

## Резюме проекта, выполняемого

в рамках ФЦП

### «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»

по этапу № 1

Номер Соглашения Электронного бюджета: 075-02-2018-185, Внутренний номер соглашения 14.574.21.0186

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

Приоритетное направление: Энергоэффективность, энергосбережение, ядерная энергетика (ЭЭ)

Критическая технология: Технологии получения и обработки функциональных наноматериалов

Период выполнения: 31.05.2018 - 31.12.2020

Плановое финансирование проекта: 90.00 млн. руб.

Бюджетные средства 45.00 млн. руб.,

Внебюджетные средства 45.00 млн. руб.

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 калиево-гадолиниевого вольфрамата, как номинально чистого, так и легированного РЗМ, с улучшенными характеристиками.

## 2. Основные результаты проекта

- Выполнен аналитический обзор современной научно-технической, нормативной, методической литературы, затрагивающей научно-техническую проблему, исследуемую в рамках ПНИ.
- Выполнено обоснование и выбрано направление исследований.
- Разработана методика определения примесной чистоты препаратов оксида вольфрама (VI).
- Разработана методика определения отклонения от стехиометрического состава препаратов оксида вольфрама (VI).
- Проведены исследования по определению примесной чистоты и отклонения от стехиометрического состава препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей.
- Разработан комплект конструкторской и эксплуатационной документации на ЛУ-ОВ (лабораторную установку по получению высокочистого оксида вольфрама).
- Изготовлена ЛУ-ОВ (лабораторная установка по получению высокочистого оксида вольфрама).
- Разработана методика определения примесной чистоты кристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата.
- Выращены монокристаллы калий-гадолиниевого вольфрамата с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей.
- Проведено исследование примесной чистоты кристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей.
- Разработаны требования к экспериментальным образцам оптических элементов. Изготовлены экспериментальные образцы оптических элементов (номенклатура KGW) из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от различных производителей.
- Проведено исследование характеристик экспериментальных образцов оптических элементов (номенклатура KGW) из монокристаллов калий-гадолиниевого вольфрамата, выращенных с использованием препаратов оксида вольфрама (VI) от

различных производителей.

1. Разработанная методика определения примесной чистоты препаратов оксида вольфрама (VI) и калий гадолиниевого граната позволяет проводить измерения примесной

чистоты по 65 элементам с пределами обнаружения 10<sup>-4</sup>-10<sup>-7</sup> мас%, что, в свою очередь, обеспечивает интегральную оценку примесной чистоты по 65 элементам ниже 10<sup>-3</sup> мас%. соответствующую содержанию основного вещества не менее 99,999 мас.%. Таким образом разработанная методика обеспечивает необходимы аналитический контроль для разработки технологии получения оксида вольфрама (VI) с чистотой не менее 99.999 мас% (по 65 элементам).

2. Разработанная методика определения отклонений от стехиометрического состава препаратов оксида вольфрама (VI) с нижним пределом 0.01 мол.% с относительной погрешностью не более 20% позволяет создавать продукт, не имеющий аналогов на мировом рынке, а именно высокочистый оксида вольфрама (VI) с заданным контролируемым отклонением от стехиометрического состава. Выбор конкретного нестехиометрического состава является предметом исследований под технологию каждого конкретного материала - монокристаллов номинально чистого калий-гадолиниевого граната, монокристаллов номинально чистого калий-гадолиниевого граната, легированных редкоземельными металлами и т.д.

3. Анализ коммерческих препаратов оксида вольфрама (VI) показал, что при анализе по 65 элементам их примесная чистота не соответствуют паспортной. Все препараты характеризуются наличием сверхстехиометрического кислорода, концентрация которого варьируется от 0.04 до 0.01 мол.%.

4. Разработана конструкторская документация и изготовлена установка Лу-ОВ для получения высокочистого оксида вольфрама (VI).

5. Показано, что примесная чистота и нестехиометрический состав исходного оксида вольфрама (VI) оказывает существенное влияния на характеристики оптических элементов, изготовленных из монокристаллов калий гадолиниевого граната, выращенных с различного исходного оксида вольфрама (VI).

### **3. Охраноспособные результаты интеллектуальной деятельности (РИД), полученные в рамках прикладного научного исследования и экспериментальной разработки**

На данном этапе создание РИД не планировалось

### **4. Назначение и область применения результатов проекта**

Высокочистый Ga является компонентом полупроводниковых соединений класса АЗВ5 - 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 6-7N составляет 90-95% общего потребления Ga. На сегодняшний день основная часть выпускаемого высокочистого Ga используется для синтеза соединений АЗВ5. 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<sub>3</sub> является необходимым компонентом шихты для выращивания монокристаллов вольфраматов 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<sub>4</sub>)<sub>2</sub> и KY(WO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> и KLu(WO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>. 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 вольфраматов 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<sub>4</sub> и KGd(WO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>. Последние наши уже достаточно широкое коммерческое применение и активно продвигаются Индустриальным партнером на отечественном и зарубежном рынках..

### **5. Эффекты от внедрения результатов проекта**

Разработка лабораторной технологии получения высокочистого металлического галлия (99,9999 мас.%) при ее внедрении на предприятиях РФ позволит устранить импортозависимость РФ в данном высокотехнологичном сырье

Разработка лабораторной технологии получения поликристаллического оксида вольфрама (VI) (99.999 мас.% основного вещества) с контролируемым отклонением от стехиометрии будет способствовать формированию нового сегмента рынка высокочистых препаратов - препараты с заданным отклонением от стехиометрии, на базе которых будут изготавливаться монокристаллы с улучшенными структурными и функциональными характеристиками.

### **6. Формы и объемы коммерциализации результатов проекта**

Потребность в высокочистом галлии в России в ближайшие годы многократно увеличится из-за растущего объема производства СВЧ устройств на базе соединений АЗВ5 ( GaAs, GaN, GaP). Внедрение разрабатываемой в проект технологии высокочистого галлия позволит осуществлять развитие данного стратегического направления без опасений блокирования поставок зарубежного сырья. Оценка потребностей в высокочистом галлии в РФ в ближайшие 5 лет находится на уровне 5-10 тонн/год.

Создание новых лазерных сред на монокристаллах вольфрамов и совершенствование уже существующих технологий требует более качественного сырья - высокочистого оксида вольфрама (VI). Объемы производства монокристаллов вольфрамов в РФ на сегодняшний день не превышают 1000 кг/год, Однако на мировом рынке спрос на высокочистый оксид вольфрама (VI) оценивается в 5-7 тонн/год при стоимости за препарат чистотой 99.999 мас.% не менее 1500 долларов США/кг. Достоверная информация о качестве данного сырья, с учетом проведенных на Этапе 1 исследований коммерческих препаратов, отсутствует.

### 7. Наличие соисполнителей

ООО "Марафон" привлекался с июня по декабрь 2018 года для разработки конструкторской документации ЛУ-ОВ, включая численное моделирование процессов теплопереноса в реакторе для получения оксида вольфрама (VI)

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

Ректор

(должность)

Мажуга А.Г.

(подпись)

(фамилия, имя, отчество)

Руководитель работ на проекте

Заведующий кафедрой

(должность)

М.П.



Аветисов И.Х.

(подпись)

(фамилия, имя, отчество)