики определения давлений пара и энтальпий фазовых переходов с использованием сверхбыстрых сканирующих калориметров была полностью достигнута. ... По актуальности научных исследований, научной новизне, практической и теоретической значимости, объему эксперимента, достоверности результатов и выводов диссертационная работа «Новый подход к определению давления пара труднолетучих соединений методом сверхбыстрой калориметрии» соответствует требованиям, ... предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата химических наук а её автор, Бузюров Алексей

Владимирович, заслуживает присуждения искомой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.4. Физическая химия».

**Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается** общностью тематики и областью научных интересов ведущей организации и официальных оппонентов, а именно: исследованиями в области термодинамики фазовых переходов и межмолекулярных взаимодействий.

На автореферат диссертации поступило 6 отзывов, все положительные. Отзывы получены от:

- к.х.н. Агеенко В.Н. (Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева), *отзыв содержит вопросы о причинах, по которым соискатель делает вывод о незначительности влияния процесса диффузии на массоперенос в условиях неподвижного газа носителя, а также о критериях, по которым были выбраны данные ССК, полученные с использованием подвижного газа, если значение ( $k$ ) зависит от положения иглы;*
- д.х.н. Вережкина С.П. (Университет города Росток (Германия)), *отзыв без замечаний;*
- д.ф.-м.н. Тропина Т.В. (Объединенный институт ядерных исследований, г. Дубна), *в качестве замечания отмечено отсутствие объяснения величины, обозначенной символом  $\nu_B$ ;*
- д.х.н. Мирошниченко Е.А. (Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова РАН), *в качестве замечания отмечается отсутствие информации о методике определения погрешностей давления пара;*
- к.ф.-м.н. Минакова А.А. (Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН), *в качестве замечания отмечается отсутствие анализа источников погрешностей эксперимента;*
- д.х.н. Батова Д.В. (Институт химии растворов им. Г.А. Крестова РАН) *в качестве замечания указано, что не вполне понятно, каким образом находилось усредненное значение литературных данных.*

Соискатель является соавтором 15 статей, 5 из них – по теме диссертации, все опубликованы в журналах, индексируемых в международных информационно-аналитических системах научного цитирования Web of Science и Scopus. Общий объём опубликованных по теме диссертации работ составляет 64 стр. Работы написаны соискателем в соавторстве с другими исследователями, личный вклад диссертанта заключается в постановке задач, разработке двух методик определения давления насыщенного пара, измерении давлений насыщенного пара труднолетучих органических соединений, анализе литературных данных, обобщении полученных результатов, написании статей и тезисов докладов. Диссертационная работа не содержит недостоверных сведений об опубликованных соискателем работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации.

Основное содержание диссертации изложено в следующих публикациях:

1. Abdelaziz, A. Fast scanning calorimetry: Sublimation thermodynamics of low volatile and thermally unstable compounds / A. Abdelaziz, D.H. Zaitsau, **A.V. Buzyurov**, A.A. Minakov, S.P. Verevkin, C. Schick // *Thermochim. Acta.* – 2019. – V. 676. – P. 249-262.

2. Gataullina, K.V. Using fast scanning calorimetry to detect guest-induced polymorphism by irreversible phase transitions in the nanogram scale / K.V. Gataullina, **A.V. Buzyurov**, M.A. Ziganshin, P.L. Padnya, I.I. Stoikov, C. Schick, V.V. Gorbachuk // *CrystEngComm.* – 2019. – V. 21, N. 6. – P.1034-1041.

3. Abdelaziz, A. Sublimation thermodynamics of nucleobases derived from fast scanning calorimetry / A. Abdelaziz, D.H. Zaitsau, **A.V. Buzyurov**, S.P. Verevkin, C. Schick // *Phys. Chem. Chem. Phys.* –2020. – V. 22, N. 2. – P. 838-853.

4. Nagrimanov, R.N. Long-chain linear alcohols: reconciliation of phase transition enthalpies / R.N. Nagrimanov, A.A. Samatov, T.M. Nasyrova, **A.V. Buzyurov**, T.A. Mukhametzyanov, C. Schick, B.N. Solomonov, S.P. Verevkin // *J. Chem. Thermodyn.* – 2020. – V. 146. – P. 106103.

5. **Buzyurov, A.V.** Application of the Flash DSC 1 and 2+ for vapor pressure determination above solids and liquids / A.V. Buzyurov, R. N. Nagrimanov, D. H. Zaitsau, T. A. Mukhametzyanov, A. Abdelaziz, B. N. Solomonov, C. Schick // *Thermochim. Acta.* – 2021. – V. 706. – P. 179067.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:**

– **разработаны** две методики определения давлений пара труднолетучих термически малостабильных соединений с применением серийных сверхбыстрых калориметров Flash DSC 1 и 2+: на основе неподвижного и движущегося газа;

– **показано**, что методика на основе движущегося газа является более сложной для практической реализации по сравнению с методикой на основе неподвижного газа, поскольку даже незначительное изменение взаимного положения иглы для подачи инертного газа и сенсора ведет к изменению уравнения для расчёта коэффициента массопереноса;

– **показано**, что методом сверхбыстрой сканирующей калориметрии могут быть определены энтальпии испарения и сублимации, по разнице которых можно найти энтальпию плавления. Полученную таким образом величину можно сравнить с энтальпией плавления, определенной интегрированием пика плавления. Таким образом, разработанная методика позволяет использовать калориметры Flash DSC 1 и Flash DSC 2+ для получения исчерпывающей информации о термодинамике фазовых переходов;

– **показано**, что в условиях неподвижного газа-носителя могут быть определены давления пара в диапазоне от  $10^{-4}$  до  $10^3$  Па в диапазоне температур от 308 К до 513 К;

– **определены** ранее неизвестные значения давлений пара, энтальпий фазовых переходов и теплоемкостей в конденсированном состоянии для трех соединений, относящихся к классу гормонов: андростерона, прогестерона и эстрогена.

### **Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:**

– разработанные методики могут быть использованы для определения коэффициента диффузии в газовой фазе для веществ с известными величинами давлений пара;

– полученное в ходе работы уравнение для скорости потери массы в неподвижном газе-носителе позволит учитывать влияние процесса потери массы на калориметрический сигнал. Это является важным для изучения физико-химических свойств относительно летучих (по сравнению с металлами и полимерами) соединений с использованием сверхбыстрых калориметров.

### **Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:**

– разработанные методики определения давлений пара с помощью сверхбыстрых сканирующих калориметров при испарении/сублимации в движущемся и неподвижном газе-носителе могут быть использованы для определения давления пара труднолетучих соединений (от  $10^{-4}$  до  $10^3$  Па);

– полученные данные о давлениях пара, теплоемкостях, а также энтальпиях фазовых переходов для ряда производных ацетанилида и пурина, некоторых гормонов и дипивалоилметаната железа (III) могут быть использованы для расчета оптимальных параметров очистки этих веществ и нанесения тонкослойных покрытий.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила, что достоверность результатов подтверждается сопоставлением энтальпий фазовых переходов и давлений насыщенного пара с величинами, полученными в работе методом транспирации, а также с литературными данными. Дополнительным подтверждением достоверности результатов является хорошая воспроизводимость давлений пара.**

**Личный вклад соискателя** заключается в разработке двух методик определения давления насыщенного пара методом сверхбыстрой калориметрии, измерении давлений насыщенного пара труднолетучих

органических соединений, анализе литературных данных, обобщении полученных результатов. Автор принимал участие в подготовке публикаций по теме диссертационного исследования.

В ходе защиты Бузюров А.В. исчерпывающе ответил на вопросы, заданные в ходе заседания диссертационного совета. Критических замечаний высказано не было.

На заседании 12 октября 2022 г. диссертационный совет принял решение присудить Бузюрову Алексею Владимировичу ученую степень кандидата химических наук по специальности 1.4.4. Физическая химия за решение научной задачи, заключающейся в разработке методик для определения давлений пара труднолетучих термически малостабильных соединений при помощи серийных сверхбыстрых калориметров Flash DSC 1 и Flash DSC 2+.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 6 докторов наук по специальности 1.4.4. Физическая химия, участвовавших в заседании, из 25 человек, входящих в состав совета, проголосовали за – 17, против – нет, недействительных бюллетеней – 1.

Заместитель председателя диссертационного совета,

д.х.н., профессор

Игорь Анатольевич Литвинов

Ученый секретарь диссертационного совета,

к.х.н.

Асия Васильевна Торопчина

12 октября 2022 года