

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

по этапу № 1

Номер Соглашения о предоставлении субсидии: 14.577.21.0218

Тема: «Разработка технологий высокочистых веществ для компонентной базы фотоники и СВЧ электроники» Этап 1. "Выбор направления исследования"

Приоритетное направление: Индустрия наносистем (ИН)

Критическая технология: Технологии создания электронной компонентной базы и энергоэффективных световых устройств; Нано-, био-, информационные, когнитивные технологии

Период выполнения: 30.09.2016 - 31.12.2018

Плановое финансирование проекта: 8.00 млн. руб.

    Бюджетные средства      4.00 млн. руб.,

    Внебюджетные средства 4.00 млн. руб.

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

Индустриальный партнер: Общество с ограниченной ответственностью "Кристаллы Сибири"

Ключевые слова: высокочистый теллур, высокочистый оксид теллура (IV), высокочистых оксид бора (III), монокристаллы парателлуриата, монокристаллы бората бария, точечный дефекты, нестехиометрия

## **1. Цель проекта**

Создание импортозамещающих технологий получения высокочистых теллура, оксида теллура (IV), оксида бора (III), включая контролируемую концентрацию собственных и примесных точечных дефектов для выращивания высококачественных монокристаллов парателлуриата и бета-бората бария с рекордными функциональными характеристиками. Создание научно-технического задела на организацию производства и разработку ТУ на теллур, оксид теллура (IV), оксид бора (III) «особой чистоты» для материалов, используемых при разработке СВЧ технологий и технологий фотоники

## **2. Основные результаты проекта**

- Проведен аналитический обзор современной научно-технической, нормативной, методической литературы, затрагивающей научно-техническую проблему, исследуемую в рамках ПНИЭР
- Обоснован выбор направлений исследований по выбору сырья и способам получения из него высокочистых целевых продуктов.
- Разработаны лабораторные методики определения примесного состава в препаратах теллура, оксида теллура (IV), оксида бора (III)
- Определено содержание основного вещества и примесей в коммерческих препаратах теллура, оксида теллура (IV), оксида бора (III) и борной кислоты как исходного сырья для получения высокочистого оксида бора (III) от различных производителей
- Проведены патентные исследования по ГОСТ Р 15.011-96.
- Разработан комплект эскизной КД на вакуумную систему с микропроцессорным управлением температурой и газовой атмосферой в лабораторном реакторе с оснасткой из высокочистого графита для получения высокочистого теллура
- Изготовленный макет вакуумной системы с микропроцессорным управлением температурой и газовой атмосферой в лабораторном реакторе с оснасткой из высокочистого графита как показали предварительные испытания позволяет получать металлический теллур чистотой 99,9999 мас.% (при анализе по 67 элементам) без использования токсичных и канцерогенных реактивов в процессе очистки.
- Организованное рабочее место для вскрытия проб высокочистых препаратов площадью 36 кв.м, соответствует требованиям по чистоте ИСО-6, и в совокупности с имеющимися реактивами и аппаратурой позволяет проводить анализ материалов с суммарной концентрацией примесей более 10e-6 мас.% (99,999999 мас.% основного вещества)
- Выращены монокристаллы бората бария с использованием коммерческих препаратов оксида бора (III) максимально

возможной чистоты от различных производителей

- Изготовлены нелинейно-оптические элементы бората бария из кристаллов, выращенных с использованием коммерческих препаратов оксида бора (III) максимальной возможной чистоты от различных производителей
- Разработана методика определения концентраций примесей в кристаллах бората бария, выращенных с использованием коммерческого оксида бора (III) и высокочистого оксида бора (III), изготовленного на лабораторной установке
- Проведено исследование примесной чистоты кристаллов бората бария, выращенных с использованием коммерческого оксида бора (III)

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

На данном этапе РИД не создавались

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

Высокочистые теллур, оксид теллур (IV), оксид бора (III) являются востребованными материалами в технологиях выращивания монокристаллов для фотоники и СВЧ электроники. Особое внимание при разработке технологий данных продуктов будет уделено контролю за концентрациями собственных (дефектов нестехиометрии) и примесных дефектов. Получение исходных материалов с высокой примесной чистотой позволит детерминировать процессы выращивания кристаллов, в частности речь идет о выращивании кристаллов парателлурида и бета-бората бария. Но этими кристаллами спрос на разрабатываемые высокочистые препараты не ограничивается. Перспективным для ИК диапазона 5-15 мкм являются нелинейно-оптические кристаллы теллура, которые требуют для своего производства исходного материала с чистотой не хуже 99,9999 мас.%. Высокочистый теллур незаменим при производстве монокристаллов на основе теллурида кадмия и его твердых растворов, а также при производстве одного из самых актуальных ИК материалов - твердого раствора кадмий-ртуть-теллур (КРТ). В силу стратегического характера изделий ИК диапазона поставки высококачественных исходных материалов для их производства в РФ не осуществляются из-за эмбарго. Это в полной мере относится к высокочистому теллуру. Высокочистый борный ангидрид является как исходным компонентом при производстве многих боратных кристаллов, например трибората лития, так и материалом флюсы при производстве многих полупроводниковых кристаллов. Особенно актуальными для СВЧ электроники являются кристаллы арсенида галлия, производство которых в РФ в настоящее время находится в стадии возрождения. Для создания конкурентно способной продукции требуются высококачественные исходные материалы, одним из которых для данного производства является борный ангидрид с минимальным содержанием остаточной воды.

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

Создание отечественных технологий высокочистых материалов является одной из актуальных задач для преодоления отставания в области высокотехнологичных инновационных продуктов. В связи с бурным развитием современной аналитической инструментальной базы появилась возможность зряче разрабатывать технологии рекордно чистых материалов 6-7N. При этом существует огромный потенциал для создания широкого ассортимента высокочистых кристаллических реагентов на основе химических соединений за счет тонкой настройки их нестехиометрического состава. И если в настоящее время при описании высокочистых веществ ограничиваются только номенклатурой примесных элементов, то регламентируя собственные примеси (дефекты нестехиометрии) можно для одного высокочистого реагента получить 5-10 новых продуктов с одинаковой чистотой по примесным элементам, но различным отклонением базового состава от нестехиометрии. Рынок не сразу оценит инновационные продукты, но для разработчиков технологий вместо "доводки" исходных реагентов до нужной кондиции появится возможность выбирать с каким отклонением от стехиометрии им желательно иметь тот или иной продукт. Реализовать подобные проекты можно только в том случае, если суммарная концентрация примесных элементов будет в 10-100 раз ниже концентрации собственных примесей. Поэтому первым шагом в реализации подобных проектов должно стать производство высокочистых по примесным элементам кристаллических химических соединений. В рамках данного проекта это борный ангидрид и оксид теллура (IV). При этом китайские и многие другие производители, предлагая данные реагенты с чистотой 99,9999 мас.% в качестве анализа используют масс-спектрометрию с индуктивно связанной плазмой и делают пометку (metal based). То есть примесная чистота оценивается по неким базовым металлическим примесям, которые данный метод определяет гарантировано. А концентрация важных газообразующих примесей (C,N,Cl,F,S) не детерминируются.

В рамках данного проекта помимо МС-ИСП планируется использовать метод вторично-ионной масс-спектрометрии, который позволяет определять все газообразующие примеси. Поэтому произведенный продукт должен быть на самом деле чище, чем аналогичные продукты, предлагаемые на рынке. Это позволит разрабатывать отечественные технологии монокристаллов с использованием более качественного сырья и, соответственно, получать более качественные кристаллы.

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

Разработанные в ходе проекта высокочистые теллур, оксид теллура (IV) и борный ангидрид с контролируемым содержанием воды востребованы на рынке технологий выращивания монокристаллов различных соединений, а именно, теллура, парателлурида, арсенида галлия (флюс - безводный борный ангидрид), бета-бората бария (борный ангидрид является одним из исходных компонентов шихты для выращивания), различные кристаллы боратов. Для всех технологий вышеперечисленных

кристаллов примесная чистота исходных материалов является одним из ключевых факторов при получении образцов с рекордными характеристиками. Поэтому спрос на подобные реактивы является устойчивым, а цены существенно растут при росте примесной чистоты исходных препаратов.

Растущие потребности по трем материалам, которые являются предметом проекта, и оцениваются в РФ в единицы тонн в год, на мировом рынке в десятки тонн в год. Денежный объем рынка в РФ оценивается в 20 млн. рублей/год, мировой рынок потребляет данных высокочистых материалов на 50-60 млн. долларов США/год.

При этом основная прибыль идет не от продажи собственно высокочистых материалов, а от продажи монокристаллов (добавленная стоимость до 80%) и конечных устройств (добавленная стоимость до 200 %).

Именно при успешном взаимодействии с Индустриальным партнером (ООО "Кристаллы Сибири"), который занимается выращиванием монокристаллов и изготовлением из них активных и пассивных элементов, ожидается успешная коммерциализация результатов проекта.

Следует подчеркнуть, что номенклатура выращиваемых с применением данных высокочистых материалов, монокристаллов относится к товарам двойного назначения, подпадающим под эмбарго. Поэтому задача по организации на предприятии РФ импортонезависимого производства монокристаллов для изделий двойного назначения также будет решена после выполнения проекта.

## **7. Наличие соисполнителей**

Общество с ограниченной ответственностью "АРМОЛЕД" - участник консорциума Ор

### **Руководитель работ по проекту**

заведующий кафедрой химии и технологии кристаллов  
ФГБОУ ВО РХТУ им.Д.И.Менделеева

Аветисов И.Х.