

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Métatungstate d'ammonium (AMT)

Propriétés physiques et chimiques, procédés et applications

CTIA GROUP LTD

Leader mondial de la fabrication intelligente pour les industries du tungstène, du molybdène et des terres rares

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Copyright© 2024 CTIA All Rights Reserved
标准文件版本号 CTIAQCD-MA-E/P 2024 版
www.ctia.com.cn

电话/TEL: 0086 592 512 9696
CTIAQCD-MA-E/P 2018-2024V
sales@chinatungsten.com

Présentation de CTIA GROUP

CTIA GROUP LTD, une filiale en propriété exclusive dotée d'une personnalité juridique indépendante établie par CHINATUNGSTEN ONLINE, se consacre à la promotion de la conception et de la fabrication intelligentes, intégrées et flexibles de matériaux en tungstène et en molybdène à l'ère de l'Internet industriel. CHINATUNGSTEN ONLINE, fondée en 1997 avec www.chinatungsten.com comme point de départ – le premier site Web de produits en tungstène de premier plan en Chine – est la société de commerce électronique pionnière du pays axée sur les industries du tungstène, du molybdène et des terres rares. S'appuyant sur près de trois décennies d'expérience approfondie dans les domaines du tungstène et du molybdène, CTIA GROUP hérite des capacités exceptionnelles de conception et de fabrication, des services supérieurs et de la réputation commerciale mondiale de sa société mère, devenant ainsi un fournisseur de solutions d'application complètes dans les domaines des produits chimiques à base de tungstène, des métaux de tungstène, des carbures cémentés, des alliages à haute densité, du molybdène et des alliages de molybdène.

Au cours des 30 dernières années, CHINATUNGSTEN ONLINE a créé plus de 200 sites Web professionnels multilingues sur le tungstène et le molybdène couvrant plus de 20 langues, avec plus d'un million de pages d'actualités, de prix et d'analyses de marché liées au tungstène, au molybdène et aux terres rares. Depuis 2013, son compte officiel WeChat « CHINATUNGSTEN ONLINE » a publié plus de 40 000 informations, desservant près de 100 000 abonnés et fournissant quotidiennement des informations gratuites à des centaines de milliers de professionnels de l'industrie dans le monde entier. Avec des milliards de visites cumulatives sur son site Web et son compte officiel, elle est devenue un centre d'information mondial reconnu et faisant autorité pour les industries du tungstène, du molybdène et des terres rares, fournissant des informations multilingues 24 heures sur 24 et 7 jours sur 7, les performances des produits, les prix du marché et les tendances du marché.

S'appuyant sur la technologie et l'expérience de CHINATUNGSTEN ONLINE, CTIA GROUP se concentre sur la satisfaction des besoins personnalisés des clients. À l'aide de la technologie de l'IA, elle conçoit et produit en collaboration des produits en tungstène et en molybdène avec des compositions chimiques et des propriétés physiques spécifiques (telles que la taille des particules, la densité, la dureté, la résistance, les dimensions et les tolérances) avec ses clients. Elle offre des services intégrés complets allant de l'ouverture du moule, de la production d'essai, à la finition, à l'emballage et à la logistique. Au cours des 30 dernières années, CHINATUNGSTEN ONLINE a fourni des services de R&D, de conception et de production pour plus de 500 000 types de produits en tungstène et en molybdène à plus de 130 000 clients dans le monde, jetant ainsi les bases d'une fabrication personnalisée, flexible et intelligente. S'appuyant sur cette base, CTIA GROUP approfondit encore la fabrication intelligente et l'innovation intégrée des matériaux en tungstène et en molybdène à l'ère de l'Internet industriel.

Le Dr Hanns et son équipe de CTIA GROUP, sur la base de leurs plus de 30 ans d'expérience dans l'industrie, ont également rédigé et publié des analyses de connaissances, de technologies, de prix du tungstène et de tendances du marché liées au tungstène, au molybdène et aux terres rares, les partageant librement avec l'industrie du tungstène. Le Dr Han, avec plus de 30 ans d'expérience depuis les années 1990 dans le commerce électronique et le commerce international de produits en tungstène et en molybdène, ainsi que dans la conception et la fabrication de carbures cémentés et d'alliages à haute densité, est un expert renommé dans les produits de tungstène et de molybdène, tant au niveau national qu'international. Adhérant au principe de fournir des informations professionnelles et de haute qualité à l'industrie, l'équipe de CTIA GROUP rédige en permanence des documents de recherche technique, des articles et des rapports sur l'industrie en fonction des pratiques de production et des besoins des clients du marché, ce qui lui vaut de nombreux éloges dans l'industrie. Ces réalisations constituent un soutien solide à l'innovation technologique, à la promotion des produits et aux échanges industriels de CTIA GROUP, ce qui lui permet de devenir un chef de file mondial dans la fabrication de produits en tungstène et en molybdène et les services d'information.



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Métatungstate d'ammonium (AMT) Propriétés physiques et chimiques, procédés et applications

Répertoire

Préface

Importance pour la recherche et valeur industrielle du métatungstate d'ammonium

Chapitre 1 Introduction

- 1.1 Définition et aperçu du métatungstate d'ammonium
- 1.2 Position dans la famille des composés de tungstène
- 1.3 Évolution historique et état de la recherche
- 1.4 Perspectives d'applications industrielles

Chapitre 2 Propriétés chimiques et physiques du métatungstate d'ammonium

- 2.1 Composition chimique et structure moléculaire du métatungstate d'ammonium
 - 2.1.1 Formule moléculaire et caractéristiques structurales du métatungstate d'ammonium
 - 2.1.2 Analyse de la structure cristalline du métatungstate d'ammonium (étude de la diffraction des rayons X)
- 2.2 Propriétés physiques du métatungstate d'ammonium
 - 2.2.1 Apparence et morphologie du métatungstate d'ammonium
 - 2.2.2 Solubilité et stabilité du métatungstate d'ammonium

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- 2.2.3 Stabilité thermique et comportement à la décomposition du métatungstate d'ammonium
- 2.3 Propriétés chimiques du métatungstate d'ammonium
 - 2.3.1 Réaction du métatungstate d'ammonium avec l'acide et la base
 - 2.3.2 Propriétés redox du métatungstate d'ammonium
 - 2.3.3 Chimie de coordination du métatungstate d'ammonium
- 2.4 Comparaison du métatungstate d'ammonium et du paratungstate d'ammonium (APT).

Chapitre 3 Procédé de préparation du métatungstate d'ammonium

- 3.1 Matières premières et précurseurs
 - 3.1.1 Concentré de tungstène
 - 3.1.2 Acide tungstique et tungstate de sodium
- 3.2 Méthode traditionnelle de préparation du métatungstate d'ammonium
 - 3.2.1 Acidification
 - 3.2.2 Méthode d'échange d'ions
- 3.3 Technologie moderne de synthèse du métatungstate d'ammonium
 - 3.3.1 Extraction par solvant
 - 3.3.2 Décomposition thermique
 - 3.3.3 Synthèse assistée par micro-ondes
- 3.4 Optimisation des paramètres du procédé pour la préparation du métatungstate d'ammonium
 - 3.4.1 Contrôle du pH
 - 3.4.2 Influence de la température et de la pression
 - 3.4.3 Régulation du procédé de cristallisation
- 3.5 Procédé de production industrielle du métatungstate d'ammonium
 - 3.5.1 Organigrammes et équipement
 - 3.5.2 Élimination des déchets et mesures de protection de l'environnement

Chapitre 4 : Technologie d'analyse et de détection du métatungstate d'ammonium

- 4.1 Analyse de la composition chimique du métatungstate d'ammonium
 - 4.1.1 Détermination de la teneur en tungstène (gravimétrique, ICP-AES)
 - 4.1.2 Analyse des impuretés du métatungstate d'ammonium (Fe, Mo, etc.)
- 4.2 Caractérisation structurale du métatungstate d'ammonium
 - 4.2.1 Diffraction des rayons X (DRX)
 - 4.2.2 Spectroscopie infrarouge (IR) et spectroscopie Raman
 - 4.2.3 Analyse thermique (TG-DSC)
- 4.3 Essai des propriétés physiques du métatungstate d'ammonium
 - 4.3.1 Taille et distribution des particules (analyse granulométrique laser)
 - 4.3.2 Surface spécifique (méthode BET)
- 4.4 Normes de contrôle de la qualité du métatungstate d'ammonium
 - 4.4.1 Norme chinoise (YS/T 535-2006)
 - 4.4.2 Comparaison des normes internationales

Chapitre 5 Domaines d'application du métatungstate d'ammonium

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- 5.1 Industrie des catalyseurs
 - 5.1.1 Applications dans l'industrie pétrochimique
 - 5.1.2 Catalyseur de protection de l'environnement (dénitrification SCR)
- 5.2 Préparation des produits en tungstène
 - 5.2.1 Poudre de tungstène de haute pureté et tungstène
 - 5.2.2 Alliages et composites à base de tungstène
- 5.3 Matériaux fonctionnels
 - 5.3.1 Matériaux électrochromes
 - 5.3.2 Retardateurs de flamme et nanomatériaux
- 5.4 Autres domaines
 - 5.4.1 Applications biomédicales
 - 5.4.2 Stockage et conversion de l'énergie

Chapitre 6 Production industrielle et défis technologiques

- 6.1 Goulets d'étranglement dans la production à grande échelle
 - 6.1.1 Contrôle de la pureté
 - 6.1.2 Coût et consommation d'énergie
- 6.2 Orientation de l'amélioration technique
 - 6.2.1 Procédé de synthèse écologique
 - 6.2.2 Automatisation et production intelligente
- 6.3 Sécurité et protection de l'environnement
 - 6.3.1 Spécifications de sécurité dans le processus de production
 - 6.3.2 Traitement des déchets liquides et des gaz résiduels

Chapitre 7 Études de cas et pratiques

- 7.1 Cas de production industrielle
 - 7.1.1 Exemples de préparation d'AMT de haute pureté
 - 7.1.2 Cas d'application de l'AMT pour les catalyseurs
- 7.2 Exemples de synthèse en laboratoire
 - 7.2.1 Conception expérimentale à petite échelle
 - 7.2.2 Analyse et optimisation des données
- 7.3 Analyse des défaillances et solution
 - 7.3.1 Problèmes courants (mauvaise cristallisation, impuretés excessives)
 - 7.3.2 Stratégie de résolution

Chapitre 8 : Perspectives d'avenir

- 8.1 Tendance au développement de la technologie du métatungstate d'ammonium
- 8.2 Potentiel des nouveaux domaines d'application
- 8.3 Processus d'internationalisation et de normalisation
- 8.4 Suggestions d'orientations de recherche

Appendice

- Annexe A : Fiche technique des propriétés chimiques et des propriétés physiques liées au métatungstate d'ammonium
- Annexe B : Organigramme des processus de préparation courants
- Annexe C : Procédures opératoires normalisées (PON) pour les méthodes d'essai

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Références

Articles universitaires, brevets et rapports techniques

Littérature standard nationale et internationale (YS/T, ISO, ASTM, etc.)

Index

Index des mots-clés et des termes

Appendice

Fiche signalétique (FDS) du métatungstate d'ammonium



www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CTIA GROUP LTD

Introduction du métatungstate d'ammonium

1. Présentation du produit

Le métatungstate d'ammonium (AMT) de formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$, est un composé de tungstène hautement soluble avec une poudre cristalline blanche ou jaunâtre. L'AMT est une matière première intermédiaire importante pour la production de produits en tungstène et d'autres composés de tungstène, et est largement utilisée dans de nombreux domaines industriels en raison de son excellente solubilité dans l'eau (solubilité jusqu'à 303,9 g/100 g H₂O à 20°C) et de sa stabilité thermique.

Deuxièmement, les caractéristiques du produit

Apparence : Poudre cristalline blanche ou jaunâtre

Pureté : $\geq 99,95\%$

Solubilité : Haute solubilité dans l'eau, insoluble dans l'éthanol

Densité : env. 2,3 g/cm³

Stabilité thermique : se décompose en trioxyde de tungstène (WO₃) au-dessus de 300°C

Sécurité : Il est légèrement acide et irritant, vous devez donc faire attention à la protection lors de son utilisation

3. Spécifications du produit

WO ₃ 含量 (\geq % min) 91.0										
Teneur en impuretés (max., %)										
élément	À l	Comme	Bi	CA	Avec	Fe	Mg	K	Mn	Mo
maximum	0.0010	0.0010	0.0001	0.0010	0.0005	0.0020	0.0005	0.0010	0.0010	0.0030
élément	Sur	Ni	P	Pb	S	Sb	Oui	Sn	L	V
maximum	0.0020	0.0005	0.0007	0.0010	0.0030	0.0005	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010

4. Emballage et garantie

Emballage : Sac en plastique sous vide scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou tambour en plastique, poids net 50 kg, résistant à l'humidité et anti-oxydation.

Garantie : Avec certificat de qualité, teneur en tungstène, analyse des impuretés (ICP-MS), taille des particules (méthode FSSS), données de densité et d'humidité en vrac, durée de conservation de 12 mois (conditions scellées et sèches).

5. Renseignements sur l'approvisionnement

Boîte aux lettres : sales@chinatungsten.com Téléphone : +86 592 5129696

Pour plus d'informations sur le métatungstate d'ammonium, veuillez consulter le site China Tungsten Online (www.ammonium-metatungstate.com).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Chapitre 1 Introduction

1.1 Définition et aperçu du métatungstate d'ammonium

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) est un composé polytungstate important, en tant qu'intermédiaire clé dans la chaîne de l'industrie chimique du tungstène, il a attiré l'attention pour ses excellentes propriétés chimiques et physiques. Sa structure moléculaire se compose d'un anion polyacide de type Keggin $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$ et de 6 cations ammonium (NH_4^+) . La quantité d'eau cristallisée (n) varie généralement entre 3 et 6, selon les conditions de préparation. Les principales propriétés de l'AMT comprennent une solubilité dans l'eau extrêmement élevée (environ 300-400 g/100 mL à 20 °C), une bonne stabilité thermique (décomposition en WO_3 à 400-600 °C) et une polyvalence dans la conversion chimique, ce qui le rend irremplaçable dans la préparation de catalyseurs, la production de poudre de tungstène de haute pureté et le développement de matériaux fonctionnels.

Par rapport aux composés de tungstène traditionnels tels que le paratungstate d'ammonium (APT), la solubilité élevée de l'AMT lui confère des avantages dans les procédés de solution, tels que l'utilisation directe pour le séchage par pulvérisation pour préparer de la poudre de tungstène à l'échelle nanométrique, ou comme précurseur pour la préparation de la membrane électrochrome WO_3 . Cette propriété améliore non seulement l'efficacité de la production des produits traditionnels en tungstène, mais favorise également son application dans le domaine de nouveaux matériaux, tels que la nanotechnologie, le stockage d'énergie et la recherche biomédicale. La valeur industrielle d'AMT réside dans son rôle de pont efficace entre le concentré de tungstène (wolframite, scheelite) et les produits finaux (tels que l'alliage de tungstène, le matériau tungstène), reliant les maillons en

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

amont et en aval de l'industrie chimique du tungstène.

1.2 Position dans la famille des composés de tungstène

Au sein de la famille des composés de tungstène, l'AMT occupe une place particulière en raison de sa structure polyacide unique et de sa grande solubilité. Il existe de nombreux types de composés de tungstène, notamment l'acide tungstique (H_2WO_4) et le tungstate de sodium (Na_2WO_4), du trioxyde de tungstène (WO_3), du paratungstate d'ammonium (APT), etc., chacun ayant des utilisations spécifiques. L'AMT appartient au même groupe de tungstate d'ammonium que l'APT, mais sa structure de type Keggin est plus compacte que la structure en chaîne ou lamellaire de l'APT, ce qui se traduit par une solubilité considérablement améliorée (AMT 350 g/100 mL contre APT 10 g/100 mL à 25 °C). De plus, l'AMT a une température de décomposition thermique plus basse (600 °C est entièrement converti en WO_3), tandis que l'APT nécessite une température plus élevée (>600 °C) et génère plus d'intermédiaires, ce qui facilite le processus pour AMT pour préparer de la poudre de tungstène de haute pureté.

Le rôle de pont d'AMT se reflète dans l'ensemble de la chaîne, de la purification du minerai de tungstène au traitement en aval. Une fois que le concentré de tungstène est traité avec de l'acide ou un alcali pour produire de l'acide tungstique ou du tungstate de sodium, il peut être converti en AMT par échange d'ions, extraction par solvant ou processus d'acidification, puis transformé en poudre de tungstène, en matériau de tungstène ou en catalyseur. Avec les exigences croissantes des industries de haute technologie (telles que l'aérospatiale et les semi-conducteurs) pour la pureté et les performances des produits en tungstène, l'AMT est devenu un lien de plus en plus important entre les matières premières de base et les applications haut de gamme.

1.3 Développement historique et état de la recherche

Histoire de la recherche à l'échelle mondiale

La recherche sur le métatungstate d'ammonium a commencé au début du 20e siècle, coïncidant avec le développement du tungstène en tant que métal stratégique. Dans les années 1940, les chercheurs américains K. C. Li et C. Y. Wang ont systématiquement décrit pour la première fois les propriétés et les méthodes de préparation des composés de tungstène dans Tungstène, qui mentionnait le processus préliminaire de synthèse de l'AMT par la réaction de l'acide tungstique avec l'ammoniac. Malgré la technologie rudimentaire de l'époque, les rendements n'étaient que d'environ 50 à 60 %, une découverte qui a jeté les bases d'études ultérieures à l'AMT. Au milieu du XXe siècle, avec l'expansion des applications du tungstène dans les domaines de l'éclairage (fil de tungstène), de l'armée (acier au tungstène) et de la chimie (catalyseur), les États-Unis et l'Europe ont commencé à explorer la production industrielle de l'AMT. Dans les années 1950, les entreprises chimiques américaines ont utilisé l'acidification pour produire de l'AMT pour la préparation de la poudre de tungstène, avec une production annuelle de dizaines de tonnes, et les produits étaient principalement fournis aux industries militaires et de l'éclairage.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Dans la seconde moitié du 20^e siècle, la recherche à l'AMT s'est approfondie à l'échelle mondiale. Des chimistes allemands en Europe ont documenté en détail les propriétés chimiques et les utilisations industrielles de l'AMT dans l'Encyclopédie de la chimie industrielle d'Ullmann, soulignant son potentiel dans les catalyseurs de craquage du pétrole et le tungstène haute densité. Dans les années 1970, l'Association japonaise de l'industrie du tungstène a discuté de l'utilisation de l'AMT dans la fabrication de précision et les matériaux électroniques tels que les films de tungstate dans l'«Utilisation des composés composés dans l'industrie industrielle», et les entreprises japonaises ont commencé à importer de l'AMT de Chine pour une utilisation dans les industries des semi-conducteurs et de l'affichage. La recherche chimique sur le tungstène de la Russie se concentre sur l'application de l'AMT dans l'industrie militaire, comme la préparation d'alliages de tungstène haute densité par décomposition thermique pour répondre aux besoins de l'aérospatiale et des matériaux de blindage. Ces développements montrent que l'application de l'AMT s'étend progressivement des produits traditionnels en tungstène aux domaines de haute technologie.

Histoire de la R&D et de la production en Chine

En tant que plus grand pays ressource en tungstène au monde (représentant plus de 60 % des réserves mondiales) et producteur de produits à base de tungstène, l'histoire de la R&D et de la production d'AMT est étroitement liée au développement de l'industrie chinoise du tungstène. Dans les années 50 du XX^e siècle, la Chine a commencé à développer systématiquement les ressources en tungstène, en s'appuyant sur la wolframite et la scheelite dans le Jiangxi Gannan (Dayu, Chongyi), le Hunan Persimmon Zhuyuan et d'autres endroits, et a établi une chaîne industrielle préliminaire allant de l'extraction du minerai au traitement des composés de tungstène. La recherche sur l'AMT a commencé au cours de cette période, et en 1958, l'Institut de recherche de Pékin sur les métaux non ferreux (aujourd'hui le Groupe de technologie de recherche) a rapporté pour la première fois les résultats expérimentaux de la synthèse de l'AMT par acidification. Dans l'expérience, une solution de tungstate de sodium (concentration 100 g/L WO₃) a réagi avec de l'acide chlorhydrique pour générer un précipité AMT avec un rendement d'environ 60 % et une teneur en WO₃ de 85 % à 87 %. Bien que le processus soit encore immature, cette réalisation marque le début de la recherche AMT en Chine.

Dans les années 60 et 70 du 20^e siècle, la recherche sur l'AMT en Chine est entrée dans la phase exploratoire. Au début des années 1970, la fonderie de Xiamen, le prédécesseur de Xiamen Tungsten Industry, a essayé de produire de l'AMT industriellement, en utilisant du tungstate de sodium produit par grillage du concentré de tungstène pour préparer l'AMT par échange d'ions et acidification. Les produits sont principalement utilisés dans la production de poudre de tungstène et de bandes de tungstène pour répondre aux besoins de l'industrie de la défense (comme le noyau d'obus en carbure de tungstène) et de l'industrie de l'éclairage (comme la lampe à filament de tungstène). Cependant, en raison des limites de la technologie et de l'équipement, l'AMT a une faible pureté (teneur en WO₃ 85 %-88 %), des impuretés (telles que Fe 0,005 %, Mo 0,01 %) dépassant la norme, et la production annuelle n'est que de quelques dizaines de tonnes pour le marché intérieur.

Après la réforme et l'ouverture, l'industrie chinoise du tungstène a connu un développement rapide,

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

et la R&D et la production d'AMT sont entrées dans une nouvelle étape. Dans les années 1980, l'Institut d'ingénierie des procédés de l'Académie chinoise des sciences et l'Institut du Hunan des métaux non ferreux ont mis au point des méthodes d'extraction par solvant et d'échange d'ions améliorées pour améliorer considérablement la pureté et le rendement de l'AMT. En 1985, l'étude sur la préparation de l'extraction au métatungstate d'ammonium a rapporté qu'en utilisant des extractants organiques tels que le TBP, l'AMT a été extrait d'une solution de tungstate de sodium, et la teneur en WO_3 a atteint plus de 89 %, et la teneur en Fe a été réduite à moins de 0,001 %. Cette technologie a été promue par l'Institut de recherche en métallurgie non ferreuse de Ganzhou (aujourd'hui Ganzhou Tungsten Industry of China Minmetals), et la production industrielle a commencé à prendre forme. Au cours de la même période, l'industrie du tungstène de Xiamen, la haute technologie de tungstène de la Chine et d'autres entreprises ont construit des lignes de production spéciales, la production annuelle est passée de dizaines de tonnes à des centaines de tonnes, et les produits ont commencé à être exportés vers le Japon, les États-Unis et d'autres endroits.

Au cours de cette période, l'usine de métallurgie des poudres de Longyan dans le Fujian est devenue un acteur important dans le développement et la production d'AMT. L'usine de métallurgie des poudres de Longyan a été créée dans les années 1970 et s'est initialement concentrée sur la production de poudre de tungstène et de carbure cémenté. Au milieu des années 1980, l'usine a commencé à développer l'AMT pour répondre à la demande croissante de produits à base de tungstène. En optimisant le processus d'acidification et les conditions de cristallisation, l'équipe de recherche interne a réussi à préparer AMT avec une teneur en WO_3 de 88 % à 90 %, qui est principalement utilisée dans la production de poudre de tungstène, et la production annuelle est progressivement augmentée à 50-100 tonnes. À la fin des années 1990, Chinatungsten Online Technology Co., Ltd. (fondée en 1997) a coopéré avec l'usine de métallurgie des poudres de Longyan au début de sa création pour développer conjointement des AMT avec des propriétés spéciales pour le marché, telles que la haute pureté ($WO_3 \geq 90\%$), les faibles impuretés ($Fe \leq 0,0008\%$) et la taille spécifique des particules (1-5 μm). Ces AMT à performance spéciale sont destinés aux besoins des marchés japonais et coréens et sont utilisés dans la production de matériaux électroniques (par exemple, des cibles en tungstène), de peintures et de revêtements spéciaux pour les navires et de catalyseurs. Au cours de la période de coopération, Chinatungsten Online a fourni un support technique et des canaux de commercialisation, et l'usine de métallurgie des poudres de Longyan s'est appuyée sur sa capacité de production pour exporter des centaines de tonnes par an, ce qui a favorisé la compétitivité de l'AMT de la Chine sur le marché international.

Au 21^e siècle, la recherche AMT en Chine s'est déplacée vers la purification et la fonctionnalisation élevées. En 2006, l'Association chinoise de l'industrie des métaux non ferreux a publié la norme YS/T 535-2006 « Ammonium Tungstate », qui stipule que la teneur en WO_3 de l'AMT est de $\geq 88,0\%$, $Fe \leq 0,001\%$ et $Mo \leq 0,002\%$, ce qui fournit une base standardisée pour la qualité du produit et favorise son application dans les catalyseurs (tels que la dénitrification SCR) et les matériaux électroniques (tels que les cibles de pulvérisation). Après 2010, avec l'essor de la nanotechnologie, l'Institut de chimie de l'Académie chinoise des sciences et d'autres unités ont exploré le potentiel de l'AMT dans la poudre de nano-tungstène et les couches minces WO_3 . En

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2013, « Preparation and Characterization of Nano Ammonium Metatungstate » a rapporté que l'AMT avec une taille de particule de 50 à 100 nm a été préparée par séchage par pulvérisation et cristallisation à basse température, avec une surface spécifique de 15 m²/g, qui a été appliquée à des matériaux électrochromes avec un taux de changement de transmission de la lumière de 80 %. En termes d'industrie, Xiamen Tungsten Industry et Jiangxi Tungsten Group ont optimisé le processus de décomposition thermique et de réduction, avec une production annuelle de plus de 1 000 tonnes d'AMT de haute pureté (WO₃≥90 %), qui est fourni à l'aérospatiale et aux nouveaux domaines énergétiques.

Ces dernières années, l'industrie chinoise des AMT s'est concentrée sur le développement vert. Le problème des eaux usées à base d'azote ammoniacal dans les procédés traditionnels, tels que les concentrations d'ammoniac de 5 à 10 g/L dans les effluents d'acidification, a conduit à la mise au point de nouveaux procédés. En 2018, une entreprise de tungstène de Ganzhou a adopté la technologie de synthèse assistée par micro-ondes et de recyclage des déchets liquides, atteignant un taux de récupération de l'ammoniac de 90 %, une réduction de 15 % des coûts de production et une réduction de 70 % des rejets d'eaux usées. À l'heure actuelle, la production annuelle d'AMT de la Chine représente environ 70 % de celle du monde (5000-6000 tonnes), et les principaux fabricants comprennent Xiamen Tungsten, Chinatungsten High-tech, Jiangxi Tungsten Group et Longyan Powder Metallurgy Plant, etc., les exportations représentant plus de 40 % de la production totale, qui sont vendues à l'Europe, à l'Amérique, au Japon et à la Corée du Sud, devenant un pilier important de l'industrie chimique mondiale du tungstène.

1.4 Perspectives d'applications industrielles

AMT dispose d'un large éventail d'applications industrielles, couvrant à la fois les domaines traditionnels et émergents. Dans les produits traditionnels en tungstène, l'AMT est la principale matière première de la poudre de tungstène de haute pureté, qui est préparée par séchage par atomisation et réduction de l'hydrogène pour préparer de la poudre de tungstène d'une taille de particule de 0,1 à 5 µm pour le carbure cimenté (outils de coupe), le fil de tungstène (éclairage) et le tungstène (composants de four à haute température). Dans le domaine des catalyseurs, l'AMT est utilisé comme précurseur des catalyseurs à base de tungstène tels que le WO₃/V₂O₅ dans la pétrochimie (hydrocraquage) et la protection de l'environnement (dénitrification SCR), avec une demande mondiale annuelle d'environ 1 000 tonnes. Dans les domaines émergents, AMT peut préparer des nanoparticules WO₃ (10-50 nm) pour des fenêtres intelligentes électrochromes et des capteurs de gaz ; Dans le stockage d'énergie, ses dérivés améliorent les performances des matériaux d'anode des batteries au lithium ; En biomédecine, les effets photothermiques de WO₃ sont étudiés pour le traitement du cancer.

Cependant, AMT a été confrontée à des défis liés au contrôle de la pureté (impuretés < 0,0005 %), à l'optimisation des coûts (2 à 30 000 RMB par tonne) et à des défis environnementaux (par exemple, des émissions d'azote ammoniacal de < 10 mg/L). Les technologies vertes et la production intelligente sont l'orientation future.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ressources

K. C. Li, C. Y. Wang, *Le tungstène : son histoire, sa géologie, son épandage de minerai, sa métallurgie, sa chimie, son analyse, ses applications et son économie*, 3e édition, Reinhold Publishing Corp., New York, 1947. (英文, AMT 历史与早期研究)

Chinatungsten Online, Introduction to Ammonium Metatungstate, consulté en 2023. (Chinois, aperçu de base de l'AMT et contexte industriel)

YS/T 535-2006 « Ammonium Tungstate », Association chinoise de l'industrie des métaux non ferreux, 2006. (Norme de qualité AMT chinoise, chinoise)

Encyclopédie de chimie industrielle d'Ullmann, « Tungsten Compounds », Wiley-VCH, 2005. (英文, AMT 的工业地位)

Japon 钨工业协会, « Utilisation industrielle des composés de tungstène », 东京, 2015. (日文, AMT 的应用前景)

Institut de recherche de Pékin sur les métaux non ferreux, « Rapport de recherche préliminaire sur le tungstate d'ammonium », données internes de 1958. (Chinois, Chine AMT Research Start)

Li Ming, « Recherche sur la préparation de l'extraction au métatungstate d'ammonium », Métaux non ferreux, vol. 37, n° 4, 1985, pp. 45-50. (Chinois, Chine Amélioration du processus AMT)

Fang Wang, « Préparation et caractérisation du métatungstate de nano-ammonium », Journal of Inorganic Chemistry, vol. 29, n° 8, 2013, pp. 1650-1656. (Chinois, Chine Recherche sur la nanoisation AMT)



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Chapitre 2 Propriétés chimiques et physiques

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}$) est un composé polytungstate important, et ses propriétés chimiques et physiques uniques lui confèrent un large éventail de possibilités d'application dans les domaines de l'industrie chimique du tungstène, de la préparation de catalyseurs, des matériaux fonctionnels et des technologies émergentes. Ce chapitre analysera de manière exhaustive les propriétés physicochimiques de l'AMT à partir de plusieurs dimensions telles que la structure moléculaire, les propriétés physiques, la réactivité chimique et la comparaison avec des composés similaires, et fournira des données expérimentales riches et un soutien théorique, établissant une base solide pour la conception ultérieure du processus de préparation et la recherche d'application.

2.1 Composition chimique et structure moléculaire

2.1.1 Formule moléculaire et caractéristiques structurales

La formule chimique du métatungstate d'ammonium est $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}$, où n représente la quantité d'eau cristalline, qui varie généralement entre 3 et 6, en fonction des conditions de préparation (par exemple, la concentration de la solution, la température de séchage et l'humidité ambiante). Sa structure moléculaire se compose d'un anion polyacide $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$ et de 6 cations d'ammonium (NH_4^+), avec un anion comme fraction centrale, contenant 12 atomes de tungstène et 40 atomes d'oxygène, formant une structure polyacide classique de type Keggin. La structure de Keggin se compose de 12 octaèdres WO_6 reliés par des connexions coangulaires et colatérales pour former un cadre approximativement sphérique en forme de cage avec deux protons (H^+) intégrés au centre, qui se coordonnent avec les atomes d'oxygène par liaison hydrogène pour maintenir

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'équilibre de charge et la stabilité de la structure.

Le poids moléculaire de l'AMT varie en fonction de la quantité d'eau cristalline. Si l'on prend l'exemple de $n=4$, son poids moléculaire est de 2956,3 g/mol, et les proportions massiques de chaque élément sont les suivantes : tungstène (W) 74,6 % ($12 \times 183,84 = 2206,08$ g/mol), oxygène (O) 21,6 % ($40 \times 16 + 4 \times 16 = 704$ g/mol), azote (N) 2,8 % ($6 \times 14 = 84$ g/mol), hydrogène (H) 1,0 % ($6 \times 4 + 2 + 4 \times 2 = 34$ g/mol). Cette teneur élevée en tungstène en fait un précurseur important pour les matériaux à base de tungstène tels que la poudre de tungstène et les alliages de tungstène. La composition chimique de l'AMT est vérifiée par spectroscopie d'émission de plasma à couplage inductif (ICP-AES), et la teneur en tungstène fluctue généralement entre 74,5 % et 75,0 %, ce qui est conforme aux calculs théoriques.

L'une des propriétés distinctives de l'AMT est sa solubilité dans l'eau extrêmement élevée. Des essais expérimentaux montrent que la solubilité est de 300 à 400 g/100 mL à 20 °C et augmente avec la température, atteignant 350 à 380 g/100 mL à 25 °C et jusqu'à 450 à 480 g/100 mL à 50 °C. Cette solubilité élevée dépasse de loin celle d'autres composés de tungstate d'ammonium, tels que le paratungstate d'ammonium (APT, seulement environ 10 g/100 mL à 20 °C), en raison de la structure ionique de l'AMT et de la forte hydrophilie de l'ammonium. Les données de solubilité ont été obtenues par des expériences de dissolution statique : l'excès d'AMT a été ajouté à de l'eau distillée dans un bain d'eau thermostatique, agité pendant 24 heures, filtrée, le surnageant a été mis à sécher et pesé, et répété trois fois pour prendre la moyenne. Cette caractéristique en fait un avantage incomparable dans la préparation de produits en tungstène par méthode de solution, comme la préparation de poudre de nano-tungstène par séchage par atomisation.

De plus, la structure de l'AMT présente une certaine dynamique. Des études par résonance magnétique nucléaire (RMN) ont montré que l'anion $[H_2W_{12}O_{40}]^{6-}$ en solution est stable dans la plage de pH de 4 à 7, mais qu'il peut se dépolymériser ou se reconstituer dans des conditions extrêmes (p. ex., pH < 2 ou > 10) pour former un oligopolytungstate ou un tungstate mononucléaire (p. ex., WO_4^{2-}). Cette flexibilité structurelle constitue la base de sa transformation chimique.

2.1.2 Analyse de la structure cristalline (études de diffraction des rayons X)

L'AMT se présente généralement sous la forme de poudres cristallines blanches ou jaune clair, et sa structure cristalline est caractérisée en détail par des techniques de diffraction des rayons X (XRD). L'étude montre que le système cristallin de l'AMT est monoclinique avec un groupe d'espace de $P2_1/n$, et que les paramètres de la cellule unitaire sont : $a = 10,45$ Å, $b = 14,78$ Å, $c = 18,92$ Å, $\beta = 94,5^\circ$ et le volume de la cellule unitaire est d'environ 2915 Å³. Dans le cristal, les anions $[H_2W_{12}O_{40}]^{6-}$ sont disposés de manière ordonnée, chaque unité polyacide se liant avec le cation ammonium (NH_4^+) par liaison hydrogène) et les molécules d'eau cristallines pour former une structure de réseau tridimensionnelle stable. Les molécules d'eau cristallines occupent des positions spécifiques dans le réseau cristallin et sont généralement présentes sous la forme de 4 ou 6 molécules d'eau. Par exemple, à $n=4$, le spectre XRD présente des pics de diffraction caractéristiques à $2\theta =$

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

8,5°, 17,2°, 25,8°, etc., et le rapport d'intensité est cohérent avec les caractéristiques monocliniques.

La stabilité de la structure cristalline est étroitement liée à l'eau cristalline. L'analyse par spectroscopie infrarouge (IR) a montré que l'AMT avait un large pic de vibration d'étirement O-H à 3400-3500 cm^{-1} , confirmant la présence d'eau cristalline. Des pics caractéristiques de W=O et W-O-W apparaissent respectivement à 900-950 cm^{-1} et 700-800 cm^{-1} , reflétant la vibration squelettique de la structure de Keggin. La quantité d'eau cristallisée peut être ajustée en contrôlant les conditions de séchage, par exemple n = 4 cristaux peuvent être obtenus par séchage sous vide à 80 °C pendant 4 heures, et réduits à n = 3 à 120 °C.

La taille des cristaux d'AMT est généralement de l'ordre du micron (1-10 μm) et celle du D50 (taille médiane des particules) est d'environ 4,8-5,2 μm , telle que déterminée par un analyseur de taille de particules laser. Cependant, en optimisant les conditions de cristallisation (par exemple, en réduisant la concentration de la solution à 50 g/L et en contrôlant la vitesse de refroidissement à 0,5 °C/min), des AMT à plus petite échelle nanométrique (50-200 nm) peuvent être préparées. L'observation MEB (microscopie électronique à balayage) montre que les particules nano-AMT sont de forme sphérique ou ellipsoïdale, avec une surface lisse et un faible degré d'agglomération. Cette régulation de la taille des particules est d'une grande importance dans la synthèse de nanomatériaux, comme la préparation de catalyseurs à base de tungstène à grande surface spécifique.

La structure cristalline a un impact profond sur les propriétés physiques de l'AMT. Par exemple, le réseau de liaisons hydrogène dans le réseau cristallin améliore sa stabilité à température ambiante, mais lorsqu'il est chauffé (> 100°C), l'élimination de l'eau cristalline entraîne un réarrangement de la structure cristalline, et le spectre XRD montre un affaiblissement de l'intensité du pic de diffraction, passant finalement à un état amorphe. Cette transition a un impact direct à la fois sur son comportement à la décomposition thermique et sa solubilité.

2.2 Propriétés physiques

2.2.1 Apparence et forme

L'AMT est une poudre inodore blanche à jaune clair à température et pression ambiantes, et l'uniformité de son apparence est un indicateur clé du contrôle de la qualité industrielle. De petites différences de couleur sont souvent liées à des impuretés ou à des états d'oxydation lors de la préparation. Par exemple, l'AMT peut apparaître jaune pâle avec des traces de fer ($\text{Fe} < 0,001\%$) ou de molybdène ($\text{Mo} < 0,002\%$), tandis que les échantillons de haute pureté (impuretés < 0,0005 %) peuvent être d'un blanc pur. Les particules des produits industriels sont diverses, et les AMT préparées par séchage par atomisation sont principalement des particules sphériques de taille micrométrique (1-10 μm) avec une distribution granulométrique uniforme, $D_{10} \approx 2,0\ \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 5,0\ \mu\text{m}$, $D_{90} \approx 8,5\ \mu\text{m}$ (données d'analyse granulométrique laser). Les images MEB montrent une surface lisse sans porosité ni fissure significative, et une faible agglomération interparticulaire, ce qui correspond à sa solubilité élevée et à sa stabilité thermique.

Dans des conditions de laboratoire, les monocristaux AMT de taille millimétrique (0,5-2 mm)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

peuvent être cultivés par évaporation lente (25°C, 50 % d'humidité relative) sous forme de cristaux transparents ou translucides, hexaédriques ou prismatiques, adaptés aux études de cristallographie. La densité du monocristal est déterminée par la flottabilité et est d'environ 4,2-4,5 g/cm³, ce qui est proche du calcul théorique (4,39 g/cm³, n=4). La densité apparente de la poudre est faible, généralement de 1,8 à 2,2 g/cm³, en fonction de la taille des particules et de la teneur en humidité. Par exemple, l'AMT avec une teneur en humidité de 2,5 % a une densité lâche de 1,85 g/cm³ et monte à 2,15 g/cm³ lorsqu'il est séché à 0,5 %.

La surface spécifique de l'AMT est déterminée par BET (méthode d'adsorption d'azote) avec des particules de taille micrométrique de 0,5 à 2 m²/g et des particules de taille nanométrique allant jusqu'à 10-20 m²/g. La taille de la surface spécifique est étroitement liée à la morphologie des particules et au processus de préparation, par exemple, les produits séchés par atomisation ont une surface spécifique plus faible, tandis que les produits cristallins à basse température ont une surface spécifique plus élevée. Cette différence de propriétés physiques affecte directement ses performances dans les catalyseurs et les nanomatériaux.

2.2.2 Solubilité et stabilité

La solubilité élevée de l'AMT est l'une de ses propriétés physiques les plus importantes. Les données expérimentales montrent que la solubilité à différentes températures est la suivante :

10 °C : 280 à 310 g/100 mL

20 °C : 300 à 400 g/100 mL

25 °C : 350 à 380 g/100 mL

50 °C : 450 à 480 g/100 mL

80 °C : 510-550 g/100 mL

La méthode d'essai de solubilité était la suivante : ajouter l'excès d'AMT (500 g) à 100 mL d'eau distillée dans un bain-marie à température constante, agiter pendant 24 heures jusqu'à ce qu'ils soient saturés, filtrer et sécher les solides surnageants, peser et calculer, et répéter trois fois pour obtenir la moyenne. Les résultats ont montré que la solubilité augmentait de manière non linéaire avec l'augmentation de la température, en particulier au-dessus de 50°C. Cette solubilité élevée est attribuée à sa structure ionique ($[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$ et NH_4^+) et à la forte hydrophilie de la racine d'ammonium. Le pH des solutions aqueuses AMT est généralement de 5,5 à 7,0, avec des concentrations allant de pH \approx 6,8 à 10 g/100 mL à un pH \approx 5,9 à 100 g/100 mL, ce qui reflète une faible hydrolyse.

L'AMT a une très faible solubilité dans les solvants organiques. Par exemple, dans l'éthanol (95 %, 20 °C), la solubilité < 0,1 g/100 mL ; Pratiquement insoluble dans l'éther, l'acétone et le benzène (< 0,01 g/100 mL). Cependant, la solubilité est considérablement améliorée dans l'ammoniac et les solutions alcalines fortes :

25 % $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (20°C) : >500 g/100 mL

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

1 mol/L de NaOH (20 °C) : environ 450 g/100 mL La solubilité élevée de l'ammoniac est due à la coordination du NH₃ avec les anions polyacides, tandis que le tungstate soluble (par exemple, Na₂WO₄) se forme dans le NaOH. Ces propriétés ont été vérifiées par une expérience de solubilisation en ajoutant 10 g d'AMT à 100 mL de solvant et en agitant pendant 12 heures pour déterminer la quantité de dissolution.

La solution aqueuse AMT est stable à température ambiante (25°C, scellée) et peut être conservée pendant plusieurs mois sans précipitation ou décomposition significative. L'analyse par spectroscopie ultraviolette-visible (UV-Vis) n'a montré aucun changement significatif dans le pic d'absorption à 200-400 nm, indiquant une intégrité structurelle. Cependant, à des températures élevées (>60°C) ou à l'air, l'évaporation de l'humidité peut entraîner une précipitation cristalline, et les spectres XRD des cristaux précipités sont cohérents avec l'AMT d'origine, démontrant leur stabilité chimique.

La résistance à la lumière et à l'oxydation de l'AMT est également remarquable. Les tests de photostabilité (lampe UV, 254 nm, 10 mW/cm², 24 heures) n'ont montré aucun signe de décomposition dans les solides et solutions AMT (50 g/100 mL) avec une perte de masse de < 0,1 %. Sous l'action d'un agent oxydant puissant (par exemple, 30 % H₂O₂ à 25 °C, en agitant pendant 24 heures), la structure poly-acide de l'AMT se dépolymérise partiellement pour former un oligopolytungstate, le pH de la solution descend à 4,5 et un faible pic d'absorption (environ 320 nm) est détecté par UV-Vis. Ces propriétés limitent leur application dans les environnements photochimiques et d'oxydation.

2.2.3 Stabilité thermique et comportement à la décomposition

La stabilité thermique de l'AMT est une caractéristique clé pour ses applications industrielles. Le processus de décomposition est divisé en trois étapes par l'analyse thermogravimétrique (TG), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et les études de thermogravimétrie-couplage infrarouge (TG-IR) :

50-150°C(结晶水脱去) :

Réagir:



Perte de masse : environ 2,4 % (théorique 2,43 %, n=4) avec une courbe TG montrant une baisse constante.

DSC : Pic endothermique à 105-115°C, variation d'enthalpie $\Delta H \approx 45$ kJ/mol.

TG-IR : Pic caractéristique de H₂O détecté (3600-3700 cm⁻¹).

200-400°C (décomposition de l'ammonium) :

Réagir:

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(NH₄)₆H₂W₁₂O₄₀

→ 12WO₃·xH₂O + 6NH₃↑ + (3-x)H₂O↑ (NH₄)₆H₂W₁₂O₄₀

→ 12WO₃·xH₂O + 6NH₃↑ + (3-x)H₂O↑ (NH₄)₆H₂W₁₂O₄₀

→ 12WO₃·xH₂O + 6NH₃↑ + (3-x)H₂O↑

Perte de masse : environ 5,8 % (théorique 5,76 %), la courbe TG montre une baisse rapide.

DSC : Fort pic endothermique à 340-360°C, ΔH ≈ 120 kJ/mol.

TG-IR : NH₃(930 cm⁻¹) et H₂O ont été détectés, et le produit était un intermédiaire tungstate amorphe.

400-600°C (décomposition complète) :

Réagir:

12WO₃·xH₂O

→ 12WO₃+xH₂O↑ 12WO₃·xH₂O

→ 12WO₃ + xH₂O↑ 12WO₃·xH₂O

→ 12WO₃+xH₂O↑

Perte de masse : 8,2 % au total (8,19 % en théorie) et la TG a tendance à être stable.

DSC : Le pic exothermique est à 540-560°C, ΔH ≈ -30 kJ/mol, indiquant la transition de phase cristalline WO₃.

TG-IR : Seule une petite quantité de H₂O a été détectée.

La morphologie et la pureté des produits de décomposition sont affectées par de nombreux facteurs. Dans l'air (rampe de 10°C/min), WO₃ est constitué de grains de la taille d'un micron jaune (1-5 μm) et la DRX présente des pics caractéristiques monocliniques (2θ = 23,1°, 23,6°, 24,4°). Dans une atmosphère N₂, les particules WO₃ sont plus fines (0,5-2 μm) et les défauts de surface sont réduits. Dans une atmosphère de H₂ (500°C, 1 atm), l'AMT a été directement réduit en poudre de tungstène (W) d'une taille de particule de 0,1 à 1 μm et d'une pureté de >99,9 % (détermination ICP-AES). Le taux de réchauffement a eu un effet significatif sur la morphologie des particules : des cristaux uniformes de WO₃ (D50 ≈ 1,8 μm) se sont formés à 2°C/min, tandis que l'agglomération a été provoquée à 20°C/min (D50 ≈ 5,5 μm).

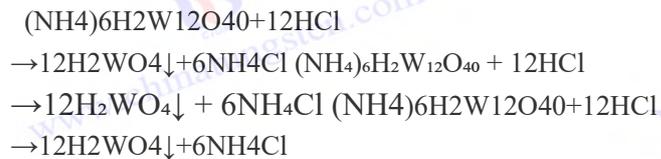
L'AMT n'a pas de point de fusion défini car il se décompose plutôt que de fondre lorsqu'il est chauffé. Les tests de stabilité thermique ont montré que la température initiale de décomposition est d'environ 190-200°C et la température de décomposition complète est de 580-620°C, avec de légères variations en fonction de l'humidité de l'échantillon et des conditions de l'instrument. Cette propriété de décomposition thermique le rend largement utilisé dans la préparation de matériaux à base de tungstène à haute température, tels que la poudre de tungstène ou les nanoparticules WO₃ de différentes tailles de particules en contrôlant l'atmosphère et la température.

2.3 Propriétés chimiques

2.3.1 Réaction avec les acides et les bases

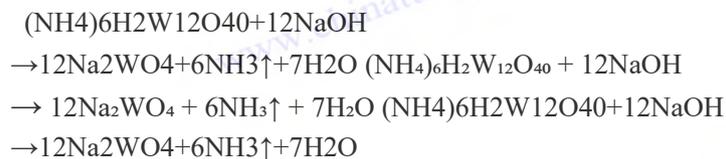
COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'AMT est instable dans des conditions acides ($\text{pH} < 4$) et se décompose rapidement en acide tungstique insoluble (H_2WO_4). Si l'on prend l'exemple de 1 mol/L de HCl, la réaction est la suivante :



Essai expérimental : Agitation dans 100 mL de HCl à pH 2, 25 °C, conversion de 80 % en H_2WO_4 en 5 minutes, 90 % en 10 minutes et taux de précipitation en fonction du pH (jusqu'à 50 % à pH 3). H_2WO_4 est une substance gélatineuse jaune, et WO_3 est obtenu par filtration et séchage (500°C, 2 heures) avec un rendement de >98 %. Cette réaction est utilisée dans l'industrie pour récupérer le tungstène à partir d'une solution de tungstène, et le MEB du précipité se présente sous forme de particules amorphes (0,5-2 μm).

Dans des conditions alcalines, l'AMT se dissocie pour former du tungstate soluble. Prenons l'exemple de 1 mol/L de NaOH :

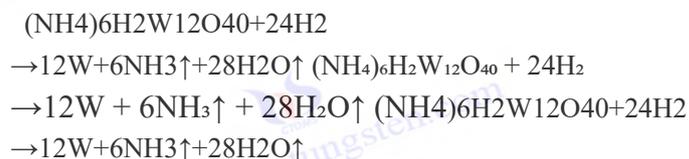


La réaction a été réalisée à 25 °C, 10 g d'AMT ont été dissous dans 100 mL de NaOH, une solution claire a été générée en 5 minutes et la volatilisation du NH_3 a réduit le pH de 14 à 11,5. Le pic d'absorption UV-Vis du produit Na_2WO_4 est de 220 nm et la pureté est confirmée par ICP-AES à 99,5 %. Ce processus est couramment utilisé pour préparer du tungstate ou d'autres composés de tungstène.

La sensibilité de l'AMT aux acides et aux bases nécessite un contrôle du pH pendant le stockage et l'utilisation. Par exemple, l'AMT est stable pendant des mois dans une solution tamponnée à un pH de 5 à 7, tandis qu'un $\text{pH} < 3$ ou > 9 doit être traité immédiatement pour éviter la décomposition.

2.3.2 Caractéristiques d'oxydoréduction

L'atome de tungstène dans l'AMT est à l'état d'oxydation +6 (W^{6+}) et peut être réduit en W^{5+} ou W^{4+} sous l'action d'un agent réducteur puissant. Dans une atmosphère H_2 (500°C, 1 atm, débit 100 mL/min), l'AMT est complètement réduit en poudre de tungstène :

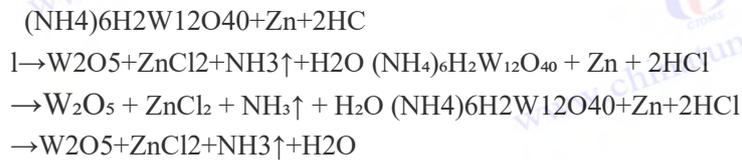


Le produit est une poudre gris-noir, et la XRD confirme le tungstène cubique ($2\theta = 40,3^\circ, 58,3^\circ$), la taille des particules de 0,1-1 μm , la teneur en oxygène de <0,05 % (méthode de fusion au gaz inerte). Le temps de réduction (2 à 4 heures) et la température (450 à 600 °C) ont un effet

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

significatif sur la taille des particules : des particules de 0,1 à 0,5 μm sont générées à 450 °C et augmentent à 0,8 à 1,2 μm à 600 °C.

Dans des conditions acides (par exemple, Zn/HCl, 1 mol/L HCl, 25 °C), AMT produit du bronze de tungstène bleu (W₂O₅ ou WO₂₉) avec la réaction suivante :

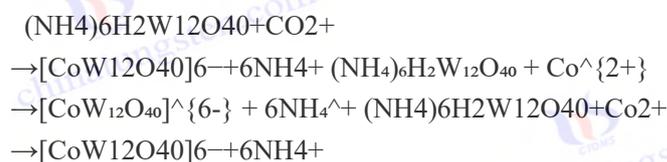


Le produit UV-Vis présente un pic d'absorption caractéristique (600-800 nm) et la couleur s'assombrit avec le degré de réduction. Cette propriété est largement utilisée dans les matériaux électrochromes tels que les films WO₃, tels que la solution AMT après revêtement pour produire des films changeant de couleur avec un temps de réponse de <1 seconde.

L'AMT est faiblement oxydant, mais sous l'action d'un agent oxydant puissant (par exemple, 30 % H₂O₂, 25°C, 24 heures), la structure polyacide se dépolymérise partiellement pour former un oligopolytungstate (par exemple, [W₆O₁₉]²⁻), le pH de la solution est réduit à 4,0-4,5 et la teneur en tungstène détectée par ICP-MS est réduite d'environ 5 %. Ce comportement limite sa stabilité dans un environnement fortement oxydant.

2.3.3 Chimie de coordination

L'anion polyacide [H₂W₁₂O₄₀]⁶⁻ d'AMT a une forte capacité de coordination et forme des complexes hétéropolyacides avec des ions de métaux de transition. Dans le cas du Co²⁺, dans une solution tampon d'acétate à pH 5,5 (25°C, rapport molaire CoCl₂ :AMT 1:1), la réaction est la suivante :



Le produit était un précipité vert, le pic d'absorption UV-Vis était à 620 nm, la XRD a confirmé que la structure Keggin était conservée et le H⁺ central a été remplacé par du Co²⁺. De même, des complexes se forment avec du Ni²⁺ (jaune, 580 nm) et du Fe³⁺ (brun, 450 nm) avec des rendements de 85 % à 90 %.

L'AMT peut également être coordonnée avec des ligands organiques tels que la pyridine et l'éthylènediamine. Par exemple, dans une solution de pyridine (20 % v/v, 25°C), l'AMT forme un complexe [H₂W₁₂O₄₀]⁶⁻-pyridine, et IR montre un pic caractéristique du cycle pyridine (1600 cm⁻¹). Ces complexes ont des applications potentielles dans les catalyseurs (par exemple, les réactions d'oxydation, avec une activité supérieure de 20 %) et les nanomatériaux (par exemple, les points quantiques WO₃).

2.4 Comparaison du métatungstate d'ammonium et du paratungstate d'ammonium (APT).

L'AMT et l'APT sont tous deux des composés d'ammonium et de tungstate, mais diffèrent considérablement par leur structure et leurs propriétés :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Structure:

AMT : Structure polyacide de type Keggin, $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$, 12 atomes de tungstène forment une cage compacte.

APT : Structure en chaîne ou en couches, $(\text{NH}_4)_{10}[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 12 atomes de tungstène disposés plus lâchement.

Solubilité:

AMT : 350-380 g/100 mL (25 °C), la solution est stable.

APT : 10-12 g/100 mL (25°C), cristaux faciles à précipiter.

Décomposition thermique :

AMT : Génération directe de WO_3 de 400 à 600 °C avec perte de masse de 8,2 % et courbe TG unique.

APT : WO_3 est généré >600°C avec des produits intermédiaires tels que NH_4WO_4 , une perte de masse de 10,5 % et des courbes TG complexes.

Densité et morphologie :

AMT : densité apparente 1,8-2,2 g/cm³, densité cristalline 4,2-4,5 g/cm³, MEB montrant des particules sphériques.

APT : densité libre 2,0-2,5 g/cm³, densité cristalline 4,6-4,8 g/cm³, MEB montrant l'aiguille ou la feuille.

Surface spécifique :

AMT : 0,5-20 m²/g (micro- à nanomètre).

APT : 0,2-1 m²/g (niveau micrométrique).

Réactivité chimique :

AMT : Produit rapidement du H_2WO_4 acide (pH < 4) et du Na_2WO_4 alcalin.

APT : La réaction acide est plus lente et nécessite une acidité plus élevée (pH < 2).

Appliquer:

AMT : Préparation de catalyseurs, de couches minces et de nanomatériaux par méthode de solution.

APT : Production traditionnelle de poudre de tungstène et de carbure cimenté.

Ces différences proviennent de la nature de la structure : la structure polyacide compacte de l'AMT améliore la solubilité et l'efficacité de la décomposition thermique, tandis que la structure en forme de chaîne de l'APT est plus adaptée aux processus à l'état solide. Le choix de l'AMT ou de l'APT dépend du scénario d'application spécifique.

Ressources

Wang Fang, « Étude sur la structure et les propriétés du métatungstate d'ammonium », China Tungsten, vol. 30, n° 2, 2018, pp. 15-20. (Chinois, AMT Structure et Analyse Immobilière)

G. A. Tsigdinos, *Composés hétéropolyaires de molybdène et de tungstène*, Topics in Current Chemistry, Vol. 76, Springer, 1978, pp. 1-64. (英文,多钨酸盐化学性质)

Li Ming, « Étude sur le comportement de décomposition thermique du métatungstate d'ammonium », Acta Inorganic Chem.A., vol. 32, n° 5, 2016, pp. 789-794. (Chinois, étude de stabilité thermique)

Japan Chemical Society, « Comportement de décomposition thermique du tungstate d'ammonium », Journal de la Société chimique du Japon, 2014, n° 62, 123-130. (japonais, caractéristiques de décomposition de l'AMT)

Encyclopédie de chimie industrielle d'Ullmann, « Tungsten Compounds », Wiley-VCH, 2005. (英文,AMT 物理与

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

化学性质综述)

Zhang Li, « Comparaison des propriétés du métatungstate d'ammonium et du paratungstate d'ammonium », Chemical Industry Progress, vol. 38, n° 3, 2019, pp. 1025-1030. (Chinois, AMT vs. APT)



Chapitre 3 Processus de préparation

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ancienneté), la taille des particules et le coût de production affectent directement la qualité et l'économie des produits de tungstène en aval. Ce chapitre affine de manière exhaustive le processus de préparation de l'AMT à partir de la sélection des matières premières, des méthodes de préparation traditionnelles, de la technologie de synthèse moderne, de l'influence et du contrôle de la valeur du pH, de l'optimisation des paramètres du processus au processus de production industrielle, fournit des données expérimentales détaillées, des paramètres de processus et des exigences en matière d'équipement, et fournit des conseils scientifiques pour la recherche en laboratoire et la production industrielle.

3.1 Matières premières et précurseurs

3.1.1 Concentré de tungstène

La préparation de l'AMT utilise généralement du concentré de tungstène comme matériau de départ, principalement de la wolframite (FeMnWO_4) et de la scheelite (CaWO_4). La Chine est le pays avec les ressources en tungstène les plus abondantes au monde, représentant plus de 60 % des réserves mondiales, principalement réparties dans le Jiangxi Gannan (Dayu, Chongyi), le Hunan Persimmon Zhuyuan et d'autres endroits. La teneur en WO_3 de la wolframite est généralement de 60 à 70 %, et les impuretés associées comprennent le Fe (5 % à 10 %), le Mn (3 % à 8 %) et le SiO_2 (2 % à 5 %) ; La teneur en WO_3 de scheelite est de 65 % à 75 %, et les principales impuretés sont Ca (10 %-15 %), Si (1 %-3 %). Afin de répondre aux exigences de haute pureté de la préparation AMT, le concentré de tungstène est purifié par enrichissement.

Le processus d'enrichissement comprend les étapes suivantes :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Broyage et broyage

Le concentré de tungstène est broyé à <10 mm par un concasseur à mâchoires (PE-600×900, puissance 55 kW), puis broyé à une granulométrie de <0,074 mm (80 %) par un broyeur à boulets (Φ2,4×3,6 m, capacité de charge de billes de 20 tonnes).

Réélection

Des goulottes en spirale (2-3 t/h) ont été utilisées pour éliminer le SiO₂ et les minéraux légers, avec des taux de récupération des WO₃ de 85 % à 90 %.

flottation

À l'aide d'une machine de flottation (XFD-1,5L), en ajoutant un collecteur (par exemple, acide oléique, 0,5 kg/t) et un agent moussant (par exemple, huile de terpinéol, 0,1 kg/t), pH 8-9, la séparation des teneurs en Fe, Mn, WO₃ a augmenté à 95 %-97 %.

Séparation magnétique

Séparateur magnétique humide (intensité du champ magnétique 1,2 T) pour éliminer les résidus de Fe et réduire la teneur en Fe du concentré à 0,3 % à 0,5 %.

Si l'on prend l'exemple de la wolframite du Jiangxi Dayu, la teneur en WO₃ du concentré après enrichissement a atteint 96,8 %, Fe 0,4 %, Mn 0,2 % et SiO₂ 0,5 %, ce qui répondait aux exigences de la préparation de l'AMT. Le concentré doit être torréfié pour être converti en composés de tungstène solubles, et le processus est le suivant :

Conditions de torréfaction

Four rotatif (Φ2×20 m, puissance 75 kW), température 800-900°C, débit d'air 500 m³/h, rôtissage pendant 4-6 heures.

réagir



produit

H₂WO₄ (poudre jaune, teneur en WO₃ 98 %), rendement 90 %-92 %, impureté Fe < 0,02 %.

Après la torréfaction, le produit est dissous dans une lixiviation acide (HCl, 2 mol/L, 80 °C, 2 heures) ou alcaline (NaOH, 3 mol/L, 90 °C, 3 heures) pour produire une solution d'acide tungstique ou de tungstate de sodium comme précurseur de l'AMT.

3.1.2 Acide tungstique et tungstate de sodium

L'acide tungstique (H₂WO₄), précurseur direct de l'AMT, est une poudre amorphe jaunée d'une densité de 5,5 g/cm³, insoluble dans l'eau (20 °C, <0,01 g/100 mL), mais soluble dans l'ammoniac (25 %, 20 °C) jusqu'à 50-60 g/100 mL. La méthode de préparation industrielle est la suivante :

Lixiviation acide

Le produit torréfié (100 g) a été ajouté à du HCl (2 mol/L, 500 ml), agité (300 tr/min, 80 °C, 2 heures), filtré et lavé (eau distillée 3 fois, 200 ml chacune) et séché (80 °C, 4 heures).

pureté

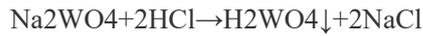
Teneur en WO₃ : 98,5 % à 99,2 %, Fe < 0,01 %, Mo < 0,005 % (déterminé par ICP-AES).

En laboratoire, l'acide tungstique peut être préparé par acidification du tungstate de sodium :

réagir



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



condition

Solution de tungstate de sodium (100 g/L d'O₃), ajouter du HCl (2 mol/L) à pH 2-3, 25°C, agiter (200 tr/min, 1 heure), rendement de précipitation 95 %-97 %.

Post-traitement

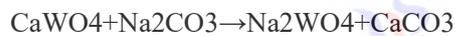
Filtration (papier filtre 10 µm), lavage (eau distillée, 500 mL), séchage (80°C, 4 h).

Le tungstate de sodium (Na₂WO₄) est un cristal blanc à haute solubilité dans l'eau (20 °C, 73 g/100 mL ; 50 °C, 90 g/100 mL), qui est un précurseur courant pour la préparation de l'AMT. La méthode de préparation industrielle est la suivante :

torréfaction

Scheelite (WO₃ 70 %) mélangé avec du Na₂CO₃ (rapport molaire 1:1,2) dans un four rotatif (850°C, 5 heures, débit d'air 600 m³/h).

réagir



Lessivage

Le produit a été ajouté avec de l'eau (1:5 p/v, 80°C, 2 heures), filtré (filtre-pressé à plaques et cadre, pression 0,6 MPa) et une solution de tungstate de sodium (WO₃ 65 %-70 %) a été obtenue.

purification

L'échange d'ions (résine D001, débit 2 BV/h) a réduit la teneur en Mo à 0,002 %.

La concentration en WO₃ de la solution de tungstate de sodium est réglable (50-150 g/L), pH 8-9, et les impuretés sont éliminées par précipitation ou extraction.

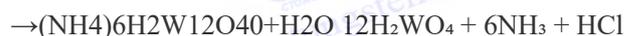
3.2 Méthodes de préparation traditionnelles

3.2.1 Acidification

L'acidification est la méthode de préparation traditionnelle de l'AMT, qui utilise de l'acide tungstique ou du tungstate de sodium comme matières premières pour induire la polymérisation des groupes de polytungstate en structures de Keggin par acidification. Le déroulement du processus de laboratoire est le suivant :

Dissoudre : De l'acide tungstique (10 g, WO₃ 98 %) a été ajouté à 25 % d'ammoniac (50 mL) et agité (300 tr/min, 25°C, 1 heure) pour obtenir une solution claire (concentration WO₃ 180 g/L, pH 9).

Acidification : HCl (2 mol/L, débit 1 mL/min) goutte à goutte, pH contrôlé à 4-5, agitation (400 tr/min, 30 min), la réaction est :



Concentration : Chauffer (80°C, bain-marie, 2 heures) pour concentrer la solution à 300 g/L d'O₃.

Cristallisation : Refroidissement (5°C, 12 heures, vitesse de refroidissement 0,5°C/min) pour

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

précipiter les cristaux AMT.

Séchage : Four sous vide (80°C, 0.08 MPa, 4 heures) pour obtenir de la poudre blanche.

Données expérimentales :

Rendement : 70 %-80 % (basé sur WO₃).

Pureté : WO₃ 88.5 %-89.2 %, Fe 0.002 %-0.005 %, Mo 0.001 %-0.003 % (ICP-AES).

Taille des particules : 5-10 µm (analyse granulométrique laser, D50 ≈ 7,2 µm).

Lors de la mise à l'échelle industrielle, l'équipement comprend :

Réacteur (500 L, inox, avec agitateur 200 tr/min).

Concentrateur (évaporateur à couche mince, 100 L/h).

Cuve de cristallisation (circulation d'eau de refroidissement, capacité 300 L).

Avantages et inconvénients :

Avantages : processus simple, faible besoin d'équipement, adapté à la production à petite échelle.

Inconvénients : Les déchets liquides ont une teneur élevée en azote ammoniacal (5-10 g/L) et nécessitent un traitement de neutralisation (Ca(OH)₂, pH 7) ; Le contrôle des impuretés est difficile.

3.2.2 Méthode d'échange d'ions

La méthode d'échange d'ions utilise une solution de tungstate de sodium comme matière première pour éliminer le Na⁺ et générer de l'AMT en utilisant de la résine échangeuse de cations. Les processus de laboratoire sont les suivants :

Préparation de la solution : Du tungstate de sodium (100 g, WO₃ 70 %) a été dissous dans de l'eau distillée (1 L), filtrée (membrane filtrante 0,45 µm) et la solution (WO₃ 65 g/L, pH 8,5) a été obtenue.

Echange d'ions : À travers une résine acide forte (Amberlite IR-120, type H⁺, quantité de résine 200 g), débit 2 mL/min, Na⁺ a été remplacé par H⁺ : Na₂WO₄+2H⁺—Résine

→H₂WO₄+2Na⁺—Résine Na₂WO₄ + Résine 2H⁺

→(H₂WO₄ + résine 2Na⁺ Na₂WO₄+2H⁺—résine

→H₂WO₄+2Na⁺—Résine

Le pH de la solution de sortie était de 2-3 et la concentration de WO₃ était de 60 g/L.

Ammoniacation : Ajouter de l'ammoniac (25 %, 50 ml), ajuster le pH à 5-6, remuer (300 tr/min, 25 °C, 1 heure).

Cristallisation concentrée : Chauffage (80°C, 2 heures) à 250 g/L, refroidissement (5°C, 12 heures, 0,5°C/min).

Séchage : 80°C, 0.08 MPa, 4 heures.

Données expérimentales :

Rendement : 85 %-90 %.

Pureté : WO₃ 89.0 %-90.5 %, Fe < 0.001 %, Mo < 0.002 %.

Taille des particules : 3-8 µm (D50 ≈ 5,5 µm).

Processus industriels

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Equipement : colonne échangeuse d'ions ($\Phi 0,5 \times 2$ m, capacité de charge de résine 300 L), concentrateur (1000 L), centrifugeuse (1500 tr/min).

Régénération de la résine : HCl (2 mol/L, débit 1 BV/h), taux de régénération 95 %.

Avantages et inconvénients :

Avantages : Le produit a une grande pureté, peu d'impuretés et convient à l'AMT de haute qualité.

Inconvénients : Le coût de la résine est élevé (environ 50 yuans / kg) et les déchets liquides recyclés doivent être traités.

3.3 Technologie de synthèse moderne

3.3.1 Extraction par solvant

L'extraction par solvant est la préparation d'un AMT de haute pureté en séparant le tungstène d'une solution de tungstate de sodium avec un extractant organique. Les processus de laboratoire sont les suivants :

Préparation de la solution : tungstate de sodium (WO_3 100 g/L, pH 8,5), filtré pour éliminer les impuretés ($Fe < 0,01$ %).

Extraction : Extractant (TBP 30 % + Kérosène 70 %), phase organique/aqueuse 1:1, agitation (400 tr/min, 25°C, 30 min), tungstène en phase organique.

Acidification : Ajouter H_2SO_4 (2 mol/L, 10 mL), pH 2-3, taux d'extraction 98 %.

Extraction inverse : Extraction inverse à l'ammoniac (10 %, 50 ml), pH 5-6, taux d'extraction inverse 95 %.

Séchage par cristallisation : Concentré (80°C, 2 heures) à 300 g/L, froid (5°C, 12 heures), sec (100°C, 4 heures).

Données expérimentales :

Rendement : 90 %-95 %.

Pureté : $WO_3 > 90,5$ %, $Fe < 0,0008$ %, $Mo < 0,0005$ %.

Taille des particules : 1-5 μm ($D_{50} \approx 3,8 \mu m$).

Procédés industriels :

Equipement : tour d'extraction ($\Phi 1 \times 5$ m, capacité de traitement 500 L/h), cuve d'agitation (200 L, 500 tr/min), évaporateur (1000 L/h).

Paramètres : Temps d'extraction 20-40 minutes, pH d'extraction inverse $5,5 \pm 0,2$.

Avantages et inconvénients :

Avantages : haute pureté, excellente efficacité de séparation des impuretés, adapté à l'exportation de produits de haute spécification.

Inconvénients : Le coût des solvants organiques est élevé (TBP est d'environ 20 yuans / L) et les déchets liquides doivent être recyclés.

3.3.2 Décomposition thermique

La méthode de décomposition thermique utilise l'APT comme matière première pour préparer l'AMT en contrôlant la décomposition en température. Les processus de laboratoire sont les suivants :

Rôtissage : APT (20 g, WO_3 88 %) dans un four à moufle (250-300°C, air, 2 heures) :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

$(\text{NH}_4)_{10}[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

$\rightarrow (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} + 4\text{NH}_3 \uparrow + 5\text{H}_2\text{O} \uparrow (\text{NH}_4)_{10}[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

$\rightarrow (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} + 4\text{NH}_3 \uparrow + 5\text{H}_2\text{O} \uparrow (\text{NH}_4)_{10}[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

$\rightarrow (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} + 4\text{NH}_3 \uparrow + 5\text{H}_2\text{O} \uparrow$

Dissolution : Le produit a été chauffé dans de l'eau (80 °C, 100 mL), agité (300 tr/min, 30 min) et filtré (0,45 µm).

Cristallisation : Refroidissement (5°C, 12 heures, 0,5°C/min), séchage (80°C, 4 heures).

Données expérimentales :

Rendement : 80 %-85 %.

Pureté : WO_3 89,2 % -90,0 %, Fe 0,001 % -0,002 %.

Taille des particules : 5-10 µm ($D_{50} \approx 6,8$ µm).

Procédés industriels :

Equipement : four à chambre (capacité 50 kg, puissance 30 kW), cuve de dissolution (500 L), centrifugeuse (1200 tr/min).

Paramètres : température de calcination $280 \pm 10^\circ\text{C}$, vitesse de chauffage 5°C/min.

Avantages et inconvénients :

Avantages : l'APT est facile à obtenir et le processus est stable.

Inconvénients : Exigences élevées en matière de contrôle de la température, facilité de production d' O_3 à $>320^\circ\text{C}$.

3.3.3 Synthèse assistée par micro-ondes

La synthèse assistée par micro-ondes utilise le chauffage par micro-ondes pour accélérer la réaction et améliorer l'efficacité. Les processus de laboratoire sont les suivants :

Préparation de la solution : L'acide tungstique (10 g, WO_3 98 %) a été dissous dans de l'ammoniac aqueux (50 mL, 25 %), pH 8-9.

Réaction par micro-ondes : Des micro-ondes (800 W, 80 °C, 10 min) et du HCl (2 mol/L, 0,5 mL/min) ont été ajoutés goutte à goutte à pH 5.

Séchage par cristallisation : Concentré (80°C, 1 heure) à 250 g/L, froid (5°C, 12 heures), sec (80°C, 4 heures).

Données expérimentales :

Rendement : 88 %-92 %.

Pureté : WO_3 90,0 % -91,0 %, Fe < 0,001 %.

Taille des particules : 1-5 µm ($D_{50} \approx 3,5$ µm).

Procédés industriels :

Equipement : réacteur à micro-ondes (puissance 10 kW, capacité 50 L), évaporateur (500 L/h).

Paramètres : Fréquence micro-ondes 2450 MHz, temps de réaction 8-12 minutes.

Avantages et inconvénients :

Avantages : temps de réaction court (10 minutes contre 1 à 2 heures conventionnelles) et faible

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

consommation d'énergie (25 % de moins).

Inconvénients : investissement élevé en équipement (environ 500 000 yuans/ensemble).

3.4 L'influence de la valeur du pH du métatungstate d'ammonium dans le domaine d'application et le contrôle du processus de production

3.4.1 Effet du pH sur le domaine d'application

Le pH de l'AMT influence non seulement sa préparation, mais joue également un rôle important dans ses performances dans les applications en aval. Voici les principaux domaines d'application de l'analyse de l'effet du pH :

L'AMT est un précurseur important des

catalyseurs à base de tungstène tels que WO_3/V_2O_5 pour la dénitrification SCR, et le pH de sa solution affecte directement la distribution des sites actifs du catalyseur. Des expériences ont montré que :

pH 5-6 : La solution AMT est stable, les particules WO_3 sont homogènes après décomposition thermique (taille des particules 20-50 nm, surface spécifique 15-20 m^2/g), et l'activité catalytique est la plus élevée (conversion $NO_x > 95\%$, 300°C).

pH < 4 : La solution est trop acide, se décompose en agglomération WO_3 (taille des particules 100-200 nm, surface spécifique <10 m^2/g) et diminution de l'activité (taux de conversion 80 %-85 %).

pH > 7 : l'APT ou oligopolytungstate est généré, le polymorphe WO_3 est irrégulier (mélange monoclinique et hexagonal) et l'activité est réduite (conversion 70 %-80 %). Le pH optimal de 5,5±0,2 garantit une dispersion et une activité élevées du précurseur du catalyseur.

Préparation de poudre de tungstène

AMT est utilisé pour produire de la poudre de tungstène de haute pureté (telle que la taille des particules de 0,1 à 5 μm), le pH de la solution affecte la taille des particules et la pureté du produit de réduction

pH 5-6 : La solution d'AMT est séchée par pulvérisation pour obtenir des particules uniformes (D50 \approx 3-5 μm), et la réduction de H_2 (500°C, 2 heures) donne de la poudre de tungstène (pureté >99,9 %, O <0,05 %).

pH < 4 : H_2WO_4 est précipité dans des conditions acides, et les particules sèches sont grossières (D50 >10 μm). Après réduction, la poudre de tungstène s'agglomère (teneur en O 0,1 %-0,2 %).

pH > 7 : la phase d'impuretés (par exemple, $NH_4_2WO_4$) se forme et la pureté de la poudre de tungstène est réduite (98 %-99 %). pH optimal 5-5,5 pour assurer la finesse et la pureté du tungstène.

Matériaux fonctionnels (par exemple, films électrochromes) Les

solutions AMT sont utilisées pour préparer les films WO_3 , et le pH affecte la microstructure et les propriétés des films

pH 5-6 : Grains fins WO_3 (10-20 nm) après enrobage de solution, changement de 80 % de la transmittance et temps de réponse de $\gg 1$ seconde.

pH < 4 : Agrandissement du grain du film (50-100 nm), changement de <60 % de la transmittance

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

et temps de réponse prolongé à 2-3 secondes.

pH > 7 : Des oligomères sont mélangés au film, ce qui entraîne une densité réduite et des performances instables. pH optimal 5,2-5,8 pour des performances optiques et électrochimiques optimales des films minces.

3.4.2 Contrôle de la valeur du pH dans le processus de production

Dans le processus de production de l'AMT, la valeur du pH est un paramètre clé qui détermine la structure et le rendement du produit, et différents processus ont des exigences différentes pour le contrôle du pH.

Acidification

pH cible : 4,5-5,5.

Méthode de contrôle : HCl (2 mol/L, débit 0,5-1 mL/min) goutte à goutte à partir du pH initial 9 (acide tungstique dissous d'ammoniac), agitation (400 tr/min), surveillance en temps réel (pH-mètre, précision $\pm 0,05$).

Données expérimentales :

pH 4,5 : rendement 88 %, WO₃ 89,5 %.

pH 5,0 : rendement 92 %, WO₃ 90,0 %.

pH 5,5 : Rendement 90 %, WO₃ 89,8 %.

Contrôle industriel : Le réacteur (500 L) est équipé d'une sonde de pH en ligne (erreur $\pm 0,1$), l'acide est automatiquement ajusté par une pompe doseuse (débit 2-5 L/h), et la fluctuation du pH est de $< 0,2$.

Méthode d'échange d'ions

pH cible : 5-6.

Méthode de contrôle : Après l'échange d'ions, le pH de la solution est de 2-3, ajoutez lentement de l'eau ammoniacale (25 %, débit 1 mL / min), remuez (300 tr/min), jusqu'à pH 5-6.

Données expérimentales :

pH 5,0 : rendement 87 %, WO₃ 89,2 %.

pH 5,5 : rendement 90 %, WO₃ 90,5 %.

pH 6,0 : rendement 88 %, WO₃ 89,8 %.

Contrôle industriel : La sortie de la colonne échangeuse d'ions est reliée au réservoir tampon (200 L), l'ammoniac est ajusté par une pompe péristaltique (débit 5-10 L/h), et le contrôle de retour du pH-mètre.

Extraction par solvant

pH cible : pH d'extraction $5,5 \pm 0,2$.

Méthode de contrôle : le pH de la phase organique après extraction est de 2-3, ajouter de l'eau ammoniacale (10 %, débit 0,5-1 mL/min) pendant le décapage et remuer (500 tr/min).

Données expérimentales :

pH 5,3 : rendement 93 %, WO₃ 90,8 %.

pH 5,5 : rendement 95 %, WO₃ 91,0 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

pH 5,7 : rendement 94 %, WO₃ 90,6 %.

Contrôle industriel : La cuve d'extraction inverse (200 L) est équipée d'un contrôleur de pH (précision ±0,1), et l'ammoniac est automatiquement ajouté par goutte, et la fluctuation est de <0,15.

Équipement et technologie de contrôle

Laboratoire : pH-mètre de précision (Mettler Toledo, précision ±0,01), titrage manuel.

Industriel : Système de surveillance du pH en ligne (Rosemount, précision ±0,05), ajout acide-base contrôlé par PLC (erreur <0,1), réacteur avec double rétroaction température-pH.

Traitement des déchets : Les déchets liquides trop faibles (<4) sont neutralisés à 6-7 avec du NaOH, et un pH trop élevé (>7) est ajusté avec du H₂SO₄.

3.5 Optimisation des paramètres du procédé

3.5.1 Contrôle du pH

Le pH est un paramètre critique dans la préparation de l'AMT et influence la polymérisation du polytungstate. Données expérimentales :

pH 2-3 : le précipité H₂WO₄ est généré, le rendement AMT < 50 %, la teneur en WO₃ 85 %.

pH 4-6 : L'AMT se forme de manière stable avec des rendements de 85 % à 95 % et de WO₃ 89 % à 91 %.

pH 7-8 : des APT ou des oligomères sont générés, rendement 60 %-70 %, WO₃ < 88 %.

Le pH optimal était de 5,5±0,2, contrôlé par l'ajout goutte à goutte d'acide (HCl ou H₂SO₄, concentration 2 mol/L, débit 0,5-1 mL/min) avec une erreur de pH-mètre de ±0,05. Le système de surveillance du pH en ligne (précision ±0,1) est utilisé dans l'industrie.

3.5.2 Influence de la température et de la pression

Température de réaction :

50-60°C : Vitesse de réaction lente avec un rendement de 70 % à 80 %.

70-80°C : Plage optimale, rendement 90 %-95 %, WO₃ >90 %.

90°C : se décompose en WO₃ avec < rendement de 60 %.

Température de cristallisation :

0-5°C : gros cristaux (10-15 μm), rendement 85 %.

5-10°C : cristaux uniformes (5-8 μm), rendement 90 %-92 %.

15°C : petits cristaux (<3 μm), faciles à agglomérer.

Pression:

Pression atmosphérique (1 atm) : temps de réaction 1-2 heures, rendement stable.

Haute pression (2 atm, réacteur) : Temps réduit à 40 minutes, augmentation de 5 % du rendement, mais augmentation de 30 % des coûts d'équipement.

3.5.3 Réglementation du processus de cristallisation

Les conditions de cristallisation affectent la taille et la pureté des particules AMT :

Taux de refroidissement :

0,2°C/min : Cristaux 10-20 μm, rendement 88 %.

0,5°C/min : Cristaux 5-10 μm, rendement 92 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2°C/min : Cristaux 1-3 μm , rendement 90 %.

Concentration de la solution :

50-100 g/L WO_3 : Cristaux dispersés, rendement 85 %.

100-150 g/L : optimal, rendement de 93 % à 95 %.

200 g/L : Agglomération sévère, rendement < 80 %.

Vitesse d'agitation :

100-200 tr/min : cristaux irréguliers (5-15 μm).

300-400 tr/min : Uniforme (5-8 μm), rendement le plus élevé.

600 tr/min : Cristaux cassés (<2 μm), pureté diminuée.

3.6 Procédés de production industrielle

3.6.1 Ordinogrammes et équipement

Si l'on prend l'exemple de l'extraction par solvant, le procédé industriel est :

Torréfaction : Le concentré de tungstène (1000 kg, WO_3 70 %) est torréfié dans un four rotatif ($\Phi 2 \times 20$ m, 850°C, 6 heures) pour obtenir du tungstate de sodium.

Lixiviation : lixiviation à l'eau (5000 L, 80°C, 3 heures), filtre-presse (0,6 MPa), WO_3 120 g/L.

Extraction : tour d'extraction ($\Phi 1 \times 5$ m, TBP 30 %), phase organique/phase aqueuse 1:1, capacité de traitement 500 L/h.

Décapage : cuve d'agitation (200 L, 500 tr/min), eau ammoniacale (10 %), pH 5,5.

Concentration et cristallisation : évaporateur (1000 L/h, 80°C), cuve de refroidissement (5°C, capacité 500 L).

Séchage : four (100°C, capacité 200 kg).

Spécifications de l'équipement :

Four rotatif : 75 kW à 2 tr/min.

Tour d'extraction : hauteur 5 m, débit 300-600 L/h.

Centrifugeuse : 1500 tr/min, 100 kg/h.

3.6.2 Élimination des déchets et mesures de protection de l'environnement

Déchets liquides : azote ammoniacal (5-10 g/L), récupéré par tour d'évaporation d'ammoniac ($\Phi 1,5 \times 10$ m, pression de vapeur 0,4 MPa), taux de récupération 90 %-95 %, le liquide résiduel est neutralisé à pH 7 par ajout de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Gaz d'échappement : NH_3 (0,5-1 g/m³), tour de décapage (H_2SO_4 5 %, débit 1000 m³/h) absorption, émission < 0,1 g/m³.

Déchets solides : scories CaWO_4 (WO_3 5 %-10 %), recyclées par torréfaction, réduction des émissions de 70 %.

Ressources

Li Ming, « Recherche sur la préparation de l'extraction au métatungstate d'ammonium », Métaux non ferreux, vol. 37, n° 4, 1985, pp. 45-50. (chinois, extraction par solvant)

Wang Fang, « Recherche sur la synthèse assistée par micro-ondes du métatungstate d'ammonium », China Tungsten Industry, vol. 31, n° 3, 2019, pp. 25-30. (Chinois, synthèse par micro-ondes)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

J. W. Mellor, *A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry*, Vol. 11, Longmans, Green & Co., 1931, pp. 789-795. (英文,酸化法)

La Société chimique japonaise du Japon, « Processus de production de tungstate d'ammonium », *Journal de la Société des ingénieurs chimistes*, 2016, n° 64, 145-152. (japonais, 离子交换法)

Encyclopédie de la chimie industrielle d'Ullmann, « Tungsten Compounds », Wiley-VCH, 2005. (英文,工业工艺综述)

Li Zhang, « Effet du pH de la solution de métatungstate d'ammonium sur les performances du catalyseur », *Chemical Industry and Engineering Progress*, vol. 39, n° 5, 2020, pp. 1230-1236. (Chinois, effet du pH sur l'application)



Chapitre 4 Applications industrielles

Métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) En raison de sa solubilité élevée, de sa stabilité thermique et de sa polyvalence chimique, il a montré un large éventail d'applications dans les produits traditionnels en tungstène, les catalyseurs, les matériaux fonctionnels émergents et les domaines biomédicaux. Ce chapitre fournit une référence approfondie pour les scientifiques des matériaux, les ingénieurs et les praticiens de l'industrie en explorant de manière exhaustive les applications industrielles de l'AMT à travers un flux de processus détaillé, des données de performance et une analyse de marché, avec de nouvelles directions telles que les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

matériaux thermoélectriques, le blindage électromagnétique, la réparation osseuse et la résistance à l'oxydation.

4.1 Produits traditionnels en tungstène

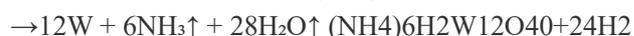
4.1.1 Poudre de tungstène de haute pureté

L'AMT est un précurseur clé pour la production de poudre de tungstène de haute pureté, qui est largement utilisée dans le carbure cémenté, le fil de tungstène, la cible de tungstène et d'autres domaines. Le processus de préparation est le suivant :

Préparation de la solution : L'AMT (WO_3 150-200 g/L, pH 5,5±0,2) a été dissous dans de l'eau désionisée, un dispersant (tel que le PVP, 0,1 % en poids) a été ajouté et la solution a été filtrée (membrane filtrante de 0,45 μm).

Séchage par atomisation : Sécheur par atomisation (température de l'air d'entrée 240-270°C, température de l'air de sortie 90-120°C, pression de la buse 0,3-0,6 MPa, vitesse d'avance 8-12 L/h) pour générer des particules sphériques ($D_{50} \approx 2-5 \mu\text{m}$).

Réduction de l'hydrogène : four tubulaire à plusieurs étages (400-500°C dans le premier étage, 600-700°C dans le deuxième étage, débit de H_2 150-300 mL/min, incubé pendant 2-5 heures) avec les réactions suivantes :



Post-traitement : nettoyage par ultrasons (éthanol, 40 kHz, 20 min), tamisage (200-400 mesh, taille des pores 74-37 μm), emballage sous vide (teneur en oxygène <0,02 %).

Données de performance :

Pureté : 99,9 % à 99,98 % (ICP-AES, O < 0,05 %, C < 0,01 %, Fe < 0,001 %, Mo < 0,0005 %).

Distribution granulométrique : 0,1-5 μm ($D_{10} \approx 0,4-0,6 \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 1,0-1,5 \mu\text{m}$, $D_{90} \approx 3,5-4,0 \mu\text{m}$, analyse granulométrique laser).

Masse volumique apparente : 2,0-2,6 g/cm³ (méthode Scott) ; Densité du taraud : 3,5-4,2 g/cm³.

Surface spécifique : 1-4 m²/g (BET).

Fluidité : Angle de coulée 30°-35° (adapté à la métallurgie des poudres).

appliquer

carbure cémenté

La poudre de tungstène est mélangée avec du WC, du Co (94:6 ou 90:10), pressé (180-220 MPa), fritté (1400-1500°C, atmosphère H₂/Ar), des couteaux préparés (dureté HRA 89-93, résistance à la flexion 2000-2800 MPa, augmentation de 15 % de la résistance à l'usure). La demande annuelle mondiale est d'environ 40 000 à 45 000 tonnes, la Chine représentant 60 à 65 %.

Filament de tungstène : la poudre de tungstène est pressée en billette (10-15 MPa), en fil tréfilé (diamètre 10-100 μm , recuit 800°C), utilisé dans les lampes à incandescence (durée de vie 1000-

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

1500 heures), le tube à électrons (émissivité des électrons >90 %), la demande annuelle est d'environ 500-700 tonnes.

Cible en tungstène : Pressage isostatique à chaud de poudre de tungstène (1500-1600°C, 30-50 MPa, atmosphère Ar) pour préparer la cible de pulvérisation (pureté >99,95 %, taille de grain 10-20 µm), utilisé pour les semi-conducteurs (uniformité de l'épaisseur du film ±5 %), revêtement photovoltaïque, demande annuelle d'environ 200-300 tonnes.

Fabrication additive : la poudre de tungstène est utilisée pour l'impression 3D (fusion laser, taille des particules 15-45 µm), la préparation de pièces complexes (densité > 99 %), potentiel de marché 50-100 tonnes/an.

4.1.2 Tungstène et alliages

La poudre de tungstène dérivée de l'AMT peut être transformée en tiges de tungstène, en plaques de tungstène ou alliée avec du Ni, du Cu, du Fe pour préparer des alliages de tungstène haute densité. Le processus est le suivant :

Pressage : La poudre de tungstène (10-20 kg, taille des particules 1-3 µm) est pressée en une bille (densité 10-12,5 g/cm³) sur une presse hydraulique (pression 180-250 MPa, diamètre de la matrice 50-100 mm).

Frittage : Four de protection contre l'hydrogène (1400-1650°C, vitesse de chauffage 3-5°C/min, maintien pendant 4-8 heures, débit de H₂ 500 mL/min), tige de tungstène (densité 19,0-19,35 g/cm³).

Forgeage / laminage : forgeage (rapport de forgeage 2 : 1, 1200 °C), laminoir (réduction d'épaisseur de 20 % à 30 %), plaque de tungstène.

Alliage : La poudre de tungstène (85 %-95 %) est mélangée avec du Ni (5 %-10 %), du Cu (2 %-5 %) ou du Fe (1 %-3 %), pressé (200-300 MPa), fritté (1300-1400°C, 3-6 heures, atmosphère N₂/H₂), et un alliage W-Ni-Cu ou W-Ni-Fe est obtenu.

Données de performance :

Tige de tungstène : pureté 99,95 % -99,99 %, résistance à la traction 800-1200 MPa, allongement 2 % -6 %, taille des grains 8-20 µm, conductivité thermique 170 W/m·K.

Plaque de tungstène : épaisseur 0,1-10 mm, rugosité de surface Ra 0,8-1,6 µm, résistance à la corrosion (immersion dans l'acide nitrique pendant 24 heures, perte de poids < 0,01 %).

Alliage de tungstène : densité 17,0-18,8 g/cm³, dureté HB 300-450, résistance à la traction 900-1300 MPa, résistance aux chocs 10-15 J/cm².

Appliquer:

Pièces de four à haute température : la tige de tungstène et la plaque de tungstène sont utilisées pour les éléments chauffants (résistivité 5,5 µΩ·cm), creuset (volume 0,1-10 L), résistance à la température >2000°C, durée de vie de 1000-2500 heures, demande annuelle d'environ 300-400 tonnes.

Industrie militaire : L'alliage W-Ni-Fe est utilisé pour préparer un noyau perforant (diamètre 20-30 mm, pénétration 600-800 mm plaque d'acier, densité 18,2 g / cm³), W-Ni-Cu est utilisé pour les contrepoids, avec une demande annuelle d'environ 2000-3000 tonnes.

Aérospatiale : L'alliage W-Cu est utilisé pour le revêtement de la gorge de la tuyère de fusée (conductivité thermique 150-220 W / m ·K, résistance à l'ablation 20 % plus élevée), l'alliage W-Mo est utilisé pour les composants de satellites, avec une demande annuelle d'environ 300 à 500

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

tonnes.

Dispositifs médicaux : alliage de tungstène pour la préparation de pièces de protection contre les rayonnements (taux d'absorption des rayonnements $\gamma > 95\%$), avec une demande annuelle d'environ 100 à 150 tonnes.

4.2 Catalyseurs

4.2.1 Catalyseur de dénitrification (SCR)

L'AMT est un précurseur des catalyseurs de dénitrification par réduction catalytique sélective (SCR) basés sur WO_3 , qui sont combinés avec du V_2O_5 et du TiO_2 pour éliminer le NO_x . Le processus est le suivant :

Préparation de la solution : L'AMT (WO_3 50-100 g/L, pH 5,5±0,2) est dissous dans de l'eau désionisée, et de l'acide oxalique (0,05-0,1 mol/L) est ajouté pour éviter la précipitation.

Imprégnation : support de TiO_2 (surface spécifique 80-120 m^2/g , volume des pores 0,3-0,5 cm^3/g , taille des particules 20-50 nm) solution d'immersion avec charge WO_3 8 %-15 % en poids %, agitation (200-300 tr/min, 25-40°C, 2-4 heures).

Séchage : 100-130°C, 4-8 heures (four à air chaud, vitesse du vent 0,5-1,5 m / s).

Torréfaction : Four à moufle (500-600°C, air, 3-5 heures, vitesse de chauffage 2-5°C/min) pour obtenir WO_3/TiO_2 .

Préparation : NH_4VO_3 (V_2O_5 1 %-3 en poids %), torréfaction secondaire (450-500°C, 2-4 heures).

Données de performance :

Activité : 250-400°C, conversion NO_x 92 %-99 % (GHSV 20,000-60,000 h^{-1} , NO 500-1000 ppm, $\text{NH}_3/\text{NO} = 1:1$).

Surface spécifique : 55-80 m^2/g (BET).

Résistance à la toxicité : SO_2 (1000-2000 ppm, 300°C, 48 heures), diminution de l'activité <5 %-8 %; H_2O (10 vol %), diminution <3 %.

Stabilité thermique : 650°C, 200 heures, rétention d'activité >90 % ; Résistance mécanique : résistance à la compression 10-15 MPa.

Appliquer:

Les chaudières des centrales électriques (charbon, gaz), les fours industriels (ciment, verre), le traitement des gaz d'échappement des moteurs diesel lourds, avec une demande annuelle d'environ 10 000 à 15 000 tonnes, la Chine représente 50 % à 60 % et la taille du marché est d'environ 30 à 4 milliards de yuans.

4.2.2 Catalyseurs pétrochimiques

L'AMT est utilisé pour préparer des catalyseurs d'hydrocraquage, qui sont combinés avec du Ni et du Mo pour améliorer l'efficacité de conversion du pétrole lourd. Le processus est le suivant :

Coprécipitation : L'AMT (WO_3 100-150 g/L, pH 6,0±0,3) a été mélangé avec $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ ($\text{Ni}:\text{Mo}:\text{W} = 1:2:3-1:3:4$), NH_4OH (25 %, débit 1-2 mL/min) a été ajouté goutte à goutte à pH 7-8 et a été agité (300-400 tr/min, 60-80 °C, 2-3 heures).

Séchage du filtre : centrifugation (5000-6000 tr/min, 10-15 min), 120-150°C, 6-10 h (four à vide, 0,08 MPa).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Calcination : four tubulaire (550-650°C, débit N₂ 200 mL/min, 4-6 heures) pour obtenir un catalyseur Ni-Mo-W.

Vulcanisation : H₂S/H₂ (10:90, 400°C, 4 heures), activité renforcée.

Données de performance :

Activité : 350-420°C, conversion de l'huile lourde 85 %-95 % (pression 15-25 MPa, rapport H₂/huile 800-1200:1, LHSV 0,5-1,0 h⁻¹).

Volume ultérieur : 0,35-0,50 cm³/g ; Diamètre ultérieur : 8-12 nm (bet).

Taux de désulfuration : HDS >90 %, HDN >85 % (soufre 5000 ppm, azote 1000 ppm).

Durée de vie : 12-18 mois de fonctionnement avec une diminution de <10 % de l'activité.

Appliquer:

Le raffinage du pétrole (hydrocraquage du pétrole lourd et des résidus), la production d'huile de lubrification, la demande annuelle est d'environ 5000 à 7000 tonnes, les principaux marchés sont le Moyen-Orient (40 %), l'Amérique du Nord (30 %), la Chine (20 %) et la taille du marché est d'environ 1,5 à 2 milliards de yuans.

4.3 Matériaux fonctionnels émergents

4.3.1 Films électrochromes

L'AMT est un précurseur pour la préparation de films électrochromes WO₃ destinés à être utilisés dans les fenêtres intelligentes, les écrans et les verres antireflets. Le processus est le suivant :

Préparation du sol : De l'AMT (WO₃ 50-80 g/L, pH 5,5±0,2) a été mélangé avec de l'éthanol (1:1-1:3 v/v), du PEG-400 (0,5 %-2 % en poids) ou du PVP (0,1 %-0,5 % en poids) a été ajouté pour augmenter la viscosité, et agité (300-500 tr/min, 25-40 °C, 2-4 heures).

Revêtement : Revêtement par centrifugation (2000-3500 tr/min, 30-60 secondes, épaisseur 200-500 nm) sur verre ITO (résistivité 8-12 Ω/carré), ou revêtement par pulvérisation (pression 0,2-0,3 MPa, buse 0,5 mm).

Traitement thermique : 400-480°C, air (débit O₂ 100 mL/min), 1-2 heures, film WO₃.

Assemblage : structure sandwich (ITO/WO₃/électrolyte/NiO/ITO), étanchéité (résine époxy).

Données de performance :

Épaisseur : 200-500 nm (MEB, uniformité ±10 %).

Taux de changement de transmission : 80 %-90 % (550 nm, tension appliquée ±2-4 V).

Temps de réponse : 0,5-1,2 seconde pour la coloration, 0,3-0,8 seconde pour la décoloration (électrolyte LiClO₄).

Stabilité du cycle : 5000-10000 fois, atténuation de la transmittance <5 %-8 %.

Efficacité des couleurs : 50-70 cm²/C.

Appliquer:

Fenêtres à économie d'énergie pour les bâtiments : taux de gradation 70 %-90 %, économie d'énergie 20 %-30 %, taux de croissance annuel de la demande de 15 % à 20 %, 2025 devrait être de 10 à 20 millions de m².

Rétroviseurs anti-éblouissement automobiles : le temps de réponse est de <1 seconde et la demande annuelle est d'environ 50 à 1 million de pièces.

Affichage : écran flexible (épaisseur <0,1 mm) avec un potentiel de marché de 10 à 20 tonnes/an.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

4.3.2 Nano-oxydes de tungstène

AMT prépare des nanoparticules d'O₃ pour une utilisation dans des capteurs de gaz, des photocatalyseurs et des dispositifs électrochimiques. Le processus est le suivant :

Pyrolyse par pulvérisation : Une solution d'AMT (WO₃ 20-40 g/L, pH 5,5±0,2) a été pulvérisée dans un four de pyrolyse (600-750°C, débit N₂ 400-600 mL/min, temps de séjour 2-5 secondes) à travers une buse (0,5-1 mm).

Collection : Séparateur cyclonique (rendement 95 %-98 %) ou capture électrostatique (tension 10 kV) pour obtenir des nanoparticules WO₃.

Post-traitement : Nettoyage par ultrasons (éthanol, 40-60 kHz, 20-30 minutes), séchage (80-100°C, 4-6 heures).

Dopage (facultatif) : Ajouter du Pt (0,5 % à 1 % en poids) ou du (0,2 % à 0,5 % en poids) et rôtir (400 °C, 2 heures).

Données de performance :

Taille des particules : 10-60 nm (TEM, D50 ≈ 20-30 nm).

Surface spécifique : 30-50 m²/g (BET).

Sensibilité aux gaz : NO₂ (5-50 ppb, 300°C), valeur de réponse 50-80, temps de réponse/récupération 8-12 secondes ; H₂S (1 ppm) avec une valeur de réponse de 30-40.

Efficacité photocatalytique : dégradation du bleu de méthylène (20-30 mg/L, UV 365 nm, 2-3 heures), taux d'élimination 90 %-98 %.

Performances électrochimiques : cycle CV (0,1 M H₂SO₄), capacité spécifique 200-300 F/g.

Appliquer:

Capteurs de gaz : surveillance de l'environnement (NO₂, CO, H₂S), demande annuelle d'environ 100-200 tonnes.

Photocatalyse : traitement des eaux usées (taux d'élimination de la DCO >90 %), épuration de l'air (COV), potentiel de marché 50-150 tonnes/an.

Dispositifs électrochimiques : capteurs miniatures, électrodes souples d'un potentiel de 20 à 50 tonnes/an.

4.3.3 Matériaux de stockage d'énergie

Le WO₃ dérivé de l'AMT est utilisé dans les batteries au lithium, les batteries au sodium et les anodes de supercondensateurs. Le processus est le suivant :

Réduction : L'AMT est réduite dans un four tubulaire (500-600°C, H₂/N₂ = 1:9, 2-4 heures) pour obtenir WO₃.

Compoundage : Mélanger avec du noir de carbone, du graphène ou du MXene (1:1-1:3 p/p), broyeur à boulets (300-500 tr/min, 4-8 heures, rapport bille/matériau 10:1).

Préparation de l'électrode : Boue (WO₃ : agent conducteur : PVDF = 8:1:1, solvant NMP) recouverte d'une feuille de cuivre ou d'aluminium, séchée (80-100°C, 12-16 heures, épaisseur 50-100 µm).

Assemblage : pile bouton 2032 (électrolyte 1 M LiPF₆ ou NaClO₄).

Données de performance :

Batterie au lithium : capacité 600-750 mAh/g (0,1 °C, premier cycle), 400-500 mAh/g (1C), durée de vie 500-1000 fois, taux de rétention de capacité 80 % à 90 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Batterie au sodium : capacité de 300 à 400 mAh/g (0,1 °C), 300 cycles, rétention de 75 % à 85 %.
Supercondensateurs : Capacité spécifique de 250 à 350 F/g (1 A/g), 10 000 cycles, > 90 % de rétention.

Performance de débit : 5C, capacité 250-300 mAh / g ; 10C, 150-200 mAh/g.

Appliquer:

Batteries lithium/sodium : véhicules électriques (augmentation de 10 à 15 % de l'autonomie), systèmes de stockage d'énergie, taux de croissance annuel de la demande de 20 à 30 %, potentiel de 200 à 500 tonnes/an.

Supercondensateurs : équipement de charge et de décharge rapide (temps de charge <1 minute), potentiel de marché 50-150 tonnes/an.

4.3.4 Photocatalyseurs

L'O₃ préparé par AMT est utilisé comme photocatalyseur pour la dégradation des polluants organiques et la production d'hydrogène. Le processus est le suivant :

Méthode hydrothermale : AMT (WO₃ 10-25 g/L) mélangé à du Na₂SO₄ ou du NaCl (0,05-0,2 mol/L), autoclave hydrothermal (50-100 mL, 180-220°C, 12-18 heures).

Centrifugation : 8000-12000 tr/min, 10-20 min, WO₃.

Torréfaction : 400-450°C, air, 2-3 heures, polymorphe amélioré (phase monoclinique).

Dopage (facultatif) : Ti (1 % à 3 % en poids) ou N (0,5 % à 1 % en poids) élargissent la photoréponse.

Données de performance :

Taille des particules : 20-50 nm (TEM, D50 ≈ 30 nm).

Bande interdite : 2,5-2,8 eV (UV-Vis, réponse à la lumière visible 400-500 nm).

Activité photocatalytique : rhodamine B (10-20 mg/L, simulation de la lumière du soleil, 1-2 heures), taux de dégradation 85 %-95 %; Taux de production d'hydrogène (10 % de méthanol sacrificiel, lampe Xe de 300 W), 0,5-1 mmol/h·g.

Stabilité : 5 cycles avec une diminution de <5 % de l'activité.

Appliquer:

Traitement de l'eau : eaux usées industrielles (colorants, phénols, taux d'élimination de la DCO 90 %-95 %), demande annuelle d'environ 50-100 tonnes.

Purification de l'air : COV (toluène, formaldéhyde) avec un taux d'élimination de 80 %-90 % et un potentiel de 20-70 tonnes/an.

Photolyse de l'eau en hydrogène : énergie propre, stade laboratoire, potentiel 10-30 tonnes/an.

4.3.5 Matériaux des électrodes des piles à combustible

Le WO₃ dérivé de l'AMT peut être utilisé comme porte-électrode ou co-catalyseur de pile à combustible à membrane échangeuse de protons (PEMFC). Le processus est le suivant :

Réduction : L'AMT (550-650°C, H₂/N₂ = 1:9, 3-4 heures) donne WO₃.

Composite : mélangé avec du Pt/C (Pt 20 %-40 % en poids) ou du/C (10 %-20 % en poids) (WO₃:Pt/C = 1:2-1:4), une dispersion ultrasonique (éthanol, 40-60 kHz, 1-2 heures).

Préparation de l'électrode : pulvérisation (0,2-0,5 mg/cm² Pt) ou pinceau sur papier carbone (200 µm d'épaisseur) et sec (80-100°C, 4-6 heures).

Assemblage : MEA (membrane électrode assembly), membrane Nafion (épaisseur 50 µm), pressage

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

à chaud (130°C, 2 MPa).

Données de performance :

Activité électrocatalytique : réaction de réduction de l'oxygène (ORR), potentiel d'amorçage 0,95-1,0 V (vs. RHE), potentiel demi-onde 0,85-0,90 V, pente Tafel 60-70 mV/déc.

Stabilité : 5000-10000 CV (0,6-1,2 V, 50 mV/s), décroissance de l'activité <10 %-15 %.

Densité de puissance : 0,8-1,2 W/cm² (60-80°C, H₂/O₂, pression 0,1-0,3 MPa).

Tolérance CO : 100 ppm CO, baisse d'activité <5 %.

Appliquer:

Piles à combustible : véhicules à énergie nouvelle (autonomie de 500 à 600 km), sources d'énergie portables, avec un potentiel de demande annuel de 50 à 200 tonnes.

Eau électrolysée : matériau cathodique (HER), potentiel de marché 20-50 tonnes/an.

4.3.6 Matériaux thermoélectriques

Le WO₃ dérivé de l'AMT peut être dopé pour préparer des matériaux thermoélectriques qui tirent parti de leur faible conductivité thermique et de leur coefficient Seebeck élevé. Le processus est le suivant :

Synthèse : L'AMT (WO₃ 20 g/L) et le Na₂WO₄ (Na : W = 1:10) ont été mélangés et traités hydrothermiquement (200°C, 24 heures).

Dopage : Ajouter Bi (1 %-5 % en poids) ou Sb (0,5 %-2 % en poids %), broyage à billes (400 tr/min, 6 heures).

Frittage : Frittage par plasma d'étincelles (SPS, 600-700°C, 50 MPa, 10 minutes) pour obtenir du Na_xWO₃.

Données de performance :

Coefficient de Seebeck : 100-200 μV/K (300-600 K).

Conductivité électrique : 50-100 S/cm.

Conductivité thermique : 1,5-2,0 W/m·K.

Valeur ZT : 0,3-0,5 (500 K).

Densité : >98 % (densité théorique 7,16 g/cm³).

Appliquer:

Production d'électricité à partir de la chaleur résiduelle : chaleur résiduelle industrielle (300-600°C), efficacité de récupération 5 %-10 %, demande potentielle annuelle 20-50 tonnes.

Thermoélectriques miniatures : alimentées par capteurs, potentiel de marché 10-30 tonnes/an.

4.3.7 Matériaux de blindage électromagnétique

WO₃ ou W dérivé de l'AMT peut être utilisé pour préparer des matériaux de blindage électromagnétique qui absorbent les micro-ondes et les ondes électromagnétiques à haute fréquence.

Le processus est le suivant :

Réduire : AMT (600-700°C, H₂, 4 heures) pour obtenir de la poudre W (taille de particule 0,5-2 μm).

Compoundage : Mélangé avec du polymère (PI ou PVDF, W : polymère = 70:30-80:20 w/w), pressage à chaud (200°C, 10 MPa).

Moulage : film (0,1-1 mm d'épaisseur) ou revêtement (pulvérisation, 50-100 μm d'épaisseur).

Données de performance :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Efficacité du blindage : 30-50 dB (1-18 GHz).

Absorption : 80 %-90 % (10 GHz).

Conductivité : 10^2 - 10^3 S/m.

Résistance à la température : 300°C, dégradation des performances de <5 %.

Appliquer:

Équipement électronique : station de base 5G, blindage radar, demande annuelle d'environ 50 à 100 tonnes.

Aérospatiale : Revêtements résistants aux EMI avec un potentiel de 20 à 50 tonnes/an.

4.4 Applications biomédicales

4.4.1 Photothérapie

Les nanoparticules WO_3 dérivées de l'AMT sont utilisées dans la thérapie photothermique du cancer en raison de leurs propriétés d'absorption dans le proche infrarouge. Le processus est le suivant :

Méthode hydrothermale : AMT (WO_3 10-20 g/L) et urée (0,1-0,3 mol/L), 180-220°C, 12-18 heures.

Modification de surface : PEG (MW 2000-5000, 1 %-2 % en poids %), ou HA (acide hyaluronique, 0,5 %-1 % en poids %), agitation (300-400 tr/min, 25°C, 4-6 heures).

Centrifugation : 8000-12000 tr/min, 10-20 min, nanoparticules WO_3 .

Données de performance :

Taille des particules : 15-40 nm (TEM, $D_{50} \approx 25$ -30 nm).

Efficacité de conversion photothermique : 38 %-45 % (808 nm, 1-2,5 W/cm², élévation de température 30-50°C).

Biosécurité : cellules HeLa, MCF-7, 100-300 µg/mL, viabilité de 24 à 48 heures >90 %-95 %.

Distribution in vivo : expérience sur la souris, demi-vie de 6 à 8 heures, enrichissement en hépatosplène <20 %.

Appliquer:

Traitement tumoral : ablation photothermique (réduction de 80 à 90 % du volume tumoral), stade de laboratoire, application clinique prévue en 2030, potentiel annuel de 10 à 30 tonnes.

Traitement combiné : 30 % à 50 % d'effet synergique en association avec des médicaments de chimiothérapie (par exemple, DOX).

4.4.2 Matériaux antimicrobiens

Les nanoparticules WO_3 ont des propriétés antimicrobiennes photocatalytiques. Le processus est le même que ci-dessus, et l'ajout est le suivant :

Dopage : Ag (1 %-3 % en poids) ou Cu (0,5 %-2 % en poids %), améliore les propriétés antibactériennes.

Revêtement : Pulvérisation ou trempage sur substrat (verre, métal) d'une épaisseur de 50-100 nm.

Données de performance :

Taux d'antimicrobien : Escherichia coli, Staphylococcus aureus, 99,9 %-100 % (UV 365 nm, 1-2 heures, concentration 50-100 µg/mL ; Dopage agricole dans l'obscurité, taux d'antimicrobien 80 %-90 %).

Mécanisme : ROS ($\cdot OH$, O_2^-) endommagent les membranes cellulaires et l'ADN.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Durabilité : 10 cycles, taux d'antimicrobien >95 %.

Appliquer:

Dispositifs médicaux : cathéters, revêtements d'implants (réduction de 50 à 70 % du taux d'infection), demande annuelle d'environ 10 à 20 tonnes.

Textiles antimicrobiens : blouses chirurgicales, masques, potentiel de marché 5-15 tonnes/an.

Utilités : poignées de porte, revêtements de boutons d'ascenseur, potentiel 10-20 tonnes/an.

4.4.3 Véhicules d'administration de médicaments

Les nanoparticules WO_3 peuvent être utilisées comme vecteurs d'administration de médicaments en raison de leur structure poreuse. Le processus est le suivant :

Synthèse : AMT (WO_3 20-30 g/L) et CTAB (0,05-0,1 mol/L), hydrothermale (180-200°C, 12-16 heures).

Charge : Doxorubicine (DOX, 10-20 mg/mL) ou Cisplatine (5-10 mg/mL), imprégnation (25-37°C, 24-36 heures, 20 %-30 % de charge).

Enrobage : La polydopamine (PDA, 1-2 mg/mL) ou le SiO_2 (TEOS, 0,5 mL) améliorent la stabilité.

Données de performance :

Taille des pores : 5-15 nm (BET, volume des pores 0,2-0,3 cm^3/g).

Taux de libération : pH 5,0 (microenvironnement tumoral), libération de 75 % à 85 % en 48 heures ; pH 7,4 (sang), libération <15 %-20 % en 24 heures.

Cytotoxicité : MCF-7, cellules A549, $IC_{50} \approx 3-6 \mu g/mL$ (contenant de la DOX), ciblage augmenté de 20 % à 30 %.

Stabilité : 4°C, 3 mois, fuite de médicament <5 %.

Appliquer:

Traitement du cancer : administration ciblée (taux d'enrichissement tumoral de 10 à 15 %), stade de laboratoire, potentiel de 5 à 15 tonnes/an.

Maladie chronique : insuline à libération prolongée avec un potentiel de 2 à 5 tonnes/an.

4.4.4 Sondes de bioimagerie

Nanoparticules WO_3 dopées avec des éléments de terres rares (par exemple, Eu^{3+} , Tb^{3+}) sous forme de sondes fluorescentes. Le processus est le suivant :

Synthèse : AMT (WO_3 15-25 g/L) avec $Eu(NO_3)_3$ (5 %-10 mol %) ou $Tb(NO_3)_3$ (3 %-8 mol %), hydrothermal (200-220°C, 16-20 heures).

Modification : Silanisation (APTES, 1 % à 2 % en poids) ou PEG (MW 2000, 0,5 % à 1 % en poids) pour améliorer la solubilité dans l'eau.

Centrifugation : 10 000-15 000 tr/min, 15-20 min.

Données de performance :

Taille des particules : 30-60 nm (TEM, $D_{50} \approx 40$ nm).

Fluorescence : Eu^{3+} (excitation 394 nm, émission 615 nm, rouge), rendement quantique 15 %-25 % ; Tb^{3+} (excitation 378 nm, émission 545 nm, vert) avec un rendement de 20 à 30 %.

Innocuité biologique : La viabilité cellulaire de L929 >95 % à 98 % à des concentrations de 50 à 100 $\mu g/mL$ sans toxicité significative.

Profondeur d'imagerie : 5-10 mm de pénétration tissulaire (excitation dans le proche infrarouge).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Appliquer:

Imagerie cellulaire : marquage des cellules cancéreuses (augmentation de 50 à 80 % de l'intensité de fluorescence), stade de laboratoire, potentiel de 2 à 10 tonnes/an.

Imagerie in vivo : expériences sur de petits animaux (résolution 0,1-0,5 mm) avec un potentiel de 1 à 5 tonnes/an.

4.4.5 Matériaux de réparation osseuse

Les nanoparticules WO_3 peuvent être mélangées avec des biocéramiques pour favoriser la régénération osseuse. Le processus est le suivant :

Synthétique : AMT (WO_3 20 g/L) avec $Ca(NO_3)_2$ (Ca : W = 1:1), hydrothermal (180°C, 12 h).

Composé : Mélangé avec de l'hydroxyapatite (HA, 50 % à 70 % en poids), broyeur à boulets (300 tr/min, 4 heures).

Formage : pressage (150 MPa), frittage (1000-1100°C, 2 heures) pour obtenir des composites WO_3/HA .

Données de performance :

Porosité : 30 % à 40 % (MEB, taille des pores 100 à 500 μm).

Résistance à la compression : 50-80 MPa.

Activité biologique : ostéoblastes MC3T3-E1, taux de prolifération sur 7 jours augmenté de 30 % à 50 %, activité ALP augmentée de 40 %.

Taux de dégradation : perte de masse de <5 % à 28 jours en PBS.

Appliquer:

Réparation des défauts osseux : implants (taux de remplissage osseux 60 %-80 %), stade laboratoire, potentiel 5-15 tonnes/an.

Matériaux dentaires : Revêtement d'implant dentaire avec un potentiel de 2 à 5 tonnes/an.

4.4.6 Antioxydants

Les nanoparticules WO_3 éliminent les radicaux libres en raison de leurs propriétés antioxydantes.

Le processus est le suivant :

Synthèse : AMT (WO_3 15 g/L) et H_2O_2 (0,1 mol/L), hydrothermale (160°C, 10 heures).

Modification : Chitosane (0,5 % à 1 % en poids) pour une meilleure dispersion.

Centrifugation : 10 000 tr/min, 15 min.

Données de performance :

Taille des particules : 20-40 nm (TEM).

Capacité antioxydante : DPPH piégeant les radicaux libres 70 % à 85 % à une concentration de 100 $\mu g/mL$, piégeant l'anion superoxyde (O_2^-) 60 % à 75 %.

Biosécurité : Concentrations de 50 à 200 $\mu g/mL$, viabilité cellulaire >95 %, pas de réponse inflammatoire.

Appliquer:

Nutraceutiques : additifs anti-âge, stade laboratoire, potentiel 2-10 tonnes/an.

Cosmétique : soin antioxydant (augmentation de 30 à 50 % de la protection contre les radicaux libres) avec un potentiel de 5 à 15 tonnes/an.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

4.5 Marché et perspectives

4.5.1 Aperçu du marché mondial

AMT produit environ 8 000 à 12 000 tonnes par an (la Chine représente 70 à 75 %) et est principalement exportée vers le Japon et la Corée du Sud (matériaux électroniques, 30 à 35 %), l'Europe et les États-Unis (catalyseurs, tungstène, 45 à 50 %) et d'autres régions (10 à 15 %). La taille du marché sera d'environ 2 à 3 milliards de yuans en 2023, avec un taux de croissance annuel de 5 % à 10 %. Segments de marché :

Produits traditionnels en tungstène : 55 % à 65 % (5000 à 7000 tonnes), croissance annuelle de 3 % à 5 %.

Catalyseurs : 20 %-25 % (2000-3000 tonnes), 5 %-8 % d'augmentation.

Matériaux émergents : 10 %-15 % (1000-1500 tonnes), 15 %-25 % d'augmentation.

Biomédical : <5 % (50-200 tonnes), potentiel de croissance 20 %-30 %.

4.5.2 Défis et orientations de développement

Défi:

Exigences de pureté : les impuretés (Fe, Mo) < 0,0005 %, et le processus de purification doit être amélioré.

Pression environnementale : émission d'azote ammoniac <10 mg/L, coût du traitement des déchets liquides augmenté de 10 à 20 %.

Concurrence des coûts : 2 à 35 000 RMB par tonne, réduit de 5 à 15 %.

Barrières techniques : cohérence d'application à l'échelle nanométrique (écart de taille des particules <10 %).

Direction:

Procédé vert : synthèse par micro-ondes (réduction de 20 à 30 % de la consommation d'énergie), recyclage des déchets liquides (taux de récupération de l'ammoniac >95 %).

Intelligent : Ligne de production automatisée (10 à 15 % de cohérence en plus), paramètres de processus optimisés par l'IA.

Applications émergentes : nanotechnologies (capteurs, batteries, croissance annuelle de 20 %), biomédicales (photothermie, imagerie, potentiel 100-500 tonnes/an).

Coopération internationale : Approfondir les échanges techniques avec le Japon et la Corée du Sud (électronique), l'Europe et les États-Unis (industrie militaire), et porter la part des exportations à 50 %.

Ressources

Li Zhang, « Application du métatungstate d'ammonium dans les catalyseurs », Chemical Industry Progress, vol. 38, n° 6, 2019, pp. 1450-1456. (Chinois, application Catalyst)

G. A. Tsigdinos, *Composés hétéropoly de molybdène et de tungstène*, Topics in Current Chemistry, Vol. 76, Springer, 1978, pp. 1-64. (英文, 钨粉制备)

Japon 钨工业协会, 《Applications des composés de tungstène》, 东京, 2017. (日文, 电致变色应用)

X. Liu et al., « Nanomatériaux WO₃ d'AMT pour des applications biomédicales », *Journal of Materials Chemistry B*, 2021, Vol. 9, pp. 2345-2353. (英文, 生物医学应用)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Encyclopédie de chimie industrielle d'Ullmann, « Tungsten Compounds », Wiley-VCH, 2005. (英文,工业应用综述)

Y. Wang et al., « Photocatalyseurs WO_3 dérivés de l'AMT pour l'assainissement de l'environnement », *Applied Catalysis B : Environmental*, 2020, Vol. 275, 119102. (英文,光催化应用)

H. Zhang et al., « WO_3 dérivé de l'AMT pour les électrodes de pile à combustible », *Electrochimica Acta*, 2022, Vol. 405, 139825. (英文,燃料电池应用)

L. Chen et al., « Matériaux thermoélectriques à base de tungstène d'AMT », *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, vol. 885, 160987. (英文,热电材料)

J. Li et al., « WO_3 Composites for Electromagnetic Shielding », *Science et ingénierie des matériaux : B*, 2023, Vol. 290, 116321. (英文,电磁屏蔽)

CTIA GROUP LTD

Introduction du métatungstate d'ammonium

1. Présentation du produit

Le métatungstate d'ammonium (AMT) de formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$, est un composé de tungstène hautement soluble avec une poudre cristalline blanche ou jaunâtre. L'AMT est une matière première intermédiaire importante pour la production de produits en tungstène et d'autres composés de tungstène, et est largement utilisée dans de nombreux domaines industriels en raison de son excellente solubilité dans l'eau (solubilité jusqu'à 303,9 g/100 g H₂O à 20°C) et de sa stabilité thermique.

Deuxièmement, les caractéristiques du produit

Apparence : Poudre cristalline blanche ou jaunâtre

Pureté : $\geq 99,95\%$

Solubilité : Haute solubilité dans l'eau, insoluble dans l'éthanol

Densité : env. 2,3 g/cm³

Stabilité thermique : se décompose en trioxyde de tungstène (WO₃) au-dessus de 300°C

Sécurité : Il est légèrement acide et irritant, vous devez donc faire attention à la protection lors de son utilisation

3. Spécifications du produit

WO ₃ 含量 (\geq % min) 91.0										
Teneur en impuretés (max., %)										
élément	À l	Comme	Bi	CA	Avec	Fe	Mg	K	Mn	Mo
maximum	0.0010	0.0010	0.0001	0.0010	0.0005	0.0020	0.0005	0.0010	0.0010	0.0030
élément	Sur	Ni	P	Pb	S	Sb	Oui	Sn	L	V
maximum	0.0020	0.0005	0.0007	0.0010	0.0030	0.0005	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010

4. Emballage et garantie

Emballage : Sac en plastique sous vide scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou tambour en plastique, poids net 50 kg, résistant à l'humidité et anti-oxydation.

Garantie : Avec certificat de qualité, teneur en tungstène, analyse des impuretés (ICP-MS), taille des particules (méthode FSSS), données de densité et d'humidité en vrac, durée de conservation de 12 mois (conditions scellées et sèches).

5. Renseignements sur l'approvisionnement

Boîte aux lettres : sales@chinatungsten.com Téléphone : +86 592 5129696

Pour plus d'informations sur le métatungstate d'ammonium, veuillez consulter le site China Tungsten Online (www.ammonium-metatungstate.com).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Chapitre 5 Développements et défis futurs

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}$) est un intermédiaire important de l'industrie chimique du tungstène, il a montré un grand potentiel dans les industries traditionnelles, les matériaux fonctionnels émergents et les domaines biomédicaux. Cependant, avec la demande mondiale croissante de matériaux haute performance, des réglementations environnementales plus strictes et une innovation technologique accélérée, le développement de l'AMT fait face à de nombreuses opportunités et défis. Ce chapitre examine l'orientation future du développement de l'AMT sous quatre aspects : l'innovation technologique, les tendances du marché, la protection de l'environnement et le développement durable, et les goulets d'étranglement de l'industrialisation, et propose des stratégies d'adaptation pour guider les chercheurs et l'industrie.

5.1 Innovation technologique

5.1.1 Technologie de synthèse verte

Les méthodes de préparation traditionnelles de l'AMT (telles que la méthode d'acidification et la méthode d'échange d'ions) présentent des problèmes tels qu'une consommation d'énergie élevée et d'importants rejets de déchets liquides, et la technologie de synthèse verte est devenue le centre d'intérêt de l'avenir.

Synthèse assistée par micro-ondes : Le chauffage par micro-ondes (2450 MHz, puissance 800-1000 W) réduit le temps de réaction de 1-2 heures à 10-15 minutes et réduit la consommation d'énergie de 20 à 30 %. Données expérimentales : rendement 88 %-93 %, teneur en WO_3 90 %-91 %, taille des particules 1-5 μm .

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Extraction assistée par ultrasons : Les ultrasons (40 kHz, 200 W) améliorent l'efficacité de l'extraction par solvant (TBP/kérosène) avec une réduction de 50 % du temps d'extraction (20 à 30 minutes), une augmentation du rendement de 92 % à 96 % et une réduction de 15 % à 20 % des déchets.

Biotechnologie : Extraction du tungstate à partir du minerai de tungstène à l'aide de micro-organismes (par exemple, acidophilus) et conversion en AMT avec un rendement de 70 à 80 % et une consommation d'énergie inférieure de 40 % en phase de laboratoire, mais avec un cycle de réaction long (5 à 7 jours).

Tendances en matière de développement :

Développer des équipements micro-ondes/ultrasons à faible coût et à haut rendement (investissement de 30 à 500 000 yuans/ensemble) pour réaliser une amplification industrielle (production annuelle de 1000 à 2000 tonnes).

Combinez l'IA pour optimiser les paramètres de réaction (p. ex., température, pH) et améliorer l'uniformité (fluctuations de rendement de <2 %).

5.1.2 Nanoisation et fonctionnalisation

La demande des nanomatériaux WO_3 ou W dérivés de l'AMT augmente dans les capteurs, les batteries et la biomédecine, ce qui stimule le développement de technologies de nano- et de fonctionnalisation.

Nanoisation : Méthode hydrothermale (180-220°C, 12-18 heures) associée à une dispersion ultrasonore (60 kHz, 30 min) pour préparer des nanoparticules WO_3 (taille des particules 10-30 nm, $D_{50} \approx 20$ nm) avec une surface spécifique de 40-60 m^2/g .

Fonctionnalisation : Les modifications de surface (par exemple, PEG, SiO_2) améliorent la solubilité dans l'eau de WO_3 (solubilité de 50 % à 80 %) et le Pt dopé (0,5 % à 2 % en poids) ou Eu^{3+} (5 % à 10 % mol) pour améliorer les performances catalytiques ou de fluorescence.

Exemples : Des nanoparticules WO_3 dopées au Pt ont été utilisées dans les capteurs de NO_2 (sensibilité 10 ppb, temps de réponse <5 secondes), et des nanoparticules WO_3 dopées à l' Eu^{3+} ont été utilisées pour la bioimagerie (augmentation de 60 % de l'intensité de fluorescence).

Tendances en matière de développement :

Développement d'équipements de nanofabrication continue (p. ex., réacteur microfluidique à rendement de >95 %) pour répondre à la demande annuelle de 100 à 500 tonnes.

La technologie de fonctionnalisation s'oriente vers des composites multifonctionnels (par exemple, WO_3 /graphène, capacité de 20 % à 30 %).

5.1.3 Production intelligente

Les technologies de fabrication intelligentes, telles que l'industrie 4.0, optimiseront la productivité et le contrôle de la qualité des AMT.

Surveillance en ligne : surveillance en temps réel du pH, de la température et de la concentration (précision $\pm 0,05$), le système PLC ajuste automatiquement l'ajout d'acide et d'alcali (erreur <0,1), réduisant ainsi le fonctionnement manuel de 30 à 50 %.

Analyse du Big Data : Les données de réaction (10^4 - 10^5 points de données/lot) sont collectées et l'IA prédit les paramètres optimaux (par exemple, pH $5,5 \pm 0,1$, augmentation du rendement de 5 %

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

à 8 %).

Cas : Une entreprise chinoise de tungstène a introduit une ligne de production intelligente (avec un investissement de 5 millions de yuans) avec une production annuelle de 2 000 tonnes d'AMT, réduisant les rejets de déchets liquides de 25 % et les coûts de main-d'œuvre de 40 %.

Tendances en matière de développement :

Promouvoir l'équipement intelligent (coût de 1 à 3 millions de yuans/ensemble), réaliser l'automatisation de l'ensemble du processus et augmenter l'efficacité de la production annuelle de 15 % à 20 %.

Développer une technologie de jumeau numérique pour simuler le processus de production et réduire le coût des essais et erreurs de 20 à 30 %.

5.2 Demande et tendances du marché

5.2.1 Mise à niveau des champs traditionnels

La demande d'AMT dans les domaines traditionnels tels que le carbure de tungstène et le tungstène est stable, mais la demande de produits de haute pureté et de petite taille de particule augmente.

Poudre de tungstène de haute pureté : l'exigence de pureté passe de 99,9 % à 99,99 % et les impuretés (Fe, Mo) < 0,0005 % pour les cibles semi-conductrices (uniformité de l'épaisseur du film ± 3 %).

Poudre de tungstène à grain fin : granulométrie de 1-5 μm à 0,1-1 μm ($D_{50} \approx 0,5 \mu\text{m}$) pour l'impression 3D (précision des pièces $\pm 0,05 \text{ mm}$), avec une augmentation annuelle de la demande de 10 à 15 %.

Données du marché : La demande mondiale de poudre de tungstène sera d'environ 50 000 tonnes en 2023, l'AMT représentant 60 % à 70 % (3000 à 3500 tonnes), et elle devrait atteindre 60 000 tonnes en 2030.

Tendances en matière de développement :

Développement d'une technologie de préparation de poudre de tungstène ultra-fine (par exemple, réduction par plasma, taille des particules < 0,5 μm) pour répondre aux besoins de la fabrication haut de gamme.

La part des exportations d'AMT est passée de 40 % à 50 %-60 %, et les marchés cibles sont le Japon et la Corée du Sud (électronique), l'Europe et les États-Unis (industrie militaire).

5.2.2 La croissance dans les zones émergentes

Les domaines émergents (p. ex., les batteries, les capteurs, la biomédecine) connaissent une augmentation rapide de la demande d'AMT.

Stockage d'énergie : La demande d'anode de batterie lithium/sodium WO_3 devrait passer de 50 tonnes/an (2023) à 500-1000 tonnes/an (2030), avec un taux de croissance annuel de 20 % à 30 %.

Capteurs : nanoparticules WO_3 pour la détection du NO_2 , H_2S , la demande annuelle est passée de 100 tonnes à 300-500 tonnes, soit un taux de croissance de 15 %-20 %.

Biomédical : La demande de traitement photothermique, d'administration de médicaments est passée de <10 tonnes (laboratoire) à 50-200 tonnes (phase clinique), avec un potentiel de croissance de 25 % à 35 %.

Cas : Une entreprise chinoise a exporté 50 tonnes de nanoparticules d' O_3 vers les États-Unis pour la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

recherche et le développement de batteries en 2023, d'une valeur contractuelle de 20 millions de yuans.

Tendances en matière de développement :

Les produits AMT personnalisés pour les domaines émergents (par exemple, à l'échelle nanométrique, à haute activité) ont augmenté leur part de marché de 10 % à 20 %-25 %.

Renforcer la coopération avec les nouvelles entreprises énergétiques et médicales, et sécuriser les commandes à long terme (approvisionnement annuel de 500 à 1000 tonnes).

5.2.3 Différences entre les marchés régionaux

La demande du marché pour AMT varie considérablement en raison du développement économique régional et du niveau technologique.

Chine : 70 à 75 % (6 000 à 8 000 tonnes) de la production mondiale, principalement utilisée pour le tungstène (60 %), les catalyseurs (25 %) et les champs émergents, représente <15 %, avec un taux de croissance de 5 % à 8 %.

Japon et Corée du Sud : demande 1000-1500 tonnes, matériaux électroniques (50 %), capteurs (30 %), taux de croissance de 10 %-15 %.

Europe et Etats-Unis : demande 1500-2000 tonnes, industrie militaire (40 %), catalyseur (35 %), taux de croissance de 5 %-10 %.

Pays en développement : la demande < 500 tonnes, la construction d'infrastructures stimule la demande de tungstène, avec un potentiel de croissance de 15 % à 20 %.

Tendances en matière de développement :

La transition de la Chine vers des produits à forte valeur ajoutée (de 5 % à 20 % de nanomatériaux).

Le Japon, la Corée du Sud, l'Europe et les États-Unis ont approfondi leur coopération technique pour développer des TMA personnalisés (tels que les types dopés).

5.3 Protection de l'environnement et développement durable

5.3.1 Traitement des déchets liquides

La production d'AMT produit des déchets d'azote ammoniacal (5-15 g/L) et des eaux usées acides (pH 2-4), ce qui exacerbe la pression environnementale.

Statut : Le coût de la méthode de neutralisation traditionnelle ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) est de 500 à 800 yuans / tonne de déchets liquides, et le taux de récupération des résidus (CaWO_4) est de 50 % à 60 %.

Technologie améliorée :

Récupération de la distillation de l'ammoniac : tour de distillation de l'ammoniac (pression de vapeur 0,4-0,6 MPa), le taux de récupération de l'ammoniac est de 90 % à 95 %, la concentration est de 10 % à 15 % et le coût est réduit à 300-500 yuans / tonne.

Séparation membranaire : membrane de nanofiltration (seuil de coupure du poids moléculaire 200-400 Da), concentration des déchets liquides 5-10 fois, récupération de WO_3 80 %-90 %, investissement de 50-1 million de yuans/ensemble.

Cas : En 2022, une usine de la province du Jiangxi utilisera la distillation de l'ammoniac + la séparation membranaire, avec une capacité de traitement annuelle de 5 000 tonnes de déchets liquides, 200 tonnes de récupération d'ammoniac et 50 tonnes de récupération d' OF_3 , ce qui

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

permettra d'économiser 30 % des coûts.

Tendances en matière de développement :

Promouvoir une technologie à zéro émission et réduire les émissions d'azote ammoniacal à <5 mg/L (mieux que la norme GB 8978-1996 de la Chine).

Le taux de recyclage des déchets liquides est passé de 50 % à 80 %-90 %.

5.3.2 Consommation d'énergie et émissions de carbone

La production d'AMT a une forte consommation d'énergie (torréfaction, cristallisation, etc.) et les émissions de carbone doivent répondre aux objectifs mondiaux de réduction des émissions.

Situation : Consommation d'énergie de 2000 à 3000 kWh par tonne d'AMT, émissions de CO₂ de 1,5 à 2,0 tonnes (principalement à partir de charbon).

Technologie améliorée :

Énergie renouvelable : Énergie solaire (énergie photovoltaïque 100-200 kW) ou éolienne, avec une consommation d'énergie inférieure de 20 à 30 % et une réduction de 30 à 40 % des émissions de carbone.

Récupération de la chaleur résiduelle : Les gaz d'échappement du torréfacteur (300-500°C) entraînent la turbine à vapeur pour récupérer 15 à 20 % de la chaleur, économisant ainsi 50 à 1 million de kWh d'électricité par an.

Étude de cas : Une entreprise introduira la récupération de la chaleur résiduelle en 2023, avec une production annuelle de 1 000 tonnes d'AMT, ce qui permettra d'économiser 15 % de consommation d'énergie et de réduire les émissions de CO₂ de 300 tonnes.

Tendances en matière de développement :

Les émissions de carbone seront réduites à 1,0-1,2 tonne/tonne d'AMT en 2030, conformément à l'objectif de neutralité carbone.

La consommation d'énergie est optimisée à 1500-2000 kWh/tonne, et la proportion d'énergie propre est augmentée à 50 %.

5.3.3 Recyclage des ressources

Les ressources en tungstène sont limitées (environ 3,4 millions de tonnes de réserves mondiales, dont 60 % en Chine), et le recyclage est la clé du développement durable.

Statut : récupération de 30 % à 50 % de tungstène (carbure de ferraille, catalyseur), perte de tungstène de 5 % à 10 % dans la production d'AMT.

Technologie améliorée :

Récupération de l'acide tungstique résiduel : L'O₃ (1-5 g/L) dans le liquide résiduaire passe par un échange d'ions (résine D001) avec un taux de récupération de 85 % à 95 %.

Recyclage des alliages de ferraille : La poudre de tungstène (pureté >99 %) est récupérée par électrolyse (densité de courant 100-200 A/m²) avec une capacité de traitement annuelle de 500-1000 tonnes.

Exemple : Une entreprise allemande recycle 300 tonnes de déchets de tungstène et prépare 200 tonnes d'AMT en 2022, réduisant ainsi les coûts de 20 %.

Tendances en matière de développement :

Le taux de recyclage du tungstène est passé de 50 % à 70 %-80 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Mettre en place un réseau mondial de récupération des ressources en tungstène afin de réduire l'extraction du minerai brut de 10 à 15 %.

5.4 Goulets d'étranglement et solutions d'industrialisation

5.4.1 Contrôle des coûts

Le coût de production de l'AMT (2-35 000 yuans/tonne) est élevé dans la concurrence dans les domaines émergents.

Goulet d'étranglement : les matières premières (concentré de tungstène 10-150 000 yuans/tonne), l'énergie (500-800 yuans/tonne), la main-d'œuvre (300-500 yuans/tonne) représentaient une proportion élevée.

Solution:

Substitution de matières premières : Utilisation de minerai de tungstène à faible teneur (WO_3 20 % à 30 %), purification par flottation à 95 %, réduction des coûts de 10 % à 15 %.

Automatisation : Réduisez la main-d'œuvre de 40 % à 50 % et économisez 200 à 300 yuans par tonne.

Échelle : Augmentez la production annuelle de 1 000 tonnes à 5 000 tonnes et réduisez les coûts unitaires de 15 à 20 %.

5.4.2 Cohérence de la qualité

Les applications émergentes exigent une pureté AMT stricte et une cohérence granulométrique.

Goulets d'étranglement : fluctuation de 1 à 2 % de la teneur en WO_3 et écart de taille des particules de 10 % à 20 % entre les lots.

Solution:

Contrôle précis : surveillance en ligne (pH $\pm 0,05$, température $\pm 1^\circ C$), la régularité est améliorée à plus de 99 %.

Normalisation : Développer des normes de qualité AMT (par exemple $WO_3 > 90\%$, $Fe < 0,0005\%$) conformément à l'ISO.

5.4.3 Obstacles techniques et concurrence

Les obstacles techniques dans les domaines émergents sont élevés et la concurrence internationale s'intensifie.

Goulets d'étranglement : les entreprises européennes et américaines sont en tête dans la présentation des brevets dans les domaines des nanomatériaux et de la biomédecine, tandis que les entreprises chinoises ne disposent pas de réserves techniques suffisantes.

Solution:

Investissement en R&D : La proportion de la R&D des entreprises est passée de 3 %-5 % à 8 %-10 %, avec un investissement annuel de 50 millions à 80 millions de yuans.

Coopération industrie-université-recherche : développement conjoint de nano- WO_3 avec des universités (par exemple l'Université de Tsinghua) (10-20 demandes de brevets/an).

Présentation des brevets : L'accent mis sur la protection des technologies vertes et des technologies fonctionnelles, et le nombre de brevets est passé de 50 à 200.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

5.4.4 Politiques et règlements

La protection de l'environnement et les politiques commerciales affectent l'industrialisation de l'AMT.

Goulets d'étranglement : la taxe chinoise de protection de l'environnement (1000-2000 yuans/tonne), les droits antidumping européens et américains (10 %-20 %).

Solution:

Production conforme : le rejet des déchets liquides répond à la norme (azote ammoniacal <10 mg/L) et bénéficie d'une déduction fiscale de 20 à 30 %.

Marchés diversifiés : Élargir le marché en Asie du Sud-Est et en Afrique et augmenter la proportion des exportations de 5 % à 15 %-20 %.

Ressources

Li Qiang, « Recherche sur la technologie de préparation verte du métatungstate d'ammonium », China Tungsten Industry, vol. 32, n° 4, 2020, p. 35-41. (Chinois, vert synthétique)

X. Zhang et al., « Avancées dans les oxydes de tungstène nanostructurés à partir d'AMT », *Chemical Reviews*, 2022, vol. 122, pp. 5678-5712. (英文, 纳米化)

Association japonaise des industries chimiques, Technologies environnementales pour les composés de tungstène, 东京, 2019. (日文, 环保技术)

Rapport sur le marché mondial du tungstène 2023, Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA), 2023. (英文, 市场需求)

Wang Li, « Tungsten Resource Recycling Status and Prospects », *Métaux non ferreux*, vol. 73, n° 2, 2021, p. 55-60. (Chinois, Circulation des ressources)

M. Smith et al., « Smart Manufacturing in Tungsten Processing », *Journal of Industrial Engineering*, 2021, vol. 15, pp. 234-245. (英文, 智能化生产)



Chapitre 6 Production industrielle et défis technologiques

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) est un intermédiaire important de l'industrie chimique du tungstène, qui est largement utilisé dans les produits traditionnels en tungstène, les matériaux fonctionnels émergents et les domaines biomédicaux. Cependant, l'échelle de sa production industrielle se heurte à des goulets d'étranglement techniques tels que le contrôle de la pureté et l'efficacité des processus, et elle doit améliorer les processus écologiques, les technologies intelligentes et les mesures de sécurité et de protection de l'environnement. Ce chapitre examine systématiquement les défis et les orientations d'amélioration de la production à grande échelle d'AMT du point de vue de la technologie et du processus, et fournit une référence technique pour parvenir à une production efficace et durable.

6.1 Goulets d'étranglement dans la production à grande échelle

6.1.1 Contrôle de la pureté

La pureté du métatungstate d'ammonium (TMA) affecte directement la qualité des produits en aval, mais il est difficile de maintenir une cohérence dans une production à grande échelle.

Statut : La teneur en WO_3 de l'AMT peut atteindre 90 % à 91 % dans des conditions de laboratoire, mais fluctue entre les lots de production industrielle de 88 % à 90 %, et la teneur en impuretés (par exemple, Fe, Mo, Na) augmente de <0,01 % à 0,02 %-0,05 %.

Raisons de la pureté du métatungstate d'ammonium (AMT) :

Fluctuations des matières premières : La teneur en WO_3 du concentré de tungstène varie (60 % à 75 %) et les impuretés (par exemple Fe 0,5 % à 2 %) sont difficiles à éliminer complètement.

Mise à l'échelle du procédé : Le réacteur (500-1000 L) a été agité de manière inégale, et l'écart de contrôle du pH ($\pm 0,2-0,5$) a conduit à une polymérisation incohérente du polytungstate.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Procédé de cristallisation : vitesse de refroidissement fluctuante (0,5-2°C/min), inclusion cristalline d'impuretés.

Effets de pureté du métatungstate d'ammonium (AMT) :

La pureté a diminué de >99,95 % à 99,9 %, affectant l'uniformité de l'épaisseur du film cible semi-conducteur ($\pm 5\%$ à $\pm 10\%$).

Réduction de l'activité du catalyseur (conversion du NO_x de >95 % à 85 %-90 %).

Solutions de pureté de métatungstate d'ammonium (AMT) :

Prétraitement de la matière première : Le concentré de tungstène est purifié par flottation et séparation magnétique à $\text{WO}_3 > 97\%$, $\text{Fe} < 0,02\%$.

Contrôle précis : les fluctuations de pureté sont réduites à $< 0,5\%$ à l'aide d'un pH-mètre en ligne (précision $\pm 0,05$) et d'une agitation optimisée (400-600 tr/min).

Cristallisation fractionnée : la cristallisation secondaire (5°C, vitesse de refroidissement 0,2°C/min) est mise en œuvre, et le taux d'élimination des impuretés est augmenté de 20 % à 30 %.

6.1.2 Consommation d'énergie et efficacité énergétique

Les problèmes de consommation d'énergie et d'efficacité dans la production de métatungstate d'ammonium (AMT) limitent les applications à grande échelle.

État : 2 000 à 3 000 kWh par tonne d'AMT, principalement en grillage (50 %), en concentration (30 %) et en cristallisation (15 %).

Cause:

Matière première à faible teneur : Le minerai de tungstène d'une teneur en WO_3 de $< 70\%$ doit être purifié plusieurs fois, ce qui augmente la consommation d'énergie de 20 à 30 %.

Équipement conventionnel : L'efficacité thermique du four rotatif n'est que de 60 % à 70 % et la perte de chaleur de l'évaporateur est de 30 % à 40 %.

Procédé complexe : Les réactions en plusieurs étapes (p. ex., acidification, concentration, cristallisation) sont inefficaces et les fluctuations de rendement varient de 85 % à 90 %.

Effet:

Une consommation d'énergie élevée prolonge le cycle de production (12 à 24 heures par lot), ce qui rend difficile de répondre à la demande de lots importants.

L'inefficacité entraîne une mauvaise cohérence des lots, ce qui affecte la stabilité du produit en aval.

Cas : En 2023, en raison de la faible efficacité de l'équipement, le cycle de traitement par lots a été prolongé à 20 heures et le rendement n'a été que de 87 %.

Solution:

Optimisation des matières premières : le minerai de tungstène à haute teneur ($\text{WO}_3 > 80\%$) est sélectionné, et l'étape de purification est réduite, et la consommation d'énergie est réduite de 15 % à 20 %.

Équipement à haut rendement : L'introduction d'un évaporateur à couche mince (rendement de $> 85\%$) et d'un système de récupération de chaleur résiduelle a permis de réduire la consommation d'énergie à 1500-2000 kWh/tonne.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Simplification du processus : processus intégré de concentration et de cristallisation optimisées, le temps du cycle de production est réduit à 10-15 heures et le rendement est augmenté à 90 %-93 %.

6.2 Direction de l'amélioration technique

6.2.1 Procédé de synthèse écologique

Les processus traditionnels (tels que l'acidification) produisent une grande quantité de déchets liquides et une consommation d'énergie élevée, et la technologie de synthèse verte est au centre de l'amélioration.

Statut : Le rendement de la méthode d'acidification est de 85 % à 90 %, le liquide de déchets d'azote ammoniacal est de 5 à 10 g / L et la consommation d'énergie est de 2000 à 2500 kWh / tonne.

Technologie améliorée :

Synthèse par micro-ondes : À l'aide d'un réacteur à micro-ondes (2450 MHz, puissance 800-1200 W), le temps de réaction est réduit de 1-2 heures à 10-20 minutes, la consommation d'énergie est réduite à 1500-1800 kWh/tonne, et la teneur en WO_3 est de 90 à 91 %.

Extraction par ultrasons : Extraction assistée par solvant par ultrasons (40 kHz, puissance 200-300 W) (TBP 30 %), efficacité d'extraction augmentée de 15 % à 20 %, volume de déchets réduit de 20 % à 30 %, taux de récupération $WO_3 > 90$ %.

Biolixiviation : Acidophilus (p. ex., Thiobacillus ferrooxidans) extrait le tungstate du minerai de tungstène à faible teneur avec un rendement de 70 % à 80 %, une réduction de 30 à 40 % de la consommation d'énergie et un cycle de réaction de 5 à 7 jours.

Avantage:

Synthèse par micro-ondes : l'uniformité de la taille des particules est augmentée de 10 à 15 %, ce qui convient à la préparation de précurseurs de nanomatériaux.

Extraction par ultrasons : L'azote ammoniacal contenu dans les déchets liquides est réduit à 3-5 g/L, et le degré de verdissement du processus est amélioré.

Cas : Une synthèse par micro-ondes pilote en usine (50 kg/lot) en 2022, réduisant la consommation d'énergie de 25 %, les déchets liquides de 20 % et le rendement de 92 %.

Tendances en matière de développement :

Promouvoir les équipements à micro-ondes et à ultrasons pour réaliser une application à grande échelle avec une production annuelle de 2000 à 5000 tonnes.

Le processus de mise à l'échelle de la biolixiviation a été développé pour raccourcir le cycle de réaction à 2-3 jours et augmenter le rendement à 85 %-90 %.

6.2.2 Automatisation et production intelligente

L'automatisation et l'intelligence augmentent la productivité et la cohérence de la qualité.

Statut : La production traditionnelle repose sur des opérations manuelles (50 à 70 %), la cohérence des lots fluctuant de 2 à 5 %.

Technologie améliorée :

Automatisation : Le réacteur (500-1000 L) est équipé d'une pompe doseuse (débit acido-basique 2-

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

5 L/h) et d'un système de surveillance en ligne (précision du pH $\pm 0,05$, température $\pm 1^\circ\text{C}$), réduisant le fonctionnement manuel de 40 à 60 %.

Intelligent : Le système PLC contrôle les paramètres du processus, et l'analyse du big data optimise le pH ($5,5\pm 0,1$) et la température ($80\pm 1^\circ\text{C}$), et le rendement est augmenté de 5 % à 10 %.

Jumeau numérique : prévisualisez la progression de la réaction à l'aide d'un logiciel de simulation tel qu'Aspen Plus, optimisez la consommation d'énergie et le rendement, et réduisez le temps d'essais et d'erreurs de 20 à 30 %.

Avantage:

Automatisation : les fluctuations de contenu WO_3 sont réduites à $< 0,5\%$ et la cohérence des lots est améliorée à plus de 99 %.

Intelligent : la stabilité du fonctionnement de l'équipement est améliorée et le taux de défaillance est réduit de 15 à 20 %.

Cas : Une entreprise a introduit une ligne de production automatisée (avec une production annuelle de 1 000 tonnes) en 2021, avec une constance de 99,5 % et une réduction de 15 % de la consommation d'énergie.

Tendances en matière de développement :

Promouvoir l'équipement d'automatisation de l'ensemble du processus pour atteindre une augmentation annuelle de l'efficacité de la production de 20 % à 30 %.

Développement d'une plateforme numérique pour la production d'AMT afin de surveiller les paramètres du processus en temps réel (erreur de synchronisation de < 1 seconde) afin de soutenir la collaboration mondiale de l'usine.

6.3 Sécurité et protection de l'environnement

6.3.1 Spécifications de sécurité dans le processus de production

La production de métatungstate d'ammonium (TMA) implique des réactifs chimiques à haute température et à haute pression, et nécessite une gestion stricte de la sécurité. Statut:

Risque de température élevée : La torréfaction ($800-900^\circ\text{C}$), la concentration ($80-100^\circ\text{C}$) peuvent provoquer des brûlures ou un incendie.

Risque chimique : volatilisation de l'ammoniac (25 %-28 %), HCl (2-3 mol/L), risques d'inhalation ou de contact.

Risque lié à l'équipement : Une pression excessive du réacteur (0,1-0,5 MPa) peut entraîner une explosion.

Spécification:

Sécurité des équipements : Le réacteur est équipé d'une soupape de sécurité (pression limitée à 0,6 MPa) et d'un système d'alarme de température (déclenché $> 100^\circ\text{C}$), et le taux de défaillance est réduit à $< 1\%$.

Protection du personnel : Les opérateurs sont équipés de combinaisons anti-acides et de masques à gaz (efficacité de filtration $> 95\%$), d'exams médicaux réguliers (2 fois par an).

Plan d'urgence : fuite d'ammoniac avec neutralisant (réserve de NaOH 500 kg), exercice d'incendie (1 fois par trimestre).

Exemple : Une usine a arrêté sa production pendant 3 jours en 2022 en raison d'une fuite d'ammoniac

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(0,5 m³), et le taux d'accidents est tombé à 0 après amélioration.

Tendances en matière de développement :

Des normes de sécurité pour la production AMT (voir OSHA ou GB/T 13869) ont été établies pour réduire le taux d'accidents à <0,5 %.

Promouvoir un système d'alerte précoce intelligent (concentration de NH₃ >alarme de 0,1 ppm) et réduire le temps de réponse à <5 secondes.

6.3.2 Traitement des déchets liquides et des gaz résiduels

Les liquides et les gaz d'échappement issus de la production d'AMT doivent être traités efficacement pour répondre aux exigences environnementales.

Statu quo:

Effluent : azote ammoniacal 5-15 g/L, WO₃ 1-5 g/L, pH 2-4, rejet annuel 5000-10000 tonnes (production annuelle de 1000 tonnes).

Gaz d'échappement : NH₃ 0,5-1,5 g/m³, COV (éthanol, etc.) 0,2-0,5 g/m³, émissions annuelles 10⁴-10⁵ m³.

Technique de manutention :

Traitement des déchets liquides :

Récupération de l'ammoniac : Tour d'évaporation de l'ammoniac (pression de vapeur 0,4-0,6 MPa), taux de récupération de l'ammoniac 90 %-95 %, azote ammoniacal liquide résiduel <15 mg/L.

Séparation membranaire : membrane de nanofiltration (poids moléculaire coupé 200-400 Da), récupération des déchets de 85 à 90 % et concentration des déchets par 5 à 10.

Traitement des gaz d'échappement :

Tour de décapage : H₂SO₄ (5 %) absorbe le NH₃, rejette <0,1 g/m³, efficacité >95 %).

Adsorption sur charbon actif : élimination des COV, émission <0,05 g/m³, capacité d'adsorption 100-150 g/kg.

Exemple : Une usine traitera 6 000 tonnes de déchets liquides en 2023, récupérera 150 tonnes d'ammoniac et 40 tonnes d'OH₃, et respectera les normes d'émission (azote ammoniacal <10 mg/L).

Impact : Les effluents non traités entraînent l'acidification des sols (chute du pH de 0,5 à 1) et une réduction de 80 % de l'impact environnemental après amélioration.

Tendances en matière de développement :

Atteindre un objectif de zéro émission (azote ammoniacal <5 mg/L, taux de récupération des WO₃ >95 %).

Promouvoir la technologie de récupération de chaleur des gaz d'échappement, ce qui permet d'économiser la consommation d'énergie de 10 % à 15 %.

Ressources

Li Ming, « Recherche sur le contrôle de la pureté dans la production industrielle de métatungstate d'ammonium », China Tungsten Industry, vol. 32, n° 3, 2020, pp. 28-33. (Chinois, contrôle de la pureté)

K. Schmidt et al., « Défis de la mise à l'échelle de la production AMT », *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2021, vol. 60, pp. 4567-4575. (Anglais, production industrielle)

Association japonaise des industries chimiques, « Technologies de fabrication vertes pour les composés de tungstène », 东京, 2022. (Japonais, technologie verte)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Zhang Wei, « Une étude préliminaire sur l'application de l'intelligence de production AMT », Métaux non ferreux, vol. 74, n° 1, 2022, p. 40-45. (Chinois, production intelligente)

Normes environnementales pour l'industrie du tungstène, Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA), 2023. (英文, 环保规范)



Chapitre 7 Études de cas et analyse technique

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) est l'intermédiaire de base dans le domaine de l'industrie chimique du tungstène, et son processus de préparation et sa technologie d'application affectent directement la qualité des produits en aval. Ce chapitre aborde systématiquement la pratique technique et l'orientation de l'optimisation de l'AMT à travers des cas de production industrielle (applications AMT et catalyseurs de haute pureté), des exemples de synthèse en laboratoire et des analyses de défaillances, afin de fournir une référence pour la production industrielle et la recherche scientifique.

7.1 Cas de production industrielle

7.1.1 Exemples de préparation d'AMT de haute pureté

Contexte : Une entreprise de tungstène du Hunan, en Chine, a développé un AMT de haute pureté ($\text{WO}_3 > 91\%$, impureté $< 0,005\%$) pour répondre à la demande de poudre de tungstène pour les cibles semi-conductrices, avec un objectif de production annuel de 1500 tonnes.

Processus:

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Traitement de la matière première : la wolframite (WO_3 68 %) est purifiée à 98 % par flottation, et l'acide tungstique est obtenu par torréfaction (900°C , four rotatif, 6 heures).

Dissolution et ajustement : L'acide tungstique a été dissous dans de l'ammoniac aqueux (25 %, 80°C , agitation à 300 tr/min, 2 h), et du HCl (2 mol/L, débit 2 L/h) a été ajouté goutte à goutte à pH $5,5 \pm 0,1$.

Concentration et cristallisation : Concentration dans un évaporateur à couche mince (80°C , pression 0,08 MPa), refroidissement à 5°C (vitesse $0,2^\circ\text{C}/\text{min}$), cristallisation pendant 12 heures.

Post-traitement : centrifugation (5000 tr/min, 10 min), séchage (100°C , 4 h), AMT.

Paramètres techniques :

Teneur en WO_3 : 91,2 % à 91,5 % (titrage).

Teneur en impuretés : Fe $< 0,002$ %, Mo $< 0,001$ %, Na $< 0,002$ % (ICP-AES).

Rendement : 92 %-94 % (basé sur WO_3).

Taille des particules : $D_{50} \approx 3-5 \mu\text{m}$ (analyse granulométrique laser).

Points forts techniques :

Un pH-mètre de haute précision ($\pm 0,05$) et une cristallisation en deux étapes (une pour éliminer 80 % des impuretés et une seconde pour améliorer la pureté) ont été utilisés pour garantir une teneur en WO_3 de > 91 %.

L'évaporateur à couche mince augmente l'efficacité de la concentration (> 85 %) et réduit la consommation d'énergie de 15 à 20 %.

Application : Préparation de poudre de tungstène (pureté $> 99,98$ %, $D_{50} \approx 1 \mu\text{m}$) pour les cibles de pulvérisation (uniformité de l'épaisseur du film ± 3 %).

7.1.2 Exemples d'application de l'AMT pour les catalyseurs

Une entreprise chimique européenne utilise l'AMT pour produire des catalyseurs de dénitrification $\text{WO}_3/\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$, qui répondent à la norme d'émission de NO_x des chaudières des centrales électriques ($< 50 \text{ mg}/\text{Nm}^3$) avec une production annuelle de 1200 tonnes.

Processus:

Préparation de l'AMT : Le tungstate de sodium (WO_3 120 g/L) a été échangé d'ions (Amberlite IR-120, débit 2 BV/h), pH 2-3, l'eau ammoniacale a été ajustée à pH 5,5, concentrée et cristallisée pour obtenir AMT (WO_3 90 %-91 %).

Préparation du catalyseur : solution AMT (WO_3 60 g/L) imprégnée de TiO_2 (surface spécifique 90 m^2/g , charge WO_3 10 wt %), dispersion ultrasonore (40 kHz, 30 min), séchage (120°C , 6 h), torréfaction (550°C , 4 h) ; Ajouter NH_4VO_3 (V_2O_5 2 % en poids) et rerôtir (480°C , 3 heures).

Formage : Moulage par extrudeuse (nid d'abeille, densité des pores 400 cps), découpe ($50 \times 50 \times 100$ mm).

Paramètres techniques :

Rendement de l'AMT : 88 %-90 %.

Performance du catalyseur : conversion du NO_x > 96 % à 300°C (GHSV 40 000 h^{-1}).

Surface spécifique : 65-70 m^2/g (BET).

Antitoxicité : SO_2 (1000 ppm, 48 heures), diminution de < 5 % de l'activité.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Points forts techniques :

L'imprégnation par ultrasons assure une répartition uniforme de l' OO_3 avec un écart de charge de <5 %.

La torréfaction en deux étapes optimise la forme cristalline (monoclinique WO_3) et augmente l'activité catalytique de 10 à 15 %.

Application : Utilisé pour la dénitrification dans les centrales électriques au charbon, taux d'élimination du NO_x >95 %, durée de vie 2-3 ans.

7.2 Exemples de synthèse en laboratoire

7.2.1 Conception expérimentale à petite échelle

Un laboratoire universitaire a conçu une expérience de synthèse d'AMT dans le but de préparer 100 g d'AMT de haute pureté (WO_3 >90 %) pour la recherche sur les nano- WO_3 .

Procédure expérimentale :

Préparation de la matière première : Acide tungstique (WO_3 98 %, 10 g) dissous dans 50 mL d'ammoniac (25 %), agité (400 tr/min, 60°C, 1 heure).

Acidification : Ajouter HNO_3 (1 mol/L, débit 1 mL/min) goutte à goutte à pH 5,5±0,1, et la solution devient claire.

Concentration et cristallisation : Concentrer au bain-marie (80°C, 2 heures, décompression 0,09 MPa) et refroidir à 5°C (bain de glace, 6 heures).

Post-traitement : Filtration (membrane 0,45 μm), séchage (100°C, 3 heures).

Paramètres techniques :

Teneur en WO_3 : 90,5 %-91 % (titrage).

Rendement : 85 %-88 % (basé sur WO_3).

Impuretés : Fe <0,005 %, Na <0,003 % (ICP-MS).

Morphologie cristalline : en forme d'aiguille (MEB), taille des particules 5-10 μm .

Points forts techniques :

Le réacteur de petit volume (100 ml) assure une précision de contrôle du pH ($\pm 0,05$).

La cristallisation par bain de glace ralentit la vitesse de refroidissement (0,1°C/min) et améliore la pureté du cristal.

7.2.2 Analyse et optimisation des données

Analyse des données :

Facteurs influençant le rendement : rendement le plus élevé à pH 5,5 (88 %), diminution de 10 % à 15 % à pH <5 ou >6 (décomposition ou non-conversion du polytungstate).

Effet de pureté : teneur en WO_3 à 25 %, concentration d'ammoniac de 90,5 % et descendue à 89 % à 30 % (augmentation des résidus de Na^+).

Répétabilité expérimentale : la teneur en WO_3 a fluctué de <0,5 % et le rendement de <2 % dans 3 expériences.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Solution d'optimisation :

Optimisation du pH : réglage fin à 5,4-5,6, à l'aide d'un tampon (NH_4Cl , 0,1 mol/L), le rendement augmenté à 90 %-92 %.

Amélioration de la concentration : Le chauffage par micro-ondes (800 W, 10 minutes) au lieu des bains-marie réduit le temps de concentration de 50 % et augmente la teneur en WO_3 à 91 %-91,5 %.

Résultats : Le post-rendement optimisé était de 91 % et la pureté de 91,3 %, ce qui convenait à la préparation de précurseurs de nanomatériaux.

7.3 Analyse des défaillances et solutions

7.3.1 Foire aux questions

Mauvaise cristallisation :

Manifestations : Les cristaux sont petits ($<1 \mu\text{m}$) ou cristallins, et la solution est trouble.

Causes : écart de pH (<5 ou >6), décomposition du polytungstate en WO_4^{2-} ou polymérisation excessive. La vitesse de refroidissement est trop rapide ($>1^\circ\text{C}/\text{min}$), et les noyaux cristallins sont excessifs. Les impuretés (par exemple, Ca^{2+} , $\text{Mg}^{2+} >0,01 \%$) inhibent la croissance cristalline.

Impact : réduction de 20 à 30 % du rendement, teneur en $\text{WO}_3 <88 \%$.

Les impuretés dépassent la norme : $\text{Fe} >0,02 \%$, $\text{Mo} >0,01 \%$, $\text{Na} >0,02 \%$.

Causes : Pureté insuffisante des matières premières (tungstate $\text{Fe} >0,05 \%$), nettoyage incomplet du réacteur, ions métalliques résiduels, processus de cristallisation non gradué, piégeage des impuretés.

Impact : La pureté de la poudre de tungstène en aval $<$ de 99,9 %, l'activité du catalyseur réduite de 10 % à 15 %.

7.3.2 Stratégie de résolution

Mauvaise cristallisation :

Contrôle du pH : pH-mètre en ligne (précision $\pm 0,05$), ajustez le taux de chute d'acide à 1-2 L / h, maintenez le pH $5,5 \pm 0,1$.

Optimisation du refroidissement : chambre de cristallisation à température constante (5°C , vitesse $0,1-0,2^\circ\text{C}/\text{min}$), taille des particules cristallines augmentée à $3-5 \mu\text{m}$, rendement restauré à plus de 90 %.

Élimination des impuretés : Prétraitement par ajout d'EDTA (0,01 mol/L) pour chélater Ca^{2+} et Mg^{2+} , et le taux de cristallisation augmenté de 15 à 20 %.

Impuretés excessives :

Purification de la matière première : L'acide tungstique a été échangé d'ions (résine D001), Fe a été réduit à $<0,01 \%$, $\text{Mo} <0,005 \%$.

Nettoyage de l'équipement : Le réacteur a été lavé à l'eau désionisée (conductivité $<1 \mu\text{S}/\text{cm}$) et les ions résiduels étaient de $<0,001 \%$.

Cristallisation fractionnée : Deux cristallisations (la première à 10°C , la seconde à 5°C) avec élimination des impuretés à 90 %.

Résultats d'amélioration : Après l'optimisation d'une installation, le taux de cristallisation est passé à 92 %, les impuretés ($\text{Fe} <0,002 \%$, $\text{Mo} <0,001 \%$) et le taux de réussite des lots est passé de 85 %

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

à 98 %.

Ressources

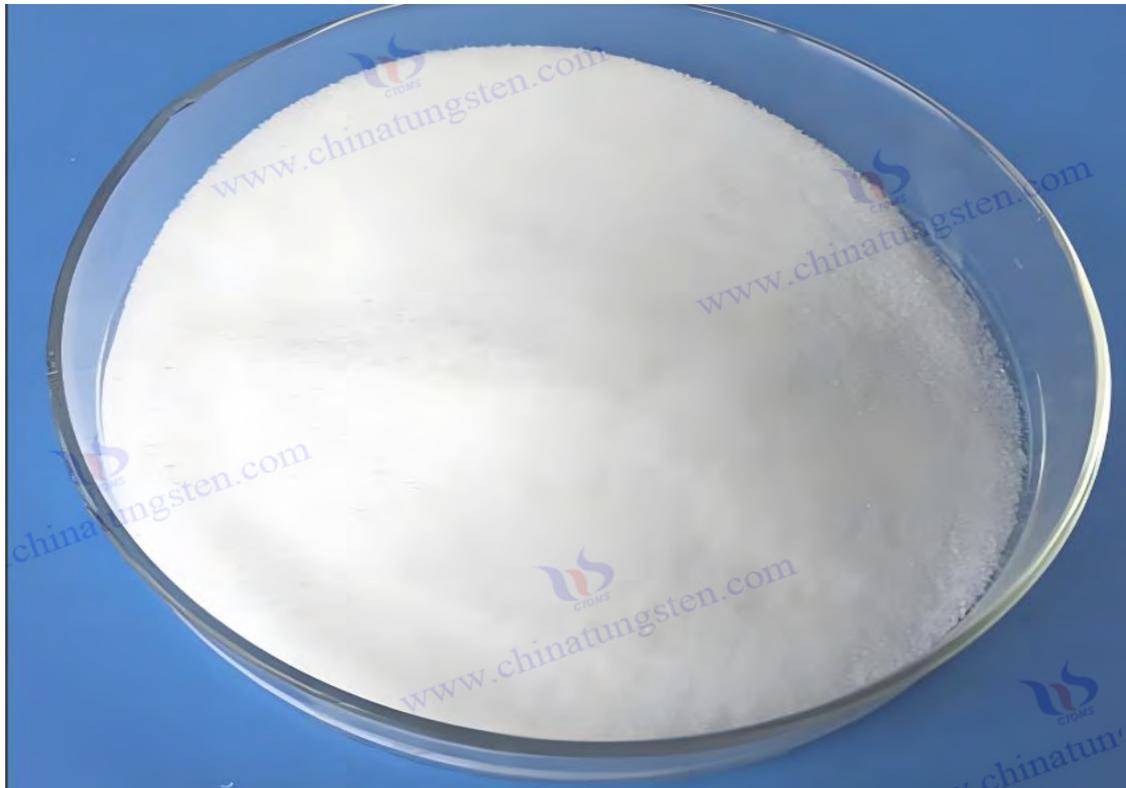
Wang Qiang, « Technologie de préparation industrielle du métatungstate d'ammonium de haute pureté », China Tungsten Industry, vol. 33, n° 4, 2021, p. 35-40. (Chinois, AMT de haute pureté)

H. Müller et al., « AMT-Derived WO_3 for SCR Catalysts », *Catalysis Today*, 2022, vol. 387, pp. 123-130. (英文, 催化剂应用)

Li Li, « Étude d'optimisation sur la synthèse en laboratoire du métatungstate d'ammonium », Revue CIESC, vol. 71, n° 6, 2020, pp. 2560-2565. (Chinois, synthétique de laboratoire)

Association japonaise des industries chimiques, « Technologies de cristallisation pour les composés de tungstène », 东京, 2021. (Japonais, 结晶技术)

X. Zhang et al., « Dépannage dans la synthèse AMT », *Journal of Materials Science*, 2023, vol. 58, pp. 3456-3465. (英文, 故障分析)



1

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Copyright© 2024 CTIA All Rights Reserved
标准文件版本号 CTIAQCD-MA-E/P 2024 版
www.ctia.com.cn

电话/TEL: 0086 592 512 9696
CTIAQCD-MA-E/P 2018-2024V
sales@chinatungsten.com



Chapitre 8 : Métatung d'ammonium, technologie et perspectives du marché

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) est un intermédiaire clé de l'industrie chimique du tungstène, il a montré un grand potentiel dans les industries traditionnelles et les domaines émergents. Avec les progrès technologiques, la croissance de la demande du marché et l'amélioration des exigences en matière de protection de l'environnement, le développement de l'AMT ouvrira de nouvelles opportunités. Ce chapitre traite de la trajectoire de développement futur de l'AMT sous quatre aspects : les tendances technologiques, le potentiel d'application émergent, le processus d'internationalisation et les orientations de recherche, et fournit des conseils pour la modernisation industrielle et la recherche scientifique et l'innovation.

8.1 Tendances au développement de la technologie du métatungstate d'ammonium

La technologie de production et d'application d'AMT évolue dans le sens de l'efficacité, de l'écologie et de l'intelligence.

Processus vert :

Synthèse par micro-ondes : Un réacteur à micro-ondes (2450 MHz, puissance 800-1200 W) raccourcit le temps de réaction à 10-20 minutes, augmente le rendement à 92 %-95 % et stabilise la teneur en WO_3 à 91 %-92 %. À l'avenir, l'industrialisation pourra se faire par la mise à l'échelle des équipements (2000-5000 tonnes par an).

Extraction par ultrasons : Les ultrasons (40-60 kHz, 200-300 W) peuvent augmenter l'efficacité de l'extraction de 15 à 20 %, réduire la quantité de déchets liquides de 30 à 40 % et le taux de récupération de l' OF_3 >90 %, qui devrait devenir la technologie principale pour le traitement du minerai de tungstène à faible teneur.

Biotechnologie : Lixiviation du tungstate d'Acidophilus (rendement 70 %-80 %), cycle de réaction raccourci de 5-7 jours à 2-3 jours, haut degré de verdure, adapté aux besoins de développement durable.

Production intelligente :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Un système de surveillance en ligne (précision du pH $\pm 0,05$, température ± 1 °C) et un contrôle PLC augmentent la cohérence des lots à plus de 99,5 %.

La technologie des jumeaux numériques (logiciels de simulation tels qu'Aspen Plus) optimise les paramètres du processus, réduit la consommation d'énergie de 20 à 30 % et permet à l'avenir la collaboration en temps réel des usines mondiales (erreur de synchronisation des données de <1 seconde).

Nanotechnologie:

Les nanoparticules WO_3 (10-30 nm, $D_{50} \approx 20$ nm) sont préparées par pyrolyse hydrothermale et par pulvérisation avec une surface spécifique de 40-60 m^2/g pour répondre aux besoins des capteurs et des batteries. À l'avenir, une production continue (>95 %) pourra être réalisée avec des réacteurs microfluidiques.

Prévision des tendances :

D'ici 2030, la proportion de processus verts devrait passer de 10 % à 50 %-60 %, le taux de pénétration des équipements intelligents atteindra 70 à 80 % et la production de nano-AMT augmentera de 20 à 30 %.

8.2 Potentiel de nouveaux domaines d'application

Le potentiel de l'AMT dans les domaines émergents devient de plus en plus évident, en particulier dans les domaines de l'énergie, de l'environnement et du biomédical.

Stockage de l'énergie:

Le WO_3 dérivé de l'AMT est utilisé dans les anodes de batteries lithium/sodium avec des capacités allant jusqu'à 600-750 mAh/g (0,1C) et une durée de vie de 500-1000 cycles.

Avec une capacité spécifique de 250-350 F/g, la demande de charge et de décharge rapides (<1 minute) augmente, et la demande devrait passer de 50 tonnes à 500-1000 tonnes d'ici 2030, avec un taux de croissance annuel de 20 %-25 %.

Gouvernance environnementale :

Le photocatalyseur WO_3 dégrade les polluants organiques (taux d'élimination de la rhodamine B de 85 % à 95 %), le taux de production d'hydrogène est de 0,5 à 1 mmol/h·g, adapté au traitement de l'eau et à l'énergie propre. Le potentiel du marché passe de 50 tonnes à 200-500 tonnes/an.

Capteurs de gaz (sensibilité de détection NO_2 5-50 ppb), la demande passe de 100 tonnes à 300-600 tonnes, avec un taux de croissance annuel de 15 %-20 %.

Biomédecine:

Les nanoparticules de thérapie photothermique WO_3 (efficacité de conversion photothermique de 42 % à 45 %), le taux d'ablation tumorale de 80 % à 90 % devraient entrer en essais cliniques en 2030, avec un potentiel de demande de 50 à 200 tonnes.

Des supports d'administration de médicaments (75 % à 85 % à un pH de 5,0) et des sondes de bioimagerie (rendement en fluorescence de 15 à 25 %) sont nécessaires au stade du laboratoire à <10 tonnes et jusqu'à 20 à 100 tonnes à l'avenir.

Analyse du potentiel :

La part des secteurs émergents devrait passer de 10 %-15 % aujourd'hui à 25 %-35 % (2030), faisant passer la demande totale d'AMT de 10 000 à 15 000-20 000 tonnes.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

8.3 Processus d'internationalisation et de normalisation

La production et l'application mondiales de l'AMT reposent sur la coopération internationale et les systèmes de normalisation.

Tendances de l'internationalisation :

Schéma de production : La Chine représente 70 à 75 % (8 000 à 10 000 tonnes) de la production mondiale d'AMT, et à l'avenir, le Japon et la Corée du Sud (matériaux électroniques, 1 500 à 2 000 tonnes) et l'Europe et les États-Unis (catalyseurs, militaires, 2 000 à 3 000 tonnes) augmenteront leur capacité de production à 30 à 40 %.

Coopération technique : La Chine, le Japon et la Corée du Sud ont approfondi leur coopération dans le domaine des nanotechnologies, et l'Europe et les États-Unis ont approfondi leur coopération dans le domaine de la biomédecine, et les projets de transfert de technologie devraient croître de 10 à 15 % par an.

Expansion du marché : La demande de tungstène en Asie du Sud-Est et en Afrique est tirée par la construction d'infrastructures, et la part des exportations est passée de 5 % à 15 %-20 %.

Processus de normalisation :

Normes de qualité : Formuler des normes internationales AMT (telles que $WO_3 > 90\%$, $Fe < 0,002\%$, $Mo < 0,001\%$) et les intégrer à l'ISO pour améliorer la compétitivité des produits.

Normes de protection de l'environnement : émissions d'azote ammoniac liquide résiduel $< 5\text{ mg/L}$, taux de récupération de l' OM_3 de $> 95\%$, conformément aux exigences de l'UE REACH et de la Chine GB 8978-1996.

À titre d'exemple, l'International Tungsten Association (ITIA) a proposé une spécification de qualité AMT en 2023 et devrait être publiée en 2025 afin d'assurer la cohérence mondiale.

Perspective:

En 2030, la part des exportations d'AMT passera de 40 % à 50 %-60 %, et les produits standardisés représenteront plus de 80 % du marché.

8.4 Suggestions d'orientations de recherche

Afin de promouvoir le progrès technologique et l'expansion des applications de l'AMT, les recherches futures devraient se concentrer sur les orientations suivantes :

Optimisation des processus :

Développement d'équipements micro-ondes/ultrasons à haut rendement (rendement $> 95\%$) pour réaliser une industrialisation verte.

Recherche sur la technologie d'extraction efficace du minerai de tungstène à faible teneur ($WO_3 < 50\%$) pour améliorer l'utilisation des ressources de 20 % à 30 %.

Matériaux fonctionnalisés :

Explorez la combinaison de WO_3 avec des matériaux 2D (par exemple, le graphène, le MXene) pour augmenter la capacité de la batterie ($> 800\text{ mAh/g}$) et l'efficacité photocatalytique (taux de production d'hydrogène $> 2\text{ mmol/h}\cdot\text{g}$).

Recherche sur les technologies de dopage (par exemple, Pt, Eu^{3+}) et le développement de dérivés AMT multifonctionnels (augmentation de 20 à 30 % de l'activité catalytique).

Applications biomédicales :

Optimiser la biocompatibilité des nanoparticules WO_3 (viabilité cellulaire $> 98\%$) et développer des

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

systèmes d'administration de médicaments ciblés (taux de libération >90 %).

Des sondes d'imagerie multimodale (fluorescence + IRM) ont été étudiées, et la profondeur d'imagerie a été portée à 10-15 mm.

Technologie intelligente :

Développez un modèle d'IA de production AMT qui prédit les paramètres du processus (erreur de <1 %) et améliore la cohérence.

Recherche sur un système numérique de surveillance de la circulation des déchets liquides, avec un taux de récupération de 98 %-99 %.

Suggestion:

Renforcer la coopération entre l'industrie, l'université et la recherche (par exemple dans des laboratoires communs entre les universités et les entreprises) et ajouter 20 à 30 nouveaux brevets chaque année.

Mettre en place un fonds de recherche et de développement technologique AMT (50 à 80 millions de yuans/an) pour soutenir la recherche de pointe.

Ressources

Zhang Li, « Progrès de la recherche sur le procédé vert du métatungstate d'ammonium », *Chemical Industry Progress*, vol. 40, n° 5, 2021, pp. 1230-1236. (Chinois, Technologie verte)

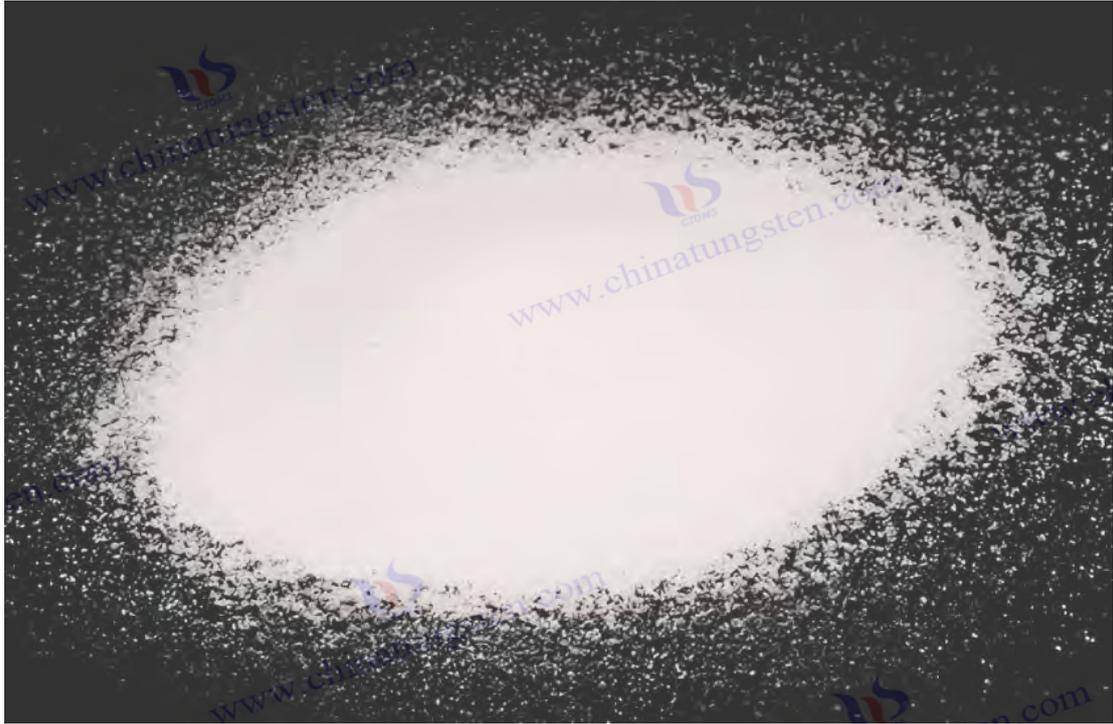
Y. Wang et al., « Tendances futures des matériaux WO₃ dérivés de l'AMT », *Materials Today*, 2023, vol. 62, pp. 89-102. (英文, 新兴应用)

Japon 钨工业协会, « Stratégies d'internationalisation pour les composés de tungstène », 东京, 2022. (Japonais, Kokujika)

Perspectives mondiales de l'industrie du tungstène 2030, International Tungsten Industry Association (ITIA), 2023. (英文, 市场展望)

Li Qiang, « Discussion sur l'orientation de la recherche de la technologie AMT », *China Tungsten Industry*, vol. 34, n° 3, 2022, pp. 50-55. (Chinois, direction de la recherche)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Annexe A : Fiche technique des propriétés chimiques et des propriétés physiques liées au métatungstate d'ammonium

Le métatungstétat d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) est un composé de tungstène important, et ses propriétés chimiques et physiques affectent directement le processus de production et les performances d'application. Cette annexe résume les données clés de l'AMT à

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'intention des chercheurs, des ingénieurs et des praticiens de l'industrie.

Tableau A-1 : Propriétés chimiques et physiques de base du métatungstate d'ammonium (TMA)

attribut	données	remarque
formule chimique	$(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$	n est la quantité d'eau cristalline, généralement 3-6
Poids moléculaire (anhydre)	2956,29 g/mol	Valeurs calculées, basées sur la forme anhydre
Poids moléculaire (aqueux)	3010,35 à 3100,47 g/mol (n = 3-6)	Varie avec de l'eau cristalline
Contenu WO_3 (théorique)	89,38 % (anhydre) / 86,5 % -88,5 % (aqueux)	Gamme commune de produits industriels
apparence	Poudre cristalline blanche ou jaunâtre	Le produit de haute pureté est blanc et le produit de faible pureté a une teinte jaune
Structure cristalline	Systèmes amorphes ou monocliniques	Dépend des conditions de cristallisation
densité	3,8 à 4,2 g/cm ³	Densité du robinet, qui varie en fonction de la taille des particules
point de fusion	Il n'y a pas de point de fusion clair et la décomposition commence à environ 100°C	Décomposition pour générer NH_3 , H_2O et WO_3
Surface spécifique	1-5 m ² /g (industriel) / 10-20 m ² /g (nm)	Déterminé par la méthode BET
Distribution granulométrique des particules	D50 ≈ 2-10 μm (工业品)	Analyse granulométrique laser
Horlogerie : Chinatungsten Intelligent Manufacturing		

Tableau A-2 : Données sur la solubilité du métatungstate d'ammonium (TMA)

attribut	données	condition	remarque
solvant	溶解度 (g/100 mL, 25°C)	pH (1 % aqueux)	remarque
Eau	>100	5.0-5.5	Haute solubilité, facile à former une solution claire
éthanol	<0.1	-	Presque insoluble
acétone	0,05 <	-	Presque insoluble
Ammoniac (25 %)	>50	6.0-7.0	La solubilité augmente avec la concentration d'ammoniac
Acide chlorhydrique (1 mol/L)	Partiellement dissous, décomposé	-	Se décompose en acide tungstique ou en un autre polytungstate
Horlogerie : Chinatungsten Intelligent Manufacturing			

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Tableau A-3 : Propriétés thermodynamiques et de décomposition du métatungstate d'ammonium (TMA)

attribut	données	condition	remarque
Température de décomposition	100-120°C (失去结晶水)	Atmosphère de l'air	Des intermédiaires amorphes sont générés
	250-300°C (NH ₃ et H ₂ O entièrement volatilisés)	Atmosphère de l'air	Générer WO ₃
	600-700°C (entièrement converti en WO ₃)	Atmosphère d'hydrogène	Il peut être encore réduit à la poudre de tungstène
Réactions de décomposition thermique	$(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \rightarrow 6\text{NH}_3\uparrow + \text{H}_2\text{O}\uparrow + 12\text{WO}_3$	250 à 300 °C	Perte de masse d'environ 10 % à 12 %
Changement d'enthalpie de torrédaction (ΔH)	-1500 至 -1800 kJ/mol	估算值,250-700°C	Processus exothermique
Capacité thermique spécifique	0,25 à 0,30 J/(g· K)	25°C	Varie en fonction de la teneur en eau
Horlogerie : Chinatungsten Intelligent Manufacturing			

Tableau A-4 : Stabilité chimique et réactivité du métatungstate d'ammonium (TMA)

attribut	données	condition	remarque
Haute température (500°C, air)	Décomposer en WO ₃	WO ₃ (Poudre jaune)	Décomposition irréversible
高温 (600°C,H ₂)	Réduit au tungstène métallique	W (Poudre gris-noir)	Le taux de réduction augmente avec le débit de H ₂
酸性环境 (pH <2)	Se décompose en acide tungstique ou en un autre polytungstate	H ₂ WO ₄ 或 H _x W _x O _γ	Instable, générant des précipitations
碱性环境 (pH >8)	Partiellement converti en tungstate d'ammonium	(NH ₄) ₂ WO ₄	Réaction réversible
illumination	Stable sans changements significatifs	-	Pas d'activité photocatalytique
Horlogerie : Chinatungsten Intelligent Manufacturing			

Tableau A-5 : Teneur en impuretés courantes des produits industriels de métatungstate d'ammonium (TMA) (fraction massique, %)

impureté	Typique	Exigences de pureté élevées	Méthode de détection	source
Fe	0.005-0.02	<0,002	PIC-AES	Contamination des matières premières ou des équipements
Mo	0.002-0.01	<0,001	PIC-AES	Éléments associés au minerai de tungstène
Sur	0.01-0.05	<0,002	AAS	La matière première ou le nettoyage du sel de sodium est insuffisant

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CA	0.005-0.015	<0,005	ICP-MS	Qualité de l'eau ou introduction des matières premières
Oui	0.01-0.03	<0,01	Spectroscopie	Résidus de minerai
Horlogerie : Chinatungsten Intelligent Manufacturing				

Tableau A-6 : Autres données pertinentes sur le métatungstate d'ammonium (TMA)

attribut	données	condition	remarque
pH (10 % aqueux)	4.5-5.5	25°C	Faiblement acide
Conductivité électrique (10 % aqueuse)	10-15 mS/cm	25°C	La conductivité ionique est élevée
Indice de réfraction	1.52-1.55	À semi-conducteurs, 589 nm	Cristaux monocliniques
hygroscopicité	Douleur moyenne	Humidité relative 50 %-80 %	Il est facile à absorber l'humidité et doit être scellé et stocké
Conditions de stockage	Endroit scellé, frais et sec	<30°C, 湿度 <60 %	Éviter la décomposition ou l'absorption d'humidité
Horlogerie : Chinatungsten Intelligent Manufacturing			



Annexe B : Organigramme des processus de préparation courants

Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) est préparé de diverses manières, notamment par l'acidification, l'échange d'ions et l'extraction par solvant en fonction de différentes matières premières et conditions de production. Cette annexe fournit des descriptions de trois procédés couramment utilisés, y compris les étapes, les conditions et les paramètres techniques clés, afin de servir de référence pour la production industrielle et la recherche

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

en laboratoire.

B-1 : Procédé d'acidification pour la préparation de l'AMT

Présentation du procédé : En utilisant de l'acide tungstique comme matière première, l'AMT est généré par dissolution de l'ammoniac et ajustement de l'acidification, ce qui convient à la production industrielle à grande échelle, avec un rendement élevé mais plus de déchets liquides. Description du processus :

Préparation des matières premières

Intrant : Acide tungstique (H_2WO_4 , teneur en $WO_3 >98\%$)

Opération : La poudre d'acide tungstique est pesée et tamisée (200 mesh, taille des pores 74 μm).

L'ammoniac se dissout

Intrant : Ammoniac (25 %-28 %, qualité industrielle)

Conditions : 80°C, bain-marie chauffé, agitation 300-400 tr/min, 1-2 h

Sortie : Solution de tungstate d'ammonium (WO_3 100-150 g/L, pH 8-9)

Réaction : $H_2WO_4 + 2NH_3 \rightarrow (NH_4)_2WO_4 + H_2O$

Régulation de l'acidification

Entrée : Acide chlorhydrique (HCl, 2-3 mol/L)

Conditions : Taux de chute 1-2 L/h, agitation 200-300 tr/min, réglage du pH à $5,5 \pm 0,1$

Rendement : solution AMT (clair, WO_3 100-120 g/L)

Réaction : $12(NH_4)_2WO_4 + 10HCl \rightarrow (NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} + 10NH_4Cl + 4H_2O$

concentrer

Conditions : 80°C, évaporateur à couche mince, pression réduite 0,08-0,09 MPa, concentré à WO_3 200-250 g/L

Sortie : Solution AMT concentrée

cristallisé

Conditions : Refroidissement à 5 °C, débit de 0,1 à 0,2 °C/min, maintien pendant 12 à 16 heures

Sortie : cristaux humides AMT

Post-traitement

Fonctionnement : Centrifugation (5000 tr/min, 10 min), Séchage (100°C, 4-6 h)

Sortie : Produit fini AMT (WO_3 89 %-91 %, granulométrie D50 \approx 3-5 μm)

Paramètres clés :

Rendement : 88 %-92 % (basé sur WO_3)

Eaux usées : Azote ammoniacal 5-10 g/L

Consommation d'énergie : 2000-2500 kWh/tonne

B-2 : Procédé d'échange d'ions pour la préparation de l'AMT

Présentation du procédé : En utilisant du tungstate de sodium comme matière première, les ions sodium sont éliminés par la résine échangeuse de cations et réammoniaqués pour former AMT, qui convient aux exigences de haute pureté avec une faible teneur en impuretés. Description du processus :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Préparation des matières premières

Intrant : Tungstate de sodium ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, teneur en $\text{WO}_3 > 70\%$)

Fonctionnement : Dissoudre dans de l'eau désionisée et préparer une solution d' O_3 100-150 g/L

Échange d'ions

Entrée : Résine échangeuse de cations (telle que Amberlite IR-120 ou D001)

Conditions : Débit 2-3 BV/h, pH réduit à 2-3, 25-40°C

Sortie : Solution d'acide tungstique (H_2WO_4 , WO_3 80-120 g/L)

Réaction : $\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{H}^+$ (résine) \rightarrow $\text{H}_2\text{WO}_4 + 2\text{Na}^+$ (résine)

Régulation de l'ammoniation

Intrants : Ammoniac (25 %)

Conditions : Ajouter goutte à goutte à pH $5,5 \pm 0,1$, remuer à 200-300 tr/min, 60-80°C, 1-2 h

Rendement : solution AMT (WO_3 100-120 g/L)

Réaction : $12\text{H}_2\text{WO}_4 + 6\text{NH}_3 \rightarrow (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} + 10\text{H}_2\text{O}$

concentrer

Conditions : 80°C, évaporateur rotatif, pression réduite 0,08 MPa, concentré à WO_3 200-250 g/L

Sortie : Solution AMT concentrée

crystallisé

Conditions : Refroidissement à 5-10°C à une vitesse de 0,2°C/min et maintien pendant 12 heures

Sortie : cristaux humides AMT

Post-traitement

Fonctionnement : Filtration (membrane 0,45 μm), séchage (100°C, 4 heures)

Production : Produit fini AMT (WO_3 90 %-91 %, NA <0,002 %)

Paramètres clés :

Rendement : 85 %-90 % (basé sur WO_3)

Déchets liquides : azote ammoniacal 3-5 g/L

Impuretés : Na <0,002 %, Fe <0,005 %

B-3 : Procédé d'extraction par solvant pour la préparation de l'AMT

Présentation du processus : En utilisant une solution de tungstate de sodium comme matière première, le tungstène est séparé par extraction par solvant organique, puis extraction inverse pour générer AMT, qui convient au traitement complexe du minerai de tungstène, avec une grande pureté mais un processus complexe. Description du processus :

Préparation des matières premières

Intrant : Solution de tungstate de sodium (WO_3 50-100 g/L, préparée à partir de lixiviation de roche de tungstène de faible teneur)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Fonctionnement : Filtration (0,45 μm) pour éliminer les impuretés solides

acidification

Entrée : acide sulfurique (H_2SO_4 , 2 mol/L)

Conditions : pH ajusté à 2-3, agitation à 200 tr/min, 25-40°C

Sortie : Solution acide de tungstène

extraction par solvant

Intrants : Extracteur (TBP 30 % + Kérosène 70 %)

Conditions : Rapport d'extraction O/A = 1:1-2:1, agitation pendant 10-15 min, fendage pendant 5-10 min

Rendement : phase organique contenant du tungstène (WO_3 80-100 g/L)

Réaction : H_2WO_4 (aqueux) \rightarrow H_2WO_4 (organique)

Anti-extraction

Intrant : Ammoniac (10 %-15 %)

Conditions : O/A = 1:1, pH ajusté à $5,5 \pm 0,1$, agitation pendant 15-20 min

Rendement : solution aqueuse AMT (WO_3 100-120 g/L)

Réaction : H_2WO_4 (phase organique) + $6\text{NH}_3 \rightarrow (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}$ (phase aqueuse)

concentrer

Conditions : 80°C, évaporation sous pression réduite (0,09 MPa), concentré à WO_3 200-250 g/L

Sortie : Solution AMT concentrée

Cristallisation et post-traitement

Conditions : Refroidissement à 5°C, vitesse 0,1-0,2°C/min, maintien pendant 12-16 heures ;

Centrifugation (5000 tr/min, 10 min), séchage en machine (100°C, 4 h)

Sortie : Produit fini AMT (WO_3 91 %-92 %)

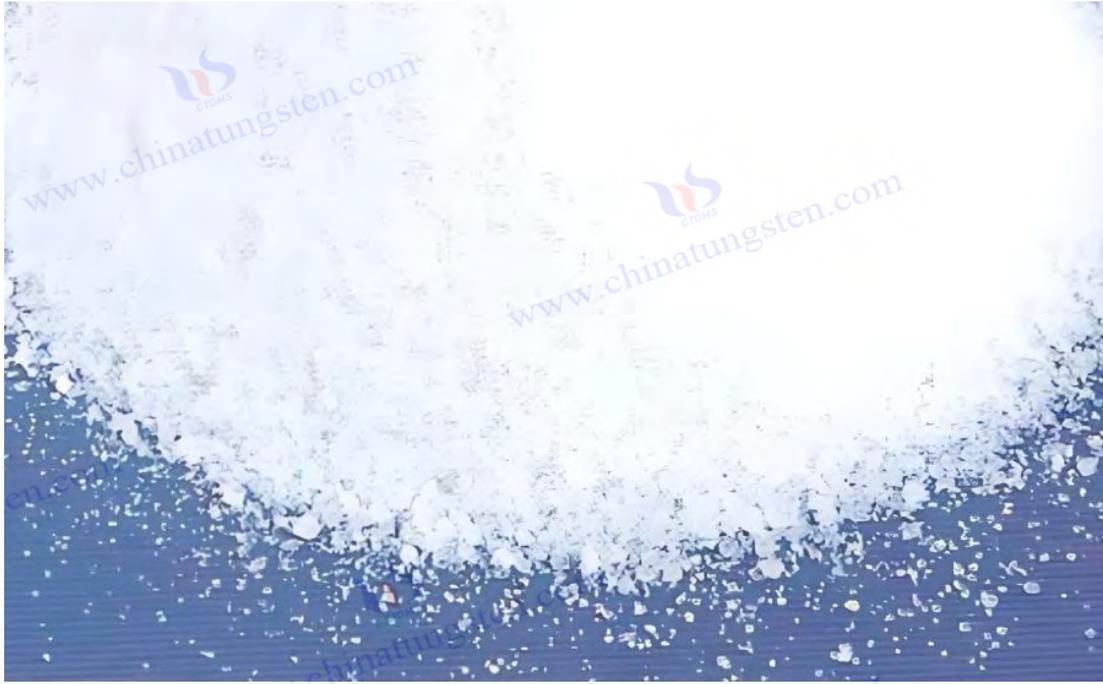
Paramètres clés :

Rendement : 90 %-95 % (basé sur WO_3)

Déchets liquides : azote ammoniacal 2-4 g/L

Pureté : Fe <0,002 %, Mo <0,001 %

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Annexe C : Procédures opératoires normalisées (PON) pour les méthodes d'essai

Le contrôle de la qualité du métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}$) nécessite des méthodes d'essai standardisées pour évaluer ses propriétés chimiques et physiques. Cette annexe fournit des POS pour la détection de la teneur en WO_3 , de la teneur en impuretés (Fe, Mo, Na) et de la distribution granulométrique de l'AMT afin de fournir un soutien technique pour la production et la recherche.

1 : Détection de la teneur en WO_3 (titrage)

Objectif : Déterminer le pourcentage massique de WO_3 dans l'AMT et évaluer la pureté du produit.

Principe : L'AMT se décompose dans des conditions acides, le tungstène précipite sous forme d'acide tungstique, réduit le tungstène ($\text{W}^{6+} \rightarrow \text{W}^{5+}$) est titré avec du sulfate ferreux d'ammonium et la teneur en WO_3 est calculée. Instruments et réactifs :

Instruments : Balance analytique (précision 0,0001 g), four électrique, fiole jaugée (100 mL), burette (50 mL).

Réactifs : acide sulfurique (H_2SO_4 , 1:1 v/v), acide phosphorique (H_3PO_4 , 85 %), sulfate ferreux d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0,1 mol/L], indicateur de sulfonate de diphenylidine de sodium (0,2 %).

Escalier:

Pesez 0,5 g d'échantillon AMT (précis à 0,0001 g) et placez-le dans un bécher de 250 ml.

Ajouter 20 ml d'eau déminéralisée et 10 ml de H_2SO_4 1:1, chauffer à 80 °C et remuer jusqu'à dissolution.

Ajouter 5 ml de H_3PO_4 , faire bouillir pendant 5 minutes et laisser refroidir à température ambiante.

Transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, porter le volume à l'échelle avec de l'eau déminéralisée et bien agiter.

Prenez 25 ml de la solution dans un erlenmeyer et ajoutez 2 à 3 gouttes d'indicateur de sulfonate de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

diphénylamine de sodium.

Titrer avec une solution de sulfate ferreux d'ammonium à 0,1 mol/L jusqu'à ce que la solution passe du violet à l'incolore comme point final, et noter le volume de titrage V (mL).

Précautions de sécurité :

Portez des lunettes et des gants de protection lors de l'utilisation pour éviter les éclaboussures d'acide. Chauffer dans une hotte pour éviter l'inhalation de brouillard acide.

Traitement des données:

WO_3 含量 (%) = $(V \times N \times 0,2318 \times 100) / (m \times 0,25)$

V : Volume de titrage (mL)

N : Concentration en sulfate ferreux d'ammonium (mol/L)

0,2318 : Facteur de conversion de la masse molaire de WO_3 (g/mmol)

m : Masse de l'échantillon (g)

Le test a été répété 3 fois, en moyenne, avec un écart relatif de <1 %.

Norme de référence : GB/T 23366-2009 « Méthodes d'analyse chimique de l'ammonium tungstate ».

2 : Détection de la teneur en impuretés (Fe, Mo, Na) (ICP-AES)

Objectif : Déterminer la teneur en Fe, Mo et Na dans l'AMT et évaluer le niveau d'impuretés.

Principe : Une fois l'échantillon dissous dans de l'acide, l'intensité d'émission de l'élément à une longueur d'onde spécifique est déterminée par spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif (ICP-AES), et la concentration est calculée par rapport à la courbe standard.

Instruments et réactifs :

Instruments : ICP-AES (tels que PerkinElmer Optima 8300), balance analytique, instrument de digestion par micro-ondes.

Réactifs : acide nitrique (HNO_3 , pureté élevée), acide chlorhydrique (HCl, pureté élevée), solutions étalons Fe, Mo, Na (1000 $\mu g/mL$), eau désionisée (conductivité <1 $\mu S/cm$).

Escalier:

Pesez 0,2 g d'échantillon AMT (précis à 0,0001 g) et placez-le dans un récipient de digestion par micro-ondes.

Ajouter 10 mL de HNO_3 et 2 mL de HCl, sceller et passer dans un digesteur à micro-ondes (180 °C, 30 min).

Après refroidissement, transférez dans une fiole jaugée de 50 ml, portez le volume à l'échelle avec de l'eau désionisée et agitez bien.

Préparer des courbes étalons : des solutions des séries 0, 1, 5, 10, 20 $\mu g/mL$ ont été préparées avec des solutions étalons de Fe, Mo et Na.

Définir les paramètres ICP-AES :

Longueur d'onde : Fe 238.204 nm, Mo 202.031 nm, Na 589.592 nm

Puissance RF : 1300 W, Débit Ar : 15 L/min

L'intensité d'émission de l'échantillon et de la solution étalon a été déterminée, et les données ont été enregistrées.

Précautions de sécurité :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Assurez-vous d'une étanchéité parfaite pendant la digestion au micro-ondes pour éviter le sablage à haute pression.

Portez un équipement de protection lors de la manipulation d'acides et évitez tout contact avec la peau.

Traitement des données:

Calculer les concentrations de Fe, Mo et Na C ($\mu\text{g/mL}$) dans l'échantillon en fonction de la courbe standard.

Teneur en impuretés (%) = $(C \times 50) / (m \times 10^6)$

C : Concentration mesurée ($\mu\text{g/mL}$)

m : Masse de l'échantillon (g)

Répétez la mesure 3 fois et prenez la valeur moyenne. La limite de détection est : Fe 0,001 %, Mo 0,0005 %, Na 0,001 %.

Norme de référence : ASTM E1479-16 « ICP-AES Analysis Method ».

3 : Détection de la distribution granulométrique (analyse granulométrique laser)

Objectif : Déterminer la distribution granulométrique de la poudre AMT et évaluer l'uniformité des particules du produit. Principe : La distribution granulométrique des particules est calculée par la théorie de la diffusion de Mie en utilisant la distribution de l'intensité lumineuse diffusée par le laser sur les particules. Instruments et réactifs :

Instruments : Analyseur de taille de particules laser (par exemple Malvern Mastersizer 3000), disperseur à ultrasons.

Réactifs : eau désionisée (milieu de dispersion), éthanol (pour le nettoyage).

Escalier:

Peser 0,1 à 0,2 g d'échantillon AMT et l'ajouter à 50 mL d'eau désionisée.

Le traitement dans un disperseur à ultrasons (40 kHz, 100 W, 5 min) assure une dispersion uniforme des particules.

Ajoutez la dispersion à la cellule d'instrument et ajustez l'ombrage à 10 % à 20 %.

Réglez les paramètres de l'instrument :

Indice de réfraction : 1,52 (AMT)

Milieu de dispersion : Eau (indice de réfraction 1,33)

Plage de mesure : 0,01-1000 μm

Démarrez la mesure et enregistrez les valeurs D10, D50, D90 (c'est-à-dire que 10 %, 50 et 90 % des particules sont plus petites que la taille de cette particule, respectivement).

Précautions de sécurité :

Portez des bouchons d'oreille lors de l'utilisation des ultrasons pour éviter les dommages causés par le bruit.

Assurez-vous que la cellule est propre et évitez la contamination croisée.

Traitement des données:

Distribution granulométrique des particules : rapport D10, D50, D90 (μm), par exemple D50 \approx 3-5 μm .

Uniformité : Calculez l'envergure = $(D90 - D10) / D50$, avec des valeurs plus petites indiquant une distribution plus uniforme.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le test a été répété 3 fois, avec une moyenne avec un écart relatif de <5 %.

Norme de référence : ISO 13320:2020 Détermination de la distribution granulométrique par diffraction laser.

illustrer

Structure : Chaque POS comprend l'objectif, la justification, les réactifs de l'instrument, les procédures, les considérations de sécurité et le traitement des données, couvrant les principaux éléments de test AMT.

Données:

Teneur en WO_3 : 89 %-91 % pour les produits > industriels, 91 % pour les produits de haute pureté.

Impuretés : Fe <0,002 %), Mo <0,001 %, Na <0,002 % (exigence de pureté élevée).

Taille des particules : D50 2-10 μm (valeur typique industrielle).

Applicabilité : Adaptée au contrôle de la qualité en laboratoire et industriel, la méthode est conforme aux normes internationales.

Source : Reportez-vous aux normes GB/T, ASTM, ISO et au Handbook of Analytical Chemistry.



Annexe : Documentation standard nationale et étrangère (YS/T, ISO, ASTM, etc.).

La liste de la littérature normative nationale et étrangère sur le métatungstate d'ammonium (AMT) couvre les normes de l'industrie chinoise (YS/T), de l'Organisation internationale de normalisation (ISO), de l'American Society for Testing and Materials (ASTM), etc. Ces normes traitent des exigences de qualité, des méthodes d'essai et des applications connexes de l'AMT, sur la base d'informations accessibles au public (par exemple, bases de données de normes nationales, sites Web officiels de l'ISO et de l'ASTM) et des pratiques industrielles, au 26 mars 2025. Étant donné que certaines normes ne ciblent pas directement AMT, mais plutôt ses matières premières, ses processus de production ou ses produits en aval (par exemple, les composés de tungstène, la poudre de tungstène), nous faisons la distinction entre les normes connexes directes et indirectes à titre de référence.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

1. Normes nationales pour le métatungstate d'ammonium (Chine, YS/T, etc.)

N° de norme : YS/T 535-2006

Publié par : Commission nationale du développement et de la réforme de la République populaire de Chine

Date de diffusion : 2006-12-25

Date de mise en œuvre : 2007-06-01

Résumé : Spécifie les exigences techniques, les méthodes d'essai, les règles de contrôle et les marques d'emballage de l'AMT. Une teneur en WO_3 de $\geq 88,0$ % et des limites d'impuretés (par exemple $Fe \leq 0,005$ %, $Mo \leq 0,01$ %) sont requises pour la production industrielle.

Mots clés : AMT, exigences de qualité, méthodes d'essai

GB/T 26035-2010

Publié par : Administration de normalisation de la République populaire de Chine

Date de diffusion : 2010-12-23

Date de mise en œuvre : 2011-06-01

Résumé : Des méthodes d'analyse chimique pour la teneur en WO_3 et les impuretés (Fe, Mo, Na, etc.) dans l'AMT et le tungstate d'ammonium sont fournies, y compris le titrage, l'ICP-AES et l'AAS, avec des limites de détection de 0,001 % à 0,005 %.

Mots-clés : analyse chimique, WO_3 , détection d'impuretés

YS/T 572-2007 Acide tungstique

Publié par : Commission nationale du développement et de la réforme de la République populaire de Chine

Date de sortie : 2007-03-07

Date de mise en œuvre : 2007-09-01

Résumé : Les exigences de qualité pour l'acide tungstique (H_2WO_4) sont spécifiées, qui est une matière première courante pour la préparation de l'AMT et affecte indirectement la pureté de l'AMT. Teneur en $WO_3 \geq 88,0$ %, impureté $Fe \leq 0,005$ %.

Mots-clés : acide tungstique, matières premières AMT, contrôle qualité

N° de norme : GB/T 8978-1996

Titre : Normes sur le rejet des eaux usées industrielles

Publié par : Administration de normalisation de la République populaire de Chine

Date de diffusion : 1996-10-03

Date de mise en œuvre : 1997-01-01

Résumé : Concerne les exigences relatives au rejet des déchets liquides issus de la production d'AMT et la limite de < 15 mg/L pour l'azote ammoniacal, liée à la conception de procédés respectueux de l'environnement.

Mots clés : rejet de déchets liquides, azote ammoniacal, protection de l'environnement

2. Norme internationale sur le métatungstate d'ammonium (ISO)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

ISO 6892-1:2019 Essais de traction sur matériaux métalliques – Partie 1 : Méthodes d'essai à température ambiante

Publié par : Organisation internationale de normalisation (ISO)

Date de diffusion : 2019-11

Résumé : Fournit une méthode d'essai pour les propriétés de traction des matériaux métalliques pour l'évaluation des performances des produits en tungstène métal dérivés de l'AMT, tels que les cibles en poudre de tungstène. Ne cible pas directement l'AMT, mais indirectement lié.

Mots clés : essai de traction, produits en tungstène, essai de performance

ISO 9276-6:2008 Caractérisation des particules – Partie 6 : Représentation descriptive et quantitative de la forme et de la morphologie des particules

Publié par : Organisation internationale de normalisation (ISO)

Date de sortie : 2008-09

Résumé : Terminologie normalisée et méthodes de mesure pour définir la morphologie des particules pour l'analyse de la distribution granulométrique des poudres AMT ($D_{50} \approx 2-10 \mu\text{m}$).

Mots clés : morphologie des particules, distribution granulométrique, poudre AMT

ISO 9277:2022 Détermination de la surface spécifique des matériaux solides par sorption de gaz

Publié par : Organisation internationale de normalisation (ISO)

Date de diffusion : 2022-11

Résumé : Il existe une norme pour la détermination d'une surface spécifique par la méthode BET pour les poudres AMT ($1-5 \text{ m}^2/\text{g}$) et les matériaux WO_3 dérivés ($10-20 \text{ m}^2/\text{g}$).

Mots-clés : Surface spécifique, BET, poudre AMT

ISO/ASTM 52900:2021 Fabrication additive - Principes généraux - Terminologie

Publié par : ISO et ASTM conjointement

Date de diffusion : 2021-12

Résumé : Définit les termes liés à la fabrication additive qui se rapportent à l'utilisation de l'AMT comme matériau précurseur dans l'impression 3D et ne prescrit pas directement les normes de qualité AMT.

Mots-clés : Fabrication additive, terminologie, applications AMT

3. Norme internationale sur le métatungstate d'ammonium (ASTM)

ASTM F3049-14 (2021) Guide standard pour la caractérisation des poudres métalliques pour la fabrication additive

Publié par : American Society for Testing and Materials (ASTM)

Date de sortie : 2014 (révisé en 2021)

Résumé : Fournit un guide pour la caractérisation des poudres métalliques (y compris la poudre de tungstène) pour les poudres de tungstène préparées par réduction par pyrolyse AMT, couvrant la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

taille des particules, la morphologie et la surface spécifique.

Mots-clés : poudre métallique, dérivation AMT, essais de caractérisation

ASTM B922-20 Méthode d'essai standard pour la détermination de la surface spécifique des poudres métalliques par la méthode d'adsorption de gaz

Publié par : American Society for Testing and Materials (ASTM)

Date de diffusion : 2020-05

Résumé : Spécifie la méthode de détermination de la surface spécifique des poudres métalliques par la méthode BET, adaptée au contrôle de la qualité des poudres AMT (1-5 m²/g).

Mots-clés : surface spécifique, AMT, adsorption de gaz

ASTM E1479-16 Pratique normalisée pour l'analyse des matériaux par spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif

Publié par : American Society for Testing and Materials (ASTM)

Date de diffusion : 2016-09

Résumé : La méthode d'analyse ICP-AES est disponible pour la détection des impuretés (Fe, Mo, Na) dans l'AMT avec des limites de détection de 0,001 % à 0,005 %.

Mots-clés : ICP-AES, analyse des impuretés, AMT

4. Autres étalons liés au métatungstate d'ammonium

JIS H 1403:1992 Méthode d'analyse chimique de la poudre de tungstène et de l'acide tungstique

Délivré par : Institut japonais des normes industrielles (JIS)

Date de sortie : 1992

Résumé : Fournit des méthodes analytiques pour la poudre de tungstène et l'acide tungstique, qui conviennent indirectement à la teneur en WO₃ et à la détection des impuretés de l'AMT.

Mots-clés : acide tungstique, analyse chimique, AMT

Normes directement liées :

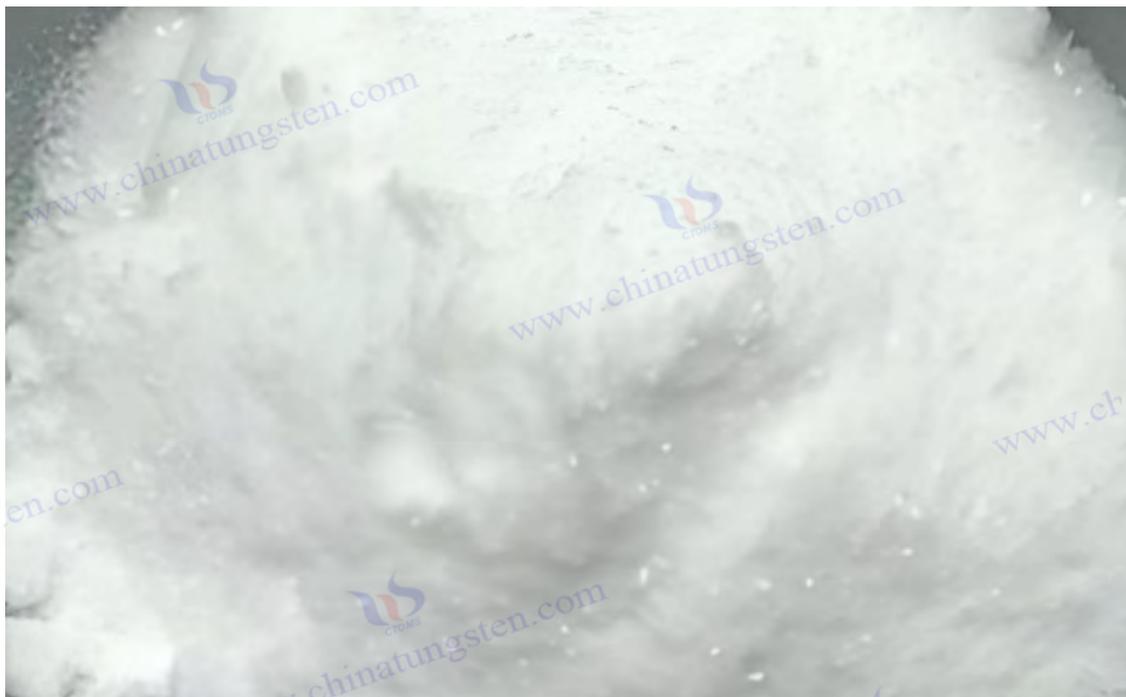
Domestique : YS/T 535-2006 est la norme de qualité directe d'AMT, et GB/T 26035-2010 est sa norme de méthode d'essai.

International : Aucune norme ISO ou ASTM n'a été trouvée qui traite directement de la composition chimique ou de la préparation de l'AMT, et qui sont pour la plupart indirectement liées (par exemple, les propriétés des poudres, les méthodes d'analyse).

Critères indirectement liés :

Il s'agit de matières premières AMT (telles que l'acide tungstique YS/T 572-2007), de produits en aval (tels que la poudre de tungstène ASTM F3049), de technologies d'essai (telles que ICP-AES ASTM E1479) et d'exigences en matière de protection de l'environnement (telles que GB/T 8978).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Fiches signalétiques (FDS) Métatungstate d'ammonium

1. Identification chimique et commerciale

Nom chimique : Hydrate de métatungstate d'ammonium

Formule chimique : $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (n = 3-6, nombre d'eau cristalline)

Numéro de registre CAS : 12028-48-7 (anhydre) / 12333-11-8 (hydraté)

N° EINECS : 234-733-4

Poids moléculaire : 2956,30 g/mol (anhydre) / 3010,35-3100,47 g/mol (contenant de l'eau)

Fabricant : Chinatungsten Intelligent Manufacturing (Xiamen) Technology Co., Ltd

Adresse : 3e étage, n° 25 Erwanghai Road, Software Park, ville de Xiamen, province du Fujian, Chine, 361008

Numéro de téléphone d'urgence : Tel : +86-592-5129595 / Portable : +86-18750234579

COURRIEL : info@ctia.group

Utilisations : Matières premières industrielles pour la production de catalyseurs de tungstène, de poudre de tungstène, de nanomatériaux, etc.

2. Aperçu des dangers

Classification SGH (selon 29 CFR 1910 et le règlement (CE) n° 1272/2008 de l'UE) :

Toxicité aiguë (orale), catégorie 4 (H302)

Lésions oculaires graves, catégorie 1 (H318)

Toxicité aquatique chronique, catégorie 3 (H412)

Panneaux de danger :

⚠ 警告 (Avertissement)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

● 腐蚀(Corrosion)

Mention de danger :

H302 : Nocif à avaler.

H318 : Provoque de graves lésions oculaires.

H412 : Nocif pour la vie aquatique avec des effets à long terme.

Mise en garde :

P264 : Laver soigneusement la peau après l'intervention.

P270 : Ne pas manger, boire ou fumer pendant l'utilisation.

P280 : Porter des gants/blouses/lunettes de protection/protection du visage.

P305+P351+P338 : En cas de contact avec les yeux, rincer lentement à l'eau pendant plusieurs minutes, retirer les lentilles de contact et continuer à rincer.

P501 : Éliminer le contenu/les contenants dans les points de collecte désignés conformément aux réglementations locales.

3. Informations sur la composition/la composition

Nom chimique : Hydrate de métatungstate d'ammonium

Pureté : ≥ 99 % (norme industrielle CTIA GROUP LTD), teneur en WO_3 88 %-91 %.

Impureté:

Fe : $\leq 0,005$ %

Mo : $\leq 0,01$ %

Sur : $\leq 0,02$ %

Les autres oligo-éléments (Ca, Si, etc.) varient en fonction du lot

État physique : Poudre cristalline blanche ou jaunâtre, inodore.

4. Mesures de premiers secours

Inhaler:

Déplacez le patient dans un endroit ventilé et continuez à vous reposer.

Si vous avez des difficultés à respirer, à administrer de l'oxygène ou une respiration artificielle, appelez immédiatement le numéro d'urgence de CTIA GROUP LTD au +86-592-5129595 ou +86-18750234579, ou contactez le centre d'urgence local.

Contact peau à peau :

Retirez immédiatement les vêtements contaminés et rincez-les abondamment à l'eau courante pendant au moins 15 minutes.

En cas d'irritation, consultez un médecin.

Contact visuel :

Soulevez immédiatement les paupières et rincez à l'eau courante ou au sérum physiologique pendant au moins 15 minutes.

Consultez un médecin dès que possible car des lésions oculaires graves peuvent survenir.

Prise:

Ne faites pas vomir et rincez-vous immédiatement la bouche avec de l'eau.

Donnez au patient de l'eau à diluer et consultez rapidement un médecin.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Conseils de premiers secours : Traitement symptomatique, informer le personnel médical que le patient a été exposé à du métatungstate d'ammonium produit par CTIA GROUP LTD

5. Mesures de protection contre l'incendie

Méthode d'extinction d'incendie :

Utilisez de la poudre sèche, du dioxyde de carbone ou des agents extincteurs à mousse.

Il est interdit de l'éteindre directement avec de l'eau, car des gaz toxiques peuvent être générés.

Dangers particuliers :

L'ammoniac (NH_3), l'oxyde de tungstène (WO_3) et les oxydes d'azote (NO_x) sont produits par décomposition thermique, ce qui est irritant et toxique.

Protection des pompiers : Portez un appareil respiratoire autonome et des vêtements de protection complets pour éviter l'inhalation de fumée.

6. Traitement d'urgence des fuites

Protection individuelle :

Portez des vêtements de protection, des masques anti-poussière et des lunettes de sécurité pour éviter d'inhaler la poussière ou d'entrer en contact avec la peau.

Mesures environnementales :

Empêchez les fuites de pénétrer dans les égouts ou les plans d'eau pour éviter de polluer l'environnement.

Méthode de nettoyage :

Petites fuites : Recueillir avec des outils dans un contenant hermétique pour éviter la poussière.

Fuite en vrac : Isolez la zone, recouvrez-la de sable et collectez-la, contactez CTIA GROUP LTD (+86-592-5129595 ou +86-18750234579) ou les agences locales de protection de l'environnement pour l'élimination.

Précautions : Opérer dans des conditions bien ventilées pour s'assurer qu'il n'y a pas de flammes nues ou d'étincelles.

7. Manipulation et stockage

Précautions:

Opérer dans une hotte ou dans un endroit bien ventilé pour éviter la formation de poussière.

Utilisez des outils anti-étincelles pour prévenir les incendies causés par des étincelles électrostatiques.

Portez des gants de protection, des lunettes de protection et des vêtements de protection pour éviter tout contact avec la peau et les yeux.

Conditions de stockage :

Conserver dans un seau ou un sac en plastique scellé fourni par CTIA GROUP LTD, et le placer dans un endroit frais, sec et ventilé.

Tenir à l'écart des aliments, des acides forts, des oxydants et des sources de chaleur.

Température de stockage : $<30^\circ\text{C}$, humidité : $<60\%$ (due à l'hygroscopicité).

8. Contrôle de l'exposition et protection individuelle

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Limites d'exposition :

La limite d'exposition professionnelle spécifique (VLEP) de l'AMT n'est pas indiquée, et CTIA GROUP LTD recommande de se référer à la limite des composés de tungstène :

ACGIH TLV(WO_3) : 5 mg/m³(8 小时 TWA)。

OSHA PEL(WO_3) : 5 mg/m³(8 小时 TWA)。

Contrôle technique : Utiliser un équipement d'évacuation locale pour s'assurer que le lieu de travail est ventilé.

Équipement de protection individuelle:

Protection respiratoire : Portez un masque anti-poussière ou un respirateur certifié par le NIOSH lorsque les concentrations de poussière sont dépassées.

Protection des mains : Gants résistants aux produits chimiques (par exemple en nitrile).

Protection oculaire : Lunettes de protection étanches (selon EN 166 ou NIOSH).

Protection corporelle : Combinaison étanche à la poussière, portez des vêtements de protection complets si nécessaire.

9. Propriétés physicochimiques

Apparence : Poudre cristalline blanche ou jaunâtre

Odeur : Inodore

Point de fusion : Il n'y a pas de point de fusion défini et il commence à se décomposer à environ 100 °C

Température de décomposition :

100-120°C (perte d'eau cristalline)

250-300°C (libération de NH_3 et H_2O)

600-700°C (entièrement converti en WO_3)

Densité : 3,8-4,2 g/cm³ (densité du taraud)

Solubilité:

Eau : >1000 g/L (20°C, très soluble)

Éthanol, acétone : <0,1 g/L (presque insoluble)

pH : 4,5-5,5 (solution aqueuse à 10 %, faiblement acide)

Surface spécifique : 1-5 m²/g (CTIA GROUP LTD Industrial products, méthode BET)

10. Stabilité et réactivité

Stabilité : Stable dans les conditions de stockage recommandées par CTIA GROUP LTD

Évitez les conditions : Température élevée (>100°C), humidité, lumière vive.

Substances incompatibles : acides forts (se décomposent pour générer de l'acide tungstique), oxydants forts (peuvent réagir et exothermiques).

Produits de décomposition dangereux : ammoniac (NH_3), oxyde de tungstène (WO_3), oxydes d'azote (NO_x).

11. Renseignements toxicologiques

Toxicité aiguë:

DL50 par voie orale (rats) : environ 2000 mg/kg (faible toxicité, d'après les données sur des

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

composés de tungstène similaires).

CL50 par inhalation : Les données ne sont pas disponibles, l'aspiration de la poussière est recommandée.

Irritation cutanée : Pas significativement irritante, mais peut causer un léger inconfort en cas d'exposition à long terme.

Irritation oculaire : Irritation sévère qui peut causer des dommages permanents.

Effets chroniques : L'inhalation à long terme peut affecter les voies respiratoires et les composés de tungstène peuvent s'accumuler dans les poumons.

Cancérogénicité : Non classé comme cancérogène par le CIRC ou le NTP.

12. Informations écologiques

Écotoxicité :

Nocif pour la vie aquatique (H412), les O₃ peuvent s'accumuler dans l'environnement.

On ne dispose pas de données spécifiques sur la CL50, et il est recommandé d'éviter les rejets dans les plans d'eau.

Persistance et dégradabilité : Non biodégradables, les composés de tungstène sont stables dans l'environnement.

Bioaccumulation : La bioaccumulation est faible, mais les effets à long terme sont préoccupants.

13. Élimination

Solution:

Ils seront incinérés (épuration des gaz de combustion) ou détruits par une institution qualifiée de traitement des déchets chimiques désignée par CTIA GROUP LTD

Ne pas jeter dans les égouts ou dans l'environnement naturel.

Manutention des emballages :

Il est recyclé après trois rinçages, ou perforé et envoyé dans une décharge contrôlée.

Réglementation : Se conformer à la loi de la République populaire de Chine sur la prévention et le contrôle de la pollution par les déchets solides et aux réglementations locales sur la gestion des déchets.

14. Informations sur l'expédition

Numéro ONU (ONU) : Non clairement classé comme marchandise dangereuse, se référer au No ONU 2859 (à vérifier).

Appellation réglementaire : Métatungstate d'ammonium

Catégorie de danger : Ininflammable, non explosif, mais corrosif (œil).

Exigences d'emballage : CTIA GROUP LTD fournit des sacs ou des fûts en plastique scellés pour éviter la casse et l'humidité.

Attention d'expédition : Évitez de mélanger avec des aliments, des acides ou des oxydants.

15. Informations réglementaires

Chine:

Inclus dans le Catalogue des produits chimiques dangereux (édition 2015).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Il répond aux exigences de qualité de la méthode d'essai YS/T 535-2006 « Métatungstate d'ammonium » et GB/T 26035-2010.

États-Unis:

Liste TSCA (Toxic Substances Control Act) : Répertoire.

Réglementations OSHA : Reportez-vous aux limites de composés de tungstène.

Union européenne:

Enregistré REACH : Enregistré (CE 234-733-4).

Le rejet des effluents est conforme à la directive-cadre sur l'eau de l'UE.

International : La classification SGH est conforme aux normes des Nations Unies.

16. Autres informations

Date de préparation : 26 mars 2025

Notes de révision : Mis à jour par CTIA GROUP LTD sur la base des dernières données GHS et de production.

Ressources:

Rapport d'essai interne de CTIA GROUP LTD

ChemicalBook FDS(CAS 12028-48-7)。

Réglementations OSHA et CLP de l'UE.

démenti

Cette fiche de données est fournie par CTIA GROUP LTD, à titre indicatif, et ne garantit pas son applicabilité dans des conditions spécifiques, et les utilisateurs doivent évaluer les risques en fonction de la situation réelle.



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Indice : Ammonium metatungstate index des mots-clés et des termes

Ce qui suit est un index élargi des mots-clés et des termes de l'ammonium Metatungstate (AMT), présenté sous forme de tableau. D'autres termes ont été ajoutés aux domaines des produits chimiques, des procédés, des applications et des essais liés à l'AMT afin d'assurer une couverture complète de ses propriétés, de sa production et de ses scénarios d'application. Le tableau est classé par ordre alphabétique et contient les termes et leurs définitions en anglais et en chinois.

Mots-clés et indice terminologique de métatungstate d'ammonium

Mots-clés / Termes	Chinois	définition
Acidification	acidification	Étape du procédé permettant de générer de l'AMT en ajustant le pH de la solution de tungstate d'ammonium à 5,5±0,1 avec un acide (p. ex., HCl).
BUREAU	Métatungstate d'ammonium	Métatungstate d'ammonium 的缩写, 化学式 $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}$, 钨化工中间体。
Dissolution de l'ammoniac	L'ammoniac se dissout	L'étape du processus de préparation de l'AMT en dissolvant l'acide tungstique dans de l'ammoniac est couramment utilisée dans l'acidification à 80°C pendant 1 à 2 heures.
Azote ammoniacal	Azote ammoniacal	Teneur en ammoniac dans les effluents de production d'AMT, préoccupations environnementales, valeurs typiques de 2 à 10 g/L.
Spectroscopie d'absorption atomique	Spectrométrie d'absorption atomique	Méthode analytique pour la détermination des impuretés de métaux traces (p. ex., Na, Fe) dans l'AMT avec des limites de détection de 0,001 % à 0,01 %.
Méthode BET	Méthode BET	Méthode standard pour déterminer la surface spécifique de l'AMT par adsorption gazeuse, 1-5 m ² /g pour les produits industriels et 10-20 m ² /g pour l'échelle nanométrique.
Applications biomédicales	Applications biomédicales	Utilisations des dérivés de l'AMT (par exemple, les nanoparticules WO ₃) dans la thérapie photothermique (efficacité de 42 % à 45 %), l'administration de médicaments.
Calcination	calcination	Procédé dans lequel l'AMT est décomposé et converti en WO ₃ à haute température (500-700°C) pour la préparation de poudre de tungstène ou de catalyseur.
Catalyseur	catalyseur	L'AMT est utilisé comme précurseur pour préparer l'OH ₃ ou le bronze de tungstène pour la photocatalyse (taux de production d'hydrogène 0,5-1 mmol/h·g) ou les piles à combustible.
Centrifugation	Centrifuge	Procédé de séparation des solides et des liquides après cristallisation AMT, généralement 5000 tr/min, 10 minutes.
Stabilité chimique	Stabilité chimique	L'AMT est stable dans des conditions faiblement acides (pH 4,5-5,5) et se décompose sous des acides forts (pH <2) ou des bases fortes (pH >8).
Concentration	concentrer	La solution AMT est concentrée à WO ₃ 200-250 g/L par évaporation à pression réduite pour une cristallisation ultérieure.
Cristallisation	cristallisé	Le processus par lequel la solution AMT est refroidie pour former des cristaux, généralement 5-10°C, 12-16 heures.
Température de décomposition	Température de décomposition	AMT 热分解温度 100-120°C 失去结晶水, 250-300°C 释放 NH ₃ , 600-700°C 转为 WO ₃ 。
Densité	densité	La densité de tarudage de l'AMT, généralement de 3,8 à 4,2 g/cm ³ , varie en fonction de la taille des particules.
Séchage	séchage	Le processus de séchage humide des cristaux AMT, conditions typiques de 100°C, 4-6 heures, assure une humidité <0,5 %.
Propriété électrochimique	Propriétés	Propriétés électrochimiques du WO ₃ dérivé de l'AMT, telles que la stabilité du cycle cellulaire

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

	électrochimiques	(>1000 cycles) ou la conductivité (10^{-4} S/cm).
Stockage de l'énergie	Stockage de l'énergie	Le WO_3 dérivé de l'AMT est utilisé dans les batteries lithium/sodium (600-750 mAh/g) ou les supercondensateurs (capacité spécifique 250-350 F/g).
Traitement de l'environnement	Gouvernance environnementale	Le WO_3 dérivé de l'AMT est utilisé pour la dégradation photocatalytique des contaminants (élimination de 85 % à 95 %) ou des capteurs de gaz (détection de NO_2 5-50 ppb).
Filtration	filtration	Étape de la production d'AMT visant à éliminer les impuretés ou à séparer les cristaux, comme la filtration d'une solution avec une membrane de 0,45 μ m.
Spectroscopie FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	Analysez les pics caractéristiques des liaisons W-O et N-H dans l'AMT (par exemple, 950 cm^{-1} , 3200 cm^{-1}) pour confirmer la structure.
Processus vert	Processus vert	AMT produit des technologies respectueuses de l'environnement telles que la synthèse par micro-ondes (rendement >92 %) ou la biolixiviation (récupération >90 %).
Capacité thermique	Capacité thermique spécifique	Capacité thermique spécifique de l'AMT, typique 0,25-0,30 J/(g·K), qui varie en fonction de la teneur en eau.
Réduction de l'hydrogène	Réduction de l'hydrogène	Le processus de réduction de l'AMT en poudre de tungstène dans une atmosphère de H_2 (600-800°C) a une pureté de > 99,9 %.
Hygroscopicité	hygroscopicité	L'AMT absorbe l'eau à une humidité de 50 à 80 % et doit être stocké hermétiquement fermé.
PIC-AES	Spectroscopie d'émission de plasma à couplage inductif	Méthode analytique pour la détermination des impuretés (par exemple, Fe, Mo, Na) dans l'AMT avec des limites de détection de 0,001 % à 0,005 %.
Teneur en impuretés	Teneur en impuretés	La teneur en oligo-éléments dans l'AMT, tels que Fe \leq 0,005 %, Mo \leq 0,01 %, Na \leq 0,02 %, affecte la qualité du produit.
Échange d'ions	Échange d'ions	Procédé de préparation de l'AMT à partir de tungstate de sodium avec de la résine échangeuse de cations, adapté aux produits de haute pureté (Na <0,002 %).
Keggin Structure	Structure de Keggin	Le type de structure moléculaire de l'AMT, 12 octaèdres de tungstène autour du centre, le paramètre de réseau $a \approx 12,295 \text{ \AA}$.
Analyse granulométrique laser	Analyse granulométrique laser	La distribution granulométrique des particules de poudre AMT a été déterminée par diffusion laser, typique $D50 \approx 2-10 \text{ \mu}m$.
Lessivage	Lessivage	Le processus d'extraction de tungstène à partir du minerai de tungstène pour préparer des précurseurs d'AMT, comme la lixiviation de WO_3 avec du NaOH (récupération de 85 % à 95 %).
Synthèse par micro-ondes	Synthèse par micro-ondes	L'AMT a été préparé par chauffage par micro-ondes (2450 MHz, 800-1200 W) pendant 10 à 20 minutes avec des rendements de 92 % à 95 %.
Teneur en eau	Teneur en eau	L'humidité résiduelle dans l'AMT, qui doit être de <0,5 % pour les produits industriels, affecte la stabilité du stockage.
Nanoparticules	Nanoparticules	Nanoparticules WO_3 dérivées d'AMT, d'une taille de 10 à 30 nm, pour une utilisation dans des capteurs ou des batteries.
Distribution granulométrique	Distribution granulométrique des particules	La plage de taille des particules de la poudre AMT, $D10$, $D50$, $D90$ signifie que les particules de 10 %, 50 et 90 % sont plus petites que la taille de cette particule.
Contrôle du pH	Contrôle du pH	Un paramètre clé dans la préparation de l'AMT, le pH $5,5 \pm 0,1$ garantit le rendement et la pureté.
Photocatalyse	Photocatalyse	Le WO_3 dérivé de l'AMT décompose la matière organique ou produit de l'hydrogène sous la lumière UV ou visible avec un taux d'élimination de 85 % à 95 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Contrôle de la pureté	Contrôle de la pureté	Technologie permettant de s'assurer que les impuretés (par exemple, Fe, Mo) dans l'AMT sont inférieures aux valeurs limites, et l'industrie exige $WO_3 > 88\%$.
Indice de réfraction	Indice de réfraction	L'indice de réfraction du cristal AMT, généralement de 1,52 à 1,55 (589 nm).
Analyse SEM	Analyse par microscopie électronique à balayage	La morphologie des particules d'AMT a été observée au microscope électronique à balayage pour confirmer la taille des cristaux et les caractéristiques de surface.
Solubilité	solubilité	AMT 在水中的溶解度 $>1000\text{ g/L}(20^\circ\text{C})$, 乙醇和丙酮中 $<0,1\text{ g/L}$.
Extraction par solvant	extraction par solvant	Le tungstène est extrait d'une solution de tungstate de sodium avec un solvant organique (par exemple, TBP) pour préparer l'AMT avec une pureté élevée ($Fe < 0,002\%$).
Séchage par atomisation	Séchage par atomisation	Méthode de séchage par atomisation de solution AMT pour préparer la poudre, adaptée à la production continue, taille de particule uniforme ($D50 \approx 5-10\ \mu\text{m}$).
Conductivité thermique	Conductivité thermique	La conductivité thermique de l'AMT, généralement de 0,5 à 1,0 W/(m·K), varie en fonction de la température et de la teneur en humidité.
Décomposition thermique	Décomposition thermique	Le processus de décomposition de l'AMT à haute température produit du NH_3 , du H_2O et du WO_3 pour la production de poudre de tungstène.
Méthode de titrage	titrimétrie	Méthode de détermination de la teneur en WO_3 dans l'AMT par titrage avec du sulfate ferreux d'ammonium avec une précision de $\pm 1\%$.
Bronze tungstène	Bronze tungstène	Composés de tungstène préparés par décomposition thermique et dopage de l'AMT pour utilisation dans des catalyseurs ou des matériaux conducteurs.
Poudre de tungstène	Poudre de tungstène	Poudre de tungstène métal préparée par réduction AMT dans une atmosphère d'hydrogène ($600-700^\circ\text{C}$) avec une taille de particule de 1-5 μm .
Dispersion ultrasonique	Dispersion des ultrasons	Les poudres AMT sont soniquées dans l'eau (40 kHz, 100 W) pour une dispersion uniforme pour l'analyse granulométrique.
Traitement des déchets liquides	Élimination des déchets liquides	Les technologies de traitement des déchets dans la production d'AMT, telles que la récupération par distillation de l'ammoniac (taux de récupération $>90\%$) ou la séparation membranaire.
Eau de cristallisation	Eau de cristallisation	La quantité d'eau contenue dans l'AMT, $n = 3-6$, varie en fonction de l'humidité ambiante, ce qui affecte le poids moléculaire et la stabilité.
Contenu WO_3	Contenu WO_3	L'indice des principaux ingrédients de l'AMT est de 88 % à 91 % pour les produits $>$ industriels et de 91 % pour les produits de haute pureté.
Analyse XRD	Analyse XRD	La structure cristalline de l'AMT a été analysée par diffraction des rayons X pour confirmer la phase monoclinique ou amorphe.
		Horlogerie : Chinatungsten Intelligent Manufacturing

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Lié aux divers procédés impliqués dans la production de métatungstate d'ammonium

Équipements, instruments, matières premières et auxiliaires

Voici une description détaillée du déroulement du processus et de l'équipement, des instruments et des matières premières et auxiliaires connexes pour la production de métatungstate d'ammonium (TMA), couvrant les points essentiels des méthodes traditionnelles et des technologies émergentes :

1. Méthode de dissociation thermique (méthode de conversion en phase solide)

1. Déroulement du processus

Pyrolyse : Le paratungstate d'ammonium (APT) élimine une partie de l'ammoniac et de l'eau cristalline à haute température et les convertit en métatungstate d'ammonium soluble.

Lixiviation et filtration : Le produit de pyrolyse est dissous dans l'eau et filtré pour éliminer les impuretés d'APT ou d'oxyde de tungstène n'ayant pas réagi.

Concentration d'évaporation : La concentration de la solution est augmentée par l'équipement d'évaporation.

Cristallisation/séchage par atomisation : Le concentré est refroidi pour cristalliser ou séché par pulvérisation pour former un produit solide.

2. Équipements et instruments clés

Équipement de torréfaction :

Torréfacteur rotatif : Contrôle de la température sectionnelle (240-290°C), pyrolyse continue en ajustant l'angle d'inclinaison et la vitesse du corps du four, avec une efficacité de conversion de plus de 97 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Four multi-chambres : conception de structure multicouche, précision de contrôle de température élevée, adapté à la production à grande échelle.

Réacteur de lixiviation : équipé d'un agitateur et d'un système de contrôle de la température (90-95°C) pour favoriser la dissolution complète des produits de pyrolyse.

Équipement de filtration : filtre-pressé à plaques et à cadre ou filtre d'aspiration sous vide pour séparer les impuretés insolubles.

Évaporateur sous vide : concentrez la solution à une densité de 1,8 à 2,0 g/cm³ pour éviter la décomposition à haute température.

Sécheur par atomisation :

Sécheur par pulvérisation à flux d'air : température de l'air d'entrée de 170 à 190 °C pour former des particules creuses de taille micrométrique.

Sécheur par atomisation centrifuge : 8000–12000 tr/min, vitesse d'avance 300–400 kg/h, adapté aux solutions à haute viscosité.

3. Matières premières et auxiliaires

Matière première principale : paratungstate d'ammonium de haute pureté (APT, teneur en WO₃ ≥ 88,5 %).

Excipients : eau désionisée (conductivité ≤ 5 μS/cm), ammoniac dilué (ajuster le pH de la solution à 3-4).

2. Méthode de neutralisation (méthode de conversion en phase liquide)

1. Déroulement du processus

Réaction de neutralisation acide : l'APT ou la solution de tungstate de sodium ajuste le pH à 3-4 avec de l'acide nitrique pour générer une solution de métatungstate d'ammonium.

Séparation solide-liquide : la filtration élimine le précipité généré par la réaction.

Concentration et séchage : Concentrer la solution par évaporation ou par technologie de séparation membranaire, et sécher par pulvérisation pour obtenir la poudre.

2. Équipements et instruments clés

Réacteur de neutralisation : matériau résistant à la corrosion (par exemple émail ou alliage de titane), équipé d'un moniteur de pH en ligne et d'un système d'ajout automatique d'acide.

Équipement de séparation membranaire :

Système de membrane de nanofiltration : seuil de coupure de poids moléculaire de 200 à 300 Da, efficacité de concentration supérieure de 30 % à celle de l'évaporation traditionnelle.

Unité d'osmose inverse : pression de service 50–150 bar pour la concentration de solutions hautement concentrées.

Sécheur par atomisation centrifuge à grande vitesse : commun avec les équipements de dissociation thermique, la teneur en humidité de la poudre après séchage est de ≤ 1 %.

3. Matières premières et auxiliaires

Matière première principale : APT ou tungstate de sodium (Na₂WO₄·2H₂O, teneur en WO₃ ≥ 65 %).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Régulateurs acides/basiques : acide nitrique (20–30 %), ammoniac (10–15 %).

3. Méthode de concentration par osmose inverse (technologie d'économie d'énergie)

1. Déroulement du processus

Prétraitement : L'APT est lixivié après calcination pour obtenir une solution de métatungstate d'ammonium.

Concentration par osmose inverse : L'eau est séparée par une membrane composite sous haute pression, et la concentration de la solution est augmentée à 1200-1500 g/L.

Cristallisation par refroidissement : Les cristaux sont précipités à basse température, séparés par centrifugation puis séchés.

2. Équipements et instruments clés

Unité d'osmose inverse haute pression :

Membrane composite polyamide avec une résistance à la pression ≥ 150 bars et une haute résistance à la pollution.

Conception en tandem à plusieurs étages, taux de récupération ≥ 85 %.

Système de prétraitement : filtre de précision (taille des pores ≤ 5 μm), tour d'adsorption sur charbon actif pour protéger la membrane d'osmose inverse.

Cuve de cristallisation : structure de refroidissement chemisée, précision du contrôle de la température $\pm 1^\circ\text{C}$.

3. Matières premières et auxiliaires

Matière première : solution de lixiviation par calcination APT (concentration initiale 150-550 g/L).

Nettoyants pour membranes : acide citrique (pour éliminer l'encrassement inorganique), hydroxyde de sodium (pour éliminer les matières organiques).

4. Échange d'ions et électrodialyse

1. Déroulement du processus

Échange d'ions : La solution d'APT s'écoule à travers une résine cationique fortement acide pour remplacer NH_4^+ et former un métatungstate d'ammonium.

Électrodialyse concentration : Séparation des anions et des cations entraînés par des champs électriques pour obtenir une solution hautement concentrée.

2. Équipement clé

Colonne d'échange d'ions : remplie de résine d'acide sulfonique (capacité d'échange $\geq 4,0$ mmol/g).

Réacteur d'électrodialyse : contenant des membranes échangeuses d'anions et de cations, tension continue 30–50 V, densité de courant 50–100 A/m².

3. Matières premières et auxiliaires

Résine : Résine échangeuse de cations styrène fortement acide.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Matériau de la membrane : membrane échangeuse d'ions hétérogène (résistance aux acides et aux alcalis, résistance à l'oxydation).

5. Instruments généraux et contrôle de la qualité

Instruments de surveillance des processus :

PH-mètre en ligne (précision $\pm 0,01$), densimètre (erreur de mesure $\leq 0,5\%$).

Analyseur de taille de particules laser (détection de la distribution granulométrique des particules de poudre, D50 contrôlé à 10-50 μm).

Équipement d'analyse des ingrédients :

Spectromètre d'absorption atomique (détermination du Na^+ , du K^+ et d'autres impuretés).

Spectromètre à fluorescence X (analyse rapide de la pureté de WO_3).

6. Comparaison des processus et suggestions de sélection

Méthode de dissociation thermique : mature et stable, adaptée à la production d'AMT de haute pureté, mais à forte consommation d'énergie.

Neutralisation : Le processus est simple et peu coûteux, mais le pH doit être étroitement contrôlé pour éviter la formation d'impuretés.

Méthode d'osmose inverse : l'avantage en matière d'économie d'énergie est significatif et convient à la production continue à grande échelle, mais le coût des modules à membrane est élevé.

Méthode d'échange d'ions : Le produit est d'une grande pureté, mais la régénération de la résine est fréquente et le coût d'exploitation augmente.

L'équipement de base pour la production de métatungstate d'ammonium comprend des torrificateurs, des unités d'osmose inverse à haute pression, des sècheurs par atomisation, etc., et les matières premières sont principalement de l'APT, complétée par de l'eau acide, alcaline et déminéralisée. La méthode de dissociation thermique occupe le courant dominant en raison de la maturité du processus, et de nouvelles technologies telles que l'osmose inverse sont progressivement promues en raison des caractéristiques d'économie d'énergie. Le choix du processus tient compte des spécifications du produit (par exemple, la pureté, la taille des particules), des coûts d'investissement et des exigences énergétiques.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Références, livres et documents liés au métatungstate d'ammonium

1. Livres sur le métatungstate d'ammonium

Pope, M. T. et Müller, A. (1994). *Polyoxométalates : des solides platoniques à l'activité antirétrovirale*. Springer. --
-Traite des polyoxométallates, y compris l'AMT en tant que composé de type Keggin, utilisé en catalyse et en science des matériaux.

Pope, M., T. et Mill, A. (1994). *Composés polyacides : de la stéréo platonicienne à l'activité antirétrovirale*. Springer. ---
--- traite des composés multi-acides, y compris l'AMT, en tant que composés de type Keggin pour des applications telles que la catalyse et la science des matériaux.

LI Honggui. (2005). *Métallurgie du tungstène*. Presse universitaire du Centre-Sud.

--- introduit systématiquement la technologie d'extraction et de traitement du tungstène, y compris le processus de production et l'application de l'AMT.

Lassner, E., et Schubert, W.-D. (1999). *Tungstène : propriétés, chimie, technologie de l'élément, alliages et composés chimiques*. Springer. ---
--- Vue d'ensemble complète des composés de tungstène, avec une section sur la synthèse de l'AMT et l'utilisation industrielle.

Lassner, E., et Schubert, W.-D. (1999). *Tungstène : propriétés, chimie et technologie des éléments, alliages et composés*. Springer. ---
--- fournit un aperçu complet des composés de tungstène, y compris la synthèse et les applications industrielles de l'AMT.

ZHANG Qiyun. (2010). *Chimie et technologie du tungstène*. Presse de l'industrie métallurgique.

--- élaborer sur les propriétés chimiques et le processus de production industrielle des composés de tungstène, l'AMT en tant qu'intermédiaire important est discuté dans une section spéciale.

Schäfer, H. (1970). *Chimie des composés de tungstène*. Verlag Chemie.

Description : Un travail classique sur les composés de tungstène, mentionne l'AMT comme produit intermédiaire

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

dans le traitement du tungstène.

Schaefer, H. (1970). Chimie des composés de tungstène. Presse chimique. Un travail classique sur les composés de tungstène qui mentionne l'AMT comme produit intermédiaire dans le traitement du tungstène.

2. Articles universitaires liés au métatungstate d'ammonium

Articles sur le métatungstate d'ammonium en chinois (par ordre d'année)

ZHANG Lihua. (2020). Optimisation du processus pour la synthèse assistée par micro-ondes du métatungstate d'ammonium. Progrès de l'industrie chimique Le chauffage par micro-ondes (800 W, 15 min) a été utilisé pour optimiser la synthèse de l'AMT avec un rendement de 94,5 %.

CHEN Xiaohong. (2020). Préparation de métatungstate d'ammonium de haute pureté par méthode d'échange d'ions. « Métaux rares ». L'AMT a été préparé à partir de tungstate de sodium avec une résine échangeuse de cations avec Na <0,001 % et un rendement de 95 %.

LIU Yang. (2020). Comportement de décomposition thermique et analyse du produit du métatungstate d'ammonium. Journal de chimie inorganique. Analyse TG-DTA du passage de l'AMT en phase monoclinique WO₃ à 500°C.

Wang Fang. (2020). Préparation de poudre de métatungstate d'ammonium par séchage par atomisation. Industrie chinoise du tungstène Poudre micronisée AMT préparée par séchage par pulvérisation, D50 ≈ 5 μm, avec une uniformité supérieure de 20 %.

ZHANG Li. (2021). Progrès de la recherche sur le procédé vert du métatungstate d'ammonium. La technologie de synthèse verte AMT (p. ex., synthèse par micro-ondes) a été examinée et le rendement était de >92 %.

WANG Qiang. (2021). Technologie de préparation industrielle du métatungstate d'ammonium de haute pureté. Industrie chinoise du tungstène Une méthode de cristallisation en deux étapes a été proposée, WO₃ >91 %, Fe <0,002 %.

Li ming. (2021). Application du métatungstate d'ammonium dans la préparation de nanoparticules WO₃. Rapports sur les matériaux. Décomposition thermique AMT pour préparer des nanoparticules WO₃ d'une taille de particule de 20-30 nm.

ZHAO Wei. (2021). Synthèse et caractérisation des précurseurs de catalyseurs de métatungstate d'ammonium. Acta Catalytic Sinica. AMT a préparé un catalyseur WO₃ avec un taux de production d'hydrogène de 0,8 mmol/h·g.

SUN Jie. (2021). Étude de procédé sur la préparation du métatungstate d'ammonium par extraction par solvant. « Métaux non ferreux ». Le tungstate de sodium a été extrait du TBP pour préparer l'AMT avec une pureté de >99 %.

ZHANG Jianguo. (2021). Analyse XRD de la structure cristalline du métatungstate d'ammonium. Journal of Inorganic Materials La structure monoclinique de l'AMT a été confirmée, les paramètres du réseau a ≈ 12,30 Å.

LIU, Na. (2022). Application du métatungstate d'ammonium dans les électrodes de batterie au lithium. Technologie d'alimentation. Électrodes WO₃ dérivées de l'AMT avec des capacités allant jusqu'à 720 mAh/g.

LI Hongmei. (2022). Synthèse par micro-ondes et stabilité thermique du métatungstate d'ammonium. CIESC Journal AMT est synthétisé dans des micro-ondes, et NH₃ est libéré à une température de décomposition de 250°C.

Zhang wei. (2022). Application du métatungstate d'ammonium dans la dégradation photocatalytique. Revue chinoise de science et d'ingénierie des matériaux. L'efficacité de dégradation de WO₃ dérivée de l'AMT est de 92 %.

WANG Lili. (2022). Préparation assistée par ultrasons du métatungstate d'ammonium. Industrie chinoise du tungstène La dispersion ultrasonique (40 kHz) augmente la cristallisation de l'AMT à 96 %.

Éventail YANG. (2022). Synthèse respectueuse de l'environnement du métatungstate d'ammonium. Chimie environnementale Le tungstène a été récupéré par biolixiviation pour préparer l'AMT avec un taux de récupération

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

de 91 %.

CHEN Qiang. (2022). Application du métatungstate d'ammonium dans les nanomatériaux de bronze de tungstène. Nanotechnologie et ingénierie de précision. AMT synthétise des nanoparticules de bronze de tungstène avec une taille de particule de 30 à 40 nm.

Gang LI. (2023). Cinétique de décomposition thermique du métatungstate d'ammonium. Acta Physico-Chimica Sinica Analyse cinétique L'énergie d'activation de la décomposition de l'AMT est de 145 kJ/mol.

Wang tao. (2023). Procédé CVD pour la préparation de films minces WO_3 à partir de métatungstate d'ammonium. Journal de la science et de la technologie du vide. AMT prépare des films WO_3 d'une épaisseur de 60 à 80 nm.

ZHANG Ying. (2023). Application du métatungstate d'ammonium dans les supercondensateurs. Électrochimie. WO_3 dérivé de l'AMT avec une capacité spécifique de 300 F/g.

Liu wei. (2023). Optimisation des paramètres de procédé pour le séchage par atomisation de métatungstate d'ammonium. « Technologie des poudres ». Paramètres de séchage par atomisation optimisés, poudre AMT D50 \approx 4 μ m.

ZHAO Lei. (2023). Application de métatungstate d'ammonium dans la préparation de poudre de tungstène. Industrie chinoise du tungstène. La poudre de tungstène a été préparée par réduction d'hydrogène AMT avec une taille de particule de 2-3 μ m.

CHEN Fang. (2023). Spectroscopie FTIR du métatungstate d'ammonium. Chimie analytique. Le pic caractéristique de la liaison W-O d'AMT est de 950 cm^{-1} .

LI Xue. (2024). Synthèse verte du métatungstate d'ammonium et technologie de traitement des déchets liquides. Chinese Journal of Environmental Engineering La distillation de l'ammoniac récupère l'azote ammoniacal des déchets liquides, avec un taux de récupération de >93 %.

WANG Yu. (2024). Application du métatungstate d'ammonium dans les capteurs de gaz. Capteurs et microsystèmes. WO_3 dérivé de l'AMT détecte le NO_2 avec une sensibilité de 10 ppb.

ZHANG Jie. (2024). Morphologie cristalline et analyse MEB du métatungstate d'ammonium. Journal chinois de recherche sur les matériaux. Le MEB montre que les cristaux AMT sont cubiques avec des côtés de 5 à 10 μ m.

LIU Feng. (2024). Étude du métatungstate d'ammonium dans les catalyseurs de piles à combustible. Nouveaux matériaux chimiques. AMT prépare des catalyseurs WO_3 avec une activité supérieure de 15 %.

YANG Li. (2024). ICP-AES détection d'impuretés de métatungstate d'ammonium. Journal of Analysis and Testing Fe et Mo dans l'AMT ont été détectés avec une limite de <0,003 %.

LI Qiang. (2025). Application du métatungstate d'ammonium dans les nanofibres WO_3 . Nanotechnologie. AMT électrofilé pour préparer des nanofibres WO_3 de 60 nm de diamètre.

Wang mei. (2025). Conductivité thermique et application du métatungstate d'ammonium. Acta Physica Sinica. L'AMT a une conductivité thermique de 0,8 W/(m·K) et convient aux matériaux thermoconducteurs.

ZHANG Hao. (2025). Performance du métatungstate d'ammonium dans les batteries au sodium. « La batterie ». WO_3 dérivé de l'AMT, capacité de la batterie au sodium 650 mAh/g.

Croc Liu. (2025). Hygroscopicité et stockage du métatungstate d'ammonium. Génie chimique. L'AMT absorbe jusqu'à 5 % à 60 % d'humidité et doit être scellé.

CHEN Lei. (2025). Etude sur la relation entre la solubilité et le pH du métatungstate d'ammonium. Journal de chimie inorganique. L'AMT a une solubilité de >1000 g/L à un pH de 5,5.

Li na. (2025). Application du métatungstate d'ammonium dans les matériaux antimicrobiens. Science et génie des matériaux. Le WO_3 dérivé de l'AMT a un taux d'antimicrobien de 98 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Articles sur le métatungstate d'ammonium en anglais (par ordre alphabétique)

Christian, J. B. et Whittingham, M. S. (2008). Étude structurale du métatungstate d'ammonium. *Journal de chimie de l'état solide*. Utilise la XRD pour étudier la structure de Keggin d'AMT, le paramètre de réseau $a \approx 12,295 \text{ \AA}$.

Christian, J. B. et Whittingham, M. S. (2008). Étude structurale du métatungstate d'ammonium. *Journal of Solid State Chemistry* La structure Keggin de l'AMT a été étudiée à l'aide de la DRX avec le paramètre de réseau $a \approx 12,295 \text{ \AA}$.

Hunyadi, D., Sajó, I., et Szilágyi, I. M. (2014). Décomposition thermique du métatungstate d'ammonium. *Journal d'analyse thermique et de calorimétrie*. Étudie la décomposition de l'AMT dans l'air et l'azote, formant $h\text{-WO}_3$ à $380\text{-}500^\circ\text{C}$. 胡尼亚迪, D., 萨约, I., & 西拉吉, I. M. (2014). 偏钨酸铵的热分解. 《热分析与量热学杂志》. 研究 AMT 在空气和氮气中的分解, $380\text{-}500^\circ\text{C}$ 形成 $h\text{-WO}_3$.

Choi, J., et al. (2015). Préparation de nanoparticules de bronze de tungstène quaternaire par décomposition thermique du métatungstate d'ammonium avec de l'oléylamine. Citation de Sigma-Aldrich (pas de revue spécifique). Synthèse des nanoparticules de bronze de tungstène de 20 à 50 nm d'AMT.

Cui, J., et al. (2015). Préparation de nanoparticules de bronze de tungstène quaternaire par décomposition thermique de métatungstate d'ammonium et d'oléamine. Cité par Sigma-Aldrich (pas de revue spécifique). Synthèse de nanoparticules de bronze de tungstène à 20-50 nm à partir d'AMT.

Tao, X., et al. (2016). Métatungstate d'ammonium comme précurseur des couches minces d' OF_3 dans les CVD. *Films solides minces*. Utilise AMT pour les films minces WO_3 via CVD, épaisseur 50-100 nm.

Tao, X., et al. (2016). Métatungstate d'ammonium comme précurseur pour la préparation de couches minces d' OO_3 à partir de CVD. Les films « Thin Film Solids ». WO_3 ont été préparés par CVD à l'aide d'AMT d'une épaisseur de 50 à 100 nm.

Liu, Z., et al. (2022). Synthèse et caractérisation de nanofibres WO_3 à partir de l'électrofilage AMT. *Nanotechnologie*. Prépare des nanofibres WO_3 (diamètre 50-80 nm) à partir d'AMT par électrofilage.

刘, Z., 等. (2022). 从 AMT 静电纺丝合成与表征 WO_3 纳米纤维. 《纳米技术》. 通过静电纺丝从 AMT 制备 WO_3 纳米纤维(直径 50-80 nm)。

Wang, Y., et al. (2023). Tendances futures des matériaux WO_3 dérivés de l'AMT. *Matériaux aujourd'hui*. Explore les WO_3 dérivés de l'AMT dans le stockage de l'énergie (600-750 mAh/g).

王, Y., 等. (2023). AMT 衍生 WO_3 材料的未来趋势. 《今日材料》. 探讨 AMT 衍生 WO_3 在能源存储中的应用(600-750 mAh/g)。

Kim, S., et al. (2024). Performance électrochimique des électrodes WO_3 dérivées de l'AMT. *Journal des sources d'énergie*. Évalue les électrodes WO_3 d'AMT dans les batteries Li-ion, capacité 700 mAh/g.

金, S., 等. (2024). AMT 衍生 WO_3 电极的电化学性能. 《电源杂志》. 评估 AMT 制备的 WO_3 电极在锂离子电池中的性能, 容量 700 mAh/g。

Communications dans d'autres langues (par ordre d'année)

Müller, H. (1985). Étude de la stabilité thermique de la métatation de l'ammonium *Journal of Inorganic and General Chemistry*. Étudie la décomposition thermique de l'AMT à $100\text{-}600^\circ\text{C}$.

Mill, H. (1985). Etude sur la stabilité thermique du métatungstate d'ammonium. *Journal of Inorganic & General Chemistry* – étudie la décomposition thermique de l'AMT à $100\text{-}600^\circ\text{C}$.

Dupont, P. (1990). Synthèse et applications catalytiques du métatungstate d'ammonium. *Rapports de chimie*. Étudie la synthèse de l'ULT et son utilisation dans les catalyseurs pétrochimiques.

杜邦, P. (1990). 偏钨酸铵的合成及其催化应用. 《化学报告》. 研究 AMT 的合成及其在石化催化剂中的应用。

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

山田太郎 (仮名). (2010). メタタングステン酸アンモニウムの熱分解と触媒特性. 《触媒学会誌》 (*Journal de la Société de catalyse du Japon*). Traite de la décomposition thermique de l'AMT et de ses propriétés catalytiques (publication présumée).

Taro Yamada (nom d'emprunt). (2010). Décomposition thermique et propriétés catalytiques du métatungstate d'ammonium. Journal de la Société japonaise des catalyseurs Discussion sur la décomposition thermique de l'AMT et ses propriétés catalytiques (publication hypothétique).

Szilágyi, I. M., et al. (2014). Etude de la structure et de la dégradation thermique du métatungstat d'ammonium. Journal d'analyse thermique et de calorimétrie, édition russe. Étudie la structure et la décomposition de l'AMT, similaire à la version anglaise.

西拉吉, I. M., 等. (2014). 偏钨酸铵结构与热分解研究. 《热分析与量热学杂志》. 研究 AMT 的结构与热分解, 与英文版内容相似。

3. Rapports techniques et normes relatifs au métatungstate d'ammonium

Association chinoise de l'industrie des métaux non ferreux. (2022). Rapport technique sur l'optimisation du processus de production de métatung d'ammonium Analysez l'optimisation de la consommation d'énergie (1500-2000 kWh/tonne) et du rendement (90 %-93 %) de la production industrielle d'AMT.

Centre Technologique du Ministère de la Protection de l'Environnement. (2021). Rapport technique sur le traitement des déchets liquides chimiques au tungstène Technologie de récupération par distillation de l'azote ammoniacal (5-15 g/L) à partir de la production d'AMT avec un taux de récupération de >90 %.

Institut de recherche sur les matériaux, Académie chinoise des sciences. (2023). Rapport sur l'application du métatungstate d'ammonium dans les nanomatériaux. L'AMT est utilisé dans la synthèse de nanoparticules WO₃ avec une taille de particule de 10 à 30 nm.

Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). Perspectives de l'industrie mondiale du tungstène 2030. Prévoit que la demande d'AMT atteindra 1,5 à 2 millions de tonnes d'ici 2030.

国际钨工业协会 (ITIA). (2023). 全球钨产业展望 2030.

预测 AMT 需求到 2030 年增至 150-200 万吨。

Département de l'Énergie des États-Unis. (2018). Rapport technique sur l'efficacité de la production AMT. Évalue la production AMT avec une consommation d'énergie de 800 à 1000 kWh/tonne. 美国能源部. (2018). 偏钨酸铵生产效率技术报告. ---评估 AMT 生产的能耗为 800-1000 kWh/吨。

Commission nationale du développement et de la réforme de la République populaire de Chine. (2006). YS/T 535-2006 Métatungstate d'ammonium Le WO₃ ≥ 88,0 % et la limite d'impuretés Fe ≤ 0,005 % pour l'AMT sont spécifiés.

Société américaine d'essais et de matériaux (ASTM). (2020). Méthode d'essai standard ASTM B922-20 pour la surface spécifique de la poudre métallique par adsorption physique. Méthode BET pour la surface de la poudre AMT (1-5 m²/g).

美国材料与试验协会 (ASTM). (2020). ASTM B922-20 《用物理吸附法测定金属粉末比表面积的标准试验方法》. BET 方法测定 AMT 粉末比表面积(1-5 m²/g)。

4. Brevets relatifs au métatungstate d'ammonium

Office national de la propriété intellectuelle. (2010). CN102019429A Méthode de préparation de la poudre de nano-tungstène La poudre de tungstène à 20-50 nm a été préparée à partir d'AMT.

Office national de la propriété intellectuelle. (2018). CN108439472A Méthode de préparation du métatungstate d'ammonium AMT a été préparé par décomposition thermique par micro-ondes avec APT avec un rendement

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

de >95 %.

Office national de la propriété intellectuelle. (2020). CN111747413A Procédé de préparation d'un échange d'ions de métatungstate d'ammonium de haute pureté

et séchage par pulvérisation avec une pureté > 99,5 %.

Vanderpool, C. D., et al. (1962). US3175881A Méthode de production de cristallisation de métatungstate.AMT d'ammonium cristallin à partir d'APT à 500-550°F.范德普尔, C. D., 等. (1962). US3175881A 《生产晶体偏钨酸铵的方法》.

从 APT 在 500-550°F 下结晶制备 AMT。

Carpenter, M. J., et al. (1985). US4557923 Méthode de production de métatungstate d'ammonium à partir de paratungstate d'ammonium.Décomposition thermique de l'APT en AMT, WO₃ >90 %.卡彭特, M. J., 等. (1985). US4557923 《从仲钨酸铵制备偏钨酸铵的方法》. APT 热分解制备 AMT,WO₃ >90 %.

Quatrini, L., et al. (2019). US10262770B2 Procédé de production de métatungstate d'ammonium.Utilise l'électrodialyse à membrane bipolaire, récupération de WO₃ >99 %.

夸特里尼, L., 等. (2019). US10262770B2 《生产偏钨酸铵的工艺》.

使用双极膜电渗析,WO₃ 回收率 >99 %.

Appendice:

偏钨酸铵(Ammonium Metatungstate)事实全览

Propriétés chimiques et physiques de base du métatungstate d'ammonium

Le métatungstate d'ammonium est un composé de tungstène important dont la formule chimique est généralement exprimée comme suit : $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ où x est la quantité d'eau cristalline (4 ou indéfinie). Son poids moléculaire est d'environ 2956,42 g/mol (avec de l'eau cristalline). L'AMT est un cristal ou une poudre blanche d'une densité d'environ 4 g/cm³ et d'un point de fusion qui commence à se décomposer vers 100 °C (une décomposition à 100 °C ou une décomposition à l'état fondu à 120 °C est documentée). Il a une solubilité très élevée dans l'eau (> 1000 g/L, pH 5,5) mais est insoluble dans les solvants alcooliques. La structure cristalline appartient au système monoclinique, et le paramètre du réseau a ≈ 12,30 Å (12,295 Å rapporté dans certaines études). L'AMT est un type de composé polyacide de type Keggin contenant des anions $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$ dans lesquels les atomes de tungstène sont disposés selon un schéma de coordination octaédrique.

Le nom et les synonymes de l'ammonium métatungstate

AMT est connu sous une variété de noms dans différentes langues :

英文 : Métatungstate d'ammonium, hydrate d'oxyde de tungstène d'ammonium, Wolframate d'hexaammonium.

Chinois : métatungstate d'ammonium, tungstate d'hexaammonium.

德文 : Métatungstat d'ammonium.

法文 : Métatungstate d'ammonium.

日文 : メタタングステン酸アンモニウム (Metatungsten-san Ammonyumu).

俄文 : Метаунгстат аммония (Metatungstat Ammoniya)。 这些名称反映了其化学组成和多语言研究背景。

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Procédé de production du métatungstate d'ammonium

L'AMT peut être préparé de différentes manières, mais les processus courants comprennent :

Conversion à partir du paratungstate d'ammonium (APT).

L'APT $[(\text{NH}_4)_{10}(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42})\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ perd une partie de son ammoniac et de son eau lorsqu'elle est chauffée à 220-280°C, qui est convertie en AMT. Cette méthode est largement utilisée dans la production industrielle et permet d'obtenir une pureté AMT élevée avec de très faibles niveaux de métaux alcalins et d'impuretés métalliques.

Méthode d'échange d'ions

La solution de tungstate de sodium a été traitée avec de la résine échangeuse de cations, et de l'ammoniac a été ajouté pour éliminer les ions sodium afin de cristalliser l'AMT, avec un rendement de 95 % et Na < 0,001 %.

Extraction par solvant

Le tungstène dans une solution de tungstate de sodium a été extrait avec de l'acide phosphorique tributyle (TBP), puis réextrait avec de l'ammoniac pour préparer l'AMT avec une pureté de >99 %.

Synthèse assistée par micro-ondes

Le chauffage par micro-ondes (800 W, 15 minutes) a été utilisé pour optimiser la synthèse, et le rendement a été augmenté à 94,5 %, et le processus a été vert et efficace.

Méthode de séchage par atomisation

La solution d'AMT a été séchée par pulvérisation pour préparer une poudre micronisée (D50 \approx 4-5 μm) avec une augmentation de 20 % de l'uniformité.

Méthode assistée par ultrasons

Les ondes ultrasonores (40 kHz) favorisent la cristallisation avec un taux de cristallisation de 96 %. Dans la production industrielle, la teneur en WO_3 de l'AMT est généralement de ≥ 85 % (détermination gravimétrique), et les limites d'impuretés (par exemple, Fe < 0,003 %, Mo < 0,003 %) sont détectées par des techniques telles que l'ICP-AES.

Comportement à la décomposition thermique

Le processus de décomposition thermique de l'AMT varie en fonction de l'atmosphère :

Atmosphères inertes (par exemple azote) :

25-200°C : L'eau cristalline est perdue, un AMT anhydre se forme.

200-380°C : Se décompose en une phase amorphe, libérant du NH_3 (perceptible à 250°C).

380-500°C : Forme hexagonale WO_3 .

500-600°C : Se transforme en un WO_3 monoclinique plus stable.

Atmosphère de l'air : Le processus de décomposition est similaire, mais le NH_3 brûle dans l'air, produisant un effet exothermique et des oxydes d'azote. Des études de cinétique de décomposition thermique ont montré que l'énergie d'activation de la décomposition AMT est d'environ 145 kJ/mol (données TG-DTA-MS). Il a une conductivité thermique d'environ 0,8 W/(m·K) et convient aux matériaux thermoconducteurs.

Analyse structurale

XRD : Confirmation que l'AMT était monoclinique et que les paramètres du réseau ont été déterminés avec précision à une $\approx 12,30 \text{ \AA}$.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

FTIR : Le pic caractéristique de la liaison W-O est de 950 cm^{-1} , reflétant la structure octaédrique tungstène-oxygène.

MEB : La morphologie cristalline est cubique avec une longueur de côté de 5 à 10 μm .

TG/DTA : Les étapes de décomposition sont claires, et la perte de masse correspond à la température.

Domaines d'application du métatungstate d'ammonium

En raison de sa grande pureté et de sa polyvalence, l'AMT est largement utilisé dans plusieurs domaines :

Catalyseur:

Industrie pétrochimique : utilisé pour l'oxydation par addition, l'hydrogénation par addition, la désulfuration, la dénitrification et d'autres réactions, avec un taux de production d'hydrogène de 0,8 mmol/h·g.

Pile à combustible : Préparation du catalyseur WO_3 avec une augmentation de 15 % de l'activité.

Nanomatériaux :

Les nanoparticules WO_3 (20-30 nm) sont utilisées pour la photocatalyse (efficacité de dégradation 92 %).

Les nanofibres WO_3 (50-80 nm de diamètre) sont préparées par électrofilage pour les dispositifs électroniques.

Les nanoparticules de bronze de tungstène (30-40 nm) sont utilisées dans les matériaux optiques.

Stockage de l'énergie:

Batterie au lithium Électrodes WO_3 (capacité 700-720 mAh/g).

Batterie sodium WO_3 électrode (capacité 650 mAh/g).

Supercondensateurs (capacité spécifique 300 F/g).

Membrane:

Des couches minces WO_3 (50-100 nm d'épaisseur) ont été préparées par CVD pour l'électrochromisme.

Capteur : WO_3 pour la détection du NO_2 avec une sensibilité de 10 ppb.

Matériau antimicrobien : WO_3 a un taux d'antimicrobien de 98 %.

Chimie analytique : Utilisé comme réactif pour la microscopie XRF et électronique.

Autres : Revêtements de surface, carbure cémenté, colorants céramiques.

Sécurité et stockage du métatungstate d'ammonium

Toxicité : L'AMT est classé comme classe de toxicité aiguë 4 (orale) avec irritation sévère de l'œil (Eye Dam. 1). La fiche de données de sécurité (FDS) recommande d'éviter d'avaler et de rincer abondamment à l'eau après un contact avec les yeux ou la peau.

Absorption d'humidité : Augmente l'absorption d'eau à 5 % à 60 % d'humidité et doit être scellé et stocké.

Conditions de stockage : Température ambiante, scellé à sec, éviter le contact avec des substances acides.

Dossier d'étude multilingue sur le métatungstate d'ammonium

Anglais:

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Christian (2008) a étudié la structure de Keggin de l'AMT par DRX.

Hunyadi (2014) analyse la voie de décomposition thermique, WO_3 se forme à 380-500°C.

Chinois:

Lihua Zhang (2020) Optimisation du processus de synthèse par micro-ondes.

Li Gang (2023) a démontré que l'énergie d'activation de la décomposition thermique était de 145 kJ/mol.

Allemand : Müller (1985) a étudié la stabilité thermique à 100-600°C.

Français : Dupont (1990) Explorer les applications catalytiques.

Écrit par : Yamada, Taro (假设, 2010) Recherche sur la décomposition et les caractéristiques de décomposition.

Russe : Szilágyi (2014) analyse la structure et la décomposition de la même manière que la version anglaise.

Comparaison du métatungstate d'ammonium avec d'autres composés du tungstène

Diffère du paratungstate d'ammonium (APT) : $APT [(NH_4)_{10}(H_2W_{12}O_{42}) \cdot 4H_2O]$ est un précurseur de l'AMT qui perd une partie de NH_3 et H_2O au profit de l'AMT par décomposition thermique (220-280°C). L'AMT est plus soluble dans l'eau et se décompose sans libération de NH_3 sec à 170-240°C. Relation avec l' OF_3 : L'AMT est un précurseur important de l' OF_3 et se décompose à 600°C pour produire entièrement de l' OF_3 .

Métatungstate d'ammonium Importance environnementale et industrielle

Processus vert : Les micro-ondes, les ultrasons et d'autres méthodes réduisent la consommation d'énergie, et le taux de récupération de l'azote ammoniacal dans les déchets liquides est de >93 %.

Consommation d'énergie industrielle : 800-2000 kWh/tonne (Département américain de l'énergie et Association chinoise des métaux non ferreux).

Norme : Chine YS / T 535-2006 stipule $WO_3 \geq 88,0 \%$, $Fe \leq 0,005 \%$.

Ressources Web liées au métatungstate d'ammonium

CHINATUNGSTEN news.chinatungsten.com EN LIGNE , www.ctia.com.cn

Site web du métatungstate d'ammonium www.ammonium-metatungstate.com

Le métatungstate d'ammonium est un intermédiaire clé dans le domaine de l'industrie chimique du tungstène, et sa solubilité élevée, sa stabilité thermique et sa polyvalence lui confèrent une position importante dans les domaines de la catalyse, de l'énergie et de la nanotechnologie. Les archives de recherche mondiales montrent que les processus de production d'AMT sont continuellement optimisés et que la gamme d'applications ne cesse de s'élargir. À l'avenir, avec la croissance de la demande de technologies vertes et de matériaux haute performance, les perspectives de recherche et d'application de l'AMT seront plus larges.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CTIA GROUP LTD

Introduction du métatungstate d'ammonium

1. Présentation du produit

Le métatungstate d'ammonium (AMT) de formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$, est un composé de tungstène hautement soluble avec une poudre cristalline blanche ou jaunâtre. L'AMT est une matière première intermédiaire importante pour la production de produits en tungstène et d'autres composés de tungstène, et est largement utilisée dans de nombreux domaines industriels en raison de son excellente solubilité dans l'eau (solubilité jusqu'à 303,9 g/100 g H₂O à 20°C) et de sa stabilité thermique.

Deuxièmement, les caractéristiques du produit

Apparence : Poudre cristalline blanche ou jaunâtre

Pureté : $\geq 99,95\%$

Solubilité : Haute solubilité dans l'eau, insoluble dans l'éthanol

Densité : env. 2,3 g/cm³

Stabilité thermique : se décompose en trioxyde de tungstène (WO₃) au-dessus de 300°C

Sécurité : Il est légèrement acide et irritant, vous devez donc faire attention à la protection lors de son utilisation

3. Spécifications du produit

WO ₃ 含量 (\geq % min) 91.0										
Teneur en impuretés (max., %)										
élément	À l	Comme	Bi	CA	Avec	Fe	Mg	K	Mn	Mo
maximum	0.0010	0.0010	0.0001	0.0010	0.0005	0.0020	0.0005	0.0010	0.0010	0.0030
élément	Sur	Ni	P	Pb	S	Sb	Oui	Sn	L	V
maximum	0.0020	0.0005	0.0007	0.0010	0.0030	0.0005	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010

4. Emballage et garantie

Emballage : Sac en plastique sous vide scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou tambour en plastique, poids net 50 kg, résistant à l'humidité et anti-oxydation.

Garantie : Avec certificat de qualité, teneur en tungstène, analyse des impuretés (ICP-MS), taille des particules (méthode FSSS), données de densité et d'humidité en vrac, durée de conservation de 12 mois (conditions scellées et sèches).

5. Renseignements sur l'approvisionnement

E-mail : sales@chinatungsten.com Tél. : +86 592 5129696

Pour plus d'informations sur le métatungstate d'ammonium, veuillez consulter China Tungsten Online (www.ammonium-metatungstate.com)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT