

**Резюме проекта,**  
**выполняемого/выполненного по Соглашению о предоставлении гранта в форме**  
**субсидии в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям**  
**развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»**  
**по этапу № 3 /итоговое**

Номер Соглашения о предоставлении из федерального бюджета гранта в форме субсидии: 075-15-2019-056 (внутренний № 14.574.21.0186)

Тема проекта: «Разработка технологий высокочистых веществ для компонентной базы фотоники и СВЧ электроники: металлический галлий и оксид вольфрама (VI)»

Приоритет научно-технологического развития в соответствии с п. 20 Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации: Энергоэффективность, энергосбережение, ядерная энергетика (ЭЭ)

Период выполнения проекта: с «27» ноября 2018 г. по «31» декабря 2020 г.

Получатель: федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева"

Индустриальный партнер: Закрытое акционерное общество "Сибирский Монокристалл - ЭКСМА"

Ключевые слова: высокочистые вещества, технология высокочистых веществ, галлий, оксид вольфрама, калий-гадолиниевый вольфрамат.

### **1. Цель проекта**

Разработка лабораторных технологий получения высокочистого металлического галлия (99,9999 мас.%) и поликристаллического оксида вольфрама (VI) (99.999 мас.% основного вещества) с контролируемым отклонением от стехиометрии в качестве компонентов для выращивания монокристаллов арсенида галлия и лазерных кристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, как номинально чистого, так и легированного РЗМ, с улучшенными характеристиками.

### **2. Основные результаты проекта**

1. Разработана методика определения примесной чистоты препаратов оксида вольфрама (VI) по 65 примесным элементам с пределами определения не выше  $10^{-5}$ - $10^{-8}$  мас.% с возможностью определения препаратов с химической чистотой не ниже 99,999 мас.%.
2. Разработана методика определения отклонения от стехиометрического состава препаратов оксида вольфрама (VI) в пределах области гомогенности.
3. Проведены исследования примесной чистоты и отклонения от стехиометрического состава препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей.
4. Разработан комплект конструкторской документации на лабораторную установку для получения оксида вольфрама (VI) с заданной примесной чистотой и контролируемым отклонением от стехиометрического состава.
5. Изготовлена, испытана и введена в эксплуатацию лабораторной установки для получения оксида вольфрама (VI) с заданной примесной чистотой и контролируемым отклонением от стехиометрического состава.
6. Разработана методика определения примесной чистоты кристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата по 65 примесным элементам с пределами определения не выше  $10^{-5}$ - $10^{-8}$  мас.% с возможностью определения препаратов с химической чистотой не ниже 99,999 мас.%.
7. Изготовлены монокристаллы калий-гадолиниевого вольфрамата с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей в количестве 6 штук.
8. Проведены исследования примесной чистоты кристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей.
9. Изготовлены экспериментальные образцы оптических элементов (номенклатура KGW) из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей в количестве 6 штук.

10. Проведены исследования характеристик экспериментальных образцов оптических элементов (номенклатура KGW) из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей.
11. Разработана Программа и методики исследовательских испытаний оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и контролируемым отклонением от стехиометрического состава и технологического процесса его изготовления на ЛУ-ОВ.
12. Изготовлены экспериментальные образцы оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и контролируемым отклонением от стехиометрического состава.
13. Проведены исследования химической чистоты и нестехиометрического состава экспериментальных образцов оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и контролируемым отклонением от стехиометрического состава, изготовленных на ЛУ-ОВ.
14. Разработана методика определения примесной чистоты препаратов металлического галлия по 65 примесным элементам с пределами определения не выше  $10^{-5}$ - $10^{-8}$  мас.% с возможностью определения препаратов с химической чистотой не ниже 99,9999 мас.%.
15. Разработана эскизная конструкторская документация на макет установки для получения высокочистого металлического галлия МУ-ГА.
16. Изготовлен, испытан и введен в эксплуатацию макет установки для получения высокочистого металлического галлия МУ-ГА.
17. Изготовлены экспериментальные образцы металлического галлия с примесной чистотой не менее 99,9999 мас.% (по 65 элементам) на МУ-ГА.
18. Разработана Программа и методика исследовательских испытаний металлического галлия с примесной чистотой не менее 99,9999 мас.% (по 65 элементам) и технологического процесса его изготовления на МУ-ГА.
19. Проведены исследования примесного состава экспериментальных образцов металлического галлия, изготовленных на МУ-ГА. Показано, что полученные образцы имеют химическую чистоту не менее 99,9999 мас.% (по 65 примесным элементам).
20. Проведены исследования примесного состава образцов металлического галлия от различных производителей. Показано, что коммерчески доступные образцы имеют химическую чистоту не выше 99,9992 мас.% (по 65 примесным элементам).
21. Проведены патентные исследования по проблеме проекта в соответствии с ГОСТ Р 15.011-96.
22. Разработана Программа и методики исследований характеристик экспериментальных образцов оптических элементов из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, в том числе легированных редкоземельными элементами, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% и различным отклонением от стехиометрического состава.
23. Проведены исследования характеристики экспериментальных образцов оптических элементов из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, в том числе, легированных РЗМ, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и различным отклонением от стехиометрического состава, полученных на лабораторной установке, по разработанной Программе и методикам.
24. Изготовлены монокристаллы калий-гадолиниевого вольфрамата с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% и различным отклонением от стехиометрического состава, полученных на ЛУ-ОВ в количестве 6 штук.
25. Изготовлены экспериментальные образцы оптических элементов (номенклатура KGW) из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и различным отклонением от стехиометрического состава, полученных на ЛУ-ОВ в количестве 6 штук.

26. Изготовлены монокристаллы калий-гадолиниевого вольфрамата, легированные редкоземельными элементами, с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и различным отклонением от стехиометрического состава, полученных на ЛУ-ОВ в количестве 6 штук.
  27. Изготовлены экспериментальные образцы оптических элементов (номенклатура Nd:KGW, Yb:KGW) из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, легированных РЗМ, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и различным отклонением от стехиометрического состава, полученных на ЛУ-ОВ в количестве 6 штук.
  28. Разработаны технические требования к оксиду вольфрама (VI) для его использования при выращивании монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата.
  29. Разработан лабораторный технологический регламент (ЛТР-1) на получение высокочистого оксида вольфрама (VI) с химической чистотой не менее 99,999 мас.% и контролируемым отклонением от стехиометрии в пределах области гомогенности.
  30. Разработана Программа и методики испытаний высокочистого оксида вольфрама (VI) с контролируемым отклонением от стехиометрии и технологического процесса его получения на ЛУ-ОВ согласно ЛТР-1.
  31. Разработан комплект конструкторской и эксплуатационной документации на лабораторную установку для получения высокочистого металлического галлия ЛУ-ГА.
  32. Изготовлена, испытана и введена в эксплуатацию лабораторная установка для получения высокочистого металлического галлия ЛУ-ГА.
  33. Разработаны технические требования к высокочистому металлическому галлию для его использования при выращивании монокристаллов.
  34. Разработан лабораторный технологический регламент на получение высокочистого металлического галлия с химической чистотой не менее 99,9999 мас.%.
  35. Разработана Программа и методики испытаний высокочистого металлического галлия и технологического процесса его получения на ЛУ-ГА согласно ЛТР-2.
  36. Изготовлены экспериментальные образцы высокочистого металлического галлия на ЛУ-ГА.
  37. Проведены исследования примесного состава экспериментальных образцов высокочистого металлического галлия, изготовленных на ЛУ-ГА согласно ЛТР-2 по разработанной Программе и методикам. Показано, что полученные образцы имеют химическую чистоту не хуже 99,9999 мас.%.
  38. Разработан проект технического задания на проведения ОТР по теме «Разработка опытно-промышленных технологий высокочистых оксида вольфрама (VI) с контролируемым отклонением состава от стехиометрического и металлического галлия».
  39. Изготовлены экспериментальные образцы оксида вольфрама (VI) с контролируемым отклонением от стехиометрического состава на ЛУ-ОВ согласно ЛТР-1 в количестве 500 г.
  40. Проведены исследования примесного состава экспериментальных образцов оксида вольфрама (VI) с контролируемым отклонением от стехиометрического состава, изготовленных на ЛУ-ОВ согласно ЛТР-1. Показано, что химическая чистота изготовленных образцов не хуже 99,999 мас.% (по 65 примесным элементам).
  41. Изготовлены монокристаллы калий-гадолиниевого вольфрамата с использованием партии оксида вольфрама (VI) с примесной чистотой не менее 99,999 мас.% (по 65 элементам) и оптимизированным отклонением от стехиометрического состава, полученной на ЛУ-ОВ.
  42. Разработаны предложения и рекомендации по реализации (коммерциализации) результатов проекта, вовлечению их в хозяйственный оборот.
- Полученные в ходе выполнения результаты по разработке лабораторного технологического регламентов получения высокочистого металлического галлия и высокочистого оксида вольфрама (VI) с контролируемым отклонением состава от стехиометрического не имеют аналогов в мире по контролируемому отклонению от стехиометрии и количеству контролируемых примесей. Показано,

что разработанные препараты пригодны в качестве компонентов для выращивания монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, как номинально чистых, так и легированных РЗМ, с

### 3. Назначение и область применения результатов проекта

Высокоочищенный Ga является компонентом полупроводниковых соединений класса  $A^3B^5$  - GaAs, GaP, GaN и их твердых растворов – основных материалов современной опто-, микроэлектроники и СВЧ техники. Долю Ga чистотой 6N -7N оценивают в 80-90 т/год. Доля в денежном эквиваленте потребления Ga 6N -7N составляет 90-95% общего потребления Ga. На сегодняшний день основная часть выпускаемого высокоочищенного Ga используется для синтеза соединений  $A^3B^5$ , объемы производства которых растут год от года. Сегодня в России Объединенная приборостроительная корпорация завершает испытания мощных электронных СВЧ-компонентов на нитрид-галлиевой технологии, которые заменят иностранные комплектующие в авиационном, космическом и военном оборудовании. Потребность в мощных СВЧ-транзисторах с использованием технологии GaN только на отечественном рынке составляет более 100 тыс. штук в год. Триоксид вольфрама  $WO_3$  является необходимым компонентом шихты для выращивания монокристаллов вольфрамовых различных структурных классов. Благодаря наличию ряда уникальных свойств, такие монокристаллы уже получили широкое применение в различных областях, а также имеют значительный потенциал дальнейшего существенного увеличения объема и расширения сфер применения. На сегодняшний день широкое применение в качестве активных сред твердотельных лазеров получили кристаллы  $KGd(WO_4)_2$  и  $KY(WO_4)_2$  и  $KLu(WO_4)_2$ . Данные матрицы в силу своих уникальных структурных особенностей обеспечивают рекордно высокие пиковые интенсивности спектральных полос. Это делает возможным конструировать активные лазерные элементы из этих кристаллов в виде тонких дисков, микрочипов и волноводов, записанных в кристалле. Такие конфигурации серьезно облегчают проблему теплоотвода от элементов и, тем самым, позволяют достигать достаточно высоких мощностей генерации. Помимо активных лазерных сред, кристаллы вольфрамовых рассматриваются как перспективные Рамановские среды, поскольку многие из них обладают достаточно высокими значениями кубической нелинейной восприимчивости. На данный момент наиболее эффективная рамановская генерация и усиление были получены на кристаллах  $BaWO_4$  и  $KGd(WO_4)_2$ . Последние нашли уже достаточно широкое коммерческое применение и активно продвигаются Индустриальным партнером на отечественном и зарубежном рынках.