

УДК 621.315.592

## Глубокая очистка теллура, цинка и кадмия для применения в электронике

© 2022 г. В. Н. Абрютин, Е. В. Давыдова, М. А. Егоров,  
И. И. Марончук✉, Д. Д. Саникович

*ООО «АДВ–Инжиниринг»,  
1–й Люсиновский пер., д. 3Б, Москва, 119049, Российская Федерация*

✉ Автор для переписки: [igimar@mail.ru](mailto:igimar@mail.ru)

**Аннотация.** Рассмотрен разработанный авторами комбинированный способ глубокой очистки Cd, Zn и Te, позволивший получать высокочистые материалы на устройстве с вертикальным расположением реактора. Способ включает в себя следующие процессы: фильтрационное рафинирование расплава металла с возможностью его вакуумной дегазации и дополнительной очистки через оксидный слой; первую дистилляцию с возможностью использования геттерных добавок в расплаве и применением геттерных фильтров; дегазацию расплава с удалением легколетучих примесей на конденсатор в условиях низкого вакуума; вторую дистилляцию и розлив металла на необходимые навески. Авторами разработана и изготовлена опытная модель установки, с помощью которой проведены экспериментальные процессы глубокой очистки металлов по предложенному способу. Проведены физические эксперименты, позволившие получить Cd, Zn и Te чистотой более 99,9999 % (мас.) по 30 основным остаточным примесям со сквозным выходом готового продукта не менее 55 %.

**Ключевые слова:** кадмий, цинк, теллур, примесный состав, методы очистки, фильтрация, вакуумная дистилляция, масс–спектрометрия

**Благодарность:** Исследование выполнено за счет средств гранта Фонда содействия инновациям, проект № 63431.

**Для цитирования:** Абрютин В.Н., Давыдова Е.В., Егоров М.А., Марончук И.И., Саникович Д.Д. Глубокая очистка теллура, цинка и кадмия для применения в электронике. *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники.* 2022; 25(2): 164—174. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2022-2-164-174>

## Deep purification of tellurium, zinc and cadmium for use in electronic devices

V. N. Abryutin, E. V. Davydova, M. A. Egorov, I. I. Maronchuk✉, D. D. Sanikovich

*ADV–Engineering, LLC,  
3B 1<sup>st</sup> Lyusinovsky Lane, Moscow 119049, Russian Federation*

✉ Corresponding author: [igimar@mail.ru](mailto:igimar@mail.ru)

**Abstract.** A combined method of profound purification of Cd, Zn and Te developed by the Authors and allowing one to produce high–purity materials in a vertical reactor unit has been considered.

The method includes the following processes: filtration refinement of metal alloy with the possibility of its vacuum degassing and additional purification through an oxide layer; first distillation with the possibility to use gettering additions in the melt and gettering filters; melt degassing with the removal of highly volatile impurities to the condenser in rough vacuum; second distillation and metal casting for weighed quantities. The Authors have developed and produced a test model of the unit for the experimental profound purification of metals using the method developed herein. Physical experiments have been conducted for obtaining 99,9999 wt.% purity Cd, Zn and Te for 30 residual impurities with a product yield of at least 55%.

**Keywords:** cadmium, zinc, tellurium, impurity composition, purification methods, filtration, vacuum distillation, mass spectrometry

**Acknowledgment:** The study was funded under a grant of the Innovation Assistance Foundation, Project No. 63431.

**For citation:** Abryutin V.N., Davydova E.V., Egorov M.A., Maronchuk I.I., Sanikovich D.D. Deep purification of tellurium, zinc and cadmium for use in electronic devices. *Izvestiya vuzov. Materialy elektronnoi tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2022; 25(2): 164—174. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2022-2-164-174>

### Введение

В настоящее время металлы Cd, Zn и Te чистой не ниже 99,9999 % (мас.) (6N) являются компонентами полупроводниковых соединений  $A^{II}B^{VI}$  с постоянно расширяющимися областями применения. Надежность и эффективность работы приборов на основе этих соединений определяются уровнем их чистоты при одновременном увеличении числа контролируемых остаточных примесей [1, 2].

Наиболее применяемыми методами получения Cd, Zn и Te высокой чистоты являются ректификационные [3, 4], дистилляционные [5—10] и кристаллизационные [10—12] методы очистки. Несмотря на высокую эффективность при получении металлов чистотой 99,9998 % (мас.), использование ректификационных методов для рассматриваемых материалов не вышло за рамки лабораторных экспериментов [13], что вызвано сложным аппаратным оформлением метода. Простая схема одно- или многократной дистилляции дает небольшой выход (от 30 до 60 %) годного продукта, не обеспечивая высоких степеней очистки (до 99,99935 % (мас.)) [14, 15]. Более чистые материалы получают путем совершенствования дистилляционных процессов, например:

- использование геттерных фильтров [16] и геттерирующей примеси [17, 18];
- предварительное фильтрование расплава и отгонка легколетучих примесей [16];
- использованием барьерного оксидного слоя [14];

– подогрев поверхности конденсатора [19].

Однако имеющиеся технологические решения, как правило, громоздки и дорогостоящи. Кристаллизационные методы рафинирования (направленная кристаллизация, выращивание кристаллов из расплава, зонная плавка) используются в основном на конечной стадии очистки при удалении из расплава малых количеств примесей. Этими методами можно получать металлы чистотой до 99,99998 % (мас.) [10, 11], и их в большинстве случаев можно комбинировать с другими методами рафинирования.

Все описанные выше методы рафинирования металлов зачастую используют в комплексе, применяя разные технологические процессы и различное оборудование, что является негативным фактором, поскольку очищенный одним методом материал обычно перегружается в другую оснастку, т. е. добавляются дополнительные технологические операции, приводящие к поверхностным загрязнениям и окислению материала.

Цель работы — разработка комбинированного способа очистки металлов Cd, Zn и Te до уровня выше 6N, который объединит в едином технологическом цикле различные методы рафинирования и может быть реализован в одном аппарате без проведения межоперационных перегрузок материала. Кроме того, поставлена задача создания опытного оборудования и проведения экспериментальной проверки правильности принятых технических решений.

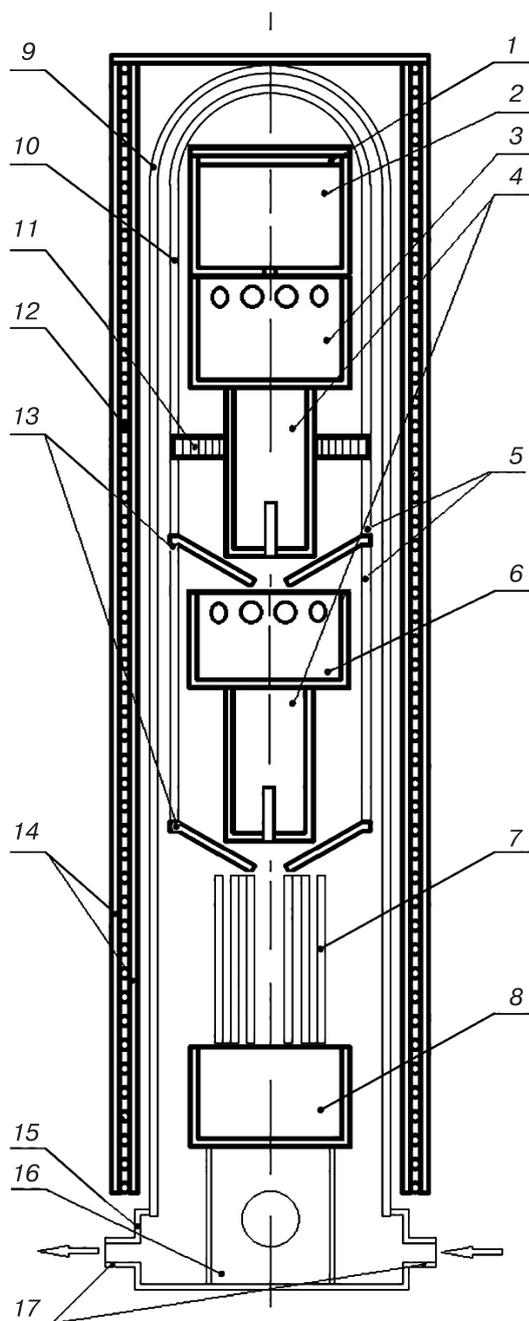


Рис. 1. Схема реактора установки очистки металлов: 1 — крышка загрузочного тигля; 2 — загрузочный тигель; 3 — тигель первой дистилляции; 4 — стойка под дистилляционный тигель; 5 — стойки дистилляционной части; 6 — тигель второй дистилляции; 7 — конденсатор; 8 — приемный тигель; 9 — кварцевая колба (реактор); 10 — колба дистилляционной части; 11 — геттерный фильтр; 12 — нагревательные элементы; 13 — дистилляционная воронка; 14 — корундовый муфель; 15 — фланец с подсоединением к газовой и вакуумной линиям; 16 — подставка под приемный тигель; 17 — патрубки газовой (входной) и вакуумной (выводящей) линий

Fig. 1. Schematic of metal purification unit reactor: (1) charging crucible cover, (2) charging crucible, (3) first distillation crucible, (4) distillation crucible support, (5) distillation section supports, (6) second distillation crucible, (7) condenser, (8) receiving crucible (9) quartz retort (reactor), (10) distillation section retort, (11) gettering filter, (12) heaters, (13) distillation funnel, (14) corundum muffle, (15) flange connected to the gas a vacuum lines, (16) receiving crucible support, (17) ports of gas (inlet) and vacuum (outlet) lines

### Основы метода комбинированного способа очистки металлов Cd, Zn и Te

При разработке комбинированного способа рафинирования кадмия, цинка и теллура с созданием аппаратуры нового поколения использован многолетний практический научно-исследовательский и производственный опыт по получению высокочистых материалов сотрудниками ООО «АДВ-Инжиниринг» [20—22], который позволил предложить новые способ и устройство [23, 24]. Основная задача, стоявшая перед авторами, — создание воспроизводимого метода получения металлов Cd, Zn и Te с заданными чистотой (не ниже 6N) и примесным составом при низкой себестоимости (по сравнению с развитыми в мире производствами) и как следствие низкой продажной ценой. Решение этой задачи делает возможным конкурентный выход такого продукта на отечественный и мировой рынок. Кроме того, для реализации такого метода необходимо разработать технологически простое оборудование с высокой производительностью и эксплуатационными свойствами.

Способ и устройство на его основе включают в себя возможность использования в одном цикле (разовой загрузки материала в реактор) технологического процесса, без вскрытия реактора и его перезагрузки, комбинации нескольких методов рафинирования металлов. Способ реализуется в устройстве с вариантом вертикального расположения рабочего реактора с оснасткой (рисунок). Во время технологического процесса реактор размещается в многозонном резистивном нагревателе с тепловым профилем, изменяемым в процессе проведения этапов эксперимента температурным градиентом.

Реактор устройства состоит из колбы 9, изготовленной из кварца, и металлического охлаждаемого фланца 15, соединенного герметично с колбой с помощью уплотнителей. Фланец 15 подсоединен к газовой-вакуумной линии через патрубки 17, которые позволяют создавать в реакторе вакуум с остаточным давлением в  $5 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. или избыточное давление инертного газа (аргон или азот) не более  $0,3 \text{ кгН/см}^2$ .

Оснастка, размещенная в реакторной части, изготавливается из кварца, используемого в электронной промышленности, или из высокоплотного графита не ниже марки МПГ-6, в зависимости от физико-химических свойств очищаемого материала. Допустимо использование смешанной графитовой и кварцевой оснастки, например тигли (1, 2, 3, 6, 8) и воронки (13) можно изготовить из графита, а остальные изделия оснастки — из кварца.

После загрузки навески исходного металла в загрузочный тигель 2 его плотно закрывают крышкой 1, и сборка реактора с оснасткой производится

снизу вверх с поэтапным добавлением каждого изделия. При необходимости в тигель первой дистилляции 3 загружают навеску геттерирующей примеси и устанавливают подставку с геттерным фильтром 11. После установки колбы дистилляционной части 10 одевается кварцевая колба (реактор) 9, которая плотно соединяется с фланцем 16 с использованием прокладок из вакуумной резины. Соединение кварцевой колбы с металлическим фланцем через резиновый уплотнитель производится по стандартной схеме с использованием стандартных технологических решений. После уплотнения контролируется герметичность сборки путем вакуумирования реакторного пространства с проверкой натекания.

Предварительно подготавливают вакуумную линию к процессу, включив форвакуумный и паромасляный (диффузионный) вакуумные насосы, а также газовую линию. После проделанных операций помещают реактор в нагреватель, включающий в себя муфель 14 и нагревательные элементы 12, и включают нагрев, плавно выводя на температурный профиль в установке, необходимый для проведения стартового этапа технологического процесса, которым является фильтрация исходного металла из загрузочного тигля 2 в тигель первой дистилляции 3.

Тигли устанавливаются друг на друга плотно за счет пазового соединения. Загрузочный тигель снабжен плотно закрывающейся крышкой 1, имеет небольшую конусность внутренней части, которая обеспечивает удобство выгрузки тигельного остатка, а в нижней части — необходимое количество фильтрационных отверстий диаметром от 0,7 до 1,0 мм (в зависимости от свойств и уровня чистоты и окисления исходного материала). Тигель выполняется из материала, не смачиваемого расплавом исходного металла, при этом он должен смачиваться его оксидами. Фильтрация проходит при давлении до  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. и температуре в зоне загрузочного тигля и тигля первой дистилляции на уровне, превышающем температуру плавления металла на 80—120 К (в зависимости от свойств исходного материала). Ниже тиглей, вплоть до конденсатора 7, должна поддерживаться температура, равная или незначительно превышающая (не более чем на 10 К) температуру плавления очищаемого металла. Температура на конденсаторе должна быть ниже температуры плавления металла (не менее чем на 10 К). Сущность процесса фильтрации заключается в том, что после расплавления исходного металла происходит рафинирование расплава за счет прохождения через фильтровальные отверстия. При этом происходит механическое отделение крупных неметаллических включений и адгезионная очистка тонкодисперсных неметаллических включений, которые остаются в расплаве.

Кроме того, при фильтрации металл попадает в тигель, расположенный снизу, дозировано, способствуя активному отведению с развитой поверхности стекающего вниз металла газовых пузырей и включений, а также легколетучих примесей, которые, за счет описанного выше технологического режима оседают на конденсаторе. На поверхности расплава в загрузочном тигле находится оксидная пленка, образованная путем естественного окисления кусочков исходной металлической загрузки, помещенной в тигель перед плавлением. В этой пленке, в частности, задерживается ряд тяжелых примесей. Оксидная пленка смачивает поверхность тигля и за счет действия сил поверхностного натяжения не дает всему расплаву профильтроваться в тигель первой дистилляции. Фильтрационные отверстия и их количество подбираются таким образом, чтобы в зависимости от свойств рафинируемого материала, степени его загрязнения и окисления за счет сил поверхностного натяжения и смачивания процесс фильтрации останавливался при тигельном остатке, равном ~15 % от загрузки исходного материала. Однако процесс фильтрации на этом не останавливается, некоторая очистка уже в более глубокой и сложной форме продолжается на протяжении всего технологического процесса. Это вызвано, прежде всего, наличием крышки тигля, за счет которой остаточное давление в тигле отличается в большую сторону от остаточного давления в реакторе. Проходя через окисный слой и очищаясь таким образом, пары металла увеличивают остаточное давление в этом объеме, поддавливая расплав и нарушая равновесие с силами поверхностного натяжения. Таким образом, фильтрация медленно продолжается, при этом давление в тигле доходит до определенного уровня и больше не повышается, поскольку через щели между крышкой и тиглем пары выходят в дистилляционную часть реактора и конденсируются с остальным очищаемым металлом. К концу общего технологического процесса тигельный остаток составляет не менее 10 % от общей массы начальной загрузки исходного металла.

Вторым этапом технологического процесса является первая дистилляция отфильтрованного материала. Отфильтрованный металл находится в первом дистилляционном тигле 3, выполненном из материала, который не смачивается расплавом рафинируемого металла. Внутренняя часть тигля имеет небольшую конусность для удобства извлечения тигельного остатка. Объем и размер тигля 3 сопоставимы с аналогичными параметрами загрузочного тигля. Общая площадь технологических отверстий в верхней части тигля 3 должна составлять не менее 20 % от площади расплава в тигле для соблюдения контроля за необходимой скоростью массопереноса в процессе дистилляции.

Технологический процесс на этом этапе может идти по нескольким структурным схемам. При первой в тигель 3 загружается навеска геттерирующего материала, который химически связывает одну или несколько примесей рафинируемого металла, образуя соединения, остающиеся при дальнейшей дистилляции в тигельном остатке [17]. По второй структурной схеме геттер не добавляется. Все зависит от свойств и загрязнений исходного материала.

Тигель 3 устанавливается на стойку 4 с технологическими щелями–отверстиями в нижней части, которая размещается на сливной дистилляционной воронке 13, закрепленной на находящемся под ней тигле второй дистилляции 6. При сборке для отсечения объемов, разграничивающих этапы технологического процесса, используют колбу 10 и стойки 5 дистилляционной части. Между колбой 10 и верхней стойкой 5 закрепляется геттерный фильтр 11, который так же, как и геттерирующая примесь, используется в процессе по необходимости, давая возможность расширить технологическую схему еще на две структурные схемы. Функции фильтра состоят в поглощении выделяемых в процессе дистилляции газообразных примесей и снижении их содержания в конденсате. Кроме того, за счет повышенной активности геттера к кислороду на нем происходит осаждение легколетучих оксидов металлов, что приводит также к дополнительной очистке от металлических примесей. При этом фильтр находится в зоне температуры испарения рафинируемого металла, поэтому он задерживает частицы основного материала [15].

Второй этап проводят при остаточном давлении  $(0,5—5,0) \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст. в реакторе. Температурный профиль по реактору расположен следующим образом:

- температура на тиглях 2 и 3 находится на уровне, превышающем температуру плавления рафинируемого металла на 50—60 К;
- по стойке 4 идет понижающийся температурный градиент, заканчивающийся на верхней воронке 13 температурой, равной температуре плавления;
- до второй воронки поддерживается температура ниже температуры плавления на 20—30 К;
- на конденсаторе 7 температуру опускают до максимально возможного (в зависимости от конструктивных особенностей оборудования) уровня.

Дистилляция происходит следующим образом. Металл, испаряясь с поверхности расплава, проходит через технологические отверстия в тигле, затем через геттерный фильтр и конденсируется на воронке. Элементы и соединения с более высоким давлением паров по сравнению с основным рафинируемым металлом являются легколетучими примесями; элементы и соединения с более низким

давлением паров концентрируются в тигельном остатке и являются труднолетучими примесями. Скорость дистилляции (массоперенос) определяется уровнем температур, остаточным давлением в реакторе, а также отношением площади технологических отверстий к площади испарения и находится экспериментально в зависимости от технологических режимов и свойств рафинируемого материала. В процессе дистилляции часть легколетучих примесей осаждается на геттерном фильтре, а часть — на конденсаторе. Рафинирование путем дистилляции следует останавливать при тигельном остатке, составляющем 20 % от фильтрованного материала, за счет заполнения реактора инертным газом до уровня остаточного давления, равного атмосферному. После этого необходимо увеличить температуру на верхней воронке 13 и тигле второй дистилляции 6 до уровня, превышающего температуру плавления рафинируемого металла на 90 К, осуществляя слив дистиллята в тигель 6. Необходимо отметить, что при дальнейших циклах технологического процесса дистилляция из тигля 3 будет медленно продолжаться и в конечном итоге уровень тигельного остатка в нем снизится до ~ 17 % от массы отфильтрованного материала.

На следующем третьем этапе проводится еще один процесс дегазации легколетучих примесей в условиях низкого вакуума. Эта операция проходит в две технологические стадии, в которых используется режим циклического изменения температуры находящегося во втором дистилляционном тигле 6 расплава в широком диапазоне. Обе стадии осуществляются в условиях низкого вакуума с остаточным давлением до  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. в подреакторном пространстве. При этом на первой стадии температура в различных зонах установки поддерживается следующим образом:

- на тиглях 2, 3 и до верхней воронки включительно (по возможности) на уровне, превышающем температуру плавления рафинируемого металла на 20—30 К;
- в зоне тигля 6 второй дистилляции на уровне, превышающем температуру плавления металла на 80—120 К;
- до второй воронки имеется температурный градиент, который заканчивается уровнем, превышающим температуру плавления на 20—30 К;
- на конденсаторе 7 температуру опускают до максимально возможного уровня.

После выхода оборудования на указанный режим проводят временную выдержку от 20 до 30 мин.

На второй стадии третьего этапа проводят понижение температуры на тигле 6 второй дистилляции до уровня, превышающего температуру плавления на 20—30 К, с максимально возможной скоростью, все остальные технологические режи-

мы не изменяют. После выдержки от 20 до 30 мин. выводят температуру на уровень, соответствующий первой стадии. Операции повторяют несколько раз, в зависимости от свойств и загрязненности рафинируемого металла.

Выполнение такого двухстадийного цикла способствует отделению от поверхности расплава газовых пузырей и включений, отведению легколетучих примесей при условии перемешивания расплава за счет изменения в нем температурного градиента. Рассмотренные выше примеси и включения совместно с незначительной частью рафинируемого металла оседают на конденсаторе.

На следующем четвертом этапе осуществляется вторая дистилляция рафинируемого металла. Расплав находится в тигле 6 второй дистилляции, который изготовлен из материала, не смачиваемого расплавом рафинируемого металла, и имеет небольшую конусность в своей внутренней части для удобства извлечения тигельного остатка. Объем и размер его меньше тигля 3 первой дистилляции на 15 %, технологические отверстия в верхней части тигля аналогичны тиглю первой дистилляции.

Тигель устанавливается на нижнюю стойку 4, имеющую в нижней части технологические щели-отверстия, которая, в свою очередь, ставится на нижнюю сливную дистилляционную воронку 13, закрепленную на находящемся под ней конденсаторе 7. При сборке для отсечения объемов, разграничивающих этапы технологического процесса, используют нижнюю стойку 5 дистилляционной части.

Четвертый этап, как и второй, проводят при остаточном давлении в реакторной части  $(0,5—5,0) \times 10^{-4}$  мм рт. ст. Температурный профиль по реактору настраивается следующим образом:

- температура на тиглях 2, 3 и до верхней воронки включительно поддерживается на уровне, превышающем температуру плавления рафинируемого металла на 10—15 К;
- на тигле 6 второй дистилляции поддерживается температура, превышающая температуру плавления на 30—40 К;
- вдоль нижней стойки 4 формируется понижающийся температурный градиент, заканчивающийся на нижней воронке 13 температурой, равной температуре плавления;
- на конденсаторе 7 температуру опускают до максимально возможного уровня.

Дистилляция осуществляется следующим образом. Металл, испаряясь с поверхности расплава, проходит через технологические отверстия в тигле и конденсируется на воронке, проходя таким же образом, как и на втором этапе, за исключением того, что уровень температуры на расплаве ниже и, следовательно, ниже скорость дистилляционного процесса и эффективней процесс рафинирования.

Процесс останавливают при тигельном остатке, который составляет 15 % от фильтрованного материала, за счет заполнения реактора инертным газом до уровня остаточного давления, равного атмосферному. После чего поднимают температуру на нижней воронке 13 до уровня, превышающего температуру плавления рафинируемого металла на 90 К, а в приемном тигле 8 — до уровня ниже температуры плавления на 10 К, осуществляя слив дистиллята в тигель 8. Тигель может быть выполнен в разных вариантах, позволяющих получать не только один целый слиток, но и слитки нужного размера и конфигурации по требованиям заказчика. Кроме того, размер слитков при розливе расплава может определяться диаметром лодочки для более плотной ее загрузки при дальнейшей кристаллографической очистке металла.

После проведения описанных выше операций печной блок сдвигается с реактора с оснасткой, который, в свою очередь, охлаждается, после чего происходит его разборка. Тигельные остатки и полученный материал извлекаются, проводится отбор необходимых проб и упаковка материалов. Оснастка и реактор подвергаются необходимой обработке и подготовке к следующему процессу рафинирования.

### Экспериментальная часть

Разработана конструкторская документация и изготовлена опытная установка с высоковакуумной и газовой системами и с вертикальным расположением реактора (и, следовательно, печного блока с шестизонным нагревательным элементом). Проведены опытные процессы очистки металлов Cd, Zn и Te.

В качестве исходных материалов при проведении процессов очистки использовали следующие:

- Cd марки Кд0, произведенный по ГОСТ 1467–93;
- Zn марки Ц0, полученный по ГОСТ 3640–94;
- Te марки Т–У, произведенный по ТУ 20.13.21–096–00194429–2020.

Перед загрузкой в установку отбирали контрольную пробу на исследование элементного состава исходных материалов. В загрузочный тигель заранее помещали Cd в виде отлитого слитка, а Zn и Te кусочками, отделенными от исходных слитков. Необходимо отметить, что процессы очистки разных материалов проводили в индивидуальном реакторе и комплекте оснастки (под каждый материал отдельной). Используемая оснастка позволяла загрузить исходные Cd, Zn и Te массой 2500, 2100 и 1800 кг соответственно.

В процессах очистки использовали оснастку смешанного типа, часть которой выполнена из графита марки не хуже МПГ–7

по ТУ1915–051–002008510 2005, остальные из труб кварцевого стекла по ГОСТ 15177–70. Крышка загрузочного тигля 1, загрузочный тигель 2, тигель первой дистилляции 3, тигель второй дистилляции 6, приемный тигель 8 и дистилляционная воронка 13 выполнены из графита. Стойка под дистилляционный тигель 4, стойки дистилляционной части 5, конденсатор 7, колба дистилляционной части 10 — из кварцевого стекла. Процессы проводили четко в соответствии с описанным выше способом, но без использования геттерного фильтра и геттерных примесных материалов.

### Результаты и их обсуждение

После проведения процесса очистки и вскрытия реактора проведена выгрузка тигельных остатков из загрузочного тигля 2, тигля первой дистилляции 3, тигля второй дистилляции 6 и слитков готовой продукции с приемного тигля 8. Конденсатор 7 взвешивали до и после проведения

эксперимента с целью определения массы осевшего на него материала, которая входит в технические потери (вместе с материалом, осевшим на различных частях оснастки и фланце). Результаты материального баланса рассмотренных процессов очистки Cd, Zn и Te представлены в табл. 1. Полученные результаты показали эффективность предложенного способа глубокой очистки.

Технологические пробы материала отбирали при входном контроле и от готовой продукции. Пробы подготавливали и отправляли на исследование элементного состава, которое проводили атомно-адсорбционным и масс-спектральными методами анализа. В испытательном центре АО «Гиредмет» исследования выполняли методами атомно-эмиссионной спектроскопии с использованием многоканального спектрометра высокого разрешения «Гранд» («ВМК–Оптоэлектроника», спектральное расширение 0,012 нм) и искровой масс-спектрометрии на масс-спектрометре с двойной фокусировкой JMS–01–BM2 (JEOL).

Таблица 1

**Результаты по материальному балансу процессов очистки Cd, Zn и Te**  
Material balance of Cd, Zn and Te purification

№ п/п	Материал	Начальная загрузка, г	Остаток, г/%			Готовая продукция (приемный тигель), г/%	Технические потери, г/%
			Загрузочный тигель	Тигель первой дистилляции	Тигель второй дистилляции		
1	Cd	2500	262,5/10,5	410,0/16,4	395,0/15,8	1417,5/56,7	15,0/0,6
2	Zn	2100	235,2/11,2	380,1/18,1	306,6/14,6	1169,7/55,7	8,4/0,4
3	Te	1800	181,8/10,1	340,2/18,9	271,8/15,1	995,4/55,3	10,8/0,6

Таблица 2

**Элементный состав образцов Te, Cd и Zn, отобранных на начальном и конечном этапах технологического процесса, реализованного на опытной установке**  
Elemental composition of Te, Cd and Zn samples taken at first and final process stages from test unit

№ п/п	Примесь	Содержание примеси, % (мас.)							
		Te			Cd		Zn		
		Te марки Т-у	Остаток после фильтрации	Фильтрация + 1-я дистилляция	Очищенный Te	Cd марки Кд-0	Очищенный Cd	Zn марки Ц-0	Очищенный Zn
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	Ag	$2,57 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$9,92 \cdot 10^{-7}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$<3 \cdot 10^{-7}$
2	Sn	$<3,94 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$2,14 \cdot 10^{-5}$	$<3 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$<8 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$<4 \cdot 10^{-6}$
3	Al	$9,3 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-2}$	$<2,69 \cdot 10^{-5}$	$6 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-6}$
4	Ti	$2,05 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-2}$	$9,68 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$<2 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-7}$
5	P	—	—	—	$<1 \cdot 10^{-6}$	—	$<1 \cdot 10^{-7}$	—	$<1 \cdot 10^{-7}$

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
6	B	$<3,55 \cdot 10^{-6}$	—	$<5,14 \cdot 10^{-7}$	$<3 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$
7	I	—	—	—	$<8 \cdot 10^{-7}$	—	$<7 \cdot 10^{-7}$	—	$<7 \cdot 10^{-7}$
8	Ca	$3,78 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$6,26 \cdot 10^{-4}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$<7 \cdot 10^{-6}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$<7 \cdot 10^{-6}$
9	Cu	$3,1 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$1,09 \cdot 10^{-4}$	$<1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$9 \cdot 10^{-6}$
10	Cr	$6,31 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$1,58 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$<4 \cdot 10^{-7}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$<6 \cdot 10^{-7}$
11	Fe	$1,81 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$2,3 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-6}$
12	In	$3,37 \cdot 10^{-5}$	—	$<4,87 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$
13	Mg	$<3,51 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$<5,08 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$<6 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
14	Mn	$6,31 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-3}$	$<1,06 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
15	Mo	$<4,98 \cdot 10^{-5}$	—	$<7,21 \cdot 10^{-5}$	$<2 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
16	Ni	$<4,93 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3,94 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
17	Pb	$1,66 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$303 \cdot 10^{-5}$	$<6 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-6}$
18	Tl	$3,99 \cdot 10^{-4}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$8,99 \cdot 10^{-9}$	$<6 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
19	Cl	—	—	—	$2 \cdot 10^{-6}$	—	$<2 \cdot 10^{-7}$	—	$<2 \cdot 10^{-7}$
20	Co	$9,68 \cdot 10^{-6}$	—	$2,07 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$<2 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$
21	Sb	$4,63 \cdot 10^{-6}$	—	$3,54 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-5}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-6}$
22	Na	$3,8 \cdot 10^{-3}$	—	$5,69 \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$
23	Si	$1,8 \cdot 10^{-3}$	$<2 \cdot 10^{-2}$	$<4,43 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$<9 \cdot 10^{-6}$
24	K	$2,78 \cdot 10^{-5}$	—	$3,26 \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$<6 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-5}$	$<6 \cdot 10^{-6}$
25	V	$9,64 \cdot 10^{-7}$	—	$6,59 \cdot 10^{-6}$	$<3 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$<4 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-6}$	$<2 \cdot 10^{-7}$
26	Li	$<1,02 \cdot 10^{-6}$	—	$5,53 \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-7}$
27	Cd	$3,91 \cdot 10^{-3}$	—	$<2,0 \cdot 10^{-7}$	$<2 \cdot 10^{-7}$	—	—	$4 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-6}$
28	Zn	$<4,67 \cdot 10^{-5}$	—	$<7,76 \cdot 10^{-5}$	$6 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-6}$	—	—
29	As	$<3,13 \cdot 10^{-6}$	—	$<4,53 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$<5 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$<4 \cdot 10^{-6}$
30	Se	$9,05 \cdot 10^{-5}$	—	$<7,31 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$<1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
31	S	—	—	—	$<1 \cdot 10^{-6}$	—	$<1 \cdot 10^{-7}$	—	$<1 \cdot 10^{-7}$
Итого (по основному веществу)		99,98	99,82	99,998	99,99985	99,96	99,99991	99,973	99,99992

Также исследования проводили в ООО «АРМО-ЛЕД» на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой NexION. Результаты анализа представлены в табл. 2. На примере очистки Те показаны распределения примесей на материале по переделам (этапам) проведения процесса рафинирования, для Cd и Zn даны результаты исследований исходного сырья и конечного продукта. Остаток теллура после фильтрации исследовали атомно-эмиссионным методом, исходный Те и после фильтрации, и после первой дистилляции — масс-спектральным методом с индуктивно связанной плазмой, остальные образцы исследовали на установке искровой масс-спектрометрии. Общее содержание примесей по основному веществу во всех случаях (на всех этапах проведения технологического процесса) рассчитывалось с учетом

предела обнаружения конкретных примесей для используемого измерительного оборудования. В табл. 2 указан состав примесей, определенный как функциональный (согласно литературным данным [1, 2, 25, 26]) для получения монокристаллов CdZnTe и CdTe для детекторных элементов.

### Заключение

На основе проведенного анализа методов глубокой очистки Cd, Zn и Те обоснован выбор оптимального поэтапного использования ряда методов рафинирования. Разработаны способ и устройство очистки металлов, содержащие нестандартные решения, которые способствуют получению материалов комплексом методов с вертикальным расположением реактора.

В основе предложенного метода лежат следующие процессы:

- фильтрационное рафинирование металла с возможностью его вакуумной дегазации с дополнительной очисткой через оксидный слой;
- процесс первой дистилляции с возможностью использования геттерных добавок в расплаве и применением геттерных фильтров;
- дегазация расплава с удалением легколетучих примесей на конденсатор в условиях низкого вакуума;

– второй дистилляционный процесс и розлив металла на необходимые навески. Разработана и изготовлена опытная модель установки для глубокой очистки Cd, Zn и Te. Получен материал чистотой более 99,9999 % (мас.) по 30 основным остаточным примесям со сквозным выходом готового продукта не менее 55 % от исходной загрузки. Результаты проведенных физических экспериментов подтвердили правильность выбранных технических решений, использованных при разработке способа и установки глубокой очистки Cd, Zn и Te.

### Библиографический список

1. Кондрик А.И., Ковтун Г.П. Исследование свойств полупроводниковых материалов для детекторов ионизирующих излучений. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2003; (6): 3—6. <http://dSPACE.nbuv.gov.ua/bitstream/handle/123456789/70708/01-Condrik.pdf>
2. Кондрик А.И., Ковтун Г.П. Влияние примесей и структурных дефектов на электрофизические и детекторные свойства СТ и СЗТ. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2019; (5–6): 43—50. <https://doi.org/10.15222/ТКЕА2019.5-6.43>
3. Черняев В.Н., Зернов В.Б., Поведская Л.Г., Ершова С.А., Клофач И.И. Исследование глубокой очистки кадмия и цинка ректификацией и зонной перекристаллизацией. *Журнал прикладной химии*. 1966; 39(6): 1259—1266.
4. Козин Л.Ф., Бережной Е.О., Козин К.Л. Закономерности глубокой очистки кадмия методом ректификации. *Неорганические материалы*. 1999; 35(8): 940—945.
5. Александров Б.Н., Зудов В.Г. Поведение примесей в кадмии при вакуумной дистилляции. *Известия АН СССР. Металлы*. 1974; (1): 43—47.
6. Калашник О.Н., Нисельсон Л.А. Очистка простых веществ дистилляцией с гидротермальным окислением примесей. *Высокочистые вещества*. 1987; (2): 74—78.
7. Александров Б.Н. Получение и исследование свойств чистых металлов. В 2-х т. Харьков: Издательство ХФТИ; 1970. Т. 1. С. 26—34.
8. Kovalevsky S.V., Shelpakova I.R. High-purity zinc, cadmium, tellurium, indium and gallium: preparation and analysis. *Chemistry for Sustainable Development*. 2000; 8(1–2): 85—87. [https://www.sibran.ru/upload/iblock/963/high\\_purity\\_zinc\\_cadmium\\_tellurium\\_indium\\_and\\_gallium\\_preparation\\_and\\_analysis.PDF](https://www.sibran.ru/upload/iblock/963/high_purity_zinc_cadmium_tellurium_indium_and_gallium_preparation_and_analysis.PDF)
9. All S.T., Rao J.V., Varma K.S. Prakash T.L. Purification of cadmium up to 5N+ by vacuum distillation. *Bulletin of Materials Science*. 2002; 25(6): 479—481.
10. Потолоков Н.А., Федоров В.А. Глубокая очистка теллура и кадмия методами дистилляции и кристаллизации. *Неорганические материалы*. 2012; 48(11): 1212—1217
11. Пфанн В. Зонная плавка / пер. с англ. М.: Металлургия; 1960. 366 с.
12. Александров Б.Н., Веркин Б.И. Очистка электролитически чистого кадмия методами зонной перекристаллизации и вакуумной дистилляции. *Физика металлов и металловедение*. 1960; 9(3): 362—365.
13. Горбань Е.П., Вивдюк В.Г., Елизаров А.И. и др. Оценка чистоты кадмия методом относительного остаточного сопротивления. В сб.: *Научные труды ГИРЕДМЕТА. Сплавы редких металлов*. М.: Металлургия; 1980. Т. 96: 109—113.
14. Козин Л.Ф., Бережной Е.О., Козин К.Л. Закономерности глубокой очистки кадмия методом дистилляции. *Высокочистые вещества*. 1996; (5): 11—29.
15. Высокочистые вещества / под ред. М.Ф. Чурбанова, Ю.А. Карпова, П.В. Зломанова, В.А. Фёдорова. М.: Научный мир; 2018. 994 с.
16. Щербань А.П., Ковтун Г.П., Горбенко Ю.В., Солопихин Д.А., Вирич В.Д., Пирожено Л.А. Получение высокочистых гранулированных металлов: кадмия, цинка, свинца. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2017; (1–2): 55—60. <https://doi.org/10.15222/ТКЕА2017.1-2.55>
17. Патент (РФ) № 2687403, Кл. С01В 19/02 С22В 9/04. Гришечкин М.Б., Хомяков А.В., Можевитова Е.Н., Аветисов И.Х. Способ получения высокочистого теллура методом дистилляции с пониженным содержанием селена. Заявл.: 08.10.2018; опубл.: 13.05.2019. [https://yandex.ru/patents/doc/RU2687403C1\\_20190513](https://yandex.ru/patents/doc/RU2687403C1_20190513)
18. Гришечкин М.Б. Применение газофазных технологий для глубокой очистки веществ на основе редких элементов: Дис. ... канд. хим. наук. М.; 2021. 256 с.
19. Александров Б.Н., Дьяков И.Г. Очистка технического кадмия методом вакуумной дистилляции с применением подогреваемого конденсатора. *Физика металлов и металловедение*. 1962; 14(4): 569—573.
20. Марончук И.И., Марончук И.Е., Санникович Д.Д., Широков И.Б. Разработка методики очистки металлургического кремния до кремния марки «Солнечный». *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники*. 2015; 18(3): 189—194. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2015-3-189-194>
21. Патент (UA) № 97576, Кл. С 01В 33/037. Марончук И.И., Кулюткина Т.Ф., Марончук И.Е., Найденкова М.В. Способ очистки кремния технической чистоты. Заявл.: 09.08.2010; опубл.: 27.02.2012. <https://uapatents.com/5-97576-sposib-ochishhennyya-kremniyu-tekhnichno-chistoti.html>
22. Maronchuk I.I., Maronchuk I.E., Sanikovich D.D., Gochua K.V. Purification of metallurgical silicon up to “solar” mark silicon. *International Journal of Renewable Energy Research*. 2016; 6(4): 1227—1231. <https://doi.org/10.20508/ijrer.v6i4.4355.g6910>
23. Заявка на патент (РФ) № 2021117792, Кл. С01В 19/02 С22В 9/04. Марончук И.И., Давыдова Е.В., Егоров М.А., Санникович Д.Д. Способ глубокой очистки металлов. Заявл.: 17.06.2021.
24. Заявка на патент (РФ) № 2021117786, Кл. С01В 19/02 С22В 9/04. Марончук И.И., Давыдова Е.В., Его-

ров М.А., Санникович Д.Д. Устройство для глубокой очистки металлов. Заявл.:17.06.2021.

25. Zázvorka J., Hlídaek P., Franc J., Pekárek J., Grill R. Photoluminescence study of surface treatment effects on detector-grade CdTe:In. *Semiconductor Science and Technology*. 2016; 31(2): 025014. <https://doi.org/10.1088/0268-1242/31/2/025014>

26. Zázvorka J. Photoconductivity, photoluminescence and charge collection in semiinsulating CdTe and CdZnTe: doctoral thesis. Prague, CZ: Institute of Physics of Charles University; 2016. 49 p. <https://dspace.cuni.cz/handle/20.500.11956/82430>

## References

- Kondrik A.I., Kovtun G.P. Investigation of the properties of semiconductor materials for detectors of ionizing radiation. *Tekhnologiya i konstruirovaniye v elektronnoi apparature = Technology and Design in Electronic Equipment*. 2003; (6): 3—6. (In Russ.). <http://dspace.nbu.gov.ua/bitstream/handle/123456789/70708/01-Condrik.pdf>
- Kondrik A.I., Kovtun G.P. Influence of impurities and structural defects on the electrophysical and detector properties of CT and CZT. *Tekhnologiya i konstruirovaniye v elektronnoi apparature = Technology and Design in Electronic Equipment*. 2019; (5–6): 43—50. (In Russ.). <https://doi.org/10.15222/TKEA2019.5-6.43>
- Chernyaev B.N., Zernov V.B., Povedskaya L.G., Ershova S.A., Klofach I.I. Study of deep purification of cadmium and zinc by rectification and zone recrystallization. *Russian Journal of Applied Chemistry*. 1966; 39(6): 1259—1266. (In Russ.)
- Kozin L.F., Berezhnoy E.O., Kozin K.L. Regularities of deep purification of cadmium by rectification. *Inorganic Materials*. 1999; 35(8): 940—945. (In Russ.)
- Alexandrov B.N., Zudov V.G. Behavior of impurities in cadmium during vacuum distillation. *Izvestiya AN SSSR. Metallurgy = Proceedings of the Academy of Sciences of the USSR. Metals*. 1974; (1): 43—47. (In Russ.)
- Kalashnik O.N., Niselson L.A. Purification of simple substances by distillation with hydrothermal oxidation of impurities. *Vysokochistye veshchestva = High Purity Substances*. 1987; (2): 74—78. (In Russ.)
- Aleksandrov B.N. Obtaining and studying the properties of pure metals. In 2 vol. Khar'kov: Izdatel'stvo KhFTI; 1970. Vol. 1. P. 26—34. (In Russ.)
- Kovalevsky S.V., Shelpakova I.R. High-purity zinc, cadmium, tellurium, indium and gallium: preparation and analysis. *Chemistry for Sustainable Development*. 2000; 8(1–2): 85—87. [https://www.sibran.ru/upload/iblock/963/high\\_purity\\_zinc\\_cadmium\\_tellurium\\_indium\\_and\\_gallium\\_preparation\\_and\\_analysis.PDF](https://www.sibran.ru/upload/iblock/963/high_purity_zinc_cadmium_tellurium_indium_and_gallium_preparation_and_analysis.PDF)
- All S.T., Rao J.V., Varma K.S., Prakash T.L. Purification of cadmium up to 5N+ by vacuum distillation. *Bulletin of Materials Science*. 2002; 25(6): 479—481.
- Potolokov N.A., Fedorov V.A. Ultrapurification of tellurium and cadmium by distillation and crystallization. *Inorganic Materials*. 2012; 48(11): 1212—1217. (In Russ.)
- Pfann W.G. Zone melting. New York, Wiley; London, Chapman and Hall; 1960. 366 p. (Russ. transl.: Pfann W.G. Zonnaya plavka. Moscow: Metallurgizdat; 1960. 366 p.)
- Aleksandrov B.N., Verkin B.I. Purification of electrolytically pure cadmium by zone recrystallization and vacuum distillation. *Physics of Metals and Metallography*. 1960; 9(3): 362—365. (In Russ.)
- Gorban E.P., Vivdyuk V.G., Elizarov A.I. et al. Evaluation of the purity of cadmium by the method of relative residual resistance. In: *Scientific Works of GIREDMET. Alloys of Rare Metals*. Moscow: Metallurgiya; 1980. Vol. 96: 109—113. (In Russ.)
- Kozin L.F., Berezhnoy E.O., Kozin K.L. Patterns of deep purification of cadmium by distillation. *Vysokochistye veshchestva = High Purity Substances*. 1996; (5): 11—29. (In Russ.)
- Churbanova M.F., Karpova Yu.A., Zlomanova P.V., Fedorov V.A., eds. High-purity substances. Moscow: Nauchnyi mir; 2018. 994 p. (In Russ.)
- Shcherban A.P., Kovtun G.P., Gorbenko Y.V., Solopikhin D.A., Virich V.D., Pirozhenko L.A. Production of high purity granular metals: cadmium, zinc, lead. *Tekhnologiya i konstruirovaniye v elektronnoi apparature = Technology and Design in Electronic Equipment*. 2017; (1–2): 55—60. (In Russ.). <https://doi.org/10.15222/TKEA2017.1-2.55>
- Patent (RU) No. 2687403, Class. C01B 19/02 C22B 9/04. Grishechkin M.B., Khomyakov A.V., Mozhevitova E.N., Avetisov I.Kh. Method for producing high-purity tellure by distillation with low content of selenium. Appl.: 08.10.2018; publ.: 13.05.2019. (In Russ.). [https://yandex.ru/patents/doc/RU2687403C1\\_20190513](https://yandex.ru/patents/doc/RU2687403C1_20190513)
- Grishechkin M.B. Application of gas-phase technologies for deep purification of substances based on rare elements: Dis. Cand. Sci. (Chem.). Moscow; 2021. 256 p. (In Russ.)
- Alexandrov B.N., Dyakov I.G. Purification of technical cadmium by vacuum distillation using a heated condenser. *Physics of Metals and Metallography*. 1962; 14(4): 569—573. (In Russ.)
- Maronchuk I.I., Maronchuk I.E., Sanikovich D.D., Shirokov I.B. Development of clearing technique of metallurgical silicon to solar grade silicon. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Materialy elektronnoi tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2015; 18(3): 189—194. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2015-3-189-194>
- Patent (UA) No 97576, Cl. C 01B 33/037. Maronchuk I.I., Kuliutkina T.F., Maronchuk I.E., Naidenkova M.V. Process for the treatment of silicon of technical purity. Appl.: 09.08.2010; publ.: 27.02.12. (In Ukr.). <https://uapatents.com/5-97576-sposib-ochishhennya-kremniyu-tekhnichno-chistoti.html>
- Maronchuk I.I., Maronchuk I.E., Sanikovich D.D., Gochua K.V. Purification of metallurgical silicon up to “solar” mark silicon. *International Journal of Renewable Energy Research*. 2016; 6(4): 1227—1231. <https://doi.org/10.20508/ijrer.v6i4.4355.g6910>
- Patent application (RU) No 2021117792, Cl. C01B 19/02 C22B 9/04. Maronchuk I.I., Davydova E.V., Egorov M.A., Sanikovich D.D. The method of deep cleaning of metals. Appl.: 17.06.2021. (In Russ.)
- Patent application (RU) No 2021117786, Cl. C01B 19/02 C22B 9/04. Maronchuk I.I., Davydova E.V., Egorov M.A., Sanikovich D.D. Device for deep cleaning of metals. Appl.: 17.06.2021. (In Russ.)

25. Zázvorka J., Hlídek P., Franc J., Pekárek J., Grill R. Photoluminescence study of surface treatment effects on detector-grade CdTe:In. *Semiconductor Science and Technology*. 2016; 31(2): 025014. <https://doi.org/10.1088/0268-1242/31/2/025014>

26. Zázvorka J. Photoconductivity, photoluminescence and charge collection in semiinsulating CdTe and CdZnTe: doctoral thesis. Prague, CZ: Institute of Physics of Charles University; 2016. 49 p. <https://dspace.cuni.cz/handle/20.500.11956/82430>

### Информация об авторах / Information about the authors

**Абрютин Владимир Николаевич** — генеральный директор, ООО «АДВ–Инжиниринг», 1–й Люсиновский пер., д. 3Б, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3192-7055>; e-mail: [market@adv-engineering.ru](mailto:market@adv-engineering.ru)

**Vladimir N. Abryutin** — General Director, ADV–Engineering, LLC, 3B 1st Lyusinovsky Lane, Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3192-7055>; e-mail: [market@adv-engineering.ru](mailto:market@adv-engineering.ru)

**Давыдова Елена Васильевна** — коммерческий директор, ООО «АДВ–Инжиниринг», 1–й Люсиновский пер., д. 3Б, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0834-9007>

**Elena V. Davydova** — Commercial Director, ADV–Engineering, LLC, 3B 1st Lyusinovsky Lane, Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0834-9007>

**Егоров Михаил Александрович** — начальник цеха полупроводниковых материалов, ООО «АДВ–Инжиниринг», 1–й Люсиновский пер., д. 3Б, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0991-4349>

**Mikhail A. Egorov** — Head of Semiconductor Materials Department, ADV–Engineering, LLC, 3B 1st Lyusinovsky Lane, Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0991-4349>

**Марончук Игорь Игоревич** — канд. техн. наук, начальник производства, ООО «АДВ–Инжиниринг», 1–й Люсиновский пер., д. 3Б, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: 0000-0003-2541-961X; e-mail: [igimar@mail.ru](mailto:igimar@mail.ru)

**Igor I. Maronchuk** — Cand. Sci. (Eng.), Director of Operations, ADV–Engineering, LLC, 3B 1st Lyusinovsky Lane, Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: 0000-0003-2541-961X; e-mail: [igimar@mail.ru](mailto:igimar@mail.ru)

**Санникович Дарья Дмитриевна** — главный технолог, ООО «АДВ–Инжиниринг», 1–й Люсиновский пер., д. 3Б, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8576-1199>; e-mail: [sanikovichd@mail.ru](mailto:sanikovichd@mail.ru)

**Daria D. Sanikovich** — Chief Technologist, ADV–Engineering, LLC, 3B 1st Lyusinovsky Lane, Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8576-1199>; e-mail: [sanikovichd@mail.ru](mailto:sanikovichd@mail.ru)

*Поступила в редакцию 25.04.2022; поступила после доработки 27.04.2022; принята к публикации 29.06.2022  
Received 25 April 2022; Revised 27 April 2022; Accepted 29 June 2022*

\* \* \*