

**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](http://www.ctia.com.cn)

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

## Ammoniummetawolframmat (AMT)

# Physikalische und chemische Eigenschaften, Prozesse und Anwendungen

**CTIA GROUP LTD**

Weltweit führend in der intelligenten Fertigung für die Wolfram-, Molybdän- und  
Seltenerdmetallindustrie

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Einführung in die CTIA GROUP

CTIA GROUP LTD, eine hundertprozentige Tochtergesellschaft mit unabhängiger Rechtspersönlichkeit, die von CHINATUNGSTEN ONLINE gegründet wurde, widmet sich der Förderung des intelligenten, integrierten und flexiblen Designs und der Herstellung von Wolfram- und Molybdänmaterialien im Zeitalter des industriellen Internets. CHINATUNGSTEN ONLINE, gegründet 1997 mit [www.chinatungsten.com](http://www.chinatungsten.com) als Ausgangspunkt – Chinas erste erstklassige Website für Wolframprodukte – ist das bahnbrechende E-Commerce-Unternehmen des Landes, das sich auf die Wolfram-, Molybdän- und Seltenerdmetallindustrie konzentriert. Mit fast drei Jahrzehnten umfassender Erfahrung in den Bereichen Wolfram und Molybdän erbt die CTIA GROUP die außergewöhnlichen Design- und Fertigungskapazitäten, die hervorragenden Dienstleistungen und den weltweiten Ruf ihrer Muttergesellschaft und wird zu einem umfassenden Anbieter von Anwendungslösungen in den Bereichen Wolframchemikalien, Wolframmetalle, Hartmetalle, Legierungen mit hoher Dichte, Molybdän und Molybdänlegierungen.

In den letzten 30 Jahren hat CHINATUNGSTEN ONLINE mehr als 200 mehrsprachige professionelle Websites für Wolfram und Molybdän eingerichtet, die mehr als 20 Sprachen abdecken und über eine Million Seiten mit Nachrichten, Preisen und Marktanalysen in Bezug auf Wolfram, Molybdän und Seltene Erden enthalten. Seit 2013 hat der offizielle WeChat-Account "CHINATUNGSTEN ONLINE" über 40.000 Informationen veröffentlicht, fast 100.000 Follower bedient und täglich Hunderttausenden von Branchenexperten weltweit kostenlose Informationen zur Verfügung gestellt. Mit kumulativen Besuchen auf seinem Website-Cluster und seinem offiziellen Konto, die Milliarden von Malen erreichen, hat es sich zu einer anerkannten globalen und maßgeblichen Informationsdrehscheibe für die Wolfram-, Molybdän- und Seltenerdmetallindustrie entwickelt, die 24/7 mehrsprachige Nachrichten, Produktleistungen, Marktpreise und Markttrenddienste bietet.

Aufbauend auf der Technologie und Erfahrung von CHINATUNGSTEN ONLINE konzentriert sich die CTIA GROUP darauf, die personalisierten Bedürfnisse der Kunden zu erfüllen. Unter Verwendung der KI-Technologie entwirft und produziert das Unternehmen gemeinsam mit Kunden Wolfram- und Molybdänprodukte mit spezifischen chemischen Zusammensetzungen und physikalischen Eigenschaften (wie Partikelgröße, Dichte, Härte, Festigkeit, Abmessungen und Toleranzen). Das Unternehmen bietet integrierte Dienstleistungen rund um den Prozess, die von der Werkzeugöffnung über die Probeproduktion bis hin zur Endbearbeitung, Verpackung und Logistik reichen. In den letzten 30 Jahren hat CHINATUNGSTEN ONLINE mehr als 130.000 Kunden weltweit F&E-, Design- und Produktionsdienstleistungen für über 500.000 Arten von Wolfram- und Molybdänprodukten erbracht und damit den Grundstein für eine maßgeschneiderte, flexible und intelligente Fertigung gelegt. Auf dieser Grundlage vertieft die CTIA GROUP die intelligente Fertigung und integrierte Innovation von Wolfram- und Molybdänmaterialien im Zeitalter des industriellen Internets.

Dr. Hanns und sein Team bei der CTIA GROUP haben auf der Grundlage ihrer mehr als 30-jährigen Branchenerfahrung auch Wissens-, Technologie-, Wolframpreis- und Markttrendanalysen in Bezug auf Wolfram, Molybdän und Seltene Erden verfasst und veröffentlicht und diese frei mit der Wolframindustrie geteilt. Dr. Han verfügt seit den 1990er Jahren über mehr als 30 Jahre Erfahrung im E-Commerce und internationalen Handel mit Wolfram- und Molybdänprodukten sowie in der Entwicklung und Herstellung von Hartmetallen und hochdichten Legierungen und ist ein anerkannter Experte für Wolfram- und Molybdänprodukte im In- und Ausland. Das Team der CTIA GROUP hält sich an das Prinzip, der Branche professionelle und qualitativ hochwertige Informationen zur Verfügung zu stellen, und verfasst kontinuierlich technische Forschungsarbeiten, Artikel und Branchenberichte, die auf der Produktionspraxis und den Bedürfnissen der Marktkunden basieren und in der Branche weithin gelobt werden. Diese Erfolge sind eine solide Unterstützung für die technologische Innovation, die Produktförderung und den Branchenaustausch der CTIA GROUP und machen sie zu einem führenden Unternehmen bei der Herstellung und Information von Wolfram- und Molybdänprodukten.



### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



## Ammoniummetawolframat (AMT) Physikalische und chemische Eigenschaften, Prozesse und Anwendungen

### Verzeichnis

#### Vorwort

Bedeutung der Forschung und industrieller Wert von Ammoniummetawolframat

#### Kapitel 1 Einleitung

- 1.1 Definition und Überblick über Ammoniummetawolframat
- 1.2 Stellung in der Familie der Wolframverbindungen
- 1.3 Historische Entwicklung und Forschungsstand
- 1.4 Perspektiven für industrielle Anwendungen

#### Kapitel 2 Chemische und physikalische Eigenschaften von Ammoniummetawolframat

- 2.1 Chemische Zusammensetzung und molekulare Struktur von Ammoniummetawolframat
  - 2.1.1 Summenformel und strukturelle Eigenschaften von Ammoniummetawolframat
  - 2.1.2 Kristallstrukturanalyse von Ammoniummetawolframat (Röntgenbeugungsstudie)
- 2.2 Physikalische Eigenschaften von Ammoniummetawolframat
  - 2.2.1 Aussehen und Morphologie von Ammoniummetawolframat
  - 2.2.2 Löslichkeit und Stabilität von Ammoniummetawolframat
  - 2.2.3 Thermische Stabilität und Zersetzungsverhalten von Ammoniummetawolframat

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- 2.3 Chemische Eigenschaften von Ammoniummetawolframat
  - 2.3.1 Reaktion von Ammoniummetawolframat mit Säure und Base
  - 2.3.2 Redoxeigenschaften von Ammoniummetawolframat
  - 2.3.3 Koordinationschemie von Ammoniummetawolframat
- 2.4 Vergleich von Ammoniummetawolframat und Ammoniumparawolframat (APT).

### **3. Kapitel: Herstellungsprozess von Ammoniummetawolframat**

- 3.1 Rohstoffe und Vorprodukte
  - 3.1.1 Wolframkonzentrat
  - 3.1.2 Wolframsäure und Natriumwolframat
- 3.2 Traditionelle Herstellungsmethode von Ammoniummetawolframat
  - 3.2.1 Versauerung
  - 3.2.2 Verfahren des Ionenaustauschs
- 3.3 Moderne Synthesetechnologie von Ammoniummetawolframat
  - 3.3.1 Extraktion mit Lösungsmitteln
  - 3.3.2 Thermische Zersetzung
  - 3.3.3 Mikrowellengestützte Synthese
- 3.4 Optimierung der Prozessparameter für die Herstellung von Ammoniummetawolframat
  - 3.4.1 pH-Kontrolle
  - 3.4.2 Einfluss von Temperatur und Druck
  - 3.4.3 Regelung des Kristallisationsprozesses
- 3.5 Industrieller Herstellungsprozess von Ammoniummetawolframat
  - 3.5.1 Flussdiagramme und Ausrüstung
  - 3.5.2 Abfallentsorgung und Umweltschutzmaßnahmen

### **Kapitel 4 Analyse- und Nachweisttechnologie von Ammoniummetawolframat**

- 4.1 Analyse der chemischen Zusammensetzung von Ammoniummetawolframat
  - 4.1.1 Bestimmung des Wolframgehalts (gravimetrisch, ICP-AES)
  - 4.1.2 Verunreinigungsanalyse von Ammoniummetawolframat (Fe, Mo, etc.)
- 4.2 Strukturelle Charakterisierung von Ammoniummetawolframat
  - 4.2.1 Röntgenbeugung (XRD)
  - 4.2.2 Infrarotspektroskopie (IR) und Raman-Spektroskopie
  - 4.2.3 Thermische Analyse (TG-DSC)
- 4.3 Prüfung der physikalischen Eigenschaften von Ammoniummetawolframat
  - 4.3.1 Partikelgröße und -verteilung (Laser-Partikelgrößenanalyse)
  - 4.3.2 Spezifische Oberfläche (BET-Methode)
- 4.4 Qualitätskontrollnormen für Ammoniummetawolframat
  - 4.4.1 Chinesische Norm (YS/T 535-2006)
  - 4.4.2 Vergleich internationaler Normen

### **Kapitel 5 Anwendungsgebiete von Ammoniummetawolframat**

- 5.1 Katalysatorenindustrie

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- 5.1.1 Anwendungen in der petrochemischen Industrie
- 5.1.2 Katalysator für den Umweltschutz (SCR-Denitrifikation)
- 5.2 Zubereitung von Wolframprodukten
  - 5.2.1 Hochreines Wolframpulver und Wolfram
  - 5.2.2 Wolframbasislegierungen und Verbundwerkstoffe
- 5.3 Funktionswerkstoffe
  - 5.3.1 Elektrochrome Werkstoffe
  - 5.3.2 Flammschutzmittel und Nanomaterialien
- 5.4 Sonstige Bereiche
  - 5.4.1 Biomedizinische Anwendungen
  - 5.4.2 Energiespeicherung und -umwandlung

## **Kapitel 6 Industrielle Produktion und technologische Herausforderungen**

- 6.1 Engpässe in der Großserienproduktion
  - 6.1.1 Kontrolle der Reinheit
  - 6.1.2 Kosten und Energieverbrauch
- 6.2 Richtung der technischen Verbesserung
  - 6.2.1 Grüner Syntheseprozess
  - 6.2.2 Automatisierung und intelligente Produktion
- 6.3 Sicherheit und Umweltschutz
  - 6.3.1 Sicherheitstechnische Vorgaben im Produktionsprozess
  - 6.3.2 Behandlung von Abfallflüssigkeiten und Abgasen

## **Kapitel 7 Fallstudien und Praktiken**

- 7.1 Fälle der industriellen Produktion
  - 7.1.1 Präparationsbeispiele für hochreines AMT
  - 7.1.2 Anwendungsfälle von AMT für Katalysatoren
- 7.2 Beispiele für Laborsynthesen
  - 7.2.1 Versuchsplanung in kleinem Maßstab
  - 7.2.2 Datenanalyse und -optimierung
- 7.3 Fehleranalyse und -behebung
  - 7.3.1 Häufige Probleme (schlechte Kristallisation, übermäßige Verunreinigungen)
  - 7.3.2 Abwicklungsstrategie

## **Kapitel 8 Zukunftsaussichten**

- 8.1 Entwicklungstrend der Ammoniummetawolframat-Technologie
- 8.2 Potenziale neu entstehender Anwendungsfelder
- 8.3 Internationalisierung und Normungsprozess
- 8.4 Vorschläge für Forschungsrichtungen

## **Anhang**

- Anhang A: Datenblatt der chemischen Eigenschaften und physikalischen Eigenschaften von Ammoniummetawolframat
- Anhang B: Flussdiagramm der gängigen Zubereitungsverfahren
- Anhang C: Standardarbeitsanweisungen (SOPs) für Prüfverfahren

### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## Referenzen

Wissenschaftliche Arbeiten, Patente und technische Berichte  
Nationale und internationale Normenliteratur (YS/T, ISO, ASTM, etc.)

## Index

Index der Schlüsselwörter und Begriffe

## Anhang

Sicherheitsdatenblatt (MSDS) für Ammoniummetawolframat



CTIA GROUP LTD  
**Ammoniummetawolframat Produkteinführung**

**1. Produktübersicht**

Ammoniummetawolframat (AMT) mit der chemischen Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , ist eine hochlösliche Wolframverbindung mit einem weißen oder gelblichen kristallinen Pulver. AMT ist ein wichtiger Zwischenrohstoff für die Herstellung von Wolframprodukten und anderen Wolframverbindungen und wird aufgrund seiner hervorragenden Wasserlöslichkeit (Löslichkeit bis zu 303,9 g/100 g H<sub>2</sub>O bei 20 °C) und seiner thermischen Stabilität in vielen industriellen Bereichen eingesetzt.

**Zweitens, Produkteigenschaften**

Aussehen: Weißes oder gelbliches kristallines Pulver

Reinheit:  $\geq 99,95\%$

Löslichkeit: Hohe Wasserlöslichkeit, unlöslich in Ethanol

Dichte: ca. 2,3 g/cm<sup>3</sup>

Thermische Stabilität: zersetzt sich oberhalb von 300 °C in Wolframtrioxid (WO<sub>3</sub>)

Sicherheit: Es ist leicht sauer und reizend, daher müssen Sie bei der Verwendung auf den Schutz achten

**3. Produktspezifikationen**

WO <sub>3</sub> 含量 ( $\geq\%$ min) 91,0										
Gehalt an Verunreinigungen (max., %)										
Element	Zum	Wie	Bi	Ca	Mit	Fe	Mg	K	Mn	Moment
Maximum	0.0010	0.0010	0.0001	0.0010	0.0005	0.0020	0.0005	0.0010	0.0010	0.0030
Element	Auf	Noch	P	Pb	S	Sb	Ja	Sn	Ti	V
Maximum	0.0020	0.0005	0.0007	0.0010	0.0030	0.0005	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010

**4. Verpackung und Gewährleistung**

Verpackung: Innere versiegelte Vakuum-Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder Kunststofftrommel, Nettogewicht 50 kg, feuchtigkeitsbeständig und oxidationsbeständig.

Garantie: Mit Qualitätszertifikat, Wolframgehalt, Verunreinigungsanalyse (ICP-MS), Partikelgröße (FSSS-Methode), Schüttdichte- und Feuchtigkeitsdaten, Haltbarkeit von 12 Monaten (versiegelte und trockene Bedingungen).

**5. Informationen zur Auftragsvergabe**

Postfach: [sales@chinatungsten.com](mailto:sales@chinatungsten.com) Telefon: +86 592 5129696

Weitere Informationen zu Ammoniummetawolframat finden Sie unter China Tungsten Online ([www.ammonium-metatungstate.com](http://www.ammonium-metatungstate.com)).

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**





## Kapitel 1 Einleitung

### 1.1 Definition und Überblick über Ammoniummetawolframat

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ist eine wichtige Polywolframatverbindung, die als wichtiges Zwischenprodukt in der Wolframchemie aufgrund ihrer hervorragenden chemischen und physikalischen Eigenschaften auf sich aufmerksam gemacht hat. Seine molekulare Struktur besteht aus einem polysauren Anion vom Keggin-Typ  $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$  und 6 Ammoniumkationen ( $\text{NH}_4^+$ ). Die Menge an kristallisiertem Wasser ( $n$ ) variiert in der Regel zwischen 3-6, abhängig von den Zubereitungsbedingungen. Zu den wesentlichen Eigenschaften von AMT gehören eine extrem hohe Wasserlöslichkeit (ca. 300-400 g/100 mL bei 20 °C), eine gute thermische Stabilität (Zersetzung zu  $\text{WO}_3$  bei 400-600 °C) und eine Vielseitigkeit in der chemischen Umwandlung, wodurch es bei der Katalysatorvorbereitung, der Herstellung von hochreinem Wolframpulver und der Entwicklung von Funktionsmaterialien unersetzlich ist.

Im Vergleich zu herkömmlichen Wolframverbindungen wie Ammoniumparawolframat (APT) bietet die hohe Löslichkeit von AMT Vorteile in Lösungsprozessen, wie z. B. bei der direkten Verwendung zur Sprühtrocknung zur Herstellung von nanoskaligem Wolframpulver oder als Vorläufer für die Herstellung von elektrochromen  $\text{WO}_3$ -Membranen. Diese Eigenschaft verbessert nicht nur die Produktionseffizienz traditioneller Wolframprodukte, sondern fördert auch deren Anwendung im Bereich neuer Materialien wie Nanotechnologie, Energiespeicherung und biomedizinische Forschung. Der industrielle Wert von AMT liegt in seiner Rolle als effiziente Brücke zwischen Wolframkonzentrat (Wolframit, Scheelit) und Endprodukten (z. B. Wolframlegierungen, Wolframmaterial), die die vor- und nachgelagerten Verbindungen der chemischen Wolframindustrie

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

verbinden.

## 1.2 Stellung in der Familie der Wolframverbindungen

Innerhalb der Familie der Wolframverbindungen nimmt AMT aufgrund seiner einzigartigen Polysäurestruktur und hohen Löslichkeit einen besonderen Platz ein. Es gibt viele Arten von Wolframverbindungen, darunter Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ) und Natriumwolframat ( $Na_2WO_4$ ), Wolframtrioxid ( $WO_3$ ), Ammoniumparawolframat (APT) usw., jeweils mit spezifischen Anwendungen. AMT gehört zur gleichen Ammoniumwolframatgruppe wie APT, ist aber mit seiner Keggin-artigen Struktur kompakter als die Ketten- oder Lamellenstruktur von APT, was zu einer deutlich verbesserten Löslichkeit führt (AMT 350 g/100 mL vs. APT 10 g/100 mL bei 25 °C). Darüber hinaus hat AMT eine niedrigere thermische Zersetzungstemperatur (600 °C wird vollständig in  $WO_3$  umgewandelt), während APT eine höhere Temperatur (>600 °C) erfordert und mehr Zwischenprodukte erzeugt, was den Prozess für AMT bei der Herstellung von hochreinem Wolframpulver erleichtert.

Die Brückenfunktion von AMT spiegelt sich in der gesamten Kette von der Wolframerzreinigung bis zur Weiterverarbeitung wider. Nachdem Wolframkonzentrat mit Säure oder Alkali behandelt wurde, um Wolframsäure oder Natriumwolframat herzustellen, kann es durch Ionenaustausch, Lösungsmittelextraktion oder Ansäuerungsprozess in AMT umgewandelt und dann zu Wolframpulver, Wolframmaterial oder Katalysator weiterverarbeitet werden. Mit den steigenden Anforderungen der High-Tech-Industrien (z. B. Luft- und Raumfahrt und Halbleiter) an die Reinheit und Leistung von Wolframprodukten hat sich AMT zu einem immer wichtigeren Bindeglied zwischen Basisrohstoffen und High-End-Anwendungen entwickelt.

## 1.3 Historische Entwicklung und Stand der Forschung

### Globale Forschungsgeschichte

Die Forschung an Ammoniummetawolframat begann Anfang des 20. Jahrhunderts, zeitgleich mit der Entwicklung von Wolfram als strategisches Metall. In den 1940er Jahren beschrieben die amerikanischen Gelehrten K. C. Li und C. Y. Wang zum ersten Mal systematisch die Eigenschaften und Herstellungsmethoden von Wolframverbindungen in Wolfram, wobei der vorläufige Prozess der Synthese von AMT durch die Reaktion von Wolframsäure mit Ammoniak erwähnt wurde. Trotz der damals rudimentären Technologie lagen die Erträge nur bei etwa 50 bis 60 %, eine Erkenntnis, die den Grundstein für nachfolgende Studien am AMT legte. In der Mitte des 20. Jahrhunderts, mit der Ausweitung der Wolframanwendungen in den Bereichen Beleuchtung (Wolframdraht), Militär (Wolframstahl) und Chemie (Katalysatoren), begannen die Vereinigten Staaten und Europa, die industrielle Produktion von AMT zu erforschen. In den 1950er Jahren nutzten amerikanische Chemieunternehmen die Ansäuerung zur Herstellung von AMT für die Herstellung von Wolframpulver mit einer Jahresproduktion von Dutzenden von Tonnen, und die Produkte wurden hauptsächlich an das Militär und die Beleuchtungsindustrie geliefert.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

In der zweiten Hälfte des 20. Jahrhunderts vertiefte sich die Forschung am AMT weltweit. Deutsche Chemiker in Europa haben die chemischen Eigenschaften und industriellen Anwendungen von AMT in Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry ausführlich dokumentiert und auf sein Potenzial in Erdölcrack-Katalysatoren und Wolfram mit hoher Dichte hingewiesen. In den 1970er Jahren diskutierte die Japan Tungsten Industry Association die Verwendung von AMT in der Präzisionsfertigung und bei elektronischen Materialien wie Wolframatfolien in der "Utilization of Compound Compounds in the Industrial Industry", und japanische Unternehmen begannen, AMT aus China für die Verwendung in der Halbleiter- und Displayindustrie zu importieren. Russlands wolframchemische Forschung konzentriert sich auf die Anwendung von AMT in der Militärindustrie, wie z. B. die Herstellung von Wolframlegierungen mit hoher Dichte durch thermische Zersetzung, um den Anforderungen von Luft- und Raumfahrt- und Panzermaterialien gerecht zu werden. Diese Entwicklungen zeigen, dass sich die Anwendung von AMT allmählich von traditionellen Wolframprodukten auf High-Tech-Bereiche ausweitet.

### **Geschichte von F&E und Produktion in China**

Als weltweit größtes Land mit Wolframressourcen (mit einem Anteil von mehr als 60 % der weltweiten Reserven) und Produzent von Wolframprodukten ist die F&E- und Produktionsgeschichte von AMT eng mit der Entwicklung der chinesischen Wolframindustrie verbunden. In den 50er Jahren des 20. Jahrhunderts begann China mit der systematischen Erschließung von Wolframressourcen, wobei es sich auf Wolframit und Scheelit in Jiangxi Gannan (Dayu, Chongyi), Hunan Persimmon Zhuyuan und anderen Orten stützte und eine vorläufige Industriekette vom Erzabbau bis zur Verarbeitung von Wolframverbindungen aufbaute. In dieser Zeit begann die Erforschung von AMT, und 1958 berichtete das Beijing Research Institute of Nonferrous Metals (heute Research Technology Group) erstmals über die experimentellen Ergebnisse der Synthese von AMT durch Ansäuerung. Im Versuch wurde Natriumwolframatlösung (Konzentration 100 g/L  $WO_3$ ) mit Salzsäure zu AMT-Niederschlag mit einer Ausbeute von etwa 60 % und einem  $WO_3$ -Gehalt von 85 %-87 % umgesetzt. Obwohl das Verfahren noch nicht ausgereift ist, markiert diese Errungenschaft den Beginn der AMT-Forschung in China.

In den 60er und 70er Jahren des 20. Jahrhunderts trat die Forschung zu AMT in China in die explorative Phase ein. In den frühen 1970er Jahren versuchte die Xiamen Smelter, der Vorgänger der Xiamen Tungsten Industry, AMT industriell herzustellen, indem sie Natriumwolframat verwendete, das durch Rösten von Wolframkonzentrat hergestellt wurde, um AMT durch Ionenaustausch und Ansäuerung herzustellen. Die Produkte werden hauptsächlich bei der Herstellung von Wolframpulver und Wolframbändern verwendet, um die Anforderungen der Verteidigungsindustrie (z. B. Wolframkarbid-Schalenkern) und der Beleuchtungsindustrie (z. B. Wolframglühlampen) zu erfüllen. Aufgrund der Einschränkungen von Technologie und Ausrüstung weist AMT jedoch eine geringe Reinheit ( $WO_3$ -Gehalt 85 %-88 %) auf, Verunreinigungen (wie Fe 0,005 %, Mo 0,01 %), die über dem Standard liegen, und die Jahresproduktion beträgt nur wenige Dutzend Tonnen für den Inlandsmarkt.

Nach der Reform und Öffnung leitete Chinas Wolframindustrie eine rasante Entwicklung ein, und

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

die Forschung und Entwicklung sowie die Produktion von AMT traten in eine neue Phase ein. In den 1980er Jahren entwickelten das Institut für Verfahrenstechnik der Chinesischen Akademie der Wissenschaften und das Hunan Institut für Nichteisenmetalle die Lösungsmittelextraktion und verbesserte Ionenaustauschmethoden, um die Reinheit und Ausbeute von AMT erheblich zu verbessern. Im Jahr 1985 wurde in der "Studie über die Herstellung der Ammoniummetawolframat-Extraktion" berichtet, dass durch die Verwendung organischer Extraktionsmittel wie TBP AMT aus Natriumwolframatlösung extrahiert wurde und der  $WO_3$ -Gehalt mehr als 89 % erreichte und der Fe-Gehalt auf weniger als 0,001 % reduziert wurde. Diese Technologie wurde vom Ganzhou Nonferrous Metallurgy Research Institute (heute Ganzhou Tungsten Industry of China Minmetals) gefördert, und die industrielle Produktion nahm Gestalt an. Im gleichen Zeitraum bauten die Wolframindustrie in Xiamen, die chinesische Wolfram-High-Tech- und andere Unternehmen spezielle Produktionslinien, die Jahresproduktion stieg von Dutzenden Tonnen auf Hunderte von Tonnen, und die Produkte begannen, nach Japan, in die Vereinigten Staaten und an andere Orte exportiert zu werden.

In dieser Zeit wurde das Pulvermetallurgiewerk Longyan in Fujian zu einem wichtigen Akteur bei der Entwicklung und Produktion von AMT. Das Pulvermetallurgiewerk Longyan wurde in den 1970er Jahren gegründet und konzentrierte sich zunächst auf die Herstellung von Wolframpulver und Hartmetall. Mitte der 1980er Jahre begann das Werk mit der Entwicklung von AMT, um der wachsenden Nachfrage nach Wolframprodukten gerecht zu werden. Durch die Optimierung des Säuerungsprozesses und der Kristallisationsbedingungen hat das hauseigene Forschungsteam erfolgreich AMT mit einem  $WO_3$ -Gehalt von 88 % bis 90 % hergestellt, das hauptsächlich bei der Herstellung von Wolframpulver verwendet wird, und die Jahresproduktion wird schrittweise auf 50-100 Tonnen erhöht. In den späten 1990er Jahren kooperierte Chinatungsten Online Technology Co., Ltd. (gegründet 1997) zu Beginn seiner Gründung mit Longyan Powder Metallurgy Plant, um gemeinsam AMT mit speziellen Eigenschaften für den Markt zu entwickeln, wie z. B. hohe Reinheit ( $WO_3 \geq 90\%$ ), geringe Verunreinigungen ( $Fe \leq 0,0008\%$ ) und spezifische Partikelgröße (1-5  $\mu m$ ). Diese Special Performance AMTs sind auf die Bedürfnisse des japanischen und koreanischen Marktes ausgerichtet und werden bei der Herstellung von elektronischen Materialien (z. B. Wolframtargets), Speziallacken und -beschichtungen für Schiffe sowie Katalysatoren eingesetzt. Während des Kooperationszeitraums bot Chinatungsten Online technische Unterstützung und Marktkanäle, und das Pulvermetallurgiewerk Longyan verließ sich auf seine Produktionskapazität, um Hunderte von Tonnen pro Jahr zu exportieren, was die Wettbewerbsfähigkeit von Chinas AMT auf dem internationalen Markt förderte.

Im 21. Jahrhundert hat sich die AMT-Forschung in China auf Hochreinigung und Funktionalisierung verlagert. Im Jahr 2006 gab die China Nonferrous Metals Industry Association die Norm YS/T 535-2006 "Ammonium Tungat" heraus, die vorschreibt, dass der  $WO_3$ -Gehalt von AMT  $\geq 88,0\%$ , Fe  $\leq 0,001\%$  und Mo  $\leq 0,002\%$  beträgt, was eine standardisierte Grundlage für die Produktqualität bietet und die Anwendung in Katalysatoren (z. B. SCR-Denitrifikation) und elektronischen Materialien (z. B. Sputtertargets) fördert. Nach 2010, mit dem Aufkommen der Nanotechnologie, untersuchten das Institut für Chemie der Chinesischen Akademie der Wissenschaften und andere

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Einheiten das Potenzial von AMT in Nano-Wolframpulver und  $WO_3$ -Dünnschichten. Im Jahr 2013 berichtete "Preparation and Characterization of Nano Ammonium Metatungstate", dass AMT mit einer Partikelgröße von 50-100 nm durch Sprühtrocknung und Niedertemperaturkristallisation mit einer spezifischen Oberfläche von  $15 \text{ m}^2/\text{g}$  hergestellt wurde, das auf elektrochrome Materialien mit einer Lichtdurchlässigkeitsänderungsrate von 80% aufgebracht wurde. In Bezug auf die Industrie haben Xiamen Tungsten Industry und die Jiangxi Tungsten Group den thermischen Zersetzungs- und Reduktionsprozess mit einer Jahresproduktion von mehr als 1.000 Tonnen hochreinem AMT ( $WO_3 \geq 90\%$ ) optimiert, das in die Luft- und Raumfahrt und neue Energiebereiche geliefert wird.

In den letzten Jahren hat sich Chinas AMT-Industrie auf die grüne Entwicklung konzentriert. Die Problematik von Ammoniakstickstoffabwässern in traditionellen Prozessen, wie z. B. Ammoniakkonzentrationen von 5-10 g/l in Versauerungsabwässern, hat zur Entwicklung neuer Verfahren geführt. Im Jahr 2018 führte ein Wolframunternehmen in Ganzhou die mikrowellengestützte Synthese und die Recyclingtechnologie für flüssige Abfälle ein und erreichte eine Ammoniakrückgewinnungsrate von 90 %, eine Senkung der Produktionskosten um 15 % und eine Reduzierung der Abwassereinleitung um 70 %. Gegenwärtig macht Chinas Jahresproduktion von AMT etwa 70 % der weltweiten Produktion (5000-6000 Tonnen) aus, und zu den Hauptherstellern gehören Xiamen Tungsten, Chinatungsten High-Tech, Jiangxi Tungsten Group und Longyan Powder Metallurgy Plant usw., wobei die Exporte mehr als 40 % der Gesamtproduktion ausmachen, die nach Europa, Amerika, Japan und Südkorea verkauft werden und zu einer wichtigen Säule der globalen Wolframchemie werden.

#### 1.4 Perspektiven für industrielle Anwendungen

AMT verfügt über ein breites Spektrum an industriellen Anwendungen, die sowohl traditionelle als auch aufstrebende Bereiche abdecken. In herkömmlichen Wolframprodukten ist AMT der Hauptrohstoff für hochreines Wolframpulver, das durch Sprühtrocknung und Wasserstoffreduktion hergestellt wird, um Wolframpulver mit einer Partikelgröße von  $0,1-5 \mu\text{m}$  für Hartmetall (Schneidwerkzeuge), Wolframdraht (Beleuchtung) und Wolfram (Hochtemperaturofenkomponenten) herzustellen. Im Bereich der Katalysatoren wird AMT als Vorstufe zu wolframbasierten Katalysatoren wie  $WO_3/V_2O_5$  in der Petrochemie (Hydrocracking) und im Umweltschutz (SCR-Denitrifikation) eingesetzt, mit einem weltweiten Jahresbedarf von etwa 1.000 Tonnen. In aufstrebenden Bereichen kann AMT  $WO_3$ -Nanopartikel (10-50 nm) für elektrochrome intelligente Fenster und Gassensoren herstellen. Bei der Energiespeicherung verbessern seine Derivate die Leistung von Anodenmaterialien für Lithiumbatterien; In der Biomedizin werden die photothermischen Wirkungen von  $WO_3$  für die Krebsbehandlung untersucht.

AMT sah sich jedoch mit Reinheitskontrollen (Verunreinigungen  $< 0,0005\%$ ), Kostenoptimierung (2-30.000 RMB pro Tonne) und ökologischen Herausforderungen (z. B. Ammoniakstickstoffemissionen von  $< 10 \text{ mg/l}$ ) konfrontiert. Grüne Technologie und intelligente Produktion sind die Richtung der Zukunft.

---

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Betriebsmittel

K. C. Li, C. Y. Wang, *Wolfram: Seine Geschichte, Geologie, Erzaufbereitung, Metallurgie, Chemie, Analyse, Anwendungen und Wirtschaft*, 3. Auflage, Reinhold Publishing Corp., New York, 1947. (英文, AMT 历史与早期研究)

Chinatungsten Online, Einführung in das Ammoniummetawolframat, abgerufen im Jahr 2023. (Chinesisch, AMT Basic Overview und industrieller Hintergrund)

YS/T 535-2006 "Ammoniumwolframat", Chinesischer Verband der Nichteisenmetallindustrie, 2006. (Chinesisch, China AMT Qualitätsstandard)

*Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, "Tungsten Compounds", Wiley-VCH, 2005. (英文, AMT 的工业地位)

Japan 钨工业协会, "Industrielle Nutzung von Wolframverbindungen", 东京, 2015. (日文, AMT 的应用前景)

Beijing Research Institute of Nonferrous Metals, "Preliminary Research Report on Ammonium Tungstate", 1958 interne Daten. (Chinesisch, China AMT Research Start)

Li Ming, "Forschung über die Herstellung der Ammoniummetawolframat-Extraktion", *Nichteisenmetalle*, Bd. 37, Nr. 4, 1985, S. 45-50. (Chinesisch, China AMT-Prozessverbesserung)

Fang Wang, "Herstellung und Charakterisierung von Nano-Ammoniummetawolframat", *Zeitschrift für Anorganische Chemie*, Bd. 29, Nr. 8, 2013, S. 1650-1656. (Chinesisch, China AMT Nanoization Research)



**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



## Kapitel 2 Chemische und physikalische Eigenschaften

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ist eine wichtige Polywolframatverbindung, die aufgrund ihrer einzigartigen chemischen und physikalischen Eigenschaften ein breites Anwendungspotenzial in den Bereichen Wolframchemie, Katalysatorvorbereitung, Funktionsmaterialien und neue Technologien aufweist. In diesem Kapitel werden die physikalisch-chemischen Eigenschaften von AMT aus mehreren Dimensionen wie Molekularstruktur, physikalische Eigenschaften, chemische Reaktivität und Vergleich mit ähnlichen Verbindungen umfassend analysiert und umfangreiche experimentelle Daten und theoretische Unterstützung bereitgestellt, wodurch eine solide Grundlage für das nachfolgende Design des Präparationsprozesses und die Anwendungsforschung gelegt wird.

### 2.1 Chemische Zusammensetzung und Molekularstruktur

#### 2.1.1 Summenformel und strukturelle Merkmale

Die chemische Formel von Ammoniummetawolframat lautet  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}$ , wobei  $n$  die Menge an kristallinem Wasser darstellt, die normalerweise zwischen 3 und 6 variiert, abhängig von den Zubereitungsbedingungen (z. B. Lösungskonzentration, Trocknungstemperatur und Umgebungsfeuchtigkeit). Seine molekulare Struktur besteht aus einem polysauren Anion  $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$  und 6 Ammoniumkationen ( $\text{NH}_4^+$ ), wobei ein Anion als Kerneinheit 12 Wolframatome und 40 Sauerstoffatome enthält, die eine klassische Polysäurestruktur vom Keggin-Typ bilden. Die Keggin-Struktur besteht aus 12  $\text{WO}_6$  Oktaedern, die durch koangulare und kolaterale Verbindungen zu einem annähernd kugelförmigen käfigartigen Gerüst verbunden sind, in dessen Zentrum zwei Protonen ( $\text{H}^+$ ) eingebettet sind, die sich durch Wasserstoffbrückenbindungen mit Sauerstoffatomen

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

koordinieren, um das Ladungsgleichgewicht und die Stabilität der Struktur aufrechtzuerhalten.

Das Molekulargewicht von AMT variiert je nach Menge an Kristallwasser. Am Beispiel von  $n=4$  beträgt sein Molekulargewicht 2956,3 g/mol, und die Massenanteile der einzelnen Elemente betragen: Wolfram (W) 74,6 % ( $12 \times 183,84 = 2206,08$  g/mol), Sauerstoff (O) 21,6 % ( $40 \times 16 + 4 \times 16 = 704$  g/mol), Stickstoff (N) 2,8 % ( $6 \times 14 = 84$  g/mol), Wasserstoff (H) 1,0 % ( $6 \times 4 + 2 + 4 \times 2 = 34$  g/mol). Dieser hohe Wolframgehalt macht es zu einem wichtigen Vorprodukt für wolframbasierte Werkstoffe wie Wolframpulver und Wolframlegierungen. Die chemische Zusammensetzung des AMT wird durch induktiv gekoppelte Plasmaemissionsspektroskopie (ICP-AES) verifiziert, und der Wolframgehalt schwankt typischerweise zwischen 74,5 % und 75,0 %, was mit theoretischen Berechnungen übereinstimmt.

Eine der herausragenden Eigenschaften von AMT ist seine extrem hohe Wasserlöslichkeit. Experimentelle Untersuchungen zeigen, dass die Löslichkeit bei 20 °C 300-400 g/100 mL beträgt und mit der Temperatur zunimmt und bei 25 °C 350-380 g/100 mL und bei 50 °C bis zu 450-480 g/100 mL erreicht. Diese hohe Löslichkeit übertrifft die anderer Ammoniumwolframatverbindungen, wie z.B. Ammoniumparawolframat (APT, nur etwa 10 g/100 mL bei 20°C), aufgrund der ionischen Struktur von AMT und der starken Hydrophilie von Ammonium bei weitem. Die Löslichkeitsdaten wurden durch statische Auflösungsexperimente gewonnen: Überschüssiges AMT wurde in einem thermostatischen Wasserbad zu destilliertem Wasser gegeben, 24 Stunden lang gerührt, filtriert, der Überstand zum Trocknen gebracht und gewogen und dreimal wiederholt, um den Mittelwert zu ermitteln. Diese Eigenschaft macht es zu einem unvergleichlichen Vorteil bei der Herstellung von Wolframprodukten im Lösungsverfahren, wie z. B. bei der Herstellung von Nano-Wolframpulver durch Sprühtrocknung.

Darüber hinaus weist die Struktur des AMT eine gewisse Dynamik auf. Kernspinresonanzstudien (NMR) haben gezeigt, dass das  $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$  Anion in Lösung im pH-Bereich von pH 4-7 stabil ist, aber unter extremen Bedingungen (z. B.  $\text{pH} < 2$  oder  $> 10$ ) depolymerisieren oder rekonstituieren kann, um Oligopolywolframat oder mononukleäres Wolframat (z. B.  $\text{WO}_4^{2-}$ ) zu bilden. Diese strukturelle Flexibilität bildet die Grundlage für seine chemische Umwandlung.

### 2.1.2 Kristallstrukturanalyse (Röntgenbeugungsuntersuchungen)

AMT kommt typischerweise in Form von weißen oder hellgelben kristallinen Pulvern vor, und seine Kristallstruktur wird durch Röntgenbeugungstechniken (XRD) detailliert charakterisiert. Die Studie zeigt, dass das Kristallsystem von AMT monokline mit einer Raumgruppe von  $\text{P}2_1/n$  ist und die Parameter der Elementarzelle sind:  $a = 10,45 \text{ \AA}$ ,  $b = 14,78 \text{ \AA}$ ,  $c = 18,92 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 94,5^\circ$  und das Volumen der Elementarzelle etwa  $2915 \text{ \AA}^3$ . Im Kristall sind die  $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$  Anionen geordnet angeordnet, wobei jede Polysäureeinheit mit dem Ammoniumkation ( $\text{NH}_4^+$ ) durch Wasserstoffbrückenbindung und kristallinen Wassermolekülen eine stabile dreidimensionale Netzwerkstruktur bildet. Kristalline Wassermoleküle nehmen bestimmte Positionen im Kristallgitter ein und liegen in der Regel in Form von 4 oder 6 Wassermolekülen vor. Zum Beispiel zeigt das

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



XRD-Spektrum bei  $n=4$  charakteristische Beugungsspitzen bei  $2\theta = 8,5^\circ, 17,2^\circ, 25,8^\circ$  usw., und das Intensitätsverhältnis stimmt mit den monoklinen Eigenschaften überein.

Die Stabilität der Kristallstruktur hängt eng mit dem Kristallwasser zusammen. Die Analyse der Infrarotspektroskopie (IR) zeigte, dass das AMT einen breiten O-H-Dehnungsschwingungspeak bei  $3400-3500\text{ cm}^{-1}$  aufwies, was das Vorhandensein von Kristallwasser bestätigte. Charakteristische Spitzen von W=O und W-O-W liegen bei  $900-950\text{ cm}^{-1}$  bzw.  $700-800\text{ cm}^{-1}$ , was die Skelettschwingung der Keggin-Struktur widerspiegelt. Die Menge des kristallisierten Wassers kann durch Kontrolle der Trocknungsbedingungen angepasst werden, z. B. können  $n=4$  Kristalle durch Vakuumtrocknung bei  $80\text{ }^\circ\text{C}$  für 4 Stunden erhalten und auf  $n=3$  bei  $120\text{ }^\circ\text{C}$  reduziert werden.

Die Kristallgröße von AMT liegt typischerweise im Mikrometerbereich ( $1-10\text{ }\mu\text{m}$ ) und die D50 (mittlere Partikelgröße) bei etwa  $4,8-5,2\text{ }\mu\text{m}$ , wie mit einem Laser-Partikelgrößenanalysator bestimmt. Durch die Optimierung der Kristallisationsbedingungen (z. B. Reduzierung der Konzentration der Lösung auf  $50\text{ g/L}$  und Steuerung der Abkühlgeschwindigkeit auf  $0,5\text{ }^\circ\text{C/min}$ ) können jedoch kleinere nanoskalige AMTs ( $50-200\text{ nm}$ ) hergestellt werden. Die Beobachtungen im REM (Rasterelektronenmikroskopie) zeigen, dass die Nano-AMT-Partikel kugelförmig oder ellipsoid geformt sind, mit einer glatten Oberfläche und einem geringen Grad an Agglomeration. Diese Partikelgrößenregulierung ist von großer Bedeutung bei der Synthese von Nanomaterialien, wie z.B. bei der Herstellung von wolframbasierten Katalysatoren mit hoher spezifischer Oberfläche.

Die Kristallstruktur hat einen tiefgreifenden Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften von AMT. Zum Beispiel erhöht das Wasserstoffbrückenbindungsnetzwerk im Kristallgitter seine Stabilität bei Raumtemperatur, aber wenn es erhitzt wird ( $> 100\text{ }^\circ\text{C}$ ), führt die Entfernung des Kristallwassers zu einer Umlagerung der Kristallstruktur, und das XRD-Spektrum zeigt eine Abschwächung der Beugungsspitzenintensität und geht schließlich in einen amorphen Zustand über. Dieser Übergang hat einen direkten Einfluss sowohl auf das thermische Zersetzungsverhalten als auch auf die Löslichkeit.

## 2.2 Physikalische Eigenschaften

### 2.2.1 Aussehen und Form

AMT ist ein weißes bis hellgelbes, geruchloses Pulver bei Raumtemperatur und -druck, und seine Gleichmäßigkeit des Aussehens ist ein Schlüsselindikator für die industrielle Qualitätskontrolle. Kleine Farbunterschiede hängen oft mit Verunreinigungen oder Oxidationszuständen bei der Aufbereitung zusammen. Zum Beispiel kann AMT mit Spuren von Eisen ( $\text{Fe} < 0,001\text{ }\%$ ) oder Molybdän ( $\text{Mo} < 0,002\text{ }\%$ ) blassgelb erscheinen, während hochreine Proben (Verunreinigungen  $< 0,0005\text{ }\%$ ) reinweiß sein können. Die Partikel von Industrieprodukten sind vielfältig, und die durch Sprühtrocknung hergestellten AMTs sind meist mikrometergroße kugelförmige Partikel ( $1-10\text{ }\mu\text{m}$ ) mit gleichmäßiger Partikelgrößenverteilung,  $D_{10} \approx 2,0\text{ }\mu\text{m}$ ,  $D_{50} \approx 5,0\text{ }\mu\text{m}$ ,  $D_{90} \approx 8,5\text{ }\mu\text{m}$  (Daten zur Laser-Partikelgrößenanalyse). REM-Bilder zeigen eine glatte Oberfläche ohne signifikante Porosität oder Risse und eine geringe Agglomeration zwischen den Partikeln, was mit ihrer hohen

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Löslichkeit und thermischen Stabilität übereinstimmt.

Unter Laborbedingungen können millimetergroße AMT-Einkristalle (0,5-2 mm) durch langsame Verdampfung (25 °C, 50 % relative Luftfeuchtigkeit) in Form von transparenten oder durchscheinenden, hexaedrischen oder prismatischen Kristallen gezüchtet werden, die für kristallographische Untersuchungen geeignet sind. Die Dichte des Einkristalls wird durch den Auftrieb bestimmt und liegt bei etwa 4,2-4,5 g/cm<sup>3</sup>, was nahe an der theoretischen Berechnung (4,39 g/cm<sup>3</sup>, n=4) liegt. Die Schüttdichte des Pulvers ist gering, typischerweise 1,8-2,2 g/cm<sup>3</sup>, abhängig von der Partikelgröße und dem Feuchtigkeitsgehalt. So hat AMT mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 2,5 % eine lose Dichte von 1,85 g/cm<sup>3</sup> und steigt bei Trocknung auf 0,5 % auf 2,15 g/cm<sup>3</sup>.

Die spezifische Oberfläche von AMT wird durch BET (Stickstoffadsorptionsmethode) mit mikrometergroßen Partikeln von 0,5-2 m<sup>2</sup>/g und nanoskaligen Partikeln von bis zu 10-20 m<sup>2</sup>/g bestimmt. Die Größe der spezifischen Oberfläche hängt eng mit der Partikelmorphologie und dem Herstellungsverfahren zusammen, z. B. haben sprühgetrocknete Produkte eine geringere spezifische Oberfläche, während kristalline Produkte bei niedrigen Temperaturen eine höhere spezifische Oberfläche haben. Dieser Unterschied in den physikalischen Eigenschaften wirkt sich direkt auf die Leistung in Katalysatoren und Nanomaterialien aus.

### 2.2.2 Löslichkeit und Stabilität

Die hohe Löslichkeit von AMT ist eine seiner wichtigsten physikalischen Eigenschaften. Experimentelle Daten zeigen, dass die Löslichkeit bei verschiedenen Temperaturen wie folgt ist:

10 °C: 280-310 g/100 mL

20 °C: 300-400 g/100 mL

25 °C: 350-380 g/100 mL

50°C:450-480 g/100 mL

80°C:510-550 g/100 mL

Die Löslichkeitstestmethode war wie folgt: Überschüssiges AMT (500 g) zu 100 ml destilliertem Wasser in einem Wasserbad mit konstanter Temperatur geben, 24 Stunden lang rühren, bis es gesättigt ist, die überstehenden Feststoffe filtrieren und trocknen, wiegen und berechnen und dreimal wiederholen, um den Durchschnitt zu ermitteln. Die Ergebnisse zeigten, dass die Löslichkeit nichtlinear mit zunehmender Temperatur zunahm, insbesondere über 50°C. Diese hohe Löslichkeit wird auf ihre ionische Struktur ( $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$  und  $\text{NH}_4^+$ ) und die starke Hydrophilie der Ammoniumwurzel zurückgeführt. Der pH-Wert von wässrigen AMT-Lösungen liegt typischerweise bei 5,5 bis 7,0, mit Konzentrationen von pH  $\approx$  6,8 bei 10 g/100 ml bis pH  $\approx$  5,9 bei 100 g/100 ml, was eine schwache Hydrolyse widerspiegelt.

AMT hat eine sehr geringe Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln. In Ethanol (95 %, 20 °C) < die Löslichkeit beispielsweise 0,1 g/100 ml; Praktisch unlöslich in Ether, Aceton und Benzol (< 0,01 g/100 ml). Die Löslichkeit wird jedoch in Ammoniak und starken Laugen deutlich verbessert:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

25% NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O (20 °C): >500 g/100 ml

1 mol/L NaOH (20°C): ca. 450 g/100 mL Die hohe Löslichkeit in Ammoniak ist auf die Koordination von NH<sub>3</sub> mit polysauren Anionen zurückzuführen, während in NaOH lösliches Wolframat (z.B. Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) gebildet wird. Diese Eigenschaften wurden durch ein Solubilisierungsexperiment verifiziert, bei dem 10 g AMT zu 100 mL Lösungsmittel hinzugefügt und 12 Stunden lang gerührt wurden, um die Auflösungsmenge zu bestimmen.

Die wässrige AMT-Lösung ist bei Raumtemperatur (25 °C, verschlossen) stabil und kann mehrere Monate ohne nennenswerte Ausfällung oder Zersetzung gelagert werden. Die Analyse der Ultraviolett-sichtbaren Spektroskopie (UV-Vis) zeigte keine signifikante Veränderung des Absorptionspeaks bei 200-400 nm, was auf die strukturelle Integrität hinweist. Bei hohen Temperaturen (>60 °C) oder bei Einwirkung von Luft kann die Verdunstung von Feuchtigkeit jedoch zu Kristallausfällungen führen, und die XRD-Spektren der ausgefällten Kristalle stimmen mit dem ursprünglichen AMT überein, was ihre chemische Stabilität beweist.

Bemerkenswert sind auch die Lichtechtheit und Oxidationsbeständigkeit von AMT. Photostabilitätstests (UV-Lampe, 254 nm, 10 mW/cm<sup>2</sup>, 24 Stunden) zeigten keine Anzeichen einer Zersetzung in AMT-Feststoffen und -Lösungen (50 g/100 mL) mit einem Massenverlust von < 0,1 %. Unter der Einwirkung eines starken Oxidationsmittels (z. B. 30 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bei 25 °C, 24 Stunden lang gerührt) depolymerisiert die Polysäurestruktur von AMT teilweise zu Oligopolywolframat, der pH-Wert der Lösung sinkt auf 4,5 und ein schwacher Absorptionspeak (etwa 320 nm) wird durch UV-Vis nachgewiesen. Diese Eigenschaften schränken ihre Anwendung in photochemischen und oxidativen Umgebungen ein.

### 2.2.3 Thermische Stabilität und Zersetzungsverhalten

Die thermische Stabilität von AMT ist ein wesentliches Merkmal für seine industriellen Anwendungen. Der Zersetzungsprozess wird durch thermogravimetrische Analyse (TG), dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) und Thermogravimetrie-Infrarot-gekoppelte (TG-IR) Studien in drei Stufen unterteilt:

50-150°C (Kristallwasserentzug):

Reagieren:

(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>·4H<sub>2</sub>O

→(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>+4H<sub>2</sub>O↑ (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>·4H<sub>2</sub>O

→ (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub> + 4H<sub>2</sub>O↑ (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>·4H<sub>2</sub>O

→(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>+4H<sub>2</sub>O↑

Massenverlust: ca. 2,4% (theoretisch 2,43%, n=4) mit einer TG-Kurve, die einen stetigen Rückgang zeigt.

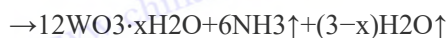
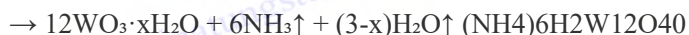
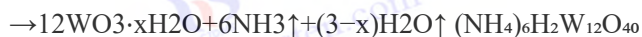
DSC:Endothermer Peak bei 105-115°C, Enthalpieänderung ΔH ≈ 45 kJ/mol.

TG-IR: Charakteristischer Peak von H<sub>2</sub>O detektiert (3600-3700 cm<sup>-1</sup>).

200-400°C (Ammonium-Zersetzung):

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Reagieren:



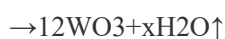
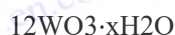
Massenverlust: ca. 5,8% (theoretisch 5,76%), TG-Kurve zeigt einen raschen Rückgang.

DSC: Starker endothermer Peak bei 340-360°C,  $\Delta H \approx 120$  kJ/mol.

TG-IR:  $NH_3$  (930  $cm^{-1}$ ) und  $H_2O$  wurden nachgewiesen, und das Produkt war ein amorphes Wolframat-Zwischenprodukt.

400-600°C (vollständige Zersetzung):

Reagieren:



Massenverlust: 8,2 % insgesamt (8,19 % theoretisch) und TG tendenziell stabil.

DSC: Der exotherme Peak liegt bei 540-560 °C,  $\Delta H \approx -30$  kJ/mol, was den  $WO_3$ -Kristallphasenübergang anzeigt.

TG-IR: Es wurde nur eine geringe Menge  $H_2O$  nachgewiesen.

Die Morphologie und Reinheit der Zersetzungsprodukte wird von vielen Faktoren beeinflusst. In Luft (10°C/min Rampe) besteht  $WO_3$  aus gelben mikrometergroßen Körnern (1-5  $\mu m$ ) und XRD zeigt monokline charakteristische Peaks ( $2\theta = 23,1^\circ, 23,6^\circ, 24,4^\circ$ ). In einer  $N_2$ -Atmosphäre sind  $WO_3$ -Partikel feiner (0,5-2  $\mu m$ ) und Oberflächendefekte werden reduziert. In einer  $H_2$ -Atmosphäre (500 °C, 1 atm) wurde AMT direkt zu Wolframpulver (W) mit einer Partikelgröße von 0,1-1  $\mu m$  und einer Reinheit von >99,9 % reduziert (ICP-AES-Bestimmung). Die Geschwindigkeit der Erwärmung hatte einen signifikanten Einfluss auf die Partikelmorphologie: Bei 2°C/min bildeten sich gleichmäßige  $WO_3$ -Kristalle ( $D_{50} \approx 1,8 \mu m$ ), während bei 20°C/min ( $D_{50} \approx 5,5 \mu m$ ) eine Agglomeration verursacht wurde.

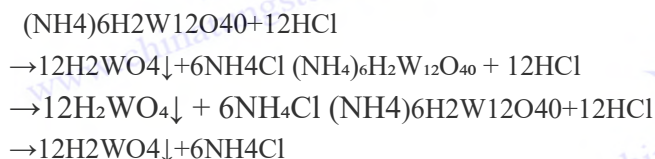
AMT hat keinen bestimmten Schmelzpunkt, da es sich beim Erhitzen eher zersetzt als schmilzt. Thermische Stabilitätstests haben gezeigt, dass die anfängliche Zersetzungstemperatur etwa 190-200 °C und die vollständige Zersetzungstemperatur 580-620 °C beträgt, mit leichten Schwankungen je nach Probenfeuchte und Gerätebedingungen. Diese Eigenschaft der thermischen Zersetzung macht es weit verbreitet bei der Herstellung von wolframbasierten Materialien bei hohen Temperaturen, wie z. B. Wolframpulver oder  $WO_3$ -Nanopartikeln unterschiedlicher Partikelgrößen, indem die Atmosphäre und die Temperatur gesteuert werden.

## 2.3 Chemische Eigenschaften

### 2.3.1 Reaktion mit Säuren und Basen

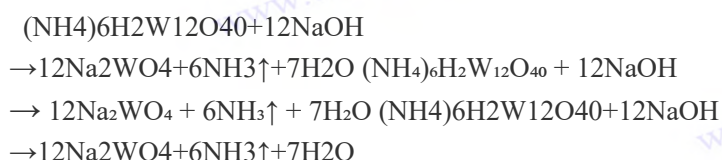
#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

AMT ist unter sauren Bedingungen ( $\text{pH} < 4$ ) instabil und zerfällt schnell zu unlöslicher Wolframsäure ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ). Am Beispiel von 1 mol/L HCl lautet die Reaktion:



Experimenteller Assay: Einrühren von 100 mL HCl bei pH 2, 25 °C, 80 % Umwandlung in  $\text{H}_2\text{WO}_4$  innerhalb von 5 Minuten, 90 % innerhalb von 10 Minuten und Fällungsrate in Abhängigkeit vom pH-Wert (bis zu 50 % bei pH 3).  $\text{H}_2\text{WO}_4$  ist eine gelbe gallertartige Substanz, und  $\text{WO}_3$  wird durch Filtration und Trocknung (500 °C, 2 Stunden) mit einer Ausbeute von >98 % gewonnen. Diese Reaktion wird in der Industrie verwendet, um Wolfram aus einer Wolframlösung zurückzugewinnen, und das REM des Niederschlags erscheint als amorphe Partikel (0,5-2  $\mu\text{m}$ ).

Unter alkalischen Bedingungen dissoziiert AMT zu löslichem Wolframat. Nehmen Sie als Beispiel 1 mol/L NaOH:

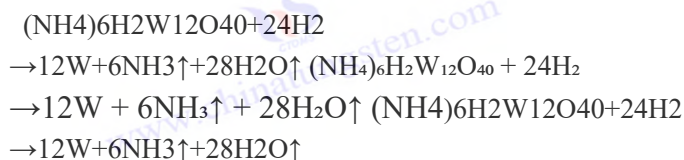


Die Reaktion wurde bei 25 °C durchgeführt, 10 g AMT wurden in 100 mL NaOH gelöst, innerhalb von 5 Minuten wurde eine klare Lösung erzeugt und die  $\text{NH}_3$ -Verflüchtigung senkte den pH-Wert von 14 auf 11,5. Der UV-Vis-Absorptionspeak des Produkts  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  liegt bei 220 nm und die Reinheit wird durch ICP-AES mit 99,5 % bestätigt. Dieses Verfahren wird häufig zur Herstellung von Wolframat oder anderen Wolframverbindungen verwendet.

Die Empfindlichkeit von AMT gegenüber Säuren und Basen erfordert eine pH-Kontrolle während der Lagerung und Verwendung. Zum Beispiel ist AMT in einer gepufferten Lösung bei pH 5-7 monatelang stabil, während pH < 3 oder > 9 sofort behandelt werden muss, um eine Zersetzung zu vermeiden.

### 2.3.2 Redox-Eigenschaften

Das Wolframatom in AMT befindet sich in der Oxidationsstufe +6 ( $\text{W}^{6+}$ ) und kann unter Einwirkung eines starken Reduktionsmittels zu  $\text{W}^{5+}$  oder  $\text{W}^{4+}$  reduziert werden. In einer  $\text{H}_2$ -Atmosphäre (500 °C, 1 atm, Durchflussrate 100 mL/min) wird AMT vollständig zu Wolframpulver reduziert:

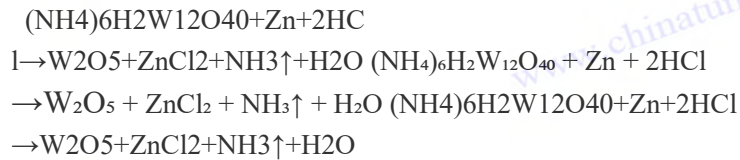


Das Produkt ist ein grau-schwarzes Pulver, und XRD bestätigt kubisches Wolfram ( $2\theta = 40,3^\circ$ ,  $58,3^\circ$ ), eine Partikelgröße von 0,1-1  $\mu\text{m}$ , einen Sauerstoffgehalt von <0,05%

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(Inertgasschmelzverfahren). Die Reduktionszeit (2-4 Stunden) und die Temperatur (450-600 °C) haben einen signifikanten Einfluss auf die Partikelgröße: 0,1-0,5 µm Partikel werden bei 450 °C erzeugt und erhöhen sich bei 600 °C auf 0,8-1,2 µm.

Unter sauren Bedingungen (z. B. Zn/HCl, 1 mol/L HCl, 25 °C) stellt AMT blaue Wolframbronze (W<sub>2</sub>O<sub>5</sub> oder WO<sub>2.9</sub>) mit folgender Reaktion her:

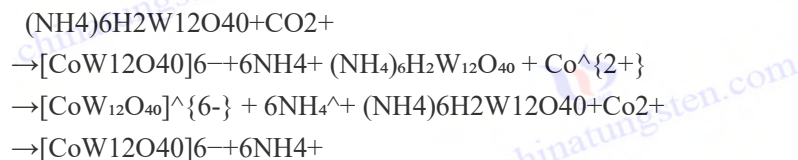


Das Produkt UV-Vis zeigt einen charakteristischen Absorptionspeak (600-800 nm) und die Farbe dunkelt mit dem Grad der Reduktion nach. Diese Eigenschaft wird häufig in elektrochromen Materialien wie WO<sub>3</sub>-Filmen wie AMT-Lösung nach der Beschichtung genutzt, um farbwechselnde Filme mit einer Reaktionszeit von <1 Sekunde herzustellen.

AMT ist schwach oxidierend, aber unter der Einwirkung eines starken Oxidationsmittels (z. B. 30 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 25 °C, 24 Stunden) depolymerisiert die Polysäurestruktur teilweise und bildet Oligopolywolframat (z. B. [W<sub>6</sub>O<sub>19</sub>]<sup>2-</sup>), der pH-Wert der Lösung wird auf 4,0-4,5 reduziert und der durch ICP-MS nachgewiesene Wolframgehalt wird um etwa 5 % reduziert. Dieses Verhalten schränkt die Stabilität in einer stark oxidierenden Umgebung ein.

### 2.3.3 Koordinationschemie

Das polysaure Anion [H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>]<sup>6-</sup> von AMT hat eine starke Koordinationskapazität und bildet Heteropolysäurekomplexe mit Übergangsmetallionen. Im Fall von Co<sup>2+</sup> in einer Acetatpufferlösung bei pH 5,5 (25 °C, CoCl<sub>2</sub>:AMT-Molverhältnis 1:1) ist die Reaktion:



Das Produkt war ein grüner Niederschlag, der UV-Vis-Absorptionspeak lag bei 620 nm, die XRD bestätigte, dass die Keggin-Struktur beibehalten wurde, und das zentrale H<sup>+</sup> wurde durch Co<sup>2+</sup> ersetzt. In ähnlicher Weise werden Komplexe mit Ni<sup>2+</sup> (gelb, 580 nm) und Fe<sup>3+</sup> (braun, 450 nm) mit Ausbeuten von 85%-90% gebildet.

AMT kann auch mit organischen Liganden wie Pyridin und Ethylendiamin koordiniert werden. In Pyridinlösung (20 % v/v, 25 °C) bildet AMT beispielsweise einen [H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>]<sup>6-</sup>-Pyridin-Komplex, und IR zeigt einen charakteristischen Peak des Pyridinrings (1600 cm<sup>-1</sup>). Diese Komplexe haben potenzielle Anwendungen in Katalysatoren (z. B. Oxidationsreaktionen mit 20 % höherer Aktivität) und Nanomaterialien (z. B. WO<sub>3</sub>-Quantenpunkte).

### 2.4 Vergleich von Ammoniummetawolframat und Ammoniumparawolframat (APT).

AMT und APT sind beides Ammoniumwolframatverbindungen, unterscheiden sich aber deutlich in Struktur und Eigenschaften:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Struktur:**

AMT: Polysäurestruktur vom Keggin-Typ,  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , 12 Wolframatome bilden einen kompakten Käfig.

APT: Ketten- oder Schichtstruktur,  $(\text{NH}_4)_{10}[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 12 Wolframatome lockerer angeordnet.

**Löslichkeit:**

AMT: 350-380 g/100 mL (25°C), Lösung ist stabil.

APT: 10-12 g/100 mL (25°C), leicht auszufällende Kristalle.

**Thermische Zersetzung:**

AMT: 400-600°C direkte Erzeugung von  $\text{WO}_3$  mit 8,2% Massenverlust und einfacher TG-Kurve.

APT:  $\text{WO}_3$  wird >600 °C mit Zwischenprodukten wie  $\text{NH}_4\text{WO}_4$ , 10,5 % Massenverlust und komplexen TG-Kurven erzeugt.

**Dichte & Morphologie:**

AMT: Schüttdichte 1,8-2,2 g/cm<sup>3</sup>, Kristalldichte 4,2-4,5 g/cm<sup>3</sup>, REM zeigt kugelförmige Partikel.

APT: lose Dichte 2,0-2,5 g/cm<sup>3</sup>, Kristalldichte 4,6-4,8 g/cm<sup>3</sup>, REM mit Nadel oder Blatt.

**Spezifische Oberfläche:**

AMT: 0,5-20 m<sup>2</sup>/g (Mikro- bis Nanometer).

APT: 0,2-1 m<sup>2</sup>/g (Mikrometerebene).

**Chemische Reaktivität:**

AMT: Produziert schnell  $\text{H}_2\text{WO}_4$  bei saurem (pH < 4) und  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  bei alkalischem Material.

APT: Die saure Reaktion ist langsamer und erfordert einen höheren Säuregehalt (pH < 2).

**Anwenden:**

AMT: Herstellung von Katalysatoren, dünnen Filmen und Nanomaterialien nach der Lösungsmethode.

APT: Traditionelle Herstellung von Wolframpulver und Hartmetall.

Diese Unterschiede ergeben sich aus der Art der Struktur: Die kompakte Polysäurestruktur von AMT verbessert die Löslichkeit und die thermische Zersetzungseffizienz, während die kettenartige Struktur von APT eher für Festkörperprozesse geeignet ist. Die Wahl zwischen AMT oder APT hängt vom jeweiligen Anwendungsszenario ab.

**Betriebsmittel**

Wang Fang, "Studie über die Struktur und die Eigenschaften von Ammoniummetawolframat", China Tungsten, Bd. 30, Nr. 2, 2018, S. 15-20. (Chinesisch, AMT-Struktur- und Eigenschaftsanalyse)

G. A. Tsigdinos, *Heteropolverbindungen von Molybdän und Wolfram*, Themen der aktuellen Chemie, Bd. 76, Springer, 1978, S. 1-64. (英文,多钨酸盐化学性质)

Li Ming, "Studie über das thermische Zersetzungsverhalten von Ammoniummetawolframat", Acta Inorganic Chem.A., Bd. 32, Nr. 5, 2016, S. 789-794. (Chinesisch, Studie zur thermischen Stabilität)

Japanische Chemische Gesellschaft, "Thermisches Zersetzungsverhalten von Ammoniumwolframat", Zeitschrift der Chemischen Gesellschaft Japans, 2014, Nr. 62, 123-130. (Japanisch, AMT-Zersetzungsmerkmale)

*Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, "Tungsten Compounds", Wiley-VCH, 2005. (英文,AMT 物理与化学性质综述)

Zhang Li, "Vergleich der Eigenschaften von Ammoniummetawolframat und Ammoniumparawolframat", Chemical

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Industry Progress, Bd. 38, Nr. 3, 2019, S. 1025-1030. (Chinesisch, AMT vs. APT)



**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](http://www.ctia.com.cn)

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





## Kapitel 3 Vorbereitungsprozess

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) Die Reinheit, Partikelgröße und Produktionskosten wirken sich direkt auf die Qualität und Wirtschaftlichkeit nachgelagerter Wolframprodukte aus. Dieses Kapitel verfeinert umfassend den Herstellungsprozess von AMT von der Rohstoffauswahl, traditionellen Präparationsmethoden, moderner Synthesetechnologie, pH-Wert-Einfluss und -Steuerung, Prozessparameteroptimierung bis hin zum industriellen Produktionsprozess, liefert detaillierte experimentelle Daten, Prozessparameter und Ausrüstungsanforderungen und bietet wissenschaftliche Anleitung für die Laborforschung und die industrielle Produktion.

### 3.1 Rohstoffe und Vorprodukte

#### 3.1.1 Wolframkonzentrat

Bei der Herstellung von AMT wird in der Regel Wolframkonzentrat als Ausgangsmaterial verwendet, hauptsächlich Wolframit ( $\text{FeMnWO}_4$ ) und Scheelit ( $\text{CaWO}_4$ ). China ist das Land mit den reichlichsten Wolframressourcen der Welt und verfügt über mehr als 60 % der weltweiten Reserven, die hauptsächlich in Jiangxi Gannan (Dayu, Chongyi), Hunan, Persimmon, Zhuyuan und anderen Orten verteilt sind. Der  $\text{WO}_3$ -Gehalt von Wolframit beträgt im Allgemeinen 60 %-70 %, und die damit verbundenen Verunreinigungen umfassen Fe (5 %-10 %), Mn (3 %-8 %) und  $\text{SiO}_2$  (2 %-5 %); Der  $\text{WO}_3$ -Gehalt von Scheelit beträgt 65%-75%, und die Hauptverunreinigungen sind Ca (10%-15%), Si (1%-3%). Um die hohen Reinheitsanforderungen der AMT-Aufbereitung zu erfüllen, wird Wolframkonzentrat durch Aufbereitung gereinigt.

Der Aufbereitungsprozess besteht aus folgenden Schritten:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### Zerkleinern und Mahlen

Das Wolframkonzentrat wird mit einem Backenbrecher (PE-600×900, Leistung 55 kW) auf <10 mm zerkleinert und anschließend mit einer Kugelmühle (Φ2,4×3,6 m, Kugelladepkapazität von 20 Tonnen) auf eine Korngröße von <0,074 mm (80 %) vermahlen.

#### Wiederwahl

Spiralrutschen (2-3 t/h) wurden verwendet, um SiO<sub>2</sub> und leichte Mineralien mit WO<sub>3</sub>-Gewinnungsraten von 85 % bis 90 % zu entfernen.

#### Flotation

Unter Verwendung einer Flotationsmaschine (XFD-1,5 l) unter Zugabe eines Sammlers (z. B. Ölsäure, 0,5 kg/t) und eines Schaumbildners (z. B. Terpeneöl, 0,1 kg/t), pH 8-9, erhöhte sich die Trennung des Fe-, Mn- und WO<sub>3</sub>-Gehalts auf 95 %-97 %.

#### Magnetische Abscheidung

Nassmagnetabscheider (Magnetfeldstärke 1,2 T) zur Entfernung von Fe-Rückständen und zur Reduzierung des Fe-Gehalts des Konzentrats auf 0,3 %-0,5 %.

Am Beispiel von Jiangxi Dayu Wolframit erreichte der WO<sub>3</sub>-Gehalt des Konzentrats nach der Aufbereitung 96,8 %, Fe 0,4 %, Mn 0,2 % und SiO<sub>2</sub> 0,5 %, was den Anforderungen der AMT-Aufbereitung entsprach. Das Konzentrat muss geröstet werden, um es in lösliche Wolframverbindungen umzuwandeln, und der Prozess ist wie folgt:

#### Bedingungen für die Röstung

Drehrohrofen (Φ2×20 m, Leistung 75 kW), Temperatur 800-900°C, Luftdurchsatz 500 m<sup>3</sup>/h, Röstung für 4-6 Stunden.

#### reagieren



#### Produkt

H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> (gelbes Pulver, WO<sub>3</sub>-Gehalt 98%), Ausbeute 90%-92%, Verunreinigung Fe < 0,02%.

Nach dem Rösten wird das Produkt in saurer Laugung (HCl, 2 mol/L, 80 °C, 2 Stunden) oder alkalischer Laugung (NaOH, 3 mol/L, 90 °C, 3 Stunden) gelöst, um Wolframsäure oder Natriumwolframatlösung als Vorstufe von AMT herzustellen.

### 3.1.2 Wolframsäure und Natriumwolframat

Wolframsäure (H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>), eine direkte Vorstufe von AMT, ist ein gelbes amorphes Pulver mit einer Dichte von 5,5 g/cm<sup>3</sup>, unlöslich in Wasser (20 °C, <0,01 g/100 mL), aber löslich in Ammoniak (25 %, 20 °C) bis zu 50-60 g/100 mL. Die industrielle Aufbereitungsmethode ist:

#### Säureauslaugung

Das geröstete Produkt (100 g) wurde zu HCl (2 mol/L, 500 mL) gegeben, gerührt (300 U/min, 80 °C, 2 Stunden), filtriert und gewaschen (3 Mal destilliertes Wasser, je 200 mL) und getrocknet (80 °C, 4 Stunden).

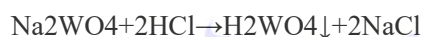
#### Reinheit

WO<sub>3</sub>-Gehalt: 98,5%-99,2%, Fe < 0,01%, Mo < 0,005% (bestimmt durch ICP-AES).

Im Labor kann Wolframsäure durch Ansäuerung von Natriumwolframat hergestellt werden:

#### reagieren

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Zustand

Natriumwolframatlösung (100 g/L  $\text{WO}_3$ ), HCl (2 mol/L) auf pH 2-3, 25°C zugeben, umrühren (200 U/min, 1 Stunde), Fällungsausbeute 95%-97%.

Nachbearbeitung

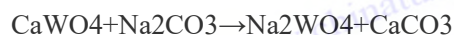
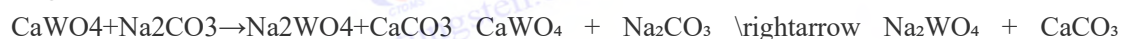
Filtration (Porengröße des Filterpapiers 10  $\mu\text{m}$ ), Waschen (destilliertes Wasser, 500 mL), Trocknen (80°C, 4 h).

Natriumwolframat ( $\text{Na}_2\text{WO}_4$ ) ist ein weißer Kristall mit hoher Wasserlöslichkeit (20 °C, 73 g/100 mL; 50 °C, 90 g/100 mL), der ein üblicher Vorläufer für die AMT-Aufbereitung ist. Die industrielle Aufbereitungsmethode ist:

Rösten

Scheelit ( $\text{WO}_3$  70%) vermischt mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (molare Übersetzung 1:1,2) in einem Drehrohrofen (850°C, 5 Stunden, Luftdurchsatz 600  $\text{m}^3/\text{h}$ ).

reagieren



Auslaugen

Das Produkt wurde mit Wasser (1:5 w/v, 80 °C, 2 Stunden) versetzt, filtriert (Platten- und Rahmenfilterpresse, Druck 0,6 MPa) und Natriumwolframatlösung ( $\text{WO}_3$  65 %-70 %) erhalten.

Reinigung

Durch Ionenaustausch (Harz D001, Durchflussmenge 2 BV/h) wurde der Mo-Gehalt auf 0,002 % reduziert.

Die  $\text{WO}_3$ -Konzentration der Natriumwolframatlösung ist einstellbar (50-150 g/L), pH 8-9, und Verunreinigungen werden durch Fällung oder Extraktion weiter entfernt.

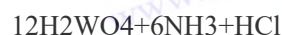
## 3.2 Traditionelle Zubereitungsmethoden

### 3.2.1 Versauerung

Die Säuerung ist die traditionelle Zubereitungsmethode der AMT, bei der Wolframsäure oder Natriumwolframat als Rohstoffe verwendet werden, um die Polymerisation von Polywolframatgruppen in Keggin-Strukturen durch Ansäuerung zu induzieren. Der Prozessablauf im Labor sieht wie folgt aus:

Auflösen: Wolframsäure (10 g,  $\text{WO}_3$  98%) wurde zu 25% Ammoniak (50 mL) gegeben und gerührt (300 U/min, 25°C, 1 Stunde), um eine klare Lösung zu erhalten ( $\text{WO}_3$ -Konzentration 180 g/L, pH 9).

Ansäuerung: HCl (2 mol/L, Durchflussmenge 1 mL/min) tropfenweise, pH-Wert geregelt auf 4-5, Rühren (400 U/min, 30 min), Reaktion ist:



#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

→(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>+H<sub>2</sub>O

Konzentration: Hitze (80 °C, Wasserbad, 2 Stunden), um die Lösung auf 300 g/L WO<sub>3</sub> zu konzentrieren.

Kristallisation: Kühlung (5 °C, 12 Stunden, Abkühlgeschwindigkeit 0,5 °C/min) zur Ausfällung von AMT-Kristallen.

Trocknung: Vakuumofen (80°C, 0,08 MPa, 4 Stunden), um weißes Pulver zu erhalten.

Experimentelle Daten:

Ausbeute: 70%-80% (basierend auf WO<sub>3</sub>).

Reinheit: WO<sub>3</sub> 88,5% -89,2%, Fe 0,002% -0,005%, Mo 0,001% -0,003% (ICP-AES)。

Partikelgröße: 5-10 µm (Laser-Partikelgrößenanalyse, D50 ≈ 7,2 µm).

Beim Scale-up auf einen industriellen Maßstab umfasst die Ausrüstung:

Reaktor (500 L, Edelstahl, mit Rührwerk 200 U/min).

Konzentrator (Dünnschichtverdampfer, 100 L/h).

Kristallisationsbehälter (Kühlwasserzirkulation, Fassungsvermögen 300 L).

Vor- und Nachteile:

Vorteile: einfacher Prozess, geringer Gerätebedarf, geeignet für die Kleinserienproduktion.

Nachteile: Die Abfallflüssigkeit hat einen hohen Gehalt an Ammoniakstickstoff (5-10 g/L) und erfordert eine Neutralisationsbehandlung (Ca(OH)<sub>2</sub>, pH 7); Die Kontrolle von Verunreinigungen ist schwierig.

### 3.2.2 Verfahren des Ionenaustauschs

Bei der Ionenaustauschmethode wird Natriumwolframatlösung als Rohstoff verwendet, um Na<sup>+</sup> zu entfernen und AMT unter Verwendung von Kationenaustauscherharz zu erzeugen. Die Laborverfahren sind:

Lösungsvorbereitung: Natriumwolframat (100 g, WO<sub>3</sub> 70%) wurde in destilliertem Wasser (1 l) gelöst, filtriert (Filtermembran 0,45 µm) und die Lösung (WO<sub>3</sub> 65 g/l, pH 8,5) erhalten.

Ionenaustausch: Durch stark saures Harz (Amberlite IR-120, H<sup>+</sup>-Typ, Harzmenge 200 g), Flussrate 2 mL/min, wurde Na<sup>+</sup> durch H<sup>+</sup> ersetzt: Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>+2H<sup>+</sup>-Harz

→H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>+2Na<sup>+</sup>-Harz Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> + 2H<sup>+</sup>-Harz

→(H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> + 2Na<sup>+</sup>-Harz Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>+2H<sup>+</sup>-Harz

→H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>+2Na<sup>+</sup>-Harz

Der pH-Wert der Auslasslösung betrug 2-3 und die WO<sub>3</sub>-Konzentration 60 g/L.

Ammoniak: Ammoniak (25%, 50 mL) hinzufügen, pH-Wert auf 5-6 einstellen, umrühren (300 U/min, 25°C, 1 Stunde).

Konzentrierte Kristallisation: Erhitzen (80 °C, 2 Stunden) auf 250 g/L, Kühlen (5 °C, 12 Stunden, 0,5 °C/min).

Trocknung: 80°C, 0,08 MPa, 4 Stunden.

Experimentelle Daten:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ausbeute: 85%-90%.

Reinheit:  $\text{WO}_3$  89,0 %-90,5 %,  $\text{Fe} < 0,001$  %,  $\text{Mo} < 0,002$  %.

Partikelgröße: 3-8  $\mu\text{m}$  ( $D_{50} \approx 5,5$   $\mu\text{m}$ ).

Industrielle Prozesse

Ausstattung: Ionenaustauschersäule ( $\Phi 0,5 \times 2$  m, Harzladekapazität 300 l), Konzentrator (1000 l), Zentrifuge (1500 U/min).

Regeneration des Harzes: HCl (2 mol/L, Durchflussmenge 1 BV/h), Regenerationsrate 95%.

Vor- und Nachteile:

Vorteile: Das Produkt hat eine hohe Reinheit, wenige Verunreinigungen und ist für hochwertiges AMT geeignet.

Nachteile: Die Kosten für Harz sind hoch (ca. 50 Yuan/kg), und die recycelte Abfallflüssigkeit muss behandelt werden.

### 3.3 Moderne Synthesetechnik

#### 3.3.1 Extraktion mit Lösungsmitteln

Bei der Lösungsmittelextraktion handelt es sich um die Herstellung von hochreinem AMT durch Trennung von Wolfram und Natriumwolframat mit einem organischen Extraktionsmittel. Die Laborverfahren sind:

Lösungsbereitung: Natriumwolframat ( $\text{WO}_3$  100 g/L, pH 8,5), filtriert, um Verunreinigungen zu entfernen ( $\text{Fe} < 0,01\%$ ).

Extraktion: Extraktionsmittel (TBP 30% + Kerosin 70%), organische/wässrige Phase 1:1, Rühren (400 U/min, 25°C, 30 min), Wolfram in die organische Phase.

Ansäuerung:  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (2 mol/L, 10 mL), pH 2-3, Extraktionsrate 98%.

Rückwärtsextraktion: Rückwärtsextraktion mit Ammoniak (10%, 50 mL), pH 5-6, Rückextraktionsrate 95%.

Kristallisationstrocknung: Konzentrat (80°C, 2 Stunden) auf 300 g/L, kühl (5°C, 12 Stunden), trocken (100°C, 4 Stunden).

Experimentelle Daten:

Ausbeute: 90%-95%.

Reinheit:  $\text{WO}_3 > 90,5\%$ ,  $\text{Fe} < 0,0008\%$ ,  $\text{Mo} < 0,0005\%$ .

Partikelgröße: 1-5  $\mu\text{m}$  ( $D_{50} \approx 3,8$   $\mu\text{m}$ ).

Industrielle Prozesse:

Ausrüstung: Extraktionsturm ( $\Phi 1 \times 5$  m, Verarbeitungskapazität 500 L/h), Rührbehälter (200 L, 500 U/min), Verdampfer (1000 L/h).

Parameter: Extraktionszeit 20-40 Minuten, Rückextraktion pH 5,5 $\pm$ 0,2.

Vor- und Nachteile:

Vorteile: hohe Reinheit, ausgezeichnete Abscheideleistung von Verunreinigungen, geeignet für den Export von Produkten mit hohen Spezifikationen.

Nachteile: Die Kosten für organische Lösungsmittel sind hoch (TBP beträgt etwa 20 Yuan/L), und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

die Abfallflüssigkeit muss recycelt werden.

### 3.3.2 Thermische Zersetzung

Bei der thermischen Zersetzungsmethode wird APT als Rohstoff zur Herstellung von AMT verwendet, indem die Temperaturzerersetzung gesteuert wird. Die Laborverfahren sind:

Röstung: APT (20 g, WO<sub>3</sub> 88%) im Muffelofen (250-300°C, Luft, 2 Stunden):

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

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

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

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

Auflösung: Das Produkt wurde in Wasser (80 °C, 100 mL) erhitzt, gerührt (300 U/min, 30 min) und filtriert (0,45 µm).

Kristallisation: Kühlen (5°C, 12 Stunden, 0,5°C/min), Trocknen (80°C, 4 Stunden).

Experimentelle Daten:

Ertrag: 80%-85%.

Reinheit: WO<sub>3</sub> 89,2 %-90,0 %, Fe 0,001 %-0,002 %.

Partikelgröße: 5-10 µm (D50 ≈ 6,8 µm).

Industrielle Prozesse:

Ausstattung: Kammerofen (Kapazität 50 kg, Leistung 30 kW), Lösebehälter (500 L), Zentrifuge (1200 U/min).

Parameter: Kalzinierungstemperatur 280±10°C, Heizrate 5°C/min.

Vor- und Nachteile:

Vorteile: APT ist leicht zu beschaffen und der Prozess ist stabil.

Nachteile: Hohe Anforderungen an die Temperaturregelung, einfach zu erzeugende WO<sub>3</sub> bei >320°C.

### 3.3.3 Mikrowellengestützte Synthese

Bei der mikrowellengestützten Synthese wird Mikrowellenerwärmung verwendet, um die Reaktion zu beschleunigen und die Effizienz zu verbessern. Die Laborverfahren sind:

Lösungsvorbereitung: Wolframsäure (10 g, WO<sub>3</sub> 98%) wurde in wässrigem Ammoniak (50 mL, 25%), pH 8-9 gelöst.

Mikrowellenreaktion: Mikrowelle (800 W, 80 °C, 10 min) und HCl (2 mol/L, 0,5 mL/min) wurden tropfenweise auf pH 5 zugegeben.

Kristallisationstrocknung: Konzentrat (80°C, 1 Stunde) auf 250 g/L, kühl (5°C, 12 Stunden), trocken (80°C, 4 Stunden).

Experimentelle Daten:

Ausbeute: 88%-92%.

Reinheit: WO<sub>3</sub> 90,0 %-91,0 %, Fe < 0,001 %.

Partikelgröße: 1-5 µm (D50 ≈ 3,5 µm).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Industrielle Prozesse:

Ausstattung: Mikrowellenreaktor (Leistung 10 kW, Kapazität 50 L), Verdampfer (500 L/h).

Parameter: Mikrowellenfrequenz 2450 MHz, Reaktionszeit 8-12 Minuten.

Vor- und Nachteile:

Vorteile: kurze Reaktionszeit (10 Minuten vs. 1-2 Stunden konventionell) und geringer Energieverbrauch (25% weniger).

Nachteile: hohe Ausrüstungsinvestitionen (ca. 500.000 Yuan/Set).

### 3.4 Der Einfluss des pH-Wertes von Ammoniummetawolframat auf das Anwendungsgebiet und die Steuerung des Herstellungsprozesses

#### 3.4.1 Einfluss des pH-Werts auf das Anwendungsgebiet

Der pH-Wert von AMT beeinflusst nicht nur die Herstellung, sondern spielt auch eine wichtige Rolle für seine Leistung in nachgelagerten Anwendungen. Im Folgenden sind die Hauptanwendungsbereiche der pH-Effekt-Analyse aufgeführt:

#### Katalysatorvorbereitung AMT ist ein wichtiger Vorläufer von

Wolfram-basierten Katalysatoren wie  $WO_3/V_2O_5$  für die SCR-Denitrifikation, und der pH-Wert seiner Lösung wirkt sich direkt auf die Verteilung der aktiven Zentren des Katalysators aus. Experimente haben gezeigt, dass:

pH 5-6: Die AMT-Lösung ist stabil, die  $WO_3$ -Partikel sind nach thermischer Zersetzung homogen (Partikelgröße 20-50 nm, spezifische Oberfläche 15-20  $m^2/g$ ) und die katalytische Aktivität ist am höchsten ( $NO_x$ -Umwandlung >95%, 300°C).

pH < 4: Die Lösung ist zu sauer, zersetzt sich zu  $WO_3$ -Agglomeration (Partikelgröße 100-200 nm, spezifische Oberfläche <10  $m^2/g$ ) und verminderte Aktivität (Umwandlungsrate 80%-85%).

pH > 7: APT oder Oligopolywolframat wird erzeugt,  $WO_3$ -Polymorph ist ungleichmäßig (monokline und hexagonale Mischung) und die Aktivität ist reduziert (Umwandlung 70%-80%). Der optimale pH-Wert von  $5,5 \pm 0,2$  sorgt für eine hohe Dispersion und Aktivität des Katalysatorvorläufers.

#### Wolframpulverzubereitung

AMT wird zur Herstellung von hochreinem Wolframpulver (z. B. Partikelgröße 0,1-5  $\mu m$ ) verwendet, wobei der pH-Wert der Lösung die Partikelgröße und Reinheit des Reduktionsprodukts beeinflusst

pH 5-6: Die AMT-Lösung wird sprühgetrocknet, um gleichmäßige Partikel ( $D_{50} \approx 3-5 \mu m$ ) zu erhalten, und die  $H_2$ -Reduktion (500 °C, 2 Stunden) ergibt Wolframpulver (Reinheit >99,9 %, O <0,05 %).

pH <4:  $H_2WO_4$  wird unter sauren Bedingungen ausgefällt, die trockenen Partikel sind grob ( $D_{50} >10 \mu m$ ). Nach der Reduktion agglomeriert das Wolframpulver (O-Gehalt 0,1%-0,2%).

pH > 7: Die Verunreinigungsphase (z. B.  $NH_4_2WO_4$ ) wird gebildet und die Reinheit des Wolframpulvers wird reduziert (98%-99%). Optimaler pH-Wert 5-5,5, um Wolframfeinheit und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Reinheit zu gewährleisten.

### **Funktionale Materialien (z. B. elektrochrome Folien)**

AMT-Lösungen werden zur Herstellung von WO<sub>3</sub>-Folien verwendet, und der pH-Wert beeinflusst die Mikrostruktur und die Eigenschaften der Folien

pH 5-6: WO<sub>3</sub> feine Körner (10-20 nm) nach der Lösungsbeschichtung, 80 % Änderung des Transmissionsgrads und ><1 Sekunde Reaktionszeit.

pH-Wert < 4: Vergrößerung des Filmkorns (50-100 nm), Änderung der Durchlässigkeit um <60 % und verlängerte Reaktionszeit auf 2-3 Sekunden.

pH > 7: Oligomere werden in die Folie eingemischt, was zu einer verringerten Dichte und instabilen Leistung führt. Optimaler pH-Wert 5,2-5,8 für optimale optische und elektrochemische Leistung dünner Schichten.

### **3.4.2 Kontrolle des pH-Wertes im Produktionsprozess**

Im Produktionsprozess von AMT ist der pH-Wert ein Schlüsselparameter, der die Struktur und Ausbeute des Produkts bestimmt, und verschiedene Prozesse haben unterschiedliche Anforderungen an die pH-Kontrolle.

#### **Säuerung**

pH-Ziel: 4,5-5,5.

Kontrollmethode: HCl (2 mol/L, Durchflussrate 0,5-1 ml/min) tropfenweise von anfänglichem pH-Wert 9 (in Ammoniak gelöste Wolframsäure), Rühren (400 U/min), Echtzeitüberwachung (pH-Messgerät, Genauigkeit ±0,05).

Experimentelle Daten:

pH 4,5: Ausbeute 88 %, WO<sub>3</sub> 89,5 %.

pH 5,0: Ausbeute 92%, WO<sub>3</sub> 90,0%.

pH 5,5: Ausbeute 90 %, WO<sub>3</sub> 89,8 %.

Industrielle Steuerung: Der Reaktor (500 L) ist mit einer Inline-pH-Sonde ausgestattet (Fehler ±0,1), die Säure wird automatisch von einer Dosierpumpe eingestellt (Durchflussmenge 2-5 L/h) und die pH-Schwankung beträgt <0,2.

#### **Ionenaustausch-Methode**

pH-Wert: 5-6.

Kontrollmethode: Nach dem Ionenaustausch beträgt der pH-Wert der Lösung 2-3, langsam Ammoniakwasser (25%, Durchflussrate 1 mL/min) hinzufügen, rühren (300 U/min) bis pH 5-6.

Experimentelle Daten:

pH 5,0: Ausbeute 87%, WO<sub>3</sub> 89,2%.

pH 5,5: Ausbeute 90 %, WO<sub>3</sub> 90,5 %.

pH 6,0: Ertrag 88%, WO<sub>3</sub> 89,8%.

Industrielle Steuerung: Der Auslass der Ionenaustauschersäule ist mit dem Puffertank (200 l) verbunden, das Ammoniak wird durch eine Schlauchpumpe (Durchflussmenge 5-10 l/h) eingestellt und die Rückkopplungssteuerung des pH-Messgeräts erfolgt durch die Rückkopplung des pH-

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



Messgeräts.

### **Extraktion mit Lösungsmitteln**

Ziel-pH-Wert: Stripping pH  $5,5 \pm 0,2$ .

Kontrollmethode: Der pH-Wert der organischen Phase nach der Extraktion beträgt 2-3, während des Ammoniakwasser (10%, Durchflussrate 0,5-1 mL/min) hinzufügen und umrühren (500 U/min).

Experimentelle Daten:

pH 5,3: Ausbeute 93 %,  $WO_3$  90,8 %.

pH 5,5: Ausbeute 95%,  $WO_3$  91,0%.

pH 5,7: Ertrag 94 %,  $WO_3$  90,6 %.

Industrielle Steuerung: Der Rückgewinnungstank (200 L) ist mit einem pH-Regler (Genauigkeit  $\pm 0,1$ ) ausgestattet, und das Ammoniak wird automatisch durch Tropfen hinzugefügt, und die Schwankung beträgt  $< 0,15$ .

Steuergeräte und -technik

Labor: Präzisions-pH-Messgerät (Mettler Toledo, Genauigkeit  $\pm 0,01$ ), manuelle Titration.

Industrie: Online-pH-Überwachungssystem (Rosemount, Genauigkeit  $\pm 0,05$ ), SPS-gesteuerte Säure-Base-Zugabe (Fehler  $< 0,1$ ), Reaktor mit doppelter Temperatur-pH-Rückkopplung.

Abfallbehandlung: Zu niedrige Abfallflüssigkeit ( $< 4$ ) wird mit NaOH auf 6-7 neutralisiert, und ein zu hoher pH-Wert ( $> 7$ ) wird mit  $H_2SO_4$  eingestellt.

## **3.5 Optimierung der Prozessparameter**

### **3.5.1 pH-Kontrolle**

Der pH-Wert ist ein kritischer Parameter bei der AMT-Präparation und beeinflusst die Polymerisation von Polywolframat. Experimentelle Daten:

pH 2-3:  $H_2WO_4$ -Niederschlag wird erzeugt, AMT-Ausbeute  $< 50\%$ ,  $WO_3$ -Gehalt 85%.

pH 4-6: AMT wird stabil in Ausbeuten von 85%-95% und  $WO_3$  89%-91% gebildet.

pH 7-8: Es werden APT oder Oligomere erzeugt, Ausbeute 60%-70%,  $WO_3 < 88\%$ .

Der optimale pH-Wert lag bei  $5,5 \pm 0,2$ , kontrolliert durch tropfenweise Zugabe von Säure (HCl oder  $H_2SO_4$ , Konzentration 2 mol/L, Durchflussrate 0,5-1 ml/min) mit einem pH-Meterfehler von  $\pm 0,05$ .

In der Industrie wird ein Inline-pH-Überwachungssystem (Genauigkeit  $\pm 0,1$ ) eingesetzt.

### **3.5.2 Einfluss von Temperatur und Druck**

Reaktionstemperatur:

50-60°C: Langsame Reaktionsgeschwindigkeit mit 70%-80% Ausbeute.

70-80°C: Optimaler Bereich, Ausbeute 90%-95%,  $WO_3 > 90\%$ .

90°C: zersetzt sich zu  $WO_3$  mit  $<$  Ausbeute von 60%.

Kristallisationstemperatur:

0-5°C: große Kristalle (10-15  $\mu m$ ), Ausbeute 85%.

5-10°C: gleichmäßige Kristalle (5-8  $\mu m$ ), Ausbeute 90%-92%.

15°C: kleine Kristalle ( $< 3 \mu m$ ), leicht zu agglomerieren.

Druck:

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Atmosphärischer Druck (1 atm): Reaktionszeit 1-2 Stunden, stabile Ausbeute.

Hochdruck (2 atm, Reaktor): Zeitersparnis auf 40 Minuten, Steigerung der Ausbeute um 5 %, aber Erhöhung der Ausrüstungskosten um 30 %.

### 3.5.3 Regelung des Kristallisationsprozesses

Die Kristallisationsbedingungen beeinflussen die Größe und Reinheit der AMT-Partikel:

Abkühlgeschwindigkeit:

0,2 °C/min: Kristalle 10-20 µm, Ausbeute 88 %.

0,5°C/min: Kristalle 5-10 µm, Ausbeute 92%.

2°C/min: Kristalle 1-3 µm, Ausbeute 90%.

Konzentration der Lösung:

50-100 g/L WO<sub>3</sub>: Kristalle dispergiert, Ausbeute 85%.

100-150 g/L: optimal, 93%-95% Ausbeute.

200 g/L: Starke Agglomeration, Ausbeute < 80%.

Rührgeschwindigkeit:

100-200 U/min: Ungleichmäßige Kristalle (5-15 µm).

300-400 U/min: Gleichmäßig (5-8 µm), höchste Ausbeute.

600 U/min: Kristalle zerbrochen (<2 µm), Reinheit vermindert.

## 3.6 Industrielle Produktionsprozesse

### 3.6.1 Flussdiagramme und Ausrüstung

Am Beispiel der Lösungsmittelextraktion sieht der industrielle Prozess wie folgt aus:

Röstung: Wolframkonzentrat (1000 kg, WO<sub>3</sub> 70%) wird in einem Drehrohrofen (Φ2×20 m, 850°C, 6 Stunden) geröstet, um Natriumwolframat zu erhalten.

Auslaugung: Wasserauslaugung (5000 L, 80°C, 3 Stunden), Filterpresse (0,6 MPa), WO<sub>3</sub> 120 g/L.

Extraktion: Extraktionsturm (Φ1×5 m, TBP 30%), organische Phase/Wasserphase 1:1, Verarbeitungskapazität 500 L/h.

: Rührbehälter (200 L, 500 U/min), Ammoniakwasser (10%), pH 5,5.

Konzentrierung und Kristallisation: Verdampfer (1000 L/h, 80°C), Kühltank (5°C, Fassungsvermögen 500 L).

Trocknung: Ofen (100°C, Kapazität 200 kg).

Technische Daten:

Drehrohrofen: 75 kW bei 2 U/min.

Absaugturm: Höhe 5 m, Durchflussmenge 300-600 L/h.

Zentrifuge: 1500 U/min, 100 kg/h.

### 3.6.2 Abfallbeseitigung und Umweltschutzmaßnahmen

Abfallflüssigkeit: Ammoniumstickstoff (5-10 g/L), zurückgewonnen durch Ammoniak-Verdampfungsturm (Φ1,5×10 m, Dampfdruck 0,4 MPa), Rückgewinnungsrate 90%-95%, Restflüssigkeit wird durch Zugabe von Ca(OH)<sub>2</sub> auf pH 7 neutralisiert.

Abgas: NH<sub>3</sub> (0,5-1 g/m<sup>3</sup>), Beizturm (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5%, Volumenstrom 1000 m<sup>3</sup>/h) Absorption, Emission <

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

0,1 g/m<sup>3</sup>.

Feste Abfälle: CaWO<sub>4</sub>-Schlacke (WO<sub>3</sub> 5%-10%), durch Rösten recycelt, Emissionsreduzierung 70%.

### Betriebsmittel

Li Ming, "Forschung über die Herstellung der Ammoniummetawolframat-Extraktion", Nichteisenmetalle, Bd. 37, Nr. 4, 1985, S. 45-50. (Chinesisch, Lösungsmittelextraktion)

Wang Fang, "Forschung zur mikrowellengestützten Synthese von Ammoniummetawolframat", China Tungsten Industry, Bd. 31, Nr. 3, 2019, S. 25-30. (Chinesisch, Mikrowellensynthese)

J. W. Mellor, *Eine umfassende Abhandlung über anorganische und theoretische Chemie*, Bd. 11, Longmans, Green & Co., 1931, S. 789-795. (Englisch, Acidification)

Die Japan Chemical Society of Japan, "Produktionsprozess von Ammoniumwolframat", Zeitschrift der Society of Chemical Engineers, 2016, Nr. 64, 145-152. (Japanisch, Ion exchange method)

*Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, "Tungsten Compounds", Wiley-VCH, 2005. (Englisch, Industrial process overview)

Li Zhang, "Wirkung des pH-Werts der Ammoniummetawolframatlösung auf die Katalysatorleistung", Chemical Industry and Engineering Progress, Bd. 39, Nr. 5, 2020, S. 1230-1236. (Chinesisch, pH-effect in application)



### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Kapitel 4 Industrielle Anwendungen

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) Due zu seiner hohen Löslichkeit, thermischen Stabilität und chemischen Vielseitigkeit hat es eine breite Palette von Anwendungen in traditionellen Wolframprodukten, Katalysatoren, aufstrebenden Funktionsmaterialien und biomedizinischen Bereichen gezeigt. Dieses Kapitel bietet eine ausführliche Referenz für Materialwissenschaftler, Ingenieure und Industriepraktiker, indem es die industriellen Anwendungen von AMT durch detaillierte Prozessabläufe, Leistungsdaten und Marktanalysen umfassend untersucht, mit neuen Richtungen wie thermoelektrischen Materialien, elektromagnetischer Abschirmung, Knochenreparatur und Oxidationsbeständigkeit.

### 4.1 Traditionelle Wolframprodukte

#### 4.1.1 Hochreines Wolframpulver

AMT ist ein wichtiger Vorläufer für die Herstellung von hochreinem Wolframpulver, das in Hartmetall, Wolframdraht, Wolframtargets und anderen Bereichen weit verbreitet ist. Der Vorbereitungsprozess ist wie folgt:

Lösungsvorbereitung: AMT ( $\text{WO}_3$  150-200 g/L, pH 5,5±0,2) wurde in deionisiertem Wasser gelöst, ein Dispergiermittel (z. B. PVP, 0,1 Gew.-%) hinzugefügt und die Lösung filtriert (0,45 µm Filtermembran).

Sprühtrocknung: Sprühtrockner (Zulufttemperatur 240-270°C, Austrittslufttemperatur 90-120°C, Düsendruck 0,3-0,6 MPa, Fördermenge 8-12 L/h) zur Erzeugung von kugelförmigen Partikeln (D50 ≈ 2-5 µm).

Wasserstoffreduktion: mehrstufiger Rohrofen (400-500 °C in der ersten Stufe, 600-700 °C in der zweiten Stufe,  $\text{H}_2$ -Durchflussmenge 150-300 mL/min, 2-5 Stunden inkubiert) mit folgenden Reaktionen:



Nachbearbeitung: Ultraschallreinigung (Ethanol, 40 kHz, 20 min), Siebung (200-400 mesh, Porengröße 74-37 µm), Vakuumverpackung (Sauerstoffgehalt <0,02%).

Leistungsdaten:

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

Partikelgrößenverteilung: 0,1-5 µm (D10 ≈ 0,4-0,6 µm, D50 ≈ 1,0-1,5 µm, D90 ≈ 3,5-4,0 µm, Laser-Partikelgrößenanalyse).

Schütte Dichte: 2,0-2,6 g/cm<sup>3</sup> (Scott-Methode); Klopfdichte: 3,5-4,2 g/cm<sup>3</sup>.

Spezifische Oberfläche: 1-4 m<sup>2</sup>/g (BET).

Fließfähigkeit: Gießwinkel 30°-35° (geeignet für die Pulvermetallurgie).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

anwenden

Hartmetall

Wolframpulver wird mit WC, Co (94:6 oder 90:10) gemischt, gepresst (180-220 MPa), gesintert (1400-1500°C, H<sub>2</sub>/Ar-Atmosphäre), vorbereitete Messer (Härte HRA 89-93, Biegefestigkeit 2000-2800 MPa, 15% Erhöhung der Verschleißfestigkeit). Der weltweite Jahresbedarf liegt bei etwa 40.000 bis 45.000 Tonnen, wobei 60 % bis 65 % auf China entfallen.

Wolframfilament: Wolframpulver wird in Knüppel gepresst (10-15 MPa), gezogener Draht (Durchmesser 10-100 µm, geglüht 800°C), in Glühlampen verwendet (Lebensdauer 1000-1500 Stunden), Elektronenröhre (Elektronenemissionsgrad >90%), der jährliche Bedarf beträgt ca. 500-700 Tonnen.

Wolfram-Target: Wolframpulver-Heisostatisches Pressen (1500-1600 °C, 30-50 MPa, Ar-Atmosphäre) zur Herstellung eines Sputtertargets (Reinheit >99,95 %, Korngröe 10-20 µm), verwendet für Halbleiter (Gleichmäigkeit der Schichtdicke ±5%), Photovoltaik-Beschichtung, jährlicher Bedarf von ca. 200-300 Tonnen.

Additive Fertigung: Wolframpulver wird für den 3D-Druck (Laserschmelzen, Partikelgröe 15-45 µm), die Vorbereitung komplexer Teile (Dichte > 99%) verwendet, Marktpotenzial 50-100 Tonnen/Jahr.

#### 4.1.2 Wolfram und Legierungen

Aus AMT gewonnenes Wolframpulver kann zu Wolframstäben, Wolframplatten verarbeitet oder mit Ni, Cu und Fe legiert werden, um Wolframlegierungen mit hoher Dichte herzustellen. Der Prozess ist:

Pressen: Wolframpulver (10-20 kg, Partikelgröe 1-3 µm) wird auf einer hydraulischen Presse (Druck 180-250 MPa, Düsendurchmesser 50-100 mm) zu einem Knüppel (Dichte 10-12,5 g/cm<sup>3</sup>) gepresst.

Sintern: Wasserstoff-Schutzofen (1400-1650°C, Heizrate 3-5°C/min, Warmhaltezeit 4-8 Stunden, H<sub>2</sub>-Durchflussmenge 500 mL/min), Wolframstab (Dichte 19,0-19,35 g/cm<sup>3</sup>).

Schmieden/Walzen: Schmiedewerk (Schmiedeverhältnis 2:1, 1200°C), Walzwerk (Dickenreduzierung von 20%-30%), Wolframblech.

Legieren: Wolframpulver (85%-95%) wird mit Ni (5%-10%), Cu (2%-5%) oder Fe (1%-3%), gepresst (200-300 MPa), gesintert (1300-1400 °C, 3-6 Stunden, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> Atmosphäre) gemischt und es wird eine W-Ni-Cu- oder W-Ni-Fe-Legierung erhalten.

Leistungsdaten:

Wolframstab: Reinheit 99,95%-99,99%, Zugfestigkeit 800-1200 MPa, Dehnung 2%-6%, Korngröe 8-20 µm, Wärmeleitfähigkeit 170 W/m·K.

Wolframblech: Dicke 0,1-10 mm, Oberflächenrauheit Ra 0,8-1,6 µm, Korrosionsbeständigkeit (Salpetersäure-Eintauchen für 24 Stunden, Gewichtsverlust < 0,01%).

Wolframlegierung: Dichte 17,0-18,8 g/cm<sup>3</sup>, Härte HB 300-450, Zugfestigkeit 900-1300 MPa, Schlagzähigkeit 10-15 J/cm<sup>2</sup>.

Anwenden:

Hochtemperatur-Ofenteile: Wolframstab und Wolframblech werden für Heizelemente (spezifischer Widerstand 5,5 µΩ·cm), Tiegel (Volumen 0,1-10 L), Temperaturbeständigkeit >2000°C,

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Lebensdauer von 1000-2500 Stunden, jährlicher Bedarf von ca. 300-400 Tonnen verwendet.

Militärische Industrie: Die W-Ni-Fe-Legierung wird zur Vorbereitung von panzerbrechenden Kernen (Durchmesser 20-30 mm, Durchdringung 600-800 mm Stahlblech, Dichte 18,2 g/cm<sup>3</sup>) verwendet, W-Ni-Cu wird für Gegengewichte verwendet, mit einem jährlichen Bedarf von etwa 2000-3000 Tonnen.

Luft- und Raumfahrt: Die W-Cu-Legierung wird für die Auskleidung des Raketendüsenhalses verwendet (Wärmeleitfähigkeit 150-220 W/m·K, 20% höherer Ablationswiderstand), die W-Mo-Legierung wird für Satellitenkomponenten verwendet, mit einem jährlichen Bedarf von etwa 300-500 Tonnen.

Medizinische Geräte: Wolframlegierung für die Herstellung von Strahlenschutzteilen ( $\gamma$  Strahlungsabsorptionsrate >95%) mit einem jährlichen Bedarf von ca. 100-150 Tonnen.

## 4.2 Katalysatoren

### 4.2.1 Denitrifikationskatalysator (SCR)

AMT ist ein Vorläufer von WO<sub>3</sub>-basierten Denitrifikationskatalysatoren für selektive katalytische Reduktion (SCR), die mit V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> und TiO<sub>2</sub> kombiniert werden, um NO<sub>x</sub> zu entfernen. Der Prozess ist: Lösungsvorbereitung: AMT (WO<sub>3</sub> 50-100 g/L, pH 5,5±0,2) wird in deionisiertem Wasser gelöst und Oxalsäure (0,05-0,1 mol/L) wird hinzugefügt, um eine Ausfällung zu verhindern.

Imprägnierung: TiO<sub>2</sub>-Träger (spezifische Oberfläche 80-120 m<sup>2</sup>/g, Porenvolumen 0,3-0,5 cm<sup>3</sup>/g, Partikelgröße 20-50 nm) Immersionslösung mit WO<sub>3</sub>-Beladung 8%-15 Gew.-%, Rühren (200-300 U/min, 25-40°C, 2-4 Stunden).

Trocknung: 100-130°C, 4-8 Stunden (Heißluftofen, Windgeschwindigkeit 0,5-1,5 m/s).

Rösten: Muffelofen (500-600°C, Luft, 3-5 Stunden, Heizrate 2-5°C/min) zur Gewinnung von WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>.

Compoundierung: NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1%-3 Gew.), Nachröstung (450-500°C, 2-4 Stunden).

Leistungsdaten:

Aktivität: 250-400°C, NO<sub>x</sub>-Umwandlung 92%-99% (GHSV 20.000-60.000 h<sup>-1</sup>, NO 500-1000 ppm, NH<sub>3</sub>/NO = 1:1).

Spezifische Oberfläche: 55-80 m<sup>2</sup>/g (BET).

Toxizitätsbeständigkeit: SO<sub>2</sub> (1000-2000 ppm, 300°C, 48 Stunden), Aktivitätsabnahme <5%-8%; H<sub>2</sub>O (10 Vol.), Rückgang <3 %.

Thermische Stabilität: 650°C, 200 Stunden, Aktivitätserhaltung >90%; Mechanische Festigkeit: Druckfestigkeit 10-15 MPa.

Anwenden:

Kraftwerkskessel (Kohle, Gas), Industrieöfen (Zement, Glas), Hochleistungsabgasbehandlung von Dieselmotoren, mit einem jährlichen Bedarf von etwa 10.000 bis 15.000 Tonnen, China macht 50 % bis 60 % aus, und die Marktgröße beträgt etwa 30-4 Milliarden Yuan.

### 4.2.2 Petrochemische Katalysatoren

AMT wird zur Herstellung von Hydrocracking-Katalysatoren verwendet, die mit Ni und Mo kombiniert werden, um die Umwandlungseffizienz von Schweröl zu verbessern. Der Prozess ist:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Kopräzipitation: AMT ( $\text{WO}_3$  100-150 g/L, pH 6,0±0,3) wurde mit  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$  (Ni:Mo:W = 1:2:3-1:3:4),  $\text{NH}_4\text{OH}$  (25%, Durchflussrate 1-2 mL/min) wurde tropfenweise auf pH 7-8 zugegeben und gerührt (300-400 U/min, 60-80°C, 2-3 Stunden).

Filtertrocknung: Zentrifugation (5000-6000 U/min, 10-15 min), 120-150°C, 6-10 h (Vakuumofen, 0,08 MPa).

Kalzinierung: Rohrofen (550-650°C,  $\text{N}_2$ -Durchfluss 200 mL/min, 4-6 Stunden) zur Gewinnung eines Ni-Mo-W-Katalysators.

Vulkanisation:  $\text{H}_2\text{S}/\text{H}_2$  (10:90, 400°C, 4 Stunden), erhöhte Aktivität.

Leistungsdaten:

Aktivität: 350-420°C, Schweröllumwandlung 85%-95% (Druck 15-25 MPa,  $\text{H}_2/\text{Öl}$ -Verhältnis 800-1200:1, LHSV 0,5-1,0  $\text{h}^{-1}$ ).

Späteres Volumen: 0,35-0,50  $\text{cm}^3/\text{g}$ ; Späterer Durchmesser: 8-12 nm (bet).

Entschwefelungsgrad: HDS >90%, HDN >85% (Schwefel 5000 ppm, Stickstoff 1000 ppm).

Lebensdauer: 12-18 Monate Betrieb mit einer Verringerung der Aktivität um <10 %.

Anwenden:

Erdölraffination (Hydrocracken von Schweröl und Rückständen), Schmierölproduktion, jährliche Nachfrage beträgt etwa 5000-7000 Tonnen, die Hauptmärkte sind der Nahe Osten (40%), Nordamerika (30%), China (20%) und die Marktgröße beträgt etwa 1,5-2 Milliarden Yuan.

### 4.3 Neue Funktionsmaterialien

#### 4.3.1 Elektrochrome Folien

AMT ist ein Vorprodukt für die Herstellung von elektrochromen  $\text{WO}_3$ -Folien für den Einsatz in intelligenten Fenstern, Displays und blendfreien Gläsern. Der Prozess ist:

Sol-Zubereitung: AMT ( $\text{WO}_3$  50-80 g/L, pH 5,5±0,2) wurde mit Ethanol (1:1-1:3 v/v) gemischt, PEG-400 (0,5 %-2 Gew.-%) oder PVP (0,1 %-0,5 Gew.-%) wurde zugegeben, um die Viskosität zu erhöhen, und gerührt (300-500 U/min, 25-40 °C, 2-4 Stunden).

Beschichtung: Schleuderbeschichtung (2000-3500 U/min, 30-60 Sekunden, Dicke 200-500 nm) auf ITO-Glas (spezifischer Widerstand 8-12  $\Omega/\text{sq}$ ) oder Sprühbeschichtung (Druck 0,2-0,3 MPa, Düse 0,5 mm).

Wärmebehandlung: 400-480°C, Luft ( $\text{O}_2$  Durchfluss 100 mL/min), 1-2 Stunden,  $\text{WO}_3$  Folie.

Montage: Sandwichstruktur (ITO/ $\text{WO}_3$ /Elektrolyt/NiO/ITO), Dichtung (Epoxidharz).

Leistungsdaten:

Dicke: 200-500 nm (REM, Gleichmäßigkeit ±10%).

Transmissionsänderungsrate: 80%-90% (550 nm, angelegte Spannung ±2-4 V).

Reaktionszeit: 0,5-1,2 Sekunden für das Einfärben, 0,3-0,8 Sekunden für das Ausbleichen (Elektrolyt  $\text{LiClO}_4$ ).

Zyklusstabilität: 5000-10000 mal, Transmissionsdämpfung <5%-8%.

Farbausbeute: 50-70  $\text{cm}^2/\text{C}$ .

Anwenden:

Energiesparende Fenster für Gebäude: Verdunkelungsrate 70%-90%, Energieeinsparung 20%-30%, jährliche Nachfragewachstumsrate von 15%-20%, 2025 wird voraussichtlich 10 Mio. bis 20 Mio.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

m<sup>2</sup> betragen.

Blendschutzspiegel für die Automobilindustrie: Die Reaktionszeit beträgt <1 Sekunde und der jährliche Bedarf beträgt etwa 50-1 Million Stück.

Display: flexibles Display (Dicke <0,1 mm) mit einem Marktpotenzial von 10-20 Tonnen/Jahr.

#### 4.3.2 Nano-Wolframoxide

AMT bereitet WO<sub>3</sub>-Nanopartikel für den Einsatz in Gassensoren, Photokatalysatoren und elektrochemischen Geräten vor. Der Prozess ist:

Sprühpyrolyse: Die AMT-Lösung (WO<sub>3</sub> 20-40 g/L, pH 5,5±0,2) wurde durch eine Düse (0,5-1 mm) in einen Pyrolyseofen (600-750 °C, N<sub>2</sub> Durchflussrate 400-600 mL/min, Verweilzeit 2-5 Sekunden) gesprüht.

Sammlung: Zyklonabscheider (95%-98% Wirkungsgrad) oder elektrostatische Abscheidung (Spannung 10 kV) zur Gewinnung von WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln.

Nachbehandlung: Ultraschallreinigung (Ethanol, 40-60 kHz, 20-30 Minuten), Trocknung (80-100°C, 4-6 Stunden).

Doping (optional): Pt (0,5 %-1 Gew.-%) oder Pd (0,2 %-0,5 Gew.-%) zugeben und rösten (400 °C, 2 Stunden).

Leistungsdaten:

Partikelgröße: 10-60 nm (TEM, D50 ≈ 20-30 nm).

Spezifische Oberfläche: 30-50 m<sup>2</sup>/g (BET).

Gasempfindlichkeit: NO<sub>2</sub> (5-50 ppb, 300°C), Ansprechwert 50-80, Ansprech-/Wiederfindungszeit 8-12 Sekunden; H<sub>2</sub>S (1 ppm) mit einem Ansprechwert von 30-40.

Photokatalytische Effizienz: Abbau von Methylenblau (20-30 mg/L, UV 365 nm, 2-3 Stunden), Abscheiderate 90%-98%.

Elektrochemische Leistung: CV-Zyklus (0,1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), spezifische Kapazität 200-300 F/g.

Anwenden:

Gassensoren: Umweltüberwachung (NO<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>S), jährlicher Bedarf von ca. 100-200 Tonnen.

Photokatalyse: Abwasserbehandlung (CSB-Entfernungsrate >90%), Luftreinigung (VOCs), Marktpotenzial 50-150 Tonnen/Jahr.

Elektrochemische Geräte: Miniatur Sensoren, flexible Elektroden mit einem Potenzial von 20-50 Tonnen/Jahr.

#### 4.3.3 Energiespeicher-Materialien

Aus AMT gewonnenes WO<sub>3</sub> wird in Lithiumbatterien, Natriumbatterien und Superkondensator-Anoden verwendet. Der Prozess ist:

Reduktion: AMT wird in einem Rohrofen (500-600°C, H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> = 1:9, 2-4 Stunden) reduziert, um WO<sub>3</sub> zu erhalten.

Compoundierung: Mischen mit Ruß, Graphen oder MXen (1:1-1:3 w/w), Kugelmühle (300-500 U/min, 4-8 Stunden, Kugel-Material-Verhältnis 10:1).

Elektrodenvorbereitung: Slurry (WO<sub>3</sub>: leitfähiges Mittel: PVDF = 8:1:1, NMP Lösungsmittel) beschichtet mit Kupfer- oder Aluminiumfolie, getrocknet (80-100°C, 12-16 Stunden, Dicke 50-100 µm).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Bestückung: 2032 Knopfzelle (Elektrolyt 1 M LiPF<sub>6</sub> oder NaClO<sub>4</sub>).

Leistungsdaten:

Lithiumbatterie: Kapazität 600-750 mAh/g (0,1 °C, erster Zyklus), 400-500 mAh/g (1 °C), Lebensdauer 500-1000 Mal, Kapazitätserhaltungsrate 80%-90%.

Natriumbatterie: 300-400 mAh/g (0,1 C) Kapazität, 300 Zyklen, 75 %-85 % Retention.

Superkondensatoren: Spezifische Kapazität 250-350 F/g (1 A/g), 10.000 Zyklen, >90 % Retention.

Nennleistung: 5C, Kapazität 250-300 mAh/g; 10C, 150-200 mAh/g.

Anwenden:

Lithium-/Natriumbatterien: Elektrofahrzeuge (10%-15% Reichweitensteigerung), Energiespeichersysteme, jährliche Nachfragewachstumsrate von 20%-30%, Potenzial 200-500 Tonnen/Jahr.

Superkondensatoren: Schnelllade- und Entladegeräte (Ladezeit <1 Minute), Marktpotenzial 50-150 Tonnen/Jahr.

#### 4.3.4 Photokatalysatoren

WO<sub>3</sub> wird als Photokatalysator für den Abbau organischer Schadstoffe und die Wasserstoffproduktion verwendet. Der Prozess ist:

Hydrothermale Methode: AMT (WO<sub>3</sub> 10-25 g/L) gemischt mit Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder NaCl (0,05-0,2 mol/L), hydrothormaler Autoklav (50-100 mL, 180-220°C, 12-18 Stunden).

Zentrifugation: 8000-12000 U/min, 10-20 min, WO<sub>3</sub>.

Röstung: 400-450°C, Luft, 2-3 Stunden, verstärktes Polymorph (monokline Phase).

Dotierung (optional): Ti (1%-3 Gew.-%) oder N (0,5 %-1 Gew.-%) verbreitern die Photoempfindlichkeit.

Leistungsdaten:

Partikelgröße: 20-50 nm (TEM, D50 ≈ 30 nm).

Bandlücke: 2,5-2,8 eV (UV-Vis, Reaktion des sichtbaren Lichts 400-500 nm).

Photokatalytische Aktivität: Rhodamin B (10-20 mg/L, Sonnenlichtsimulation, 1-2 Stunden), Abbaurate 85%-95%; Wasserstoffproduktionsrate (10 % Methanolopfer, 300 W Xe-Lampe), 0,5-1 mmol/h·g.

Stabilität: 5 Zyklen mit einer Abnahme der Aktivität um <5%.

Anwenden:

Wasseraufbereitung: Industrieabwässer (Farbstoffe, Phenole, CSB-Entfernungsrate 90%-95%), jährlicher Bedarf von ca. 50-100 Tonnen.

Luftreinigung: VOCs (Toluol, Formaldehyd) mit einer Abscheiderate von 80%-90% und einem Potenzial von 20-70 Tonnen/Jahr.

Photolyse von Wasser zu Wasserstoff: saubere Energie, Laborphase, Potenzial 10-30 Tonnen/Jahr.

#### 4.3.5 Elektrodenmaterialien für Brennstoffzellen

AMT-abgeleitetes WO<sub>3</sub> kann als Elektrodenträger oder Co-Katalysator für eine Protonenaustauschmembran-Brennstoffzelle (PEMFC) verwendet werden. Der Prozess ist:

Reduktion: AMT (550-650°C, H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> = 1:9, 3-4 Stunden) ergibt WO<sub>3</sub>.

Composite: gemischt mit Pt/C (Pt 20%-40 Gew.-%) oder Pd/C (Pd 10%-20 Gew.-%) (WO<sub>3</sub>:P t/C =

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

1:2-1:4), Ultraschalldispersion (Ethanol, 40-60 kHz, 1-2 Stunden).

Elektrodenvorbereitung: Sprühen (0,2-0,5 mg/cm<sup>2</sup> Pt) oder Pinsel auf Kohlepapier (200 µm Dicke) und trocknen (80-100°C, 4-6 Stunden).

Montage: MEA (Membran-Elektroden-Baugruppe), Nafion-Membran (Dicke 50 µm), Heißpressen (130°C, 2 MPa).

Leistungsdaten:

Elektrokatalytische Aktivität: Sauerstoffreduktionsreaktion (ORR), Beginnpotential 0,95-1,0 V (vs. RHE), Halbwellenpotential 0,85-0,90 V, Tafelflanke 60-70 mV/dec.

Stabilität: 5000-10000 CV (0,6-1,2 V, 50 mV/s), Aktivitätsabfall <10%-15%).

Leistungsdichte: 0,8-1,2 W/cm<sup>2</sup> (60-80 °C, H<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>, Druck 0,1-0,3 MPa).

CO-Toleranz: 100 ppm CO, Aktivitätsabfall <5%.

Anwenden:

Brennstoffzellen: Fahrzeuge mit neuer Energie (Reichweite 500-600 km), tragbare Energiequellen mit einem jährlichen Nachfragepotenzial von 50-200 Tonnen.

Elektrolysiertes Wasser: Kathodenmaterial (HER), Marktpotenzial 20-50 Tonnen/Jahr.

#### 4.3.6 Thermoelektrische Materialien

AMT-abgeleitetes WO<sub>3</sub> kann dotiert werden, um thermoelektrische Materialien herzustellen, die sich ihre geringe Wärmeleitfähigkeit und ihren hohen Seebeck-Koeffizienten zunutze machen. Der Prozess ist:

Synthese: AMT (WO<sub>3</sub> 20 g/L) und Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> (Na:W = 1:10) wurden gemischt und hydrothermal behandelt (200°C, 24 Stunden).

Dotierung: Zugabe von Bi (1%-5 Gew.-%) oder Sb (0,5-2 Gew.-%), Kugelfräsung (400 U/min, 6 Stunden).

Sintern: Funkenplasmasintern (SPS, 600-700°C, 50 MPa, 10 Minuten) zur Gewinnung von Na<sub>x</sub>WO<sub>3</sub>.

Leistungsdaten:

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

Elektrische Leitfähigkeit: 50-100 S/cm.

Wärmeleitfähigkeit: 1,5-2,0 W/m·K.

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

Dichte: >98% (theoretische Dichte 7,16 g/cm<sup>3</sup>).

Anwenden:

Erzeugung von Abwärme: industrielle Abwärme (300-600°C), Rückgewinnungsgrad 5%-10%, jährliches Nachfragepotenzial 20-50 Tonnen.

Miniatur-Thermoelektrik: sensorgestützt, Marktpotenzial 10-30 Tonnen/Jahr.

#### 4.3.7 Elektromagnetische Abschirmmaterialien

Aus AMT gewonnenes WO<sub>3</sub> oder W kann verwendet werden, um elektromagnetische Abschirmmaterialien herzustellen, die Mikrowellen und hochfrequente elektromagnetische Wellen absorbieren. Der Prozess ist:

Reduzieren: AMT (600-700 °C, H<sub>2</sub>, 4 Stunden), um W-Pulver (Partikelgröße 0,5-2 µm) zu erhalten.

Compoundierung: Gemischt mit Polymer (PI oder PVDF, W: Polymer = 70:30-80:20 w/w),

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Heißpressung (200°C, 10 MPa).

Formgebung: Folie (0,1-1 mm dick) oder Beschichtung (Sprühen, 50-100 µm dick).

Leistungsdaten:

Wirksamkeit der Abschirmung: 30-50 dB (1-18 GHz).

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

Leitfähigkeit:  $10^2$ - $10^3$  S/m.

Temperaturbeständigkeit: 300°C, Leistungseinbußen von <5%.

Anwenden:

Elektronische Ausrüstung: 5G-Basisstation, Radarabschirmung, jährlicher Bedarf von ca. 50-100 Tonnen.

Luft- und Raumfahrt: EMI-beständige Beschichtungen mit einem Potenzial von 20-50 Tonnen/Jahr.

## 4.4 Biomedizinische Anwendungen

### 4.4.1 Photothermische Therapie

AMT-abgeleitete WO<sub>3</sub>-Nanopartikel werden aufgrund ihrer Nahinfrarot-Absorptionseigenschaften in der photothermischen Krebstherapie eingesetzt. Der Prozess ist:

Hydrothermale Methode: AMT (WO<sub>3</sub> 10-20 g/L) und Harnstoff (0,1-0,3 mol/L), 180-220°C, 12-18 Stunden.

Oberflächenmodifikation: PEG (MW 2000-5000, 1%-2 Gew.-%) oder HA (Hyaluronsäure, 0,5-1 Gew.-%), Rühren (300-400 U/min, 25°C, 4-6 Stunden).

Zentrifugation: 8000-12000 U/min, 10-20 min, WO<sub>3</sub> Nanopartikel.

Leistungsdaten:

Partikelgröße: 15-40 nm (TEM, D50 ≈ 25-30 nm).

Photothermischer Umwandlungswirkungsgrad: 38%-45% (808 nm, 1-2,5 W/cm<sup>2</sup>, Temperaturanstieg 30-50°C).

Biologische Sicherheit: HeLa, MCF-7-Zellen, 100-300 µg/ml, 24-48 Stunden Lebensfähigkeit >90%-95%.

In-vivo-Verteilung: Mausexperiment, Halbwertszeit 6-8 Stunden, Hepatospleen-Anreicherung <20%.

Anwenden:

Tumorbehandlung: photothermische Ablation (80%-90% Reduzierung des Tumolvolumens), Laborstadium, klinische Anwendung voraussichtlich im Jahr 2030, jährliches Potenzial 10-30 Tonnen.

Kombinationstherapie: 30%-50% synergistische Wirkung in Kombination mit Chemotherapeutika (z.B. DOX).

### 4.4.2 Antimikrobielle Materialien

WO<sub>3</sub>-Nanopartikel haben photokatalytische antimikrobielle Eigenschaften. Der Vorgang ist derselbe wie oben, und der Zusatz lautet:

Dotierung: Ag (1%-3 Gew.-%) oder Cu (0,5-2 Gew.-%) verbessern die antibakteriellen Eigenschaften.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Beschichtung: Sprühen oder Tauchen auf Substrat (Glas, Metall) mit einer Dicke von 50-100 nm.

Leistungsdaten:

Antimikrobielle Rate: Escherichia coli, Staphylococcus aureus, 99,9%-100% (UV 365 nm, 1-2 Stunden, Konzentration 50-100 µg/mL; Ag-Doping im Dunkeln, antimikrobieller Anteil 80%-90%).

Mechanismus: ROS ( $\cdot$  OH,  $O_2^-$ ) schädigen Zellmembranen und DNA.

Haltbarkeit: 10 Zyklen, antimikrobieller Anteil >95%.

Anwenden:

Medizinprodukte: Katheter, Implantatbeschichtungen (50%-70% Reduzierung der Infektionsrate), jährlicher Bedarf von ca. 10-20 Tonnen.

Antimikrobielle Textilien: OP-Mäntel, Masken, Marktpotenzial 5-15 Tonnen/Jahr.

Versorgungsunternehmen: Türgriffe, Beschichtungen von Aufzugsknöpfen, potenziell 10-20 Tonnen/Jahr.

#### 4.4.3 Fahrzeuge zur Verabreichung von Medikamenten

WO<sub>3</sub>-Nanopartikel können aufgrund ihrer porösen Struktur als Drug Delivery Carrier verwendet werden. Der Prozess ist:

Synthese: AMT (WO<sub>3</sub> 20-30 g/L) und CTAB (0,05-0,1 mol/L), hydrothermal (180-200°C, 12-16 Stunden).

Beladung: Doxorubicin (DOX, 10-20 mg/ml) oder Cisplatin (5-10 mg/ml), Imprägnierung (25-37°C, 24-36 Stunden, 20%-30% Beladung).

Beschichtung: Polydopamin (PDA, 1-2 mg/ml) oder SiO<sub>2</sub> (TEOS, 0,5 mL), verbessern die Stabilität.

Leistungsdaten:

Porengröße: 5-15 nm (BET, Porenvolumen 0,2-0,3 cm<sup>3</sup>/g).

Freisetzungsrate: pH 5,0 (Tumormikroumgebung), 75%-85% Freisetzung in 48 Stunden; pH 7,4 (Blut), Freisetzung <15%-20% in 24 Stunden.

Zytotoxizität: MCF-7, A549-Zellen, IC50 ≈ 3-6 µg/ml (mit DOX), Zielgenauigkeit um 20%-30% erhöht.

Stabilität: 4°C, 3 Monate, Arzneimittelleckage <5%.

Anwenden:

Krebstherapie: gezielte Verabreichung (Tumoranreicherungsrate 10%-15%), Laborstadium, potentiell 5-15 Tonnen/Jahr.

Chronische Krankheit: Retardinsulin mit einem Potenzial von 2-5 Tonnen/Jahr.

#### 4.4.4 Bioimaging-Sonden

WO<sub>3</sub>-Nanopartikel, die mit Seltenerdelementen (z. B. Eu<sup>3+</sup>, Tb<sup>3+</sup>) als Fluoreszenzsonden dotiert sind.

Der Prozess ist:

Synthese: AMT (WO<sub>3</sub> 15-25 g/L) mit Eu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (5%-10 mol%) oder Tb(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (3%-8 mol%), hydrothermal (200-220°C, 16-20 Stunden).

Modifikation: Silanisierung (APTES, 1%-2 Gew.-%) oder PEG (MW 2000, 0,5-1 Gew.-%) zur Verbesserung der Wasserlöslichkeit.

Zentrifugation: 10.000-15.000 U/min, 15-20 min.

Leistungsdaten:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Partikelgröße: 30-60 nm (TEM, D50  $\approx$  40 nm).

Fluoreszenz: Eu<sup>3+</sup> (Anregung 394 nm, Emission 615 nm, rot), Quantenausbeute 15%-25%; Tb<sup>3+</sup> (Anregung 378 nm, Emission 545 nm, grün) mit 20%-30% Ausbeute.

Biologische Sicherheit: Die Lebensfähigkeit der L929-Zellen >95%-98% bei Konzentrationen von 50-100  $\mu$ g/ml ohne signifikante Toxizität.

Bildtiefe: 5-10 mm Gewebepenetration (Nahinfrarot-Anregung).

Anwenden:

Zellbildung: Markierung von Krebszellen (50%-80% Erhöhung der Fluoreszenzintensität), Laborstadium, potentiell 2-10 Tonnen/Jahr.

In vivo Bildung: Kleinterversuche (Auflösung 0,1-0,5 mm) mit Potenzial 1-5 Tonnen/Jahr.

#### 4.4.5 Materialien für die Knochenreparatur

WO<sub>3</sub>-Nanopartikel können mit Biokeramiken compoundingiert werden, um die Knochenregeneration zu fördern. Der Prozess ist:

Synthetisch: AMT (WO<sub>3</sub> 20 g/L) mit Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (Ca:W = 1:1), hydrothermal (180°C, 12 h).

Verbindung: Gemischt mit Hydroxylapatit (HA, 50%-70 Gew.), Kugelmühle (300 U/min, 4 Stunden).

Umformen: Pressen (150 MPa), Sintern (1000-1100°C, 2 Stunden) zur Herstellung von WO<sub>3</sub>/HA-Kompositen.

Leistungsdaten:

Porosität: 30%-40% (REM, Porengröße 100-500  $\mu$ m).

Druckfestigkeit: 50-80 MPa.

Biologische Aktivität: MC3T3-E1-Osteoblasten, 7-Tage-Proliferationsrate um 30%-50% erhöht, ALP-Aktivität um 40% erhöht.

Degradationsrate: <5 % Massenverlust nach 28 Tagen in PBS.

Anwenden:

Reparatur von Knochendefekten: Implantate (Knochenfüllungsrate 60%-80%), Laborphase, Potenzial 5-15 Tonnen/Jahr.

Dentalmaterialien: Beschichtung von Zahnimplantaten mit einem Potenzial von 2-5 Tonnen/Jahr.

#### 4.4.6 Antioxidationsmittel

WO<sub>3</sub> Nanopartikel fangen aufgrund ihrer antioxidativen Eigenschaften freie Radikale ab. Der Prozess ist:

Synthese: AMT (WO<sub>3</sub> 15 g/L) und H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (0,1 mol/L), hydrothermal (160°C, 10 Stunden).

Modifikation: Chitosan (0,5 %-1 Gew.-%) für verbesserte Dispersion.

Zentrifugation: 10.000 U/min, 15 min.

Leistungsdaten:

Partikelgröße: 20-40 nm (TEM).

Antioxidative Kapazität: DPPH Radikalfänger 70%-85% bei einer Konzentration von 100  $\mu$ g/ml, Superoxid-Anionen (O<sub>2</sub><sup>-</sup>) Radikalfänger 60%-75%.

Biosicherheit: Konzentrationen von 50-200  $\mu$ g/ml, Zellviabilität >95%, keine Entzündungsreaktion.

Anwenden:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nutrazeutika: Anti-Aging-Additive, Laborstadium, Potenzial 2-10 Tonnen/Jahr.

Kosmetik: Antioxidative Hautpflege (30%-50% Steigerung des Schutzes vor freien Radikalen) mit einem Potenzial von 5-15 Tonnen/Jahr.

## 4.5 Markt und Aussichten

### 4.5.1 Globaler Marktüberblick

AMT produziert etwa 8.000-12.000 Tonnen pro Jahr (China macht 70-75% aus) und wird hauptsächlich nach Japan und Südkorea (elektronische Materialien, 30%-35%), Europa und die Vereinigten Staaten (Katalysatoren, Wolfram, 45%-50%) und andere Regionen (10%-15%) exportiert. Die Marktgröße wird im Jahr 2023 etwa 2 bis 3 Milliarden Yuan betragen, mit einer jährlichen Wachstumsrate von 5 % bis 10 %. Marktsegmente:

Traditionelle Wolframprodukte: 55%-65% (5000-7000 Tonnen), jährliches Wachstum von 3%-5%.

Katalysatoren: 20%-25% (2000-3000 Tonnen), 5%-8% Steigerung.

Aufstrebende Materialien: 10%-15% (1000-1500 Tonnen), 15%-25% Steigerung.

Biomedizin: <5% (50-200 Tonnen), Wachstumspotenzial 20%-30%.

### 4.5.2 Herausforderungen und Entwicklungsrichtungen

Herausforderung:

Reinheitsanforderungen: Der Gehalt an Verunreinigungen (Fe, Mo) < 0,0005 % und der Reinigungsprozess muss verbessert werden.

Umweltbelastung: Ammoniakstickstoffemission <10 mg/L, Kosten für die Behandlung von Flüssigabfällen um 10 % bis 20 % gestiegen.

Kostenwettbewerb: 2-35.000 RMB pro Tonne, reduziert um 5 % bis 15 %.

Technische Barrieren: Konsistenz der nanoskaligen Anwendung (Abweichung der Partikelgröße <10%).

Richtung:

Grüner Prozess: Mikrowellensynthese (20%-30% Reduzierung des Energieverbrauchs), Recycling von flüssigen Abfällen (Ammoniakrückgewinnungsrate >95%).

Intelligent: Automatisierte Produktionslinie (10%-15% mehr Konsistenz), KI-optimierte Prozessparameter.

Neue Anwendungen: Nanotechnologie (Sensoren, Batterien, 20% jährliches Wachstum), Biomedizin (Photothermie, Bildgebung, Potenzial 100-500 Tonnen/Jahr).

Internationale Zusammenarbeit: Vertiefung des technischen Austauschs mit Japan und Südkorea (Elektronik), Europa und den Vereinigten Staaten (Rüstungsindustrie) und Erhöhung des Exportanteils auf 50 %.

### Betriebsmittel

Li Zhang, "Anwendung von Ammoniummetawolframat in Katalysatoren", Chemical Industry Progress, Bd. 38, Nr. 6, 2019, S. 1450-1456. (Chinesisch, Catalyst Anwendung)

G. A. Tsigdinos, *Heteropolverbindungen von Molybdän und Wolfram*, Themen der aktuellen Chemie, Bd. 76, Springer, 1978, S. 1-64. (Englisch, Molybdänpulver)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Japan 钨工业协会, 《Anwendungen von Wolframverbindungen》, 东京, 2017. (日文,电致变色应用)
- X. Liu et al., "WO<sub>3</sub> Nanomaterialien aus AMT für biomedizinische Anwendungen", *Journal of Materials Chemistry B*, 2021, Bd. 9, S. 2345-2353. (英文, 生物医学应用)
- Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, "Tungsten Compounds", Wiley-VCH, 2005. (英文,工业应用综述)
- Y. Wang et al., "WO<sub>3</sub> Photocatalysts Derived from AMT for Environmental Remediation", *Applied Catalysis B: Environmental*, 2020, Vol. 275, 119102. (英文,光催化应用)
- H. Zhang et al., "AMT-Derived WO<sub>3</sub> for Fuel Cell Electrodes", *Electrochimica Acta*, 2022, Vol. 405, 139825. (英文, 燃料电池应用)
- L. Chen et al., "Wolframbasierte thermoelektrische Materialien aus AMT", *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, Vol. 885, 160987. (英文,热电材料)
- J. Li et al., "WO<sub>3</sub> Composites for Electromagnetic Shielding", *Materials Science and Engineering: B*, 2023, Vol. 290, 116321. (英文,电磁屏蔽)

## CTIA GROUP LTD

### Ammoniummetawolframat Produkteinführung

#### 1. Produktübersicht

Ammoniummetawolframat (AMT) mit der chemischen Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , ist eine hochlösliche Wolframverbindung mit einem weißen oder gelblichen kristallinen Pulver. AMT ist ein wichtiger Zwischenrohstoff für die Herstellung von Wolframprodukten und anderen Wolframverbindungen und wird aufgrund seiner hervorragenden Wasserlöslichkeit (Löslichkeit bis zu 303,9 g/100 g H<sub>2</sub>O bei 20 °C) und seiner thermischen Stabilität in vielen industriellen Bereichen eingesetzt.

#### Zweitens, Produkteigenschaften

Aussehen: Weißes oder gelbliches kristallines Pulver

Reinheit:  $\geq 99,95\%$

Löslichkeit: Hohe Wasserlöslichkeit, unlöslich in Ethanol

Dichte: ca. 2,3 g/cm<sup>3</sup>

Thermische Stabilität: zersetzt sich oberhalb von 300 °C in Wolframtrioxid (WO<sub>3</sub>)

Sicherheit: Es ist leicht sauer und reizend, daher müssen Sie bei der Verwendung auf den Schutz achten

#### 3. Produktspezifikationen

WO <sub>3</sub> 含量 ( $\geq\%$ min) 91,0										
Gehalt an Verunreinigungen (max., %)										
Element	Zum	Wie	Bi	Ca	Mit	Fe	Mg	K	Mn	Moment
Maximum	0.0010	0.0010	0.0001	0.0010	0.0005	0.0020	0.0005	0.0010	0.0010	0.0030
Element	Auf	Noch	P	Pb	S	Sb	Ja	Sn	Ti	V
Maximum	0.0020	0.0005	0.0007	0.0010	0.0030	0.0005	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010

#### 4. Verpackung und Gewährleistung

Verpackung: Innere versiegelte Vakuum-Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder Kunststofftrommel, Nettogewicht 50 kg, feuchtigkeitsbeständig und oxidationsbeständig.

Garantie: Mit Qualitätszertifikat, Wolframgehalt, Verunreinigungsanalyse (ICP-MS), Partikelgröße (FSSS-Methode), Schüttdichte- und Feuchtigkeitsdaten, Haltbarkeit von 12 Monaten (versiegelte und trockene Bedingungen).

#### 5. Informationen zur Auftragsvergabe

Postfach: [sales@chinatungsten.com](mailto:sales@chinatungsten.com) Telefon: +86 592 5129696

Weitere Informationen zu Ammoniummetawolframat finden Sie unter China Tungsten Online ([www.ammonium-metatungstate.com](http://www.ammonium-metatungstate.com)).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT





## Kapitel 5 Zukünftige Entwicklungen und Herausforderungen

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ist ein wichtiges Zwischenprodukt der chemischen Wolframindustrie und hat ein großes Potenzial in traditionellen Industrien, aufstrebenden Funktionsmaterialien und biomedizinischen Bereichen gezeigt. Mit der weltweit wachsenden Nachfrage nach Hochleistungsmaterialien, strengeren Umweltvorschriften und beschleunigten technologischen Innovationen steht die Entwicklung von AMT jedoch vor vielen Chancen und Herausforderungen. In diesem Kapitel wird die zukünftige Entwicklungsrichtung von AMT unter vier Aspekten diskutiert: technologische Innovation, Markttrends, Umweltschutz und nachhaltige Entwicklung sowie Engpässe bei der Industrialisierung und es werden Bewältigungsstrategien vorgeschlagen, die Forschern und der Industrie als Orientierungshilfe dienen sollen.

### 5.1 Technologische Innovation

#### 5.1.1 Grüne Synthesetechnologie

Die traditionellen Zubereitungsmethoden der AMT (wie die Säuerungsmethode und die Ionenaustauschmethode) haben Probleme wie einen hohen Energieverbrauch und einen großen Abfallausstoß, und die grüne Synthesetechnologie ist in den Mittelpunkt der Zukunft gerückt.

Mikrowellengestützte Synthese: Mikrowellenheizung (2450 MHz, Leistung 800-1000 W) reduziert die Reaktionszeit von 1-2 Stunden auf 10-15 Minuten und reduziert den Energieverbrauch um 20%-30%. Experimentelle Daten: Ausbeute 88%-93%,  $\text{WO}_3$ -Gehalt 90%-91%, Partikelgröße 1-5  $\mu\text{m}$ .

Ultraschallgestützte Extraktion: Ultraschall (40 kHz, 200 W) verbessert die Effizienz der Lösungsmittelextraktion (TBP/Kerosin) mit einer Verkürzung der Extraktionszeit um 50 % (20-30

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Minuten), einer Ausbeutesteigerung von 92 % bis 96 % und einer Reduzierung des Abfalls um 15 % bis 20 %.

Biotechnologie: Extraktion von Wolframat aus Wolframerz unter Verwendung von Mikroorganismen (z.B. Acidophilus) und Umwandlung in AMT mit 70%-80% Ausbeute und 40% geringerem Energieverbrauch in der Laborphase, aber mit einem langen Reaktionszyklus (5-7 Tage).  
Entwicklungstrends:

Entwicklung kostengünstiger, hocheffizienter Mikrowellen-/Ultraschallgeräte (Investition von 30-500.000 Yuan/Set), um eine industrielle Verstärkung zu erreichen (Jahresproduktion von 1000-2000 Tonnen).

Kombinieren Sie KI, um Reaktionsparameter (z. B. Temperatur, pH-Wert) zu optimieren und die Konsistenz zu verbessern (Ausbeuteschwankungen von <2 %).

### 5.1.2 Nanoisierung und Funktionalisierung

Die Nachfrage nach AMT-abgeleiteten  $WO_3$ - oder W-Nanomaterialien in den Bereichen Sensoren, Batterien und Biomedizin steigt und treibt die Entwicklung von Nano- und Funktionalisierungstechnologien voran.

Nanoisierung: Hydrothermales Verfahren (180-220°C, 12-18 Stunden) kombiniert mit Ultraschalldispersion (60 kHz, 30 min) zur Herstellung von  $WO_3$ -Nanopartikeln (Partikelgröße 10-30 nm,  $D_{50} \approx 20$  nm) mit einer spezifischen Oberfläche von 40-60  $m^2/g$ .

Funktionalisierung: Oberflächenmodifikationen (z. B. PEG,  $SiO_2$ ) verbessern die Wasserlöslichkeit von  $WO_3$  (50 %-80 % Löslichkeit) und dotiertes Pt (0,5 %-2 Gew.-%) oder  $Eu^{3+}$  (5 %-10 mol%), um die katalytische oder Fluoreszenzleistung zu verbessern.

Beispiele: Pt-dotierte  $WO_3$ -Nanopartikel wurden in  $NO_2$ -Sensoren verwendet (Empfindlichkeit 10 ppb, Ansprechzeit <5 Sekunden), und  $Eu^{3+}$ -dotierte  $WO_3$  wurden für die Biobildgebung verwendet (60% Erhöhung der Fluoreszenzintensität).

Entwicklungstrends:

Entwicklung von kontinuierlichen Nanofabrikationsanlagen (z. B. mikrofluidischer Reaktor mit >95 % Ausbeute), um den jährlichen Bedarf von 100-500 Tonnen zu decken.

Die Funktionalisierungstechnologie bewegt sich in Richtung multifunktionaler Verbundwerkstoffe (z. B.  $WO_3$ /Graphen, 20%-30% Kapazität).

### 5.1.3 Intelligente Produktion

Intelligente Fertigungstechnologien wie Industrie 4.0 werden die Produktivität und Qualitätskontrolle von AMT optimieren.

Online-Überwachung: Echtzeitüberwachung von pH, Temperatur und Konzentration (Genauigkeit  $\pm 0,05$ ), SPS-System passt automatisch die Zugabe von Säure und Lauge an (Fehler <0,1), wodurch der manuelle Betrieb um 30%-50% reduziert wird.

Big-Data-Analysen: Reaktionsdaten ( $10^4$ - $10^5$  Datenpunkte/Charge) werden gesammelt und die KI prognostiziert die optimalen Parameter (z. B. pH  $5,5 \pm 0,1$ , Ertragssteigerung um 5%-8%).

Fallbeispiel: Ein Wolframunternehmen in China führte eine intelligente Produktionslinie (mit einer Investition von 5 Millionen Yuan) mit einer Jahresproduktion von 2.000 Tonnen AMT ein, die den Ausstoß von Abfallflüssigkeiten um 25 % und die Arbeitskosten um 40 % reduzierte.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Entwicklungstrends:

Fördern Sie intelligente Geräte (Kosten 1 bis 3 Millionen Yuan / Set), realisieren Sie die Automatisierung des gesamten Prozesses und steigern Sie die jährliche Produktionseffizienz um 15 % bis 20 %.

Entwicklung einer digitalen Zwillingstechnologie, um den Produktionsprozess zu simulieren und die Kosten für Versuch und Irrtum um 20 % bis 30 % zu senken.

## 5.2 Marktnachfrage und Trends

### 5.2.1 Aufwertung traditioneller Bereiche

Die Nachfrage nach AMT in traditionellen Bereichen wie Wolframkarbid und Wolfram ist stabil, aber die Nachfrage nach hochreinen Produkten mit kleiner Partikelgröße steigt.

Hochreines Wolframpulver: Die Reinheitsanforderung wird von 99,9 % auf 99,99 % erhöht, und die Verunreinigungen (Fe, Mo) < 0,0005 % für Halbleitertargets (Gleichmäßigkeit der Schichtdicke  $\pm 3$  %).

Feinkörniges Wolframpulver: Partikelgröße von 1-5  $\mu\text{m}$  bis 0,1-1  $\mu\text{m}$  ( $D_{50} \approx 0,5 \mu\text{m}$ ) für den 3D-Druck (Teilegenauigkeit  $\pm 0,05 \text{ mm}$ ), mit einer jährlichen Nachfragesteigerung von 10%-15%.

Marktdaten: Die weltweite Nachfrage nach Wolframpulver wird im Jahr 2023 etwa 50.000 Tonnen betragen, wobei 60%-70% (3000-3500 Tonnen) auf AMT entfallen, und es wird erwartet, dass sie im Jahr 2030 60.000 Tonnen erreichen wird.

Entwicklungstrends:

Entwicklung einer ultrafeinen Wolframpulver-Aufbereitungstechnologie (z. B. Plasmareduktion, Partikelgröße < 0,5  $\mu\text{m}$ ), um den Anforderungen der High-End-Fertigung gerecht zu werden.

Der Anteil der AMT-Exporte ist von 40 % auf 50 % bis 60 % gestiegen, und die Zielmärkte sind Japan und Südkorea (Elektronik), Europa und die Vereinigten Staaten (Rüstungsindustrie).

### 5.2.2 Wachstum in Schwellenländern

Aufstrebende Bereiche (z. B. Batterien, Sensoren, Biomedizin) verzeichnen einen rasanten Anstieg der Nachfrage nach AMT.

Energiespeicherung: Es wird erwartet, dass die Nachfrage nach Lithium-/Natriumbatterie-Anoden  $\text{WO}_3$  von 50 Tonnen/Jahr (2023) auf 500-1000 Tonnen/Jahr (2030) steigen wird, mit einer jährlichen Wachstumsrate von 20 % bis 30 %.

Sensoren:  $\text{WO}_3$ -Nanopartikel für die  $\text{NO}_2$ -,  $\text{H}_2\text{S}$ -Detektion, der jährliche Bedarf stieg von 100 Tonnen auf 300-500 Tonnen, eine Wachstumsrate von 15%-20%.

Biomedizin: Photothermische Therapie, Arzneimittelverabreichung Die Nachfrage nach  $\text{WO}_3$  stieg von <10 Tonnen (Labor) auf 50-200 Tonnen (klinische Phase), mit einem Wachstumspotenzial von 25 % bis 35 %.

Fallbeispiel: Ein chinesisches Unternehmen exportierte im Jahr 2023 50 Tonnen  $\text{WO}_3$ -Nanopartikel in die Vereinigten Staaten für die Batterieforschung und -entwicklung mit einem Auftragswert von 20 Millionen Yuan.

Entwicklungstrends:

Maßgeschneiderte AMT-Produkte für aufstrebende Bereiche (z. B. Nanoskala, hohe Aktivität)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

erhöhten den Marktanteil von 10 % auf 20 % bis 25 %.

Intensivierung der Zusammenarbeit mit neuen Energie- und Medizinunternehmen und Sicherung langfristiger Aufträge (jährliche Lieferung von 500-1000 Tonnen).

### 5.2.3 Regionale Marktunterschiede

Die Marktnachfrage nach AMT variiert aufgrund der regionalen wirtschaftlichen Entwicklung und des technologischen Niveaus erheblich.

China: 70 % bis 75 % (6.000 bis 8.000 Tonnen) der weltweiten Produktion, hauptsächlich für Wolfram (60 %), Katalysatoren (25 %) und Schwellenländer mit einer Wachstumsrate von 5 % bis 8 % für <15 %.

Japan und Südkorea: Nachfrage 1000-1500 Tonnen, elektronische Materialien (50%), Sensoren (30%), Wachstumsrate von 10%-15%.

Europa und die Vereinigten Staaten: Nachfrage 1500-2000 Tonnen, Militärindustrie (40%), Katalysator (35%), Wachstumsrate von 5%-10%.

Entwicklungsländer: Nachfrage < 500 Tonnen, Infrastrukturbau treibt Wolframnachfrage an, mit einem Wachstumspotenzial von 15 % bis 20 %.

Entwicklungstrends:

Chinas Übergang zu Produkten mit hoher Wertschöpfung (von 5 % auf 20 % Nanomaterialien).

Japan, Südkorea, Europa und die Vereinigten Staaten haben ihre technische Zusammenarbeit vertieft, um maßgeschneiderte AMT (z. B. dotierte Typen) zu entwickeln.

## 5.3 Umweltschutz und nachhaltige Entwicklung

### 5.3.1 Behandlung von flüssigen Abfällen

Bei der AMT-Produktion fallen flüssige Ammoniak-Stickstoff-Abfälle (5-15 g/l) und saure Abwässer (pH 2-4) an, die den Umweltdruck verschärfen.

Status: Die Kosten für die traditionelle Neutralisationsmethode ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) betragen 500-800 Yuan/Tonne Abfallflüssigkeit, und die Rückgewinnungsrate ( $\text{CaWO}_4$ ) beträgt 50%-60%.

Verbesserte Technologie:

Rückgewinnung von Ammoniakdestillation: Ammoniakdestillationsturm (Dampfdruck 0,4-0,6 MPa), Ammoniakrückgewinnungsrate beträgt 90 % bis 95 %, Konzentration beträgt 10 % bis 15 % und die Kosten werden auf 300-500 Yuan/Tonne reduziert.

Membrantrennung: Nanofiltrationsmembran (Molekulargewichtsgrenze 200-400 Da), 5-10-fache Konzentration der Abfallflüssigkeit, Rückgewinnung von  $\text{WO}_3$  80%-90%, Investition von 50-1 Million Yuan/Set.

Fallbeispiel: Im Jahr 2022 wird eine Fabrik in der Provinz Jiangxi Ammoniakdestillation + Membrantrennung mit einer jährlichen Verarbeitungskapazität von 5.000 Tonnen Abfallflüssigkeit, 200 Tonnen Ammoniakrückgewinnung und 50 Tonnen  $\text{WO}_3$ -Rückgewinnung einsetzen, wodurch 30 % der Kosten eingespart werden.

Entwicklungstrends:

Förderung der emissionsfreien Technologie und Reduzierung der Ammoniak-Stickstoffemissionen auf <5 mg/l (besser als die chinesische Norm GB 8978-1996).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Recyclingquote von flüssigen Abfällen ist von 50 % auf 80 % bis 90 % gestiegen.

### 5.3.2 Energieverbrauch und CO<sub>2</sub>-Emissionen

Die AMT-Produktion hat einen hohen Energieverbrauch (Rösten, Kristallisieren usw.), und die Kohlenstoffemissionen müssen die globalen Emissionsreduktionsziele erfüllen.

Status: Energieverbrauch von 2000-3000 kWh pro Tonne AMT, CO<sub>2</sub>-Emissionen von 1,5-2,0 Tonnen (hauptsächlich Kohleverstromung).

Verbesserte Technologie:

Erneuerbare Energien: Solarenergie (Photovoltaik 100-200 kW) oder Windkraft, mit 20 % bis 30 % geringerem Energieverbrauch und 30 % bis 40 % weniger Kohlendioxidemissionen.

Abwärmerückgewinnung: Das Abgas des Rösters (300-500 °C) treibt die Dampfturbine an, um 15 % bis 20 % der Wärme zurückzugewinnen, wodurch 50 bis 1 Million kWh Strom pro Jahr eingespart werden.

Fallstudie: Ein Unternehmen wird im Jahr 2023 eine Abwärmerückgewinnung mit einer Jahresleistung von 1.000 Tonnen AMT einführen, wodurch der Energieverbrauch um 15 % und die CO<sub>2</sub>-Emissionen um 300 Tonnen gesenkt werden.

Entwicklungstrends:

Die Kohlenstoffemissionen werden im Einklang mit dem Ziel der Klimaneutralität bis 2030 auf 1,0-1,2 Tonnen/Tonne AMT reduziert.

Der Energieverbrauch wird auf 1500-2000 kWh/Tonne optimiert und der Anteil an sauberer Energie auf 50% erhöht.

### 5.3.3 Recycling von Ressourcen

Die Wolframressourcen sind begrenzt (etwa 3,4 Millionen Tonnen der weltweiten Reserven, davon 60 % in China), und Recycling ist der Schlüssel zu einer nachhaltigen Entwicklung.

Status: 30%-50% Wolframrückgewinnung (Hartmetallschrott, Katalysator), 5%-10% Wolframverlust in der AMT-Produktion.

Verbesserte Technologie:

Rückgewinnung von Wolframsäureabfällen: WO<sub>3</sub> (1-5 g/L) in der Abfallflüssigkeit wird mit einer Rückgewinnungsrate von 85 % bis 95 % durch Ionenaustausch (D001-Harz) geleitet.

Recycling von Altlegierungen: Wolframpulver (>99% Reinheit) wird durch Elektrolyse (Stromdichte 100-200 A/m<sup>2</sup>) mit einer jährlichen Verarbeitungskapazität von 500-1000 Tonnen zurückgewonnen.

Beispiel: Ein deutsches Unternehmen recycelt 300 Tonnen Wolframschrott und bereitet im Jahr 2022 200 Tonnen AMT vor, wodurch die Kosten um 20 % gesenkt werden.

Entwicklungstrends:

Die Wolfram-Recyclingquote stieg von 50 % auf 70 % bis 80 %.

Aufbau eines globalen Netzwerks zur Rückgewinnung von Wolframressourcen, um den Roherzabbau um 10 % bis 15 % zu reduzieren.

## 5.4 Engpässe und Lösungen bei der Industrialisierung

### 5.4.1 Kostenkontrolle

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Produktionskosten von AMT (2-35.000 Yuan/Tonne) sind im Wettbewerb in aufstrebenden Bereichen hoch.

Engpass: Rohmaterial (Wolframkonzentrat 10-150.000 Yuan/Tonne), Energie (500-800 Yuan/Tonne), Arbeit (300-500 Yuan/Tonne) machten einen hohen Anteil aus.

Lösung:

Rohstoffsubstitution: Verwendung von minderwertigem Wolframerz ( $WO_3$  20 %-30 %), Flotationsreinigung auf 95 %, Kostensenkung um 10 % bis 15 %.

Automatisierung: Reduzieren Sie den Arbeitsaufwand um 40 % bis 50 % und sparen Sie Kosten von 200 bis 300 Yuan pro Tonne.

Skalierung: Steigerung der Jahresproduktion von 1.000 Tonnen auf 5.000 Tonnen und Senkung der Stückkosten um 15 % bis 20 %.

#### 5.4.2 Konsistenz der Qualität

Neue Anwendungen erfordern eine strikte AMT-Reinheit und Konsistenz der Partikelgröße.

Engpässe: 1 %-2 % Schwankungen des  $WO_3$ -Gehalts und 10 %-20 % Abweichung der Partikelgröße zwischen den Chargen.

Lösung:

Präzise Kontrolle: Online-Überwachung (pH  $\pm 0,05$ , Temperatur  $\pm 1$  °C), Konsistenz wird auf mehr als 99 % verbessert.

Standardisierung: Entwicklung von AMT-Qualitätsstandards (z.B.  $WO_3$  >90%, Fe <0,0005%) in Übereinstimmung mit ISO.

#### 5.4.3 Technische Hemmnisse und Wettbewerb

Die technischen Barrieren in aufstrebenden Bereichen sind hoch, und der internationale Wettbewerb verschärft sich.

Engpässe: Europäische und amerikanische Unternehmen sind führend bei der Patentgestaltung in den Bereichen Nanomaterialien und Biomedizin, während chinesische Unternehmen nicht über ausreichende technische Reserven verfügen.

Lösung:

F&E-Investitionen: Der Anteil der F&E-Investitionen der Unternehmen ist von 3 % bis 5 % auf 8 % bis 10 % gestiegen, mit einer jährlichen Investition von 50 Millionen bis 80 Millionen Yuan.

Zusammenarbeit zwischen Industrie, Universität und Forschung: gemeinsame Entwicklung von Nano- $WO_3$  mit Universitäten (z.B. Tsinghua University) (10-20 Patentanmeldungen/Jahr).

Patentlayout: Der Fokus liegt auf dem Schutz von grüner Technologie und funktionaler Technologie, und die Zahl der Patente ist von 50 auf 200 gestiegen.

#### 5.4.4 Richtlinien und Vorschriften

Umweltschutz- und Handelspolitik beeinflussen die Industrialisierung von AMT.

Engpässe: Chinas Umweltschutzsteuer (1000-2000 Yuan/Tonne), europäische und amerikanische Antidumpingzölle (10%-20%).

Lösung:

Konforme Produktion: Die Entsorgung von flüssigen Abfällen entspricht der Norm

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(Ammoniumstickstoff <10 mg/L) und strebt einen Steuerabzug von 20 % bis 30 % an.

Diversifizierte Märkte: Erweitern Sie den Markt in Südostasien und Afrika und erhöhen Sie den Anteil der Exporte von 5 % auf 15 % bis 20 %.

### Betriebsmittel

Li Qiang, "Forschung zur grünen Vorbereitungstechnologie von Ammoniummetawolframat", China Tungsten Industry, Bd. 32, Nr. 4, 2020, S. 35-41. (Chinesisch, grün-synthetisch)

X. Zhang et al., "Fortschritte bei nanostrukturierten Wolframoxiden aus AMT", *Chemical Reviews*, 2022, Bd. 122, S. 5678-5712. (英文, 纳米化)

Verband der japanischen chemischen Industrie, Umwelttechnologien für Wolframverbindungen, 东京, 2019. (日文, 环保技术)

*Globaler Wolfram-Marktbericht 2023*, Internationaler Wolfram-Industrieverband (ITIA), 2023. (英文, 市场需求)

Wang Li, "Status und Aussichten des Recyclings von Wolframressourcen", *Nichteisenmetalle*, Bd. 73, Nr. 2, 2021, S. 55-60. (Chinesisch, Ressourcenzirkulation)

M. Smith et al., "Intelligente Fertigung in der Wolframverarbeitung", *Journal of Industrial Engineering*, 2021, Bd. 15, S. 234-245. (英文, 智能化生产)



## Kapitel 6 Industrielle Produktion und technologische Herausforderungen

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ist ein wichtiges Zwischenprodukt der chemischen Wolframindustrie, das in traditionellen Wolframprodukten, aufstrebenden Funktionsmaterialien und biomedizinischen Bereichen weit verbreitet ist. Der Umfang der industriellen Produktion ist jedoch mit technischen Engpässen konfrontiert, wie z. B. der Reinheitskontrolle und der Prozesseffizienz, und das Unternehmen muss umweltfreundliche Prozesse, intelligente Technologien sowie Sicherheits- und Umweltschutzmaßnahmen verbessern. Dieses Kapitel diskutiert systematisch die Herausforderungen und Verbesserungsrichtungen der Großproduktion von AMT aus der Perspektive der Technologie und des Prozesses und bietet technische Referenzen für eine effiziente und nachhaltige Produktion.

### 6.1 Engpässe in der Großserienproduktion

#### 6.1.1 Kontrolle der Reinheit

Die Reinheit von Ammoniummetawolframat (AMT) wirkt sich direkt auf die Qualität der nachgelagerten Produkte aus, aber es ist schwierig, die Konsistenz in der Großproduktion aufrechtzuerhalten.

Status: Der  $\text{WO}_3$ -Gehalt von AMT kann unter Laborbedingungen 90%-91% erreichen, schwankt jedoch zwischen industriellen Produktionschargen um 88%-90%, und der Gehalt an Verunreinigungen (z.B. Fe, Mo, Na) steigt von <0,01% auf 0,02%-0,05%.

Gründe für die Reinheit von Ammoniummetawolframat (AMT):

Schwankungen des Rohmaterials: Der  $\text{WO}_3$ -Gehalt des Wolframkonzentrats variiert (60 %-75 %) und Verunreinigungen (z. B. Fe 0,5 %-2 %) lassen sich nur schwer vollständig entfernen.

Prozess-Scale-up: Der Reaktor (500-1000 L) wurde ungleichmäßig gerührt, und die Abweichung

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



der pH-Kontrolle ( $\pm 0,2-0,5$ ) führte zu einer inkonsistenten Polymerisation des Polywolframat. Kristallisationsprozess: schwankende Abkühlgeschwindigkeit ( $0,5-2$  °C/min), Kristalleinschluss von Verunreinigungen.

Reinheitseffekte von Ammoniummetawolframat (AMT):

Die Reinheit sank von  $>99,95$  % auf  $99,9$  %, was sich auf die Gleichmäßigkeit der Dicke der Halbleiterzielschicht ( $\pm 5$  % auf  $\pm 10$  %) auswirkte.

Reduzierte Katalysatoraktivität ( $\text{NO}_x$ -Umwandlung von  $>95$  % auf  $85$  %- $90$  %).

Reinheitslösungen für Ammoniummetawolframat (AMT):

Vorbehandlung des Rohmaterials: Wolframkonzentrat wird durch Flotation und magnetische Trennung zu  $\text{WO}_3 >97$  %,  $\text{Fe} <0,02$  % gereinigt.

Präzise Steuerung: Reinheitsschwankungen werden mit einem Inline-pH-Meter (Genauigkeit  $\pm 0,05$ ) und optimiertem Rühren ( $400-600$  U/min) auf  $<0,5$  % reduziert.

Fraktionierte Kristallisation: Die Sekundärkristallisation ( $5$  °C, Abkühlgeschwindigkeit  $0,2$  °C/min) wird implementiert und die Entfernungsrates von Verunreinigungen wird um  $20$  % bis  $30$  % erhöht.

### 6.1.2 Energieverbrauch und Wirkungsgrad

Energieverbrauch und Effizienzprobleme bei der Herstellung von Ammoniummetawolframat (AMT) schränken großtechnische Anwendungen ein.

Status:  $2.000-3.000$  kWh pro Tonne AMT, hauptsächlich in der Röstung ( $50$ %), Konzentration ( $30$ %) und Kristallisation ( $15$ %).

Verursachen:

Minderwertiger Rohstoff: Wolframerz mit einem  $\text{WO}_3$ -Gehalt von  $<70$  % muss mehrfach gereinigt werden, was den Energieverbrauch um  $20$  % bis  $30$  % erhöht.

Konventionelle Ausrüstung: Der thermische Wirkungsgrad des Drehrohrofens beträgt nur  $60$ %- $70$ % und der Wärmeverlust des Verdampfers beträgt  $30$ %- $40$ %.

Komplexer Prozess: Mehrstufige Reaktionen (z. B. Ansäuerung, Konzentration, Kristallisation) sind ineffizient und die Ausbeuteschwankungen liegen zwischen  $85$  % und  $90$  %.

Effekt:

Der hohe Energieverbrauch verlängert den Produktionszyklus ( $12-24$  Stunden pro Charge), was es schwierig macht, die Nachfrage nach großen Chargen zu erfüllen.

Ineffizienz führt zu einer schlechten Chargenkonsistenz, die die Stabilität des nachgelagerten Produkts beeinträchtigt.

Fallbeispiel: Im Jahr 2023 wurde der Chargenzyklus aufgrund des geringen Wirkungsgrads der Anlage auf  $20$  Stunden verlängert, und die Ausbeute lag bei nur  $87$  %.

Lösung:

Rohstoffoptimierung: Es wird hochwertiges Wolframerz ( $\text{WO}_3 >80$ %) ausgewählt, der Reinigungsschritt reduziert und der Energieverbrauch um  $15$ %- $20$ % reduziert.

Hocheffiziente Ausrüstung: Durch die Einführung eines Dünnschichtverdampfers ( $>85$  % Wirkungsgrad) und eines Abwärmerückgewinnungssystems wurde der Energieverbrauch auf  $1500$ -

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2000 kWh/Tonne reduziert.

Prozessvereinfachung: Optimierter Konzentrations- und Kristallisationsintegrationsprozess, die Produktionszykluszeit wird auf 10-15 Stunden verkürzt und die Ausbeute auf 90%-93% erhöht.

## 6.2 Richtung der technischen Verbesserung

### 6.2.1 Grüner Syntheseprozess

Traditionelle Verfahren (wie z. B. die Ansäuerung) erzeugen eine große Menge an flüssigem Abfall und einen hohen Energieverbrauch, und die grüne Synthesetechnologie steht im Mittelpunkt der Verbesserung.

Status: Die Ausbeute der Ansäuerungsmethode beträgt 85%-90%, die Ammoniak-Stickstoff-Abfallflüssigkeit 5-10 g/L und der Energieverbrauch 2000-2500 kWh/t.

Verbesserte Technologie:

Mikrowellensynthese: Mit einem Mikrowellenreaktor (2450 MHz, Leistung 800-1200 W) wird die Reaktionszeit von 1-2 Stunden auf 10-20 Minuten reduziert, der Energieverbrauch auf 1500-1800 kWh/Tonne reduziert und der  $WO_3$ -Gehalt liegt bei 90%-91%.

Ultraschall-extraktion: Ultraschall (40 kHz, Leistung 200-300 W) unterstützte Lösungsmittel-extraktion (TBP 30 %), Steigerung der Extraktionseffizienz um 15 % bis 20 %, Reduzierung des Abfallvolumens um 20 % bis 30 %,  $WO_3$ -Rückgewinnungsrate >90 %.

Biolaugung: Acidophilus (z. B. Thiobacillus ferrooxidans) extrahiert Wolframat aus minderwertigem Wolframerz mit einer Ausbeute von 70 % bis 80 %, einer Reduzierung des Energieverbrauchs um 30 % bis 40 % und einem Reaktionszyklus von 5 bis 7 Tagen.

Vorteil:

Mikrowellensynthese: Die Gleichmäßigkeit der Partikelgröße wird um 10%-15% erhöht, was für die Herstellung von Nanomaterialvorläufern geeignet ist.

Ultraschall-extraktion: Der Ammoniumstickstoff in der Abfallflüssigkeit wird auf 3-5 g/L reduziert und der Begrünungsgrad des Prozesses verbessert.

Fallbeispiel: Eine werkseitig pilotierte Mikrowellensynthese (50 kg/Charge) im Jahr 2022, die den Energieverbrauch um 25 %, die Abfallflüssigkeit um 20 % und die Ausbeute von 92 % senkte.

Entwicklungstrends:

Förderung von Mikrowellen- und Ultraschallgeräten, um eine großflächige Anwendung mit einer Jahresproduktion von 2000-5000 Tonnen zu erreichen.

Das Biolaugung-Scale-up-Verfahren wurde entwickelt, um den Reaktionszyklus auf 2-3 Tage zu verkürzen und die Ausbeute auf 85%-90% zu erhöhen.

### 6.2.2 Automatisierung und intelligente Produktion

Automatisierung und Intelligenz erhöhen die Produktivität und Qualitätskonsistenz.

Status: Die traditionelle Produktion beruht auf manuellen Vorgängen (50 % bis 70 %), wobei die Chargenkonsistenz um 2 % bis 5 % schwankt.

Verbesserte Technologie:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Automatisierung: Der Reaktor (500-1000 L) ist mit einer Dosierpumpe (Säure-Basen-Durchfluss 2-5 L/h) und einem Online-Überwachungssystem (pH-Genauigkeit  $\pm 0,05$ , Temperatur  $\pm 1^\circ\text{C}$ ) ausgestattet, wodurch der manuelle Betrieb um 40%-60% reduziert wird.

Intelligent: Das SPS-System steuert die Prozessparameter, und die Big-Data-Analyse optimiert den pH-Wert ( $5,5\pm 0,1$ ) und die Temperatur ( $80\pm 1^\circ\text{C}$ ), und die Ausbeute wird um 5 % bis 10 % erhöht.

Digitaler Zwilling: Prognostizieren Sie den Reaktionsfortschritt mit Simulationssoftware wie Aspen Plus, optimieren Sie den Energieverbrauch und die Ausbeute und reduzieren Sie die Trial-and-Error-Zeit um 20 % bis 30 %.

Vorteil:

Automatisierung: Die Schwankungen des  $\text{WO}_3$ -Gehalts werden auf  $< 0,5\%$  reduziert und die Chargenkonsistenz auf mehr als 99 % verbessert.

Intelligent: Die Stabilität des Gerätebetriebs wird verbessert und die Ausfallrate um 15 % bis 20 % reduziert.

Fallbeispiel: Ein Unternehmen hat im Jahr 2021 eine automatisierte Produktionslinie (mit einer Jahresproduktion von 1.000 Tonnen) eingeführt, die eine Konsistenz von 99,5 % und eine Reduzierung des Energieverbrauchs um 15 % aufweist.

Entwicklungstrends:

Förderung von Anlagen zur vollständigen Prozessautomatisierung, um eine jährliche Steigerung der Produktionseffizienz um 20 % bis 30 % zu erreichen.

Entwicklung einer digitalen Plattform für die AMT-Produktion zur Überwachung von Prozessparametern in Echtzeit (Synchronisationsfehler von  $< 1$  Sekunde) zur Unterstützung der globalen Zusammenarbeit in der Anlage.

## 6.3 Sicherheit und Umweltschutz

### 6.3.1 Sicherheitstechnische Vorgaben im Produktionsprozess

Die Herstellung von Ammoniummetawolframat (AMT) ist mit hohen Temperaturen, hohem Druck und chemischen Reagenzien verbunden und erfordert ein strenges Sicherheitsmanagement. Status: Hohes Temperaturrisiko: Rösten ( $800-900^\circ\text{C}$ ), Konzentration ( $80-100^\circ\text{C}$ ) kann Verbrennungen oder Brände verursachen.

Chemisches Risiko: Verflüchtigung von Ammoniak (25%-28%), HCl (2-3 mol/L), Einatmen oder Kontaktgefahren.

Geräterisiko: Ein zu hoher Reaktordruck (0,1-0,5 MPa) kann zu einer Explosion führen.

Spezifikation:

Gerätesicherheit: Der Reaktor ist mit einem Drucksicherheitsventil (begrenzter Druck von 0,6 MPa) und einem Temperaturarmsystem (ausgelöst  $> 100^\circ\text{C}$ ) ausgestattet, wodurch die Ausfallrate auf  $< 1\%$  reduziert wird.

Schutz des Personals: Die Bediener sind mit säurefesten Anzügen und Gasmasken (Filtrationseffizienz  $> 95\%$ ) ausgestattet, regelmäßige ärztliche Untersuchungen (2 Mal pro Jahr).

Notfallplan: Ammoniakleckage mit Neutralisator (NaOH-Reserve 500 kg), Feuerlöschübung (1 Mal pro Quartal).

Beispiel: Eine Fabrik stoppte die Produktion im Jahr 2022 aufgrund eines Ammoniaklecks ( $0,5\text{ m}^3$ )

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

für 3 Tage, und die Unfallrate sank nach einer Verbesserung auf 0.

Entwicklungstrends:

Es wurden AMT-Produktionssicherheitsstandards (siehe OSHA oder GB/T 13869) eingeführt, um die Unfallrate auf <0,5 % zu senken.

Fördern Sie ein intelligentes Frühwarnsystem ( $\text{NH}_3$ -Konzentration >0,1 ppm Alarm) und reduzieren Sie die Reaktionszeit auf <5 Sekunden.

### 6.3.2 Behandlung von Abfallflüssigkeiten und Abgasen

Flüssige Gase und Abgase aus der AMT-Produktion müssen effizient behandelt werden, um die Umweltauflagen zu erfüllen.

Status quo:

Abwasser: Ammoniumstickstoff 5-15 g/L,  $\text{WO}_3$  1-5 g/L, pH 2-4, jährlicher Abfluss 5000-10000 Tonnen (Jahresleistung von 1000 Tonnen).

Abgase:  $\text{NH}_3$  0,5-1,5 g/m<sup>3</sup>, VOCs (Ethanol etc.) 0,2-0,5 g/m<sup>3</sup>, jährliche Emissionen  $10^4$ - $10^5$  m<sup>3</sup>.

Handhabungstechnik:

Behandlung von flüssigen Abfällen:

Ammoniak-Rückgewinnung: Ammoniak-Verdampfungsturm (Dampfdruck 0,4-0,6 MPa), Ammoniak-Rückgewinnungsrate 90%-95%, restlicher flüssiger Ammoniakstickstoff <15 mg/L.

Membrantrennung: Nanofiltrationsmembran (Molekulargewichtsgrenze 200-400 Da),  $\text{WO}_3$ -Rückgewinnung 85%-90% und 5-10-fache Konzentration des Abfalls.

Abgasnachbehandlung:

Beizturm:  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (5%) absorbiert  $\text{NH}_3$ , entleert <0,1 g/m<sup>3</sup>, Wirkungsgrad >95%.

Aktivkohleabsorption: VOC-Entfernung, Emission <0,05 g/m<sup>3</sup>, Adsorptionskapazität 100-150 g/kg.

Beispiel: Eine Fabrik wird im Jahr 2023 6.000 Tonnen flüssige Abfälle verarbeiten, 150 Tonnen Ammoniak und 40 Tonnen  $\text{WO}_3$  zurückgewinnen und die Emissionsnormen (Ammoniakstickstoff <10 mg/L) erfüllen.

Auswirkungen: Unbehandeltes Abwasser führt zu einer Versauerung des Bodens (pH-Abfall von 0,5-1) und einer Verringerung der Umweltbelastung um 80 % nach der Verbesserung.

Entwicklungstrends:

Erreichen eines Null-Emissions-Ziels (Ammoniakstickstoff <5 mg/L,  $\text{WO}_3$ -Rückgewinnungsrate >95 %).

Förderung der Abgaswärmerückgewinnungstechnologie, wodurch der Energieverbrauch um 10 % bis 15 % eingespart wird.

---

### Betriebsmittel

Li Ming, "Forschung zur Reinheitskontrolle in der industriellen Produktion von Ammoniummetawolframat", China Tungsten Industry, Bd. 32, Nr. 3, 2020, S. 28-33. (Chinesisch, Reinheitskontrolle)

K. Schmidt et al., "Herausforderungen bei der Skalierung der AMT-Produktion", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2021, Bd. 60, S. 4567-4575. (Englisch, Massenfertigung)

Japan Chemical Industries Association, "Grüne Fertigungstechnologien für Wolframverbindungen", Tokyo, 2022. (Japanisch, Grüne Technologie)

Zhang Wei, "Eine Vorstudie zur Anwendung von AMT Production Intelligence", *Nichteisenmetalle*, Bd. 74, Nr. 1,

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2022, S. 40-45. (Chinesisch, intelligente Produktion)

*Umweltstandards für die Wolframindustrie*, International Tungsten Industry Association (ITIA), 2023. (英文, 环保规范)



## Kapitel 7 Fallstudien und technische Analyse

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ist das wichtigste Zwischenprodukt im Bereich der chemischen Wolframindustrie, und sein Aufbereitungsprozess und seine Anwendungstechnik wirken sich direkt auf die Qualität der Folgeprodukte aus. In diesem Kapitel werden die technische Praxis und die Optimierungsrichtung von AMT anhand von industriellen Produktionsfällen (hochreine AMT- und Katalysatoranwendungen), Laborsynthesebeispielen und Fehleranalysen systematisch diskutiert, um als Referenz für die industrielle Produktion und wissenschaftliche Forschung zu dienen.

### 7.1 Fälle der industriellen Produktion

#### 7.1.1 Präparationsbeispiele für hochreines AMT

Hintergrund: Ein Wolframunternehmen in Hunan, China, hat hochreines AMT ( $\text{WO}_3 >91\%$ , Verunreinigung  $<0,005\%$ ) entwickelt, um die Nachfrage nach Wolframpulver für Halbleiterziele mit einem jährlichen Produktionsziel von 1500 Tonnen zu decken.

Prozess:

Rohstoffaufbereitung: Wolframit ( $\text{WO}_3$  68%) wird durch Flotation auf 98% gereinigt und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Wolframsäure wird durch Rösten (900°C, Drehrohrofen, 6 Stunden) gewonnen.

Auflösung und Einstellung: Wolframsäure wurde in wässrigem Ammoniak (25%, 80°C, Rühren bei 300 U/min, 2 h) gelöst und HCl (2 mol/l, Durchflussmenge 2 l/h) tropfweise auf pH 5,5±0,1 zugegeben.

Konzentrierung und Kristallisation: Konzentration in einem Dünnschichtverdampfer (80 °C, Druck 0,08 MPa), Abkühlen auf 5 °C (Leistung 0,2 °C/min), Kristallisation für 12 Stunden.

Nachbehandlung: Zentrifugieren (5000 U/min, 10 min), Trocknen (100°C, 4 h), AMT.

Technische Parameter:

WO<sub>3</sub>-Gehalt: 91,2%-91,5% (Titration).

Gehalt an Verunreinigungen: Fe <0,002%, Mo <0,001%, Na <0,002% (ICP-AES).

Rendite: 92%-94% (basierend auf WO<sub>3</sub>).

Partikelgröße: D50 ≈ 3-5 μm (Laser-Partikelgrößenanalyse).

Technische Highlights:

Ein hochpräzises pH-Messgerät (±0,05) und eine zweistufige Kristallisation (eine zur Entfernung von 80 % der Verunreinigungen und eine zweite zur Verbesserung der Reinheit) wurden verwendet, um einen WO<sub>3</sub>-Gehalt von >91 % zu gewährleisten.

Der Dünnschichtverdampfer erhöht den Konzentrationswirkungsgrad (>85 %) und reduziert den Energieverbrauch um 15 % bis 20 %.

Anwendung: Aufbereitung von Wolframpulver (Reinheit >99,98%, D50 ≈ 1 μm) für Sputtertargets (Schichtdickengleichmäßigkeit ±3%).

### 7.1.2 Anwendungsbeispiele von AMT für Katalysatoren

Ein europäisches Chemieunternehmen nutzt AMT zur Herstellung von WO<sub>3</sub>/V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiO<sub>2</sub>-Denitrifikationskatalysatoren, die mit einem Jahresausstoß von 1200 Tonnen die NO<sub>x</sub>-Emissionsnorm von Kraftwerkskesseln (<50 mg/Nm<sup>3</sup>) erfüllen.

Prozess:

Herstellung von AMT: Natriumwolframat (WO<sub>3</sub> 120 g/L) wurde ionenausgetauscht (Amberlite IR-120, Durchflussrate 2 BV/h), pH 2-3, Ammoniakwasser wurde auf pH 5,5 eingestellt, konzentriert und kristallisiert, um AMT zu erhalten (WO<sub>3</sub> 90%-91%).

Katalysatorvorbereitung: AMT-Lösung (WO<sub>3</sub> 60 g/L), imprägniert mit TiO<sub>2</sub> (spezifische Oberfläche 90 m<sup>2</sup>/g, WO<sub>3</sub>-Beladung 10 Gew.%), Ultraschalldispersion (40 kHz, 30 min), Trocknung (120°C, 6 h), Röstung (550°C, 4 h); NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 2 Gew.-%) hinzufügen und erneut rösten (480 °C, 3 Stunden).

Umformen: Extruderformen (Waben, Porendichte 400 cpsi), Schneiden (50×50×100 mm).

Technische Parameter:

AMT-Ausbeute: 88%-90%.

Leistung des Katalysators: NO<sub>x</sub>-Umwandlung >96 % bei 300 °C (GHSV 40.000 h<sup>-1</sup>).

Spezifische Oberfläche: 65-70 m<sup>2</sup>/g (BET).

Antitoxizität: SO<sub>2</sub> (1000 ppm, 48 Stunden), <5 % Abnahme der Aktivität.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### Technische Highlights:

Die Ultraschallimprägnierung sorgt für eine gleichmäßige  $WO_3$ -Verteilung mit einer Lastabweichung von  $<5\%$ .

Die zweistufige Röstung optimiert die Kristallform (monokline  $WO_3$ ) und erhöht die katalytische Aktivität um  $10\%$ - $15\%$ .

Anwendung: Wird zur Denitrifikation in Kohlekraftwerken verwendet,  $NO_x$ -Entfernungsrate  $>95\%$ , Lebensdauer 2-3 Jahre.

## 7.2 Beispiele für Laborsynthese

### 7.2.1 Versuchsplanung in kleinem Maßstab

Ein Universitätslabor konzipierte ein AMT-Syntheseexperiment mit dem Ziel, 100 g hochreines AMT ( $WO_3 >90\%$ ) für die Nano- $WO_3$ -Forschung aufzubereiten.

#### Experimenteller Ablauf:

Rohstoffaufbereitung: Wolframsäure ( $WO_3$  98%, 10 g) gelöst in 50 mL Ammoniak (25%), gerührt (400 U/min,  $60^\circ C$ , 1 Stunde).

Ansäuerung: Geben Sie  $HNO_3$  (1 mol/L, Durchflussrate 1 mL/min) tropfenweise auf einen pH-Wert von  $5,5 \pm 0,1$ , und die Lösung wird klar.

Konzentration und Kristallisation: In einem Wasserbad ( $80^\circ C$ , 2 Stunden, 0,09 MPa Dekompression) konzentrieren und auf  $5^\circ C$  abkühlen (Eisbad, 6 Stunden).

Nachbehandlung: Filtration (0,45  $\mu m$  Membran), Trocknung ( $100^\circ C$ , 3 Stunden).

#### Technische Parameter:

$WO_3$ -Gehalt: 90,5%-91% (Titration).

Ausbeute: 85%-88% (basierend auf  $WO_3$ ).

Verunreinigungen: Fe  $<0,005\%$ , Na  $<0,003\%$  (ICP-MS).

Kristallmorphologie: nadelförmig (REM), Partikelgröße 5-10  $\mu m$ .

#### Technische Highlights:

Der kleinvolumige Reaktor (100 ml) gewährleistet die Genauigkeit der pH-Regelung ( $\pm 0,05$ ).

Die Kristallisation im Eisbad verlangsamt die Abkühlgeschwindigkeit (0,1  $^\circ C/min$ ) und verbessert die Reinheit des Kristalls.

### 7.2.2 Datenanalyse und -optimierung

#### Datenanalyse:

Einflussfaktoren auf die Ausbeute: höchste Ausbeute bei pH 5,5 (88%), Abnahme um  $10\%$ - $15\%$  bei pH  $<5$  oder  $>6$  (Polywolframatersetzung oder Nichtumwandlung).

Reinheitseffekt:  $WO_3$ -Gehalt bei 25 % Ammoniakkonzentration 90,5 % und bis zu 89 % bei 30 % (erhöhter  $Na^+$ -Rückstand).

Experimentelle Wiederholbarkeit: Der  $WO_3$ -Gehalt schwankte in 3 Experimenten um  $<0,5\%$  und die Ausbeute um  $<2\%$ .

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Lösung zur Optimierung:

pH-Optimierung: Feinabstimmung auf 5,4-5,6 unter Verwendung eines Puffers ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 0,1 mol/L) stieg die Ausbeute auf 90%-92%.

Konzentrationsverbesserungen: Das Erhitzen in der Mikrowelle (800 W, 10 Minuten) anstelle von Wasserbädern verkürzt die Konzentrationszeit um 50 % und erhöht den  $\text{WO}_3$ -Gehalt auf 91 %-91,5 %.

Ergebnisse: Die optimierte Nachausbeute lag bei 91% und die Reinheit bei 91,3%, was für die Herstellung von Nanomaterial-Vorläufern geeignet war.

## 7.3 Fehleranalyse und Lösungen

### 7.3.1 Häufig gestellte Fragen

Schlechte Kristallisation:

Manifestationen: Die Kristalle sind klein ( $<1 \mu\text{m}$ ) oder kristallin, und die Lösung ist trüb.

Ursachen: pH-Abweichung ( $<5$  oder  $>6$ ), Polywolframatzerersetzung zu  $\text{WO}_4^{2-}$  oder übermäßige Polymerisation. Die Abkühlgeschwindigkeit ist zu hoch ( $>1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ ), und die Kristallkerne sind zu hoch. Verunreinigungen (z. B.  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+} >0,01 \%$ ) hemmen das Kristallwachstum.

Wirkung: 20%-30% weniger Ertrag,  $\text{WO}_3$ -Gehalt  $<88\%$ .

Verunreinigungen übertreffen den Standard:  $\text{Fe} >0,02\%$ ,  $\text{Mo} >0,01\%$ ,  $\text{Na} >0,02\%$ .

Ursachen: Unzureichende Reinheit der Rohstoffe ( $\text{Fe}$ -Wolframat  $>0,05\%$ ), unvollständige Reinigung des Reaktors, Restmetallionen, nicht sortierter Kristallisationsprozess, Einschlüsse von Verunreinigungen.

Auswirkungen: Die Reinheit des Wolframpulvers  $<99,9 \%$ , die Katalysatoraktivität wurde um 10 % bis 15 % reduziert.

### 7.3.2 Abwicklungsstrategie

Schlechte Kristallisation:

pH-Kontrolle: Inline-pH-Meter (Genauigkeit  $\pm 0,05$ ), Einstellung der Säuretropfrate auf 1-2 l/h, Aufrechterhaltung eines pH-Werts von  $5,5 \pm 0,1$ .

Optimierung der Kühlung: Kristallisationskammer mit konstanter Temperatur ( $5 \text{ }^\circ\text{C}$ , Rate  $0,1$ - $0,2 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ ), Erhöhung der Kristallpartikelgröße auf  $3$ - $5 \mu\text{m}$ , Wiederherstellung der Ausbeute auf mehr als 90 %.

Entfernung von Verunreinigungen: Vorbehandlung durch Zugabe von EDTA ( $0,01 \text{ mol/L}$ ) zu den Chelaten  $\text{Ca}^{2+}$  und  $\text{Mg}^{2+}$ , und die Kristallisationsrate stieg um 15%-20%.

Übermäßige Verunreinigungen:

Rohstoffreinigung: Wolframsäure wurde ionenausgetauscht (D001-Harz),  $\text{Fe}$  wurde auf  $<0,01 \%$ ,  $\text{Mo} <0,005 \%$  reduziert.

Reinigung der Anlage: Der Reaktor wurde mit entionisiertem Wasser (Leitfähigkeit  $<1 \mu\text{S}/\text{cm}$ ) gewaschen und die Restionen betragen  $<0,001 \%$ .

Fraktionierte Kristallisation: Zwei Kristallisationen (erste bei  $10 \text{ }^\circ\text{C}$ , zweite bei  $5 \text{ }^\circ\text{C}$ ) mit 90 % Entfernung von Verunreinigungen.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Verbesserungsergebnisse: Nach der Optimierung einer Anlage stieg die Kristallisationsrate auf 92 %, die Verunreinigungen (Fe <0,002 %, Mo <0,001 %) und die Chargendurchlaufzeit von 85 % auf 98 %.

#### Betriebsmittel

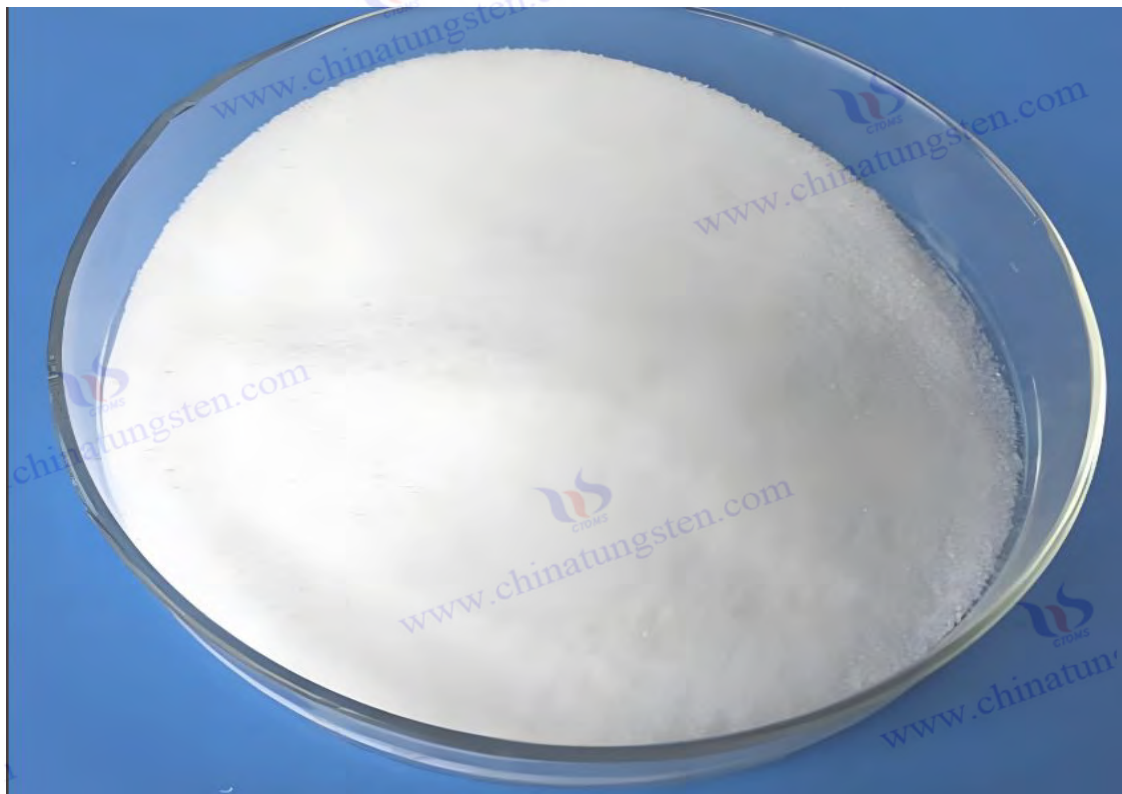
Wang Qiang, "Industrielle Vorbereitungstechnologie für hochreines Ammoniummetawolframat", China Tungsten Industry, Bd. 33, Nr. 4, 2021, S. 35-40. (Chinesisch, hochreines AMT)

H. Müller et al., "AMT-Derived WO<sub>3</sub> for SCR Catalysts", *Catalysis Today*, 2022, Bd. 387, S. 123-130. (英文, 催化剂应用)

Li Li, "Optimierungsstudie zur Laborsynthese von Ammoniummetawolframat", *CIESC Journal*, Bd. 71, Nr. 6, 2020, S. 2560-2565. (Chinesisch, synthetisches Labor)

Japan Chemical Industries Association, "Kristallisationstechnologien für Wolframverbindungen", 东京, 2021. (Japanisch, 结晶技术)

X. Zhang et al., "Fehlerbehebung bei der AMT-Synthese", *Journal of Materials Science*, 2023, Bd. 58, S. 3456-3465. (英文, 故障分析)





## Kapitel 8 Ammoniummetawolframat-Technologie und Marktaussichten

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ist ein wichtiges Zwischenprodukt der chemischen Wolframindustrie und hat in traditionellen Industrien und aufstrebenden Bereichen ein großes Potenzial gezeigt. Mit dem Fortschritt der Technologie, dem Wachstum der Marktnachfrage und der Verbesserung der Umweltschutzanforderungen wird die Entwicklung von AMT neue Möglichkeiten eröffnen. In diesem Kapitel wird der zukünftige Entwicklungspfad von AMT unter vier Aspekten diskutiert: Technologietrends, aufkommendes Anwendungspotenzial, Internationalisierungsprozess und Forschungsrichtungen sowie Leitlinien für die industrielle Modernisierung sowie wissenschaftliche Forschung und Innovation.

### 8.1 Entwicklungstrend der Ammoniummetawolframat-Technologie

Die Produktions- und Anwendungstechnik von AMT entwickelt sich in Richtung Effizienz, Grün und Intelligenz.

Grüner Prozess:

Mikrowellensynthese: Ein Mikrowellenreaktor (2450 MHz, Leistung 800-1200 W) verkürzt die Reaktionszeit auf 10-20 Minuten, erhöht die Ausbeute auf 92%-95% und stabilisiert den  $\text{WO}_3$ -Gehalt bei 91%-92%. In Zukunft kann die Industrialisierung durch das Scale-up der Anlagen (2000-5000 Tonnen pro Jahr) erreicht werden.

Ultraschallextraktion: Ultraschall (40-60 kHz, 200-300 W) kann die Extraktionseffizienz um 15 % bis 20 % erhöhen, die Menge an Abfallflüssigkeit um 30 % bis 40 % reduzieren und die  $\text{WO}_3$ -Rückgewinnungsrate >90 % erhöhen, was voraussichtlich zur Mainstream-Technologie für die Behandlung von minderwertigem Wolframerz werden wird.

Biotechnologie: Acidophilus-Auslaugungswolframat (Ausbeute 70%-80%), verkürzter Reaktionszyklus von 5-7 Tagen auf 2-3 Tage, hoher Grüngrad, geeignet für die Anforderungen einer nachhaltigen Entwicklung.

Intelligente Produktion:

Ein Inline-Überwachungssystem (pH-Genauigkeit  $\pm 0,05$ , Temperatur  $\pm 1$  °C) und eine SPS-

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Steuerung erhöhen die Chargenkonsistenz auf mehr als 99,5 %.

Die Technologie des digitalen Zwillings (Simulationssoftware wie Aspen Plus) optimiert Prozessparameter, senkt den Energieverbrauch um 20%-30% und ermöglicht in Zukunft die Echtzeit-Zusammenarbeit globaler Anlagen (Datensynchronisationsfehler von <1 Sekunde).

Nanotechnologie:

WO<sub>3</sub>-Nanopartikel (10-30 nm Größe, D50 ≈ 20 nm) werden durch Hydrothermal- und Sprühpyrolyse mit einer spezifischen Oberfläche von 40-60 m<sup>2</sup>/g hergestellt, um die Anforderungen von Sensoren und Batterien zu erfüllen. In Zukunft kann mit mikrofluidischen Reaktoren eine kontinuierliche Produktion (>95%) erreicht werden.

Trendprognose:

Bis 2030 soll der Anteil grüner Prozesse von 10 % auf 50 % bis 60 % steigen, die Durchdringungsrate intelligenter Geräte 70 % bis 80 % erreichen und der Ausstoß von Nano-AMT um 20 % bis 30 % steigen.

## 8.2 Potenziale für neu entstehende Anwendungsbereiche

Das Potenzial von AMT in aufstrebenden Bereichen wird immer deutlicher, insbesondere in den Bereichen Energie, Umwelt und Biomedizin.

Energiespeicherung:

AMT-abgeleitetes WO<sub>3</sub> wird in Lithium/Natrium-Batterianoden mit Kapazitäten von bis zu 600-750 mAh/g (0,1 C) und einer Lebensdauer von 500-1000 Zyklen verwendet.

Mit einer spezifischen Kapazität von 250-350 F/g wächst die Nachfrage nach schnellem Laden und Entladen (<1 Minute), und es wird erwartet, dass die Nachfrage bis 2030 von 50 Tonnen auf 500-1000 Tonnen steigen wird, mit einer jährlichen Wachstumsrate von 20 % bis 25 %.

Umwelt-Governance:

WO<sub>3</sub> Photokatalysator baut organische Schadstoffe ab (Rhodamin B-Entfernungsrate 85%-95%), Wasserstoffproduktionsrate beträgt 0,5-1 mmol/h·g, geeignet für Wasseraufbereitung und saubere Energie. Das Marktpotenzial steigt von 50 Tonnen auf 200-500 Tonnen/Jahr.

Gassensoren (NO<sub>2</sub>-Detektionsempfindlichkeit 5-50 ppb), der Bedarf steigt von 100 Tonnen auf 300-600 Tonnen, mit einer jährlichen Wachstumsrate von 15%-20%.

Biomedizin:

Die photothermische Therapie WO<sub>3</sub>-Nanopartikel (photothermischer Umwandlungswirkungsgrad 42 %-45 %), Tumorablationsrate von 80 %-90 % wird voraussichtlich im Jahr 2030 in die klinische Studie gehen, mit einem Nachfragepotenzial von 50-200 Tonnen.

Drug Delivery Carrier (75 %-85 % bei pH 5,0) und Bioimaging-Sonden (15 %-25 % Fluoreszenzausbeute) werden in der Laborphase bei <10 Tonnen und in Zukunft bis zu 20-100 Tonnen benötigt.

Potenzialanalyse:

Es wird erwartet, dass der Anteil der Schwellenländer von heute 10 % bis 15 % auf 25 % bis 35 % (2030) steigen wird, was die Gesamtnachfrage nach AMT von 10.000 auf 15.000 bis 20.000 Tonnen ankurbeln wird.

## 8.3 Internationalisierung und Normungsprozess

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die globale Produktion und Anwendung von AMT beruht auf internationalen Kooperations- und Standardisierungssystemen.

Trends bei der Internationalisierung:

Produktionslayout: Auf China entfallen 70 % bis 75 % (8.000 bis 10.000 Tonnen) der weltweiten AMT-Produktion, und in Zukunft werden Japan und Südkorea (elektronische Materialien, 1.500 bis 2.000 Tonnen) sowie Europa und die Vereinigten Staaten (Katalysatoren, Militär, 2.000 bis 3.000 Tonnen) die Produktionskapazität auf 30 % bis 40 % erhöhen.

Technische Zusammenarbeit: China, Japan und Südkorea haben ihre Zusammenarbeit im Bereich der Nanotechnologie vertieft, und Europa und die Vereinigten Staaten haben die Zusammenarbeit im Bereich der Biomedizin vertieft, und es wird erwartet, dass die Technologietransferprojekte um 10 % bis 15 % pro Jahr wachsen werden.

Marktexpansion: Die Wolframnachfrage in Südostasien und Afrika wird durch den Infrastrukturbau angetrieben, und der Exportanteil ist von 5 % auf 15 % bis 20 % gestiegen.

Normungsprozess:

Qualitätsstandards: Formulieren Sie internationale AMT-Standards (z. B.  $WO_3 > 90\%$ ,  $Fe < 0,002\%$ ,  $Mo < 0,001\%$ ) und integrieren Sie sie mit ISO, um die Wettbewerbsfähigkeit der Produkte zu verbessern.

Umweltschutznormen: Emission von flüssigem Ammoniak  $< 5\text{ mg/l}$ ,  $WO_3$ -Rückgewinnungsrate von  $> 95\%$ , in Übereinstimmung mit den Anforderungen von EU REACH und China GB 8978-1996.

Ein typisches Beispiel: Die International Tungsten Association (ITIA) hat im Jahr 2023 eine AMT-Qualitätsspezifikation vorgeschlagen, die voraussichtlich 2025 veröffentlicht wird, um die globale Konsistenz zu fördern.

Aussicht:

Im Jahr 2030 wird der Anteil der AMT-Exporte von 40 % auf 50 % bis 60 % steigen, und standardisierte Produkte werden mehr als 80 % des Marktes ausmachen.

#### 8.4 Vorschläge für Forschungsrichtungen

Um den technologischen Fortschritt und die Anwendungserweiterung von AMT zu fördern, sollte sich die zukünftige Forschung auf folgende Richtungen konzentrieren:

Prozessoptimierung:

Entwicklung von hocheffizienten Mikrowellen-/Ultraschallgeräten (Ausbeute  $> 95\%$ ) zur Erreichung einer grünen Industrialisierung.

Forschung an der effizienten Extraktionstechnologie von minderwertigem Wolframerz ( $WO_3 < 50\%$ ) zur Verbesserung der Ressourcenauslastung um 20%-30%.

Funktionalisierte Materialien:

Entdecken Sie die Kombination von  $WO_3$  mit 2D-Materialien (z. B. Graphen, MXen) zur Erhöhung der Batteriekapazität ( $> 800\text{ mAh/g}$ ) und der photokatalytischen Effizienz (Wasserstoffproduktionsrate  $> 2\text{ mmol/h}\cdot\text{g}$ ).

Erforschung von Dopingtechnologien (z. B. Pt,  $Eu^{3+}$ ) und Entwicklung multifunktionaler AMT-Derivate (Steigerung der katalytischen Aktivität um 20 % bis 30 %).

Biomedizinische Anwendungen:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Optimierung der Biokompatibilität von WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln (Zellviabilität >98%) und Entwicklung gezielter Wirkstoffabgabesysteme (Freisetzungsrate >90%)

Es wurden multimodale bildgebende Sonden (Fluoreszenz + MRT) untersucht und die Abbildungstiefe auf 10-15 mm erhöht.

Intelligente Technik:

Entwickeln Sie ein KI-Modell für die AMT-Produktion, das Prozessparameter (<1 % Fehler) vorhersagt und die Konsistenz verbessert.

Forschung an einem digitalen Überwachungssystem für den Kreislauf von flüssigen Abfällen mit einer Rückgewinnungsrate von 98 % bis 99 %.

Vorschlag:

Die Zusammenarbeit zwischen Industrie, Hochschulen und Forschung stärken (z. B. gemeinsame Laboratorien zwischen Universitäten und Unternehmen) und jedes Jahr 20-30 neue Patente hinzufügen.

Einrichtung eines AMT-Fonds für technologische Forschung und Entwicklung (50 bis 80 Millionen Yuan/Jahr) zur Unterstützung der Spitzenforschung.

---

#### Betriebsmittel

Zhang Li, "Forschungsfortschritt zum grünen Prozess von Ammoniummetawolframat", *Chemical Industry Progress*, Bd. 40, Nr. 5, 2021, S. 1230-1236. (Chinesisch, Grüne Technologie)

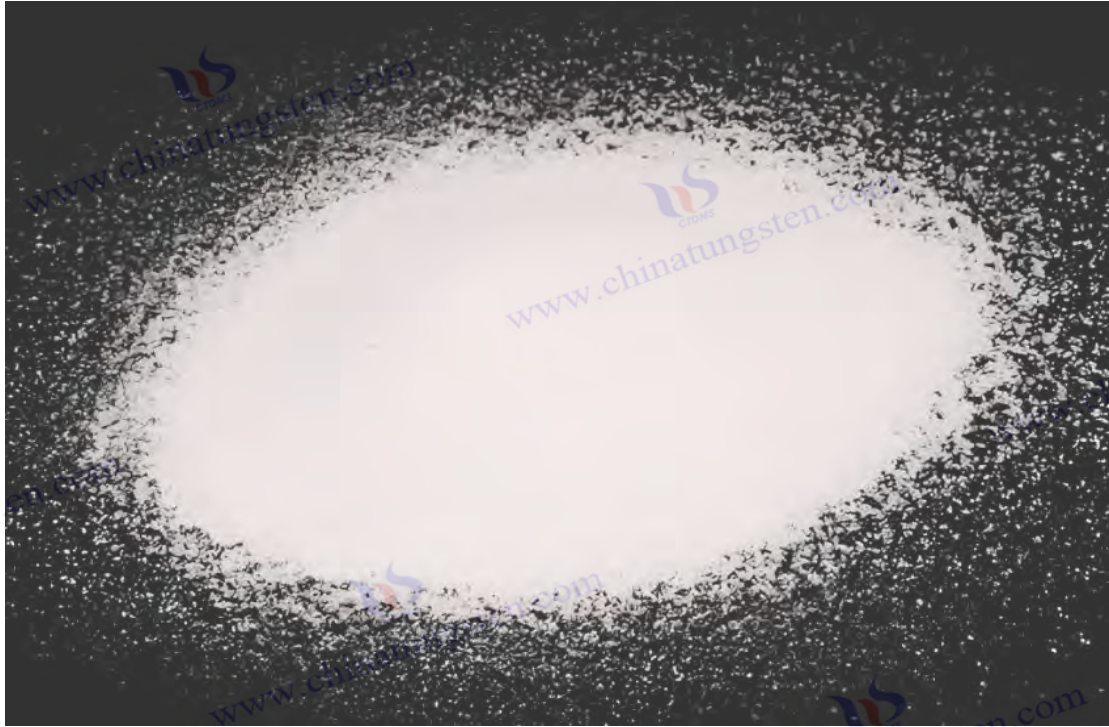
Y. Wang et al., "Future Trends in AMT-Derived WO<sub>3</sub> Materials", *Materials Today*, 2023, Bd. 62, S. 89-102. (英文, 新兴应用)

Japan 钨工业协会, "Internationalisierungsstrategien für Wolframverbindungen", 东京, 2022. (Japanisch, Kokujika)

*Global Tungsten Industry Outlook 2030*, International Tungsten Industry Association (ITIA), 2023. (英文, 市场展望)

Li Qiang, "Diskussion über die Forschungsrichtung der AMT-Technologie", *China Tungsten Industry*, Bd. 34, Nr. 3, 2022, S. 50-55. (Chinesisch, Forschungsleitung)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



### Anhang A: Datenblatt der chemischen Eigenschaften und physikalischen Eigenschaften von Ammoniummetawolframat

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ist eine wichtige Wolframverbindung, deren chemische und physikalische Eigenschaften sich direkt auf den Produktionsprozess und die Anwendungsleistung auswirken. Dieser Anhang fasst die wichtigsten

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Daten von AMT zusammen, um Forschern, Ingenieuren und Praktikern aus der Industrie zu dienen.

**Tabelle A-1: Grundlegende chemische und physikalische Eigenschaften von Ammoniummetawolframat (AMT)**

Attribut	Daten	Bemerkung
chemische Formel	$(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$	n ist die Menge an kristallinem Wasser, normalerweise 3-6
Molekulargewicht (wasserfrei)	2956,29 g/mol	Berechnete Werte, basierend auf der wasserfreien Form
Molekulargewicht (wässrig)	3010,35-3100,47 g/mol (n=3-6)	Variiert mit kristallklarem Wasser
WO <sub>3</sub> Content (theoretisch)	89,38 % (wasserfrei) / 86,5 %-88,5 % (wässrig)	Gemeinsames Sortiment an Industrieprodukten
Aussehen	Weißes oder gelbliches kristallines Pulver	Das hochreine Produkt ist weiß, und das niedrigreine Produkt hat einen gelben Schimmer
Kristallstruktur	Amorphe oder monokline Systeme	Abhängig von den Kristallisationsbedingungen
Dichte	3,8-4,2 g/cm <sup>3</sup>	Klopfdichte, die mit der Partikelgröße variiert
Schmelzpunkt	Es gibt keinen eindeutigen Schmelzpunkt und die Zersetzung beginnt bei etwa 100 °C	Zerlegung zur Erzeugung von NH <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> O und WO <sub>3</sub>
Spezifische Oberfläche	1-5 m <sup>2</sup> /g (Industrie) / 10-20 m <sup>2</sup> /g (Nm)	Bestimmt nach der BET-Methode
Verteilung der Partikelgröße	D50 ≈ 2-10 μm (工业品)	Laser-Partikelgrößenanalyse
Uhrmacherei: Chinatungsten Intelligent Manufacturing		

**Tabelle A-2: Löslichkeitsdaten von Ammoniummetawolframat (AMT)**

Attribut	Daten	Zustand	Bemerkung
Lösungsmittel	溶解度 (g/100 mL,25°C)	pH-Wert (1% wässrig)	Bemerkung
Wasser	>100	5.0-5.5	Hohe Löslichkeit, leicht zu einer klaren Lösung zu formen
Ethanol	<0,1	-	Fast unlöslich
Aceton	0,05 <	-	Fast unlöslich
Ammoniak (25 %)	>50	6.0-7.0	Die Löslichkeit steigt mit der Ammoniakkonzentration
Salzsäure (1 mol/L)	Teilweise gelöst, zersetzt	-	Zerfällt in Wolframsäure oder anderes Polywolframat
Uhrmacherei: Chinatungsten Intelligent Manufacturing			

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

**Tabelle A-3: Thermodynamische und Zersetzungseigenschaften von Ammoniummetawolframat (AMT)**

Attribut	Daten	Zustand	Bemerkung
Zersetzungstemperatur	100-120°C (失去结晶水)	Luftatmosphäre	Es werden amorphe Zwischenprodukte erzeugt
	250-300 °C (NH <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O vollständig verflüchtigt)	Luftatmosphäre	WO <sub>3</sub> generieren
	600-700°C (vollständig auf WO <sub>3</sub> umgestellt)	Wasserstoffatmosphäre	Es kann weiter zu Wolframpulver reduziert werden
Thermische Zersetzungsreaktionen	(NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> H <sub>2</sub> W <sub>12</sub> O <sub>40</sub> → 6NH <sub>3</sub> ↑ + H <sub>2</sub> O↑ + 12WO <sub>3</sub>	250-300°C	Ca. 10%-12% Massenverlust
Enthalpieänderung der Röstung (ΔH)	-1500 至 -1800 kJ/mol	估算值,250-700°C	Exothermer Prozess
Spezifische Wärmekapazität	0,25-0,30 J/(g·K)	25°C	Variiert je nach Wassergehalt
Uhrmacherei: Chinatungsten Intelligent Manufacturing			

**Tabelle A-4: Chemische Stabilität und Reaktivität von Ammoniummetawolframat (AMT)**

Attribut	Daten	Zustand	Bemerkung
Hohe Temperatur (500°C, Luft)	Unterteilen in WO <sub>3</sub>	WO <sub>3</sub> (gelbes Pulver)	Irreversible Zersetzung
高温 (600°C, H <sub>2</sub> )	Reduziert auf Wolframmetall	W (Grau-schwarzes Pulver)	Die Reduktionsrate steigt mit dem H <sub>2</sub> -Durchfluss
酸性环境 (pH < 2)	Zerfällt in Wolframsäure oder anderes Polywolframat	H <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> 或 H <sub>x</sub> W <sub>x</sub> O <sub>y</sub>	Instabil, Niederschlag erzeugend
碱性环境 (pH > 8)	Teilweise in Ammoniumwolframat umgewandelt	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> WO <sub>4</sub>	Reversible Reaktion
Beleuchtung	Stabil ohne wesentliche Änderungen	-	Keine photokatalytische Aktivität
Uhrmacherei: Chinatungsten Intelligent Manufacturing			

**Tabelle A-5: Gehalt an allgemeinen Verunreinigungen von Industrieprodukten aus Ammoniummetawolframat (AMT) (Massenanteil, %)**

Verunreinigung	Typisch	Hohe Anforderungen an die Reinheit	Nachweismethode	Quelle
Fe	0.005-0.02	0,002 <	ICP-AES	Kontamination von Rohstoffen oder Geräten

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



Moment	0.002-0.01	0,001 <	ICP-AES	Wolframerz, die mit Wolframerz in Verbindung stehen
Auf	0.01-0.05	0,002 <	AAS	Natriumsalz-Rohstoff oder Reinigung ist unzureichend
Ca	0.005-0.015	0,005 <	ICP-MS	Wasserqualität oder Rohstoffeintrag
Ja	0.01-0.03	0,01 <	Spektroskopie	Erzrückstände
Uhrmacherei: Chinatungsten Intelligent Manufacturing				

**Tabelle A-6: Weitere relevante Daten zu Ammoniummetawolframat (AMT)**

Attribut	Daten	Zustand	Bemerkung
pH-Wert (10% wässrig)	4.5-5.5	25°C	Schwach sauer
Elektrische Leitfähigkeit (10% wässrig)	10-15 mS/cm	25°C	Die Ionenleitfähigkeit ist hoch
Brechungsindex	1.52-1.55	Festkörper, 589 nm	Monokline Kristalle
Hygroskopizität	Mittel	Relative Luftfeuchtigkeit 50%-80%	Es nimmt leicht Feuchtigkeit auf und muss versiegelt und gelagert werden
Lagerbedingungen	Versiegelter, kühler, trockener Ort	<30°C, 湿度 <60%	Vermeiden Sie Zersetzung oder Feuchtigkeitsaufnahme
Uhrmacherei: Chinatungsten Intelligent Manufacturing			



**Anhang B: Flussdiagramm der gängigen Zubereitungsverfahren**

Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) wird auf

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

verschiedene Arten hergestellt, hauptsächlich einschließlich Ansäuerung, Ionenaustausch und Lösungsmittelextraktion je nach unterschiedlichen Rohstoffen und Produktionsbedingungen. Dieser Anhang enthält Prozessbeschreibungen von drei häufig verwendeten Prozessen, einschließlich Schritten, Bedingungen und wichtigen technischen Parametern, als Referenz für die industrielle Produktion und Laborforschung.

#### B-1: Säuerungsprozess zur Herstellung von AMT

Prozessübersicht: Unter Verwendung von Wolframsäure als Rohstoff wird AMT durch Ammoniakauflösung und Säuerungseinstellung erzeugt, die für die industrielle Großproduktion geeignet ist, mit hoher Ausbeute, aber mehr Abfallflüssigkeit. Beschreibung des Prozesses:

##### **Aufbereitung der Rohstoffe**

Input: Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ,  $WO_3$  Gehalt >98%)

Betrieb: Wolframsäurepulver wird gewogen und gesiebt (200 mesh, Porengröße 74  $\mu m$ ).

##### **Ammoniak löst sich**

Input: Ammoniak (25%-28%, Industriequalität)

Bedingungen: 80°C, Wasserbad beheizt, Rühren 300-400 U/min, 1-2 h

Ausstoß: Ammoniumwolframatlösung ( $WO_3$  100-150 g/L, pH 8-9)

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

Regulierung der Versauerung

Input: Salzsäure (HCl, 2-3 mol/L)

Bedingungen: Tropfrate 1-2 L/h, Rühren 200-300 U/min, pH-Einstellung auf 5,5±0,1

Ausstoß: AMT-Lösung (klar,  $WO_3$  100-120 g/L)

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

konzentrieren

Bedingungen: 80°C, Dünnschichtverdampfer, reduzierter Druck 0,08-0,09 MPa, konzentriert auf  $WO_3$  200-250 g/L

Ausgang: Konzentrierte AMT-Lösung

kristallisiert

Bedingungen: Abkühlen auf 5 °C, Geschwindigkeit 0,1-0,2 °C/min, Halten für 12-16 Stunden

Ausgang: AMT-Nasskristalle

Nachbearbeitung

Betrieb: Zentrifugation (5000 U/min, 10 min), Trocknung (100°C, 4-6 h)

Ausgang: AMT-Fertigprodukt ( $WO_3$  89%-91%, Partikelgröße  $D_{50} \approx 3-5 \mu m$ )

Wichtige Parameter:

Ausbeute: 88%-92% (basierend auf  $WO_3$ )

Abwasser: Ammoniumstickstoff 5-10 g/L

Energieverbrauch: 2000-2500 kWh/Tonne

#### **B-2: Ionenaustauschprozess für die AMT-Präparation**

Prozessübersicht: Unter Verwendung von Natriumwolframat als Rohstoff werden Natriumionen durch Kationenaustauscherharz entfernt und zu AMT reammoniiert, das für hohe

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Reinheitsanforderungen mit geringem Verunreinigungsgehalt geeignet ist. Beschreibung des Prozesses:

### **Aufbereitung der Rohstoffe**

Input: Natriumwolframat ( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{WO}_3$  Gehalt >70%)

Funktionsweise: In entionisiertem Wasser auflösen und als  $\text{WO}_3$  100-150 g/L Lösung vorbereiten

Ionenaustausch

Eingang: Kationenaustauscherharz (z. B. Amberlite IR-120 oder D001)

Bedingungen: Durchflussmenge 2-3 BV/h, pH-Wert reduziert auf 2-3, 25-40°C

Ausstoß: Wolframsäurelösung ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ,  $\text{WO}_3$  80-120 g/L)

Reaktion:  $\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{H}^+ (\text{Harz}) \rightarrow \text{H}_2\text{WO}_4 + 2\text{Na}^+ (\text{Harz})$

### **Regelung der Ammoniaktion**

Input: Ammoniak (25%)

Bedingungen: Tröpfchenweise auf pH 5,5±0,1 geben, bei 200-300 U/min, 60-80°C, 1-2 h rühren

Ausstoß: AMT-Lösung ( $\text{WO}_3$  100-120 g/L)

Reaktion:  $12\text{H}_2\text{WO}_4 + 6\text{NH}_3 \rightarrow (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} + 10\text{H}_2\text{O}$

konzentrieren

Bedingungen: 80°C, Rotationsverdampfer, reduzierter Druck 0,08 MPa, konzentriert auf  $\text{WO}_3$  200-250 g/L

Ausgang: Konzentrierte AMT-Lösung

### **kristallisiert**

Bedingungen: Abkühlen auf 5-10 °C bei einer Geschwindigkeit von 0,2 °C/min und 12 Stunden halten

Ausgang: AMT-Nasskristalle

### **Nachbearbeitung**

Betrieb: Filtration (0,45 µm Membran), Trocknung (100°C, 4 Stunden)

Ausstoß: AMT-Fertigprodukt ( $\text{WO}_3$  90%-91%, NA <0,002%)

Wichtige Parameter:

Ausbeute: 85%-90% (basierend auf  $\text{WO}_3$ )

Flüssiger Abfall: Ammoniumstickstoff 3-5 g/L

Verunreinigungen: Na <0,002%, Fe <0,005%

### **B-3: Lösungsmittelextraktionsverfahren zur Herstellung von AMT**

Prozessübersicht: Unter Verwendung von Natriumwolframatlösung als Rohstoff wird Wolfram durch Extraktion organischer Lösungsmittel und dann durch Rückextraktion getrennt, um AMT zu erzeugen, das für die komplexe Wolframerzbehandlung mit hochreinem aber komplexem Prozess

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

geeignet ist. Beschreibung des Prozesses:

### Aufbereitung der Rohstoffe

Input: Natriumwolframatlösung ( $\text{WO}_3$  50-100 g/L, hergestellt aus minderwertiger Wolframgesteinslaugung)

Betrieb: Filtration (0,45  $\mu\text{m}$ ) zur Entfernung fester Verunreinigungen

### Säuerung

Input: Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 2 mol/L)

Bedingungen: pH eingestellt auf 2-3, Rühren 200 U/min, 25-40°C

Ausgang: Saure Wolframlösung

Extraktion mit Lösungsmitteln

Input: Extraktionsmittel (TBP 30% + Kerosin 70%)

Bedingungen: Extraktionsverhältnis O/A = 1:1-2:1, Rühren für 10-15 min, Teilen für 5-10 min

Ausstoß: wolframhaltige organische Phase ( $\text{WO}_3$  80-100 g/L)

Reaktion:  $\text{H}_2\text{WO}_4$  (wässrig)  $\rightarrow$   $\text{H}_2\text{WO}_4$  (organisch)

Anti-Extraktion

Input: Ammoniak (10%-15%)

Bedingungen: O/A = 1:1, pH-Wert eingestellt auf 5,5 $\pm$ 0,1, 15-20 min rühren

Ausgang: AMT wässrige Lösung ( $\text{WO}_3$  100-120 g/L)

Reaktion:  $\text{H}_2\text{WO}_4$  (organische Phase) +  $6\text{NH}_3 \rightarrow (\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}$  (wässrige Phase)

konzentrieren

Bedingungen: 80°C, unter reduziertem Druck (0,09 MPa) verdampfen, Konzentrat auf  $\text{WO}_3$  200-250 g/L

Ausgang: Konzentrierte AMT-Lösung

Kristallisation und Nachbearbeitung

Bedingungen: Abkühlen auf 5 °C, Geschwindigkeit 0,1-0,2 °C/min, Halten für 12-16 Stunden; Zentrifugation (5000 U/min, 10 min), Trocknen im Wäschetrockner (100°C, 4 h)

Ausgang: AMT-Fertigprodukt ( $\text{WO}_3$  91%-92%)

Wichtige Parameter:

Ausbeute: 90%-95% (basierend auf  $\text{WO}_3$ )

Flüssiger Abfall: Ammoniumstickstoff 2-4 g/L

Reinheit: Fe <0,002%, Mo <0,001%

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



### Anhang C: Standardarbeitsanweisungen (SOPs) für Prüfverfahren

Die Qualitätskontrolle von Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) erfordert standardisierte Prüfverfahren zur Bewertung seiner chemischen und physikalischen Eigenschaften. Dieser Anhang enthält SOPs für die Detektion des  $\text{WO}_3$ -Gehalts, des Verunreinigungsgehalts (Fe, Mo, Na) und der Partikelgrößenverteilung von AMT, um technische Unterstützung für Produktion und Forschung zu leisten.

#### 1: Nachweis des $\text{WO}_3$ -Gehalts (Titration)

Ziel: Bestimmung des Massenanteils von  $\text{WO}_3$  in AMT und Bewertung der Reinheit des Produkts.  
Prinzip: AMT zersetzt sich unter sauren Bedingungen, Wolfram fällt in Form von Wolframsäure aus, reduziert Wolfram ( $\text{W}^{6+} \rightarrow \text{W}^{5+}$ ) titriert mit Ammoniumeisensulfat und der  $\text{WO}_3$ -Gehalt wird berechnet. Instrumente & Reagenzien:

Instrumente: Analysenwaage (Genauigkeit 0,0001 g), Elektroofen, Messkolben (100 mL), Bürette (50 mL).

Reagenzien: Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 1:1 v/v), Phosphorsäure ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 85%), Ammoniumeisensulfat [ $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 0,1 mol/L], Natriumdiphenylidinsulfonat-Indikator (0,2%).

Schritte:

Wiegen Sie 0,5 g der AMT-Probe (auf 0,0001 g genau) und geben Sie sie in ein 250-ml-Becherglas. 20 mL deionisiertes Wasser und 10 mL 1:1  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hinzufügen, auf 80 °C erhitzen und rühren, bis es sich aufgelöst hat.

5 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$  hinzufügen, 5 Minuten kochen lassen und auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

In einen 100-ml-Messkolben umfüllen, das Volumen mit entionisiertem Wasser maßstabsgetreu auffüllen und gut schütteln.

Nehmen Sie 25 ml der Lösung in einen Erlenmeyerkolben und fügen Sie 2-3 Tropfen Natriumdiphenylaminsulfonat-Indikator hinzu.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Titrieren Sie mit 0,1 mol/L Ammoniumeisensulfatlösung, bis die Lösung von violett zu farblos als Endpunkt wechselt, und zeichnen Sie das Titrationsvolumen V (ml) auf.

Sicherheitsvorkehrungen:

Tragen Sie bei der Bedienung eine Schutzbrille und Handschuhe, um Säurespritzer zu vermeiden.

In einem Abzug erhitzen, um das Einatmen von Säurenebel zu verhindern.

Datenverarbeitung:

$$\text{WO}_3 \text{ 含量 (\%)} = (V \times N \times 0,2318 \times 100) / (m \times 0,25)$$

V: Titrationsvolumen (ml)

N: Konzentration von Ammoniumeisensulfat (mol/L)

0,2318: Molmassenumrechnungsfaktor von  $\text{WO}_3$  (g/mmol)

m: Masse der Probe (g)

Der Assay wurde 3 Mal gemittelt mit einer relativen Abweichung von <1 % wiederholt.

Referenznorm: GB/T 23366-2009 "Verfahren zur chemischen Analyse von Ammoniumwolframat".

## 2: Nachweis des Gehaltes an Verunreinigungen (Fe, Mo, Na) (ICP-AES)

Ziel: Bestimmung des Gehalts an Fe, Mo und Na in AMT und Bestimmung des Gehalts an Verunreinigungen. Prinzip: Nachdem die Probe in Säure gelöst wurde, wird die Emissionsintensität des Elements bei einer bestimmten Wellenlänge durch Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) bestimmt und die Konzentration im Vergleich zur Standardkurve berechnet. Instrumente & Reagenzien:

Instrumente: ICP-AES (z. B. PerkinElmer Optima 8300), Analysenwaage, Mikrowellenaufschlussgerät.

Reagenzien: Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ , hohe Reinheit), Salzsäure ( $\text{HCl}$ , hohe Reinheit), Fe-, Mo-, Na-Standardlösungen (1000  $\mu\text{g/mL}$ ), deionisiertes Wasser (Leitfähigkeit <1  $\mu\text{S/cm}$ ).

Schritte:

0,2 g der AMT-Probe (auf 0,0001 g genau) wiegen und in ein Mikrowellenaufschlussgefäß geben.

10 mL  $\text{HNO}_3$  und 2 mL  $\text{HCl}$  zugeben, verschließen und in einem Mikrowellenfermenter (180 °C, 30 min) verarbeiten.

Nach dem Abkühlen in einen 50-ml-Messkolben umfüllen, das Volumen mit deionisiertem Wasser auf den Maßstab bringen und gut schütteln.

Vorbereiten von Standardkurven: Lösungen der Serien 0, 1, 5, 10, 20  $\mu\text{g/ml}$  wurden mit Fe-, Mo- und Na-Standardlösungen hergestellt.

ICP-AES-Parameter einstellen:

Wellenlänge: Fe 238.204 nm, Mo 202.031 nm, Na 589.592 nm

HF-Leistung: 1300 W, Ar-Durchfluss: 15 L/min

Die Emissionsintensität der Probe und der Standardlösung wurde bestimmt und die Daten aufgezeichnet.

Sicherheitsvorkehrungen:

Achten Sie während des Mikrowellenaufschlusses auf eine dichte Abdichtung, um Hochdruckstrahlen zu vermeiden.

Tragen Sie beim Umgang mit Säuren Schutzausrüstung und vermeiden Sie den Kontakt mit der

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Haut.

Datenverarbeitung:

Berechnen Sie die Fe-, Mo- und Na-Konzentrationen C ( $\mu\text{g/ml}$ ) in der Probe basierend auf der Standardkurve.

Gehalt an Verunreinigungen (%) =  $(C \times 50) / (m \times 10^6)$

C: Gemessene Konzentration ( $\mu\text{g/ml}$ )

m: Masse der Probe (g)

Wiederholen Sie die Messung 3 Mal und nehmen Sie den Durchschnittswert. Die Nachweisgrenze beträgt: Fe 0,001%, Mo 0,0005%, Na 0,001%.

Referenznorm: ASTM E1479-16 "ICP-AES Analysis Method".

### 3: Detektion der Partikelgrößenverteilung (Laser-Partikelgrößenanalyse)

Ziel: Bestimmung der Partikelgrößenverteilung von AMT-Pulver und Bewertung der Partikelgleichmäßigkeit des Produkts. Prinzip: Die Partikelgrößenverteilung wird nach der Mie-Streutheorie berechnet, indem die vom Laser an den Partikeln gestreute Lichtintensitätsverteilung verwendet wird. Instrumente & Reagenzien:

Instrumente: Laser-Partikelgrößenanalysator (z. B. Malvern Mastersizer 3000), Ultraschall-Dispergierer.

Reagenzien: deionisiertes Wasser (Dispersionsmedium), Ethanol (zur Reinigung).

Schritte:

Wiegen Sie 0,1-0,2 g der AMT-Probe und geben Sie sie zu 50 ml deionisiertem Wasser.

Die Verarbeitung in einem Ultraschalldispergierer (40 kHz, 100 W, 5 min) sorgt für eine gleichmäßige Dispergierung der Partikel.

Fügen Sie die Dispersion zur Instrumentenzelle hinzu und stellen Sie die Schattierung auf 10 % bis 20 % ein.

Stellen Sie die Geräteparameter ein:

Brechungsindex: 1,52 (AMT)

Dispersionsmedium: Wasser (Brechungsindex 1,33)

Messbereich: 0,01-1000  $\mu\text{m}$

Starten Sie die Messung und zeichnen Sie die D10-, D50- und D90-Werte auf (d. h. 10 %, 50 %, 90 % der Partikel sind jeweils kleiner als diese Partikelgröße).

Sicherheitsvorkehrungen:

Tragen Sie beim Betrieb von Ultraschall Ohrstöpsel, um Lärmschäden zu vermeiden.

Stellen Sie sicher, dass die Zelle sauber ist, und vermeiden Sie Kreuzkontaminationen.

Datenverarbeitung:

Partikelgrößenverteilung: Bericht D10, D50, D90 ( $\mu\text{m}$ ), z.B. D50  $\approx$  3-5  $\mu\text{m}$ .

Gleichmäßigkeit: Berechnen Sie  $\text{span} = (D90 - D10) / D50$ , wobei kleinere Werte eine gleichmäßigere Verteilung anzeigen.

Der Assay wurde 3 Mal wiederholt, gemittelt mit einer relativen Abweichung von  $<5\%$ .

Referenznorm: ISO 13320:2020 Bestimmung der Partikelgrößenverteilung durch Laserbeugung.

illustrieren

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Struktur: Jede SOP enthält Zweck, Begründung, Instrumentenreagenzien, Verfahren, Sicherheitsüberlegungen und Datenverarbeitung, die die wichtigsten AMT-Testpunkte abdecken.

Daten:

WO<sub>3</sub>-Gehalt: 89%-91% für industrielle >Produkte, 91% für hochreine Produkte.

Verunreinigungen: Fe <0,002%, Mo <0,001%, Na <0,002% (hohe Reinheitsanforderung).

Partikelgröße: D50 2-10 µm (industrieller typischer Wert).

Anwendbarkeit: Die Methode eignet sich für die Qualitätskontrolle im Labor und in der Industrie und entspricht internationalen Standards.

Quelle: Siehe GB/T, ASTM, ISO-Normen und Handbook of Analytical Chemistry.



### **Anhang: In- und ausländische Normenliteratur (YS/T, ISO, ASTM, etc.).**

Die Liste der in- und ausländischen Normungsliteratur zu Ammoniummetawolframat (AMT) umfasst chinesische Industriestandards (YS/T), die International Organization for Standardization (ISO), die American Society for Testing and Materials (ASTM) usw. Diese Normen befassen sich mit den Qualitätsanforderungen, Prüfmethoden und verwandten Anwendungen von AMT, basierend auf öffentlich zugänglichen Informationen (z. B. nationale Normendatenbanken, offizielle ISO- und ASTM-Websites) und industriellen Praktiken ab dem 26. März 2025. Da einige Normen möglicherweise nicht direkt auf AMT abzielen, sondern auf dessen Rohstoffe, Produktionsprozesse oder nachgelagerte Produkte (z. B. Wolframverbindungen, Wolframpulver), unterscheiden wir als Referenz zwischen direkt und indirekt verwandten Normen.

### **1. Inländische Normen für Ammoniummetawolframat (China, YS/T usw.)**

**Norm-Nr.: YS/T 535-2006**

Herausgegeben von: Nationale Entwicklungs- und Reformkommission der Volksrepublik China

Erscheinungsdatum: 2006-12-25

Bewilligungsdatum: 01.06.2007

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



Zusammenfassung: Legt die technischen Anforderungen, Prüfmethode, Prüfregeln und Verpackungszeichen des AMT fest. Für die industrielle Produktion sind ein  $\text{WO}_3$ -Gehalt von  $\geq 88,0\%$  und Verunreinigungsgrenzwerte (z. B.  $\text{Fe} \leq 0,005\%$ ,  $\text{Mo} \leq 0,01\%$ ) erforderlich.

Schlüsselwörter: AMT, Qualitätsanforderungen, Prüfmethode

### **GB/T 26035-2010**

Herausgegeben von: Normungsverwaltung der Volksrepublik China

Erscheinungsdatum: 2010-12-23

Datum der Umsetzung: 01.06.2011

Zusammenfassung: Es werden chemische Analysemethoden für  $\text{WO}_3$ -Gehalt und Verunreinigungen (Fe, Mo, Na usw.) in AMT und Ammoniumwolframat bereitgestellt, einschließlich Titration, ICP-AES und AAS, mit Nachweisgrenzen von  $0,001\%$  bis  $0,005\%$ .

Schlüsselwörter: chemische Analytik,  $\text{WO}_3$ , Störstoffdetektion

### **YS/T 572-2007 Wolframsäure**

Herausgegeben von: Nationale Entwicklungs- und Reformkommission der Volksrepublik China

Veröffentlichungsdatum: 2007-03-07

Umsetzungsdatum: 2007-09-01

Zusammenfassung: Es werden die Qualitätsanforderungen an Wolframsäure ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ) festgelegt, die ein gängiger Rohstoff für die AMT-Aufbereitung ist und indirekt die Reinheit von AMT beeinflusst.  $\text{WO}_3$ -Gehalt  $\geq 88,0\%$ , Verunreinigung  $\text{Fe} \leq 0,005\%$ .

Schlüsselwörter: Wolframsäure, AMT-Rohstoffe, Qualitätskontrolle

Norm-Nr.: GB/T 8978-1996

Titel: Normen für die Einleitung von industriellem Abwasser

Herausgegeben von: Normungsverwaltung der Volksrepublik China

Erscheinungsdatum: 1996-10-03

Umsetzungsdatum: 1997-01-01

Zusammenfassung: Betrifft die Anforderungen an die Ableitung von flüssigen Abfällen aus der AMT-Produktion und den Ammoniakstickstoffgrenzwert von  $< 15\text{ mg/l}$  im Zusammenhang mit der Gestaltung umweltfreundlicher Prozesse.

Schlagworte: Ableitung von Abfallflüssigkeiten, Ammoniakstickstoff, Umweltschutz

## **2. Internationale Norm für Ammoniummetawolframat (ISO)**

### **ISO 6892-1:2019 Zugversuche an metallischen Werkstoffen – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur**

Herausgegeben von: Internationale Organisation für Normung (ISO)

Erscheinungsdatum: 2019-11

Zusammenfassung: Bietet ein Prüfverfahren für die Zugeigenschaften von metallischen Werkstoffen für die Leistungsbewertung von AMT-abgeleiteten Wolframmetallprodukten, wie z. B. Wolframpulvertargets. Nicht direkt auf AMT ausgerichtet, aber indirekt damit verbunden.

Schlüsselwörter: Zugversuch, Wolframprodukte, Leistungstest

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### **ISO 9276-6:2008 Partikelcharakterisierung – Teil 6: Beschreibende und quantitative Darstellung der Partikelform und -morphologie**

Herausgegeben von: Internationale Organisation für Normung (ISO)

Erscheinungsdatum: 2008-09

Zusammenfassung: Standardisierte Terminologie und Messmethoden zur Definition der Partikelmorphologie für die Partikelgrößenverteilungsanalyse von AMT-Pulvern ( $D_{50} \approx 2-10 \mu\text{m}$ ).

Schlüsselwörter: Partikelmorphologie, Partikelgrößenverteilung, AMT-Pulver

### **ISO 9277:2022 Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Gassorption**

Herausgegeben von: Internationale Organisation für Normung (ISO)

Erscheinungsdatum: 2022-11

Zusammenfassung: Für AMT-Pulver ( $1-5 \text{ m}^2/\text{g}$ ) und derivatisierte  $\text{WO}_3$ -Materialien ( $10-20 \text{ m}^2/\text{g}$ ) steht ein Standard für die Bestimmung der spezifischen Oberfläche nach der BET-Methode zur Verfügung.

Schlüsselwörter: Spezifische Oberfläche, BET, AMT-Pulver

### **ISO/ASTM 52900:2021 Additive Fertigung - Allgemeine Grundsätze - Terminologie**

Herausgegeben von: ISO und ASTM gemeinsam herausgegeben

Erscheinungsdatum: 2021-12

Zusammenfassung: Definiert Begriffe im Zusammenhang mit der additiven Fertigung, die sich auf die Verwendung von AMT als Vorläufermaterial im 3D-Druck beziehen, und schreibt nicht direkt AMT-Qualitätsstandards vor.

Schlüsselwörter: Additive Fertigung, Terminologie, AMT-Anwendungen

## **3. Internationaler Ammoniummetawolframat-Standard (ASTM)**

### **ASTM F3049-14 (2021) Standardleitfaden für die Charakterisierung von Metallpulvern für die additive Fertigung**

Herausgegeben von: American Society for Testing and Materials (ASTM)

Erscheinungsdatum: 2014 (überarbeitet 2021)

Zusammenfassung: Enthält einen Leitfaden zur Charakterisierung von Metallpulvern (einschließlich Wolframpulver) für Wolframpulver, die durch AMT-Pyrolysereduktion hergestellt wurden, einschließlich Partikelgröße, Morphologie und spezifischer Oberfläche.

Schlüsselwörter: Metallpulver, AMT-Ableitung, Charakterisierungsprüfung

### **ASTM B922-20 Standardprüfverfahren zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Metallpulvern durch Gasadsorptionsmethode**

Herausgegeben von: American Society for Testing and Materials (ASTM)

Erscheinungsdatum: 2020-05

Zusammenfassung: Spezifiziert das Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Metallpulvern nach der BET-Methode, die für die Qualitätskontrolle von AMT-Pulvern ( $1-5 \text{ m}^2/\text{g}$ )

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

geeignet ist.

Schlüsselwörter: spezifische Oberfläche, AMT, Gasadsorption

#### **ASTM E1479-16 Standardpraxis für die Analyse von Materialien durch Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma**

Herausgegeben von: American Society for Testing and Materials (ASTM)

Erscheinungsdatum: 2016-09

Zusammenfassung: Die ICP-AES-Analysemethode steht für den Nachweis von Verunreinigungen (Fe, Mo, Na) in AMT mit Nachweisgrenzen von 0,001%-0,005% zur Verfügung.

Schlüsselwörter: ICP-AES, Verunreinigungsanalyse, AMT

#### **4. Sonstige Normen, die sich auf Ammoniummetawolframat beziehen**

##### **JIS H 1403:1992 Chemisches Analyseverfahren für Wolframpulver und Wolframsäure**

Herausgegeben von: Japan Industrial Standards Institute (JIS)

Erscheinungsdatum: 1992

Zusammenfassung: Bietet Analysemethoden für Wolframpulver und Wolframsäure, die indirekt für den  $WO_3$ -Gehalt und die Verunreinigungsdetektion von AMT geeignet sind.

Schlüsselwörter: Wolframsäure, chemische Analytik, AMT

Direkt verwandte Normen:

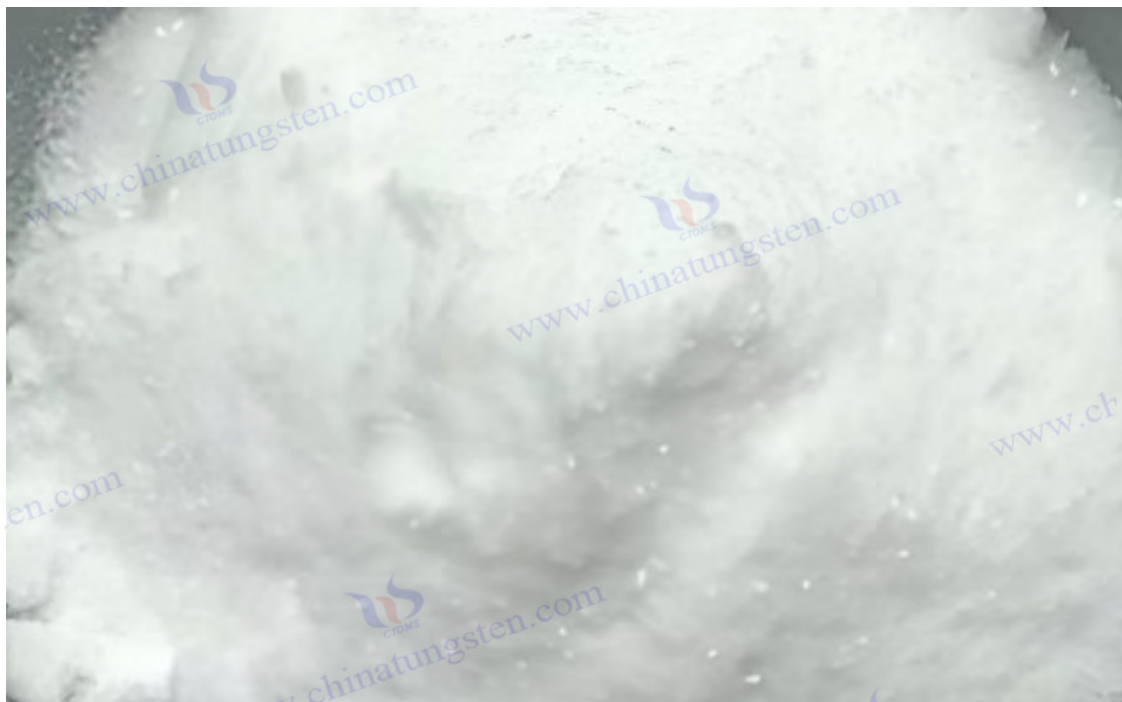
Inland: YS/T 535-2006 ist der direkte Qualitätsstandard von AMT, und GB/T 26035-2010 ist der Standard für Testmethoden.

International: Es wurden keine ISO- oder ASTM-Normen gefunden, die sich direkt mit der chemischen Zusammensetzung oder Zubereitung von AMT befassen und meist indirekt damit zusammenhängen (z. B. Pulvereigenschaften, Analysemethoden).

Indirekt verwandte Kriterien:

Es geht um AMT-Rohstoffe (z. B. Wolframsäure YS/T 572-2007), nachgelagerte Produkte (z. B. Wolframpulver ASTM F3049), Prüftechnik (z. B. ICP-AES, ASTM E1479) und Umweltschutzanforderungen (z. B. GB/T 8978).

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



## Sicherheitsdatenblätter (MSDS) Ammoniummetawolframat

### 1. Identifizierung von Chemikalien und Unternehmen

Chemischer Name: Ammoniummetawolframhydrat

Chemische Formel:  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$  (n = 3-6, Anzahl des kristallinen Wassers)

CAS-Registrierungsnummer: 12028-48-7 (wasserfrei) / 12333-11-8 (Hydrat)

EINECS No.: 234-733-4

Molekulargewicht: 2956,30 g/mol (wasserfrei) / 3010,35-3100,47 g/mol (wasserhaltig)

Hersteller: Chinatungsten Intelligent Manufacturing (Xiamen) Technology Co., Ltd

Adresse: 3. Stock, Nr. 25 Erwanghai Road, Software Park, Stadt Xiamen, Provinz Fujian, China, 361008

Notrufnummer: Tel: +86-592-5129595 / Mobil: +86-18750234579

E-Mail: [info@ctia.group](mailto:info@ctia.group)

Verwendung: Industrielle Rohstoffe für die Herstellung von Wolframkatalysatoren, Wolframpulver, Nanomaterialien, etc.

### 2. Überblick über die Gefahren

GHS-Einstufung (gemäß 29 CFR 1910 und EU-Verordnung (EG) Nr. 1272/2008):

Akute Toxizität (oral), Kategorie 4 (H302)

Schwere Augenverletzung, Kategorie 1 (H318)

Chronische aquatische Toxizität, Kategorie 3 (H412)

#### Gefahrenzeichen:

⚠️ 警告 (Warning)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

☉ 腐蚀(Korrosion)

**Gefahrenhinweis:**

H302: Gesundheitsschädlich zu verschlucken.

H318: Verursacht schwere Augenschäden.

H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit Langzeitwirkungen.

Sicherheitshinweis:

P264: Die Haut nach dem Eingriff gründlich waschen.

P270: Während des Gebrauchs nicht essen, trinken oder rauchen.

P280: Schutzhandschuhe/-kittel/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P305+P351+P338: Bei Kontakt mit den Augen einige Minuten lang langsam mit Wasser spülen, Kontaktlinsen entfernen und weiter spülen.

P501: Inhalt/Behälter gemäß den örtlichen Vorschriften an den dafür vorgesehenen Sammelstellen entsorgen.

---

**3. Zusammensetzung/Informationen zur Zusammensetzung**

Chemischer Name: Ammoniummetawolframhydrat

Reinheit:  $\geq 99\%$  (CTIA GROUP LTD Industriestandard),  $WO_3$ -Gehalt 88%-91%.

Verunreinigung:

Fe:  $\leq 0,005\%$

Mo:  $0,01\% \leq$

Am:  $0,02\% \leq$

Andere Spurenelemente (Ca, Si usw.) variieren je nach Charge

Aggregatzustand: Weißes oder gelbliches kristallines Pulver, geruchlos.

---

**4. Erste-Hilfe-Maßnahmen**

Inhalieren:

Bringen Sie den Patienten an einen beatmeten Ort und ruhen Sie sich weiter aus.

Wenn Sie Atembeschwerden haben, Sauerstoff geben oder künstlich beatmet werden, rufen Sie sofort die Notrufnummer der CTIA GROUP LTD unter +86-592-5129595 oder +86-18750234579 an oder wenden Sie sich an die örtliche Notrufzentrale.

Haut-zu-Haut-Kontakt:

Kontaminierte Kleidung sofort ausziehen und mindestens 15 Minuten lang mit viel fließendem Wasser ausspülen.

Bei Reizungen einen Arzt aufsuchen.

Blickkontakt:

Heben Sie die Augenlider sofort an und spülen Sie sie mindestens 15 Minuten lang mit fließendem Wasser oder Kochsalzlösung aus.

Suchen Sie so schnell wie möglich einen Arzt auf, da es zu schweren Augenschäden kommen kann.

Aufnahme:

Führen Sie kein Erbrechen ein und spülen Sie Ihren Mund sofort mit Wasser aus.

Geben Sie dem Patienten Wasser zum Verdünnen und suchen Sie umgehend einen Arzt auf.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Erste-Hilfe-Beratung: Symptomatische Behandlung, informieren Sie das medizinische Personal, dass der Patient Ammoniummetawolframat ausgesetzt war, das von CTIA GROUP LTD hergestellt wurde

---

## 5. Brandschutzmaßnahmen

Methode der Feuerlöschung:

Verwenden Sie Trockenpulver, Kohlendioxid oder Schaumlöschmittel.

Es ist verboten, es direkt mit Wasser zu löschen, da giftige Gase entstehen können.

Besondere Gefahren:

Durch thermische Zersetzung entstehen Ammoniak (NH<sub>3</sub>), Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) und Stickoxide (NO<sub>x</sub>), die reizend und giftig sind.

Schutz von Feuerwehrleuten: Tragen Sie ein umluftunabhängiges Atemschutzgerät und Ganzkörperschutzkleidung, um eine Rauchvergiftung zu vermeiden.

---

## 6. Notfallbehandlung von Leckagen

Persönlicher Schutz:

Tragen Sie Schutzkleidung, Staubmasken und Schutzbrille, um das Einatmen von Staub oder den Kontakt mit der Haut zu vermeiden.

Umweltmaßnahmen:

Verhindern Sie, dass Leckagen in Abwasserkanäle oder Gewässer gelangen, um eine Verschmutzung der Umwelt zu vermeiden.

Reinigungsmethode:

Kleine Lecks: Mit Werkzeugen in einem luftdichten Behälter auffangen, um Staub zu vermeiden.

Bulk-Leckage: Isolieren Sie den Bereich, bedecken Sie ihn mit Sand und sammeln Sie ihn, wenden Sie sich zur Entsorgung an CTIA GROUP LTD (+86-592-5129595 oder +86-18750234579) oder örtliche Umweltschutzbehörden.

Vorsichtsmaßnahmen: Arbeiten Sie unter gut belüfteten Bedingungen, um sicherzustellen, dass keine offenen Flammen oder Funken vorhanden sind.

---

## 7. Handhabung und Lagerung

Vorsichtsmaßnahmen:

Arbeiten Sie in einem Abzug oder an einem gut belüfteten Ort, um Staubbildung zu vermeiden.

Verwenden Sie funkenfreie Werkzeuge, um Brände durch elektrostatische Funken zu vermeiden.

Tragen Sie Schutzhandschuhe, Schutzbrillen und Schutzkleidung, um den Kontakt mit Haut und Augen zu vermeiden.

Lagerbedingungen:

Bewahren Sie es in einem versiegelten Plastikeimer oder -beutel auf, der von CTIA GROUP LTD zur Verfügung gestellt wird, und stellen Sie ihn an einen kühlen, trockenen und belüfteten Ort.

Von Lebensmitteln, starken Säuren, Oxidationsmitteln und Wärmequellen fernhalten.

Lagertemperatur: <30°C, Luftfeuchtigkeit: <60% (aufgrund der Hygroskopizität).

---

## 8. Expositionsbegrenzung und persönlicher Schutz

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Expositionsgrenzwerte:

Der spezifische Arbeitsplatzgrenzwert (OEL) von AMT ist nicht aufgeführt, und CTIA GROUP LTD empfiehlt, sich auf den Grenzwert für Wolframverbindungen zu beziehen:

ACGIH TLV(WO<sub>3</sub>): 5 mg/m<sup>3</sup>(8 小时 TWA)。

OSHA PEL(WO<sub>3</sub>): 5 mg/m<sup>3</sup>(8 小时 TWA)。

Technische Kontrolle: Verwenden Sie lokale Absauganlagen, um sicherzustellen, dass der Arbeitsplatz belüftet ist.

Persönliche Schutzausrüstung:

Atemschutz: Tragen Sie eine NIOSH-zertifizierte Staubmaske oder Atemschutzmaske, wenn die Staubkonzentration überschritten wird.

Handschutz: Chemisch beständige Handschuhe (z.B. Nitril).

Augenschutz: Versiegelte Schutzbrille (nach EN 166 oder NIOSH).

Körperschutz: Staubsicherer Overall, tragen Sie bei Bedarf vollständige Schutzkleidung.

---

## 9. Physikalisch-chemische Eigenschaften

Aussehen: Weißes oder gelbliches kristallines Pulver

Geruch: Geruchlos

Schmelzpunkt: Es gibt keinen bestimmten Schmelzpunkt und es beginnt sich bei etwa 100 °C zu zersetzen

Zersetzungstemperatur:

100-120°C (Verlust von Kristallwasser)

250-300°C (Freisetzung von NH<sub>3</sub> und H<sub>2</sub>O)

600-700°C (vollständig auf WO<sub>3</sub> umgestellt)

Dichte: 3,8-4,2 g/cm<sup>3</sup> (Klopfichte)

Löslichkeit:

Wasser: >1000 g/L (20°C, sehr löslich)

Ethanol, Aceton: <0,1 g/L (nahezu unlöslich)

pH-Wert: 4,5-5,5 (10%ige wässrige Lösung, schwach sauer)

Spezifische Oberfläche: 1-5 m<sup>2</sup>/g (CTIA GROUP LTD Industrieprodukte, BET-Methode)

---

## 10. Stabilität und Reaktionsfähigkeit

Stabilität: Stabil unter den empfohlenen Lagerbedingungen von CTIA GROUP LTD

Vermeiden Sie Bedingungen: Hohe Temperatur (>100°C), Feuchtigkeit, helles Licht.

Unverträgliche Substanzen: starke Säuren (zersetzt sich zu Wolframsäure), starke Oxidationsmittel (können reagieren und exotherm sein).

Gefährliche Zersetzungsprodukte: Ammoniak (NH<sub>3</sub>), Wolframoxid (WO<sub>3</sub>), Stickoxide (NO<sub>x</sub>).

---

## 11. Toxikologische Informationen

Akute Toxizität:

LD50 oral (Ratten): ca. 2000 mg/kg (geringe Toxizität, basierend auf Daten zu ähnlichen Wolframverbindungen).

Inhalation LC50: Daten liegen nicht vor, Staubabsaugung wird empfohlen.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Hautreizungen: Nicht signifikant reizend, kann aber bei längerer Exposition leichte Beschwerden verursachen.

Augenreizung: Starke Reizung, die dauerhafte Schäden verursachen kann.

Chronische Wirkungen: Bei langfristiger Inhalation können die Atemwege beeinträchtigt werden und Wolframverbindungen können sich in der Lunge ansammeln.

Karzinogenität: Nicht von IARC oder NTP als krebserregend eingestuft.

---

## 12. Ökologische Informationen

Ökotoxizität:

WO<sub>3</sub> ist schädlich für Wasserorganismen (H412) und kann sich in der Umwelt anreichern.

Spezifische LC50-Daten liegen nicht vor, und es wird empfohlen, die Einleitung in Gewässer zu vermeiden.

Persistenz und Abbaubarkeit: Wolframverbindungen sind nicht biologisch abbaubar und umweltstabil.

Bioakkumulation: Geringe Bioakkumulation, aber Langzeiteffekte sind besorgniserregend.

---

## 13. Entsorgung

Lösung:

Es wird verbrannt (Rauchgaswäsche) oder von einer qualifizierten Einrichtung zur Behandlung chemischer Abfälle vernichtet, die von der CTIA GROUP LTD benannt wurde

Nicht in die Kanalisation oder in die natürliche Umgebung kippen.

Handhabung von Verpackungen:

Es wird nach drei Spülgängen recycelt oder durchstochen und auf einer Mülldeponie entsorgt.

Vorschriften: Halten Sie sich an das Gesetz der Volksrepublik China zur Vermeidung und Kontrolle der Verschmutzung fester Abfälle und die lokalen Abfallwirtschaftsvorschriften.

---

## 14. Versandinformationen

Nummer der Vereinten Nationen (UN): Nicht eindeutig als Gefahrgut eingestuft, siehe UN 2859 (Überprüfung erforderlich).

Versandname: Ammoniummetawolframat

Gefahrenkategorie: Nicht brennbar, nicht explosiv, aber ätzend (Auge).

Verpackungsanforderungen: CTIA GROUP LTD stellt versiegelte Plastiktüten oder -fässer zur Verfügung, um Bruch und Feuchtigkeit zu vermeiden.

Versand Achtung: Vermeiden Sie das Mischen mit Lebensmitteln, Säuren oder Oxidationsmitteln.

---

## 15. Regulatorische Informationen

China:

Enthalten im Katalog der gefährlichen Chemikalien (Ausgabe 2015).

Es erfüllt die Qualitätsanforderungen des Testverfahrens YS/T 535-2006 "Ammoniummetawolframat" und GB/T 26035-2010.

USA:

TSCA-Liste (Toxic Substances Control Act): Gelistet.

---

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



OSHA-Vorschriften: Siehe Grenzwerte für Wolframverbindungen.

Europäische Union:

REACH-registriert: Registriert (EG 234-733-4).

Die Abwassereinleitung erfolgt gemäß der EU-Wasserrahmenrichtlinie.

International: Die GHS-Klassifizierung entspricht den Standards der Vereinten Nationen.

## 16. Sonstige Informationen

Datum der Erstellung: 26. März 2025

Versionshinweise: Aktualisiert von CTIA GROUP LTD auf der Grundlage der neuesten GHS- und Produktionsdaten.

Betriebsmittel:

Interner Prüfbericht der CTIA GROUP LTD

ChemicalBook SDS(CAS 12028-48-7)。

OSHA- und EU-CLP-Verordnungen.

### Verzichtserklärung

Dieses Sicherheitsdatenblatt wird von CTIA GROUP LTD nur als Referenz zur Verfügung gestellt und garantiert nicht seine Anwendbarkeit unter bestimmten Bedingungen, und die Benutzer müssen die Risiken entsprechend der tatsächlichen Situation bewerten.



### Index: Index der Keywords und Begriffe von Ammoniummetawolframat

Im Folgenden finden Sie einen erweiterten Index von Schlüsselwörtern und Begriffen aus Ammoniummetawolframat (AMT), der in tabellarischer Form dargestellt wird. Den Bereichen Chemikalien, Prozesse, Anwendungen und Tests im Zusammenhang mit AMT wurden weitere

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Begriffe hinzugefügt, um eine umfassende Abdeckung der Eigenschaften, Produktions- und Anwendungsszenarien zu gewährleisten. Die Tabelle ist alphabetisch geordnet und enthält Begriffe und deren Definitionen sowohl in englischer als auch in chinesischer Sprache.

### Ammoniummetawolframat Schlüsselwörter und Terminologieindex

Schlüsselwörter / Begriffe	Chinesisch	Definition
Säuerung	Säuerung	Ein Prozessschritt zur Erzeugung von AMT durch Einstellen des pH-Werts der Ammoniumwolframatlösung auf 5,5±0,1 mit einer Säure (z. B. HCl).
BÜRO	Ammoniummetawolframat	Ammonium Metatungstate 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。
Ammoniak-Auflösung	Ammoniak löst sich	Der Verfahrensschritt zur Herstellung von AMT durch Auflösen von Wolframsäure in Ammoniak wird üblicherweise bei der Ansäuerung bei 80°C für 1-2 Stunden verwendet.
Ammoniak-Stickstoff	Ammoniak-Stickstoff	Ammoniakgehalt in AMT-Produktionsabwässern, Umweltbelange, typische Werte von 2-10 g/L.
Atomabsorptionsspektroskopie	Atomabsorptionsspektrometrie	Ein analytisches Verfahren zur Bestimmung von Spurenmetallverunreinigungen (z. B. Na, Fe) in AMT mit Nachweisgrenzen von 0,001 % bis 0,01 %.
BET-Methode	BET-Methode	Standardmethode zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche von AMT mittels Gasadsorptionsmethode, 1-5 m <sup>2</sup> /g für Industrieprodukte und 10-20 m <sup>2</sup> /g für die Nanoskala.
Biomedizinische Anwendungen	Biomedizinische Anwendungen	Verwendung von AMT-Derivaten (z. B. WO <sub>3</sub> -Nanopartikel) in der photothermischen Therapie (42 %-45 % Effizienz) und bei der Verabreichung von Arzneimitteln.
Verkalkung	Verkalkung	Ein Prozess, bei dem AMT bei hohen Temperaturen (500-700 °C) für die Herstellung von Wolframpulver oder Katalysatoren zersetzt und in WO <sub>3</sub> umgewandelt wird.
Katalysator	Katalysator	AMT wird als Vorläufer zur Aufbereitung von WO <sub>3</sub> oder Wolframbronze für die Photokatalyse (Wasserstoffproduktionsrate 0,5-1 mmol/h·g) oder Brennstoffzellen verwendet.
Zentrifugation	Zentrifugal	Verfahren zur Trennung von Feststoffen und Flüssigkeiten nach der AMT-Kristallisation, typischerweise 5000 U/min, 10 Minuten.
Chemische Stabilität	Chemische Stabilität	AMT ist unter schwach sauren Bedingungen (pH 4,5-5,5) stabil und zersetzt sich unter starken Säuren (pH <2) oder starken Basen (pH >8).
Konzentration	konzentrieren	Die AMT-Lösung wird durch reduzierte Druckverdampfung für die anschließende Kristallisation auf WO <sub>3</sub> 200-250 g/L konzentriert.
Kristallisation	kristallisiert	Der Prozess, bei dem die AMT-Lösung abgekühlt wird, um Kristalle zu bilden, typischerweise 5-10 °C, 12-16 Stunden.
Zersetzungstemperatur	Zersetzungstemperatur	AMT 热分解温度 100-120°C 失去结晶水,250-300°C 释放 NH <sub>3</sub> ,600-700°C 转为 WO <sub>3</sub> 。
Dichte	Dichte	Die Abstichdichte von AMT, typischerweise 3,8-4,2 g/cm <sup>3</sup> , variiert mit der Partikelgröße.
Trocknung	Trocknung	AMT-Nasskristalltrocknungsverfahren, typische Bedingungen 100°C, 4-6 Stunden, gewährleistet Feuchtigkeit <0,5%.
Elektrochemische Eigenschaft	Elektrochemische Eigenschaften	Elektrochemische Eigenschaften von AMT-abgeleitetem WO <sub>3</sub> , wie z. B. Zellzyklusstabilität (>1000 Zyklen) oder Leitfähigkeit (10 <sup>-4</sup> S/cm).
Energiespeicherung	Energiespeicherung	AMT-abgeleitetes WO <sub>3</sub> wird in Lithium-/Natriumbatterien (600-750 mAh/g) oder Superkondensatoren (spezifische Kapazität 250-350 F/g) verwendet.

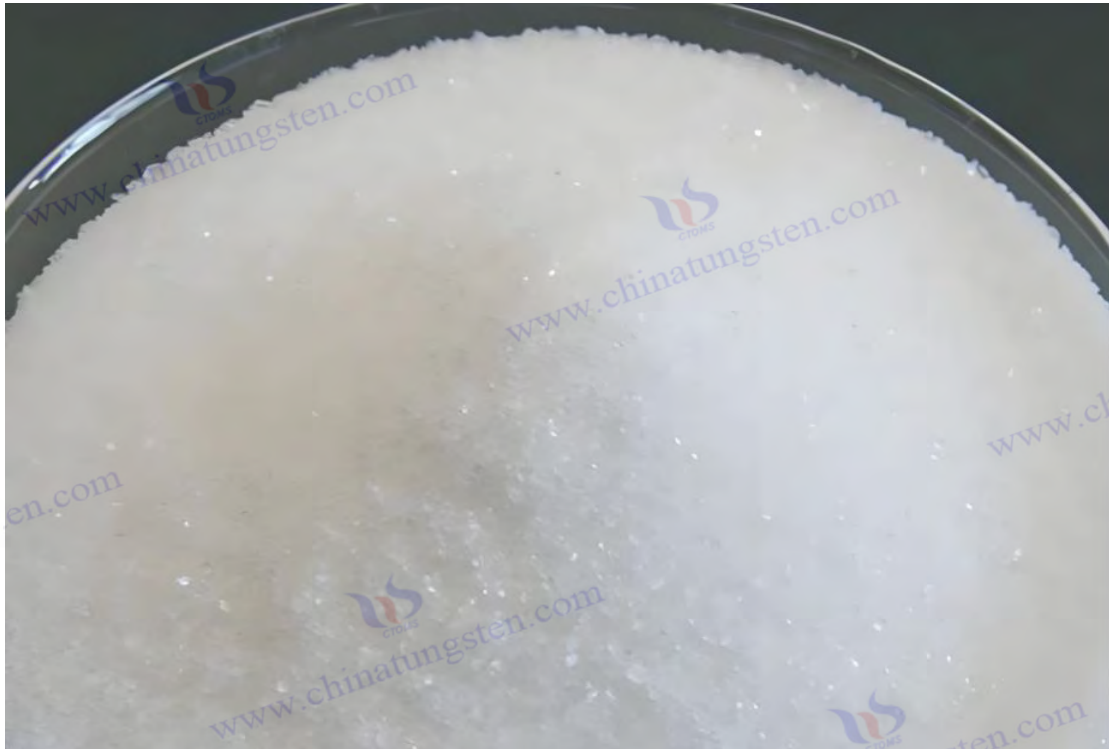
#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Umweltbehandlung	Umweltpolitik	AMT-abgeleitetes WO <sub>3</sub> wird für den photokatalytischen Abbau von Schadstoffen (85%-95% Entfernung) oder Gassensoren (NO <sub>2</sub> -Detektion 5-50 ppb) verwendet.
Filtrierung	Filtrierung	Ein Schritt in der AMT-Produktion, um Verunreinigungen zu entfernen oder Kristalle zu trennen, wie z. B. das Filtrieren einer Lösung mit einer 0,45-µm-Membran.
FTIR-Spektroskopie	Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie	Analysieren Sie die charakteristischen Peaks der W-O- und N-H-Bindungen im AMT (z. B. 950 cm <sup>-1</sup> , 3200 cm <sup>-1</sup> ), um die Struktur zu bestätigen.
Grüner Prozess	Grüner Prozess	AMT stellt umweltfreundliche Technologien wie Mikrowellensynthese (Ausbeute >92 %) oder Biolaugung (Rückgewinnung >90 %) her.
Wärmekapazität	Spezifische Wärmekapazität	Spezifische Wärmekapazität von AMT, typisch 0,25-0,30 J/(g·K), die mit dem Wassergehalt variiert.
Reduzierung von Wasserstoff	Reduzierung von Wasserstoff	Der Prozess der Reduktion von AMT zu Wolframpulver in einer H <sub>2</sub> -Atmosphäre (600-800 °C) hat eine Reinheit von > 99,9 %.
Hygroskopizität	Hygroskopizität	AMT absorbiert Wasser bei einer Luftfeuchtigkeit von 50%-80% und muss dicht verschlossen gelagert werden.
ICP-AES	Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma	Ein analytisches Verfahren zur Bestimmung von Verunreinigungen (z. B. Fe, Mo, Na) in AMT mit Nachweisgrenzen von 0,001 % bis 0,005 %.
Gehalt an Verunreinigungen	Gehalt an Verunreinigungen	Der Gehalt an Spurenelementen in AMT, wie z. B. Fe ≤ 0,005 %, Mo ≤ 0,01 %, Na ≤ 0,02 %, beeinflusst die Produktqualität.
Ionenaustausch	Ionenaustausch	Verfahren zur Herstellung von AMT aus Natriumwolframat mit Kationenaustauscherharz, geeignet für hochreine Produkte (Na < 0,002%).
Keggin-Struktur	Keggin-Struktur	Die Art der molekularen Struktur von AMT, 12 Wolfram-Oktaeder um das Zentrum, Gitterparameter a ≈ 12,295 Å.
Laser-Partikelgrößenanalyse	Laser-Partikelgrößenanalyse	Die Partikelgrößenverteilung des AMT-Pulvers wurde durch Laserstreuung bestimmt, typisch D50 ≈ 2-10 µm.
Auslaugen	Auslaugen	Der Prozess der Extraktion von Wolfram aus Wolframerz zur Herstellung von AMT-Vorläufern, wie z. B. die Laugung von WO <sub>3</sub> mit NaOH (Ausbeute von 85 % bis 95 %).
Mikrowellen-Synthese	Mikrowellen-Synthese	AMT wurde durch Mikrowellenerwärmung (2450 MHz, 800-1200 W) für 10-20 Minuten mit einer Ausbeute von 92%-95% hergestellt.
Feuchtigkeitsgehalt	Feuchtigkeitsgehalt	Die Restfeuchte in AMT, die bei Industrieprodukten <0,5 % betragen muss, beeinflusst die Lagerstabilität.
Nanopartikel	Nanopartikel	AMT-abgeleitete WO <sub>3</sub> -Nanopartikel mit einer Größe von 10-30 nm für den Einsatz in Sensoren oder Batterien.
Verteilung der Partikelgröße	Verteilung der Partikelgröße	Der Partikelgrößenbereich von AMT-Pulver, D10, D50, D90 bedeutet, dass 10 %, 50 %, 90 % Partikel kleiner sind als diese Partikelgröße.
pH-Kontrolle	pH-Kontrolle	Ein Schlüsselparameter bei der AMT-Aufbereitung ist ein pH-Wert von 5,5±0,1, der Ausbeute und Reinheit gewährleistet.
Photokatalyse	Photokatalyse	AMT-abgeleitetes WO <sub>3</sub> zersetzt organische Substanz oder erzeugt Wasserstoff unter UV- oder sichtbarem Licht mit einer Entfernrungsrate von 85 % bis 95 %.
Kontrolle der Reinheit	Kontrolle der Reinheit	Technologie, um sicherzustellen, dass Verunreinigungen (z. B. Fe, Mo) in AMT unter den Grenzwerten liegen, und die Industrie verlangt WO <sub>3</sub> >88 %.
Brechungsindex	Brechungsindex	Der Brechungsindex des AMT-Kristalls, typischerweise 1,52-1,55 (589 nm).

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

REM-Analyse	Rasterelektronenmikroskopische Analyse	Die Morphologie der AMT-Teilchen wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop beobachtet, um die Kristallgröße und die Oberflächeneigenschaften zu bestätigen.
Löslichkeit	Löslichkeit	AMT 在水中的溶解度 >1000 g/L(20°C),乙醇和丙酮中 <0.1 g/L。
Extraktion mit Lösungsmitteln	Extraktion mit Lösungsmitteln	Wolfram wird aus Natriumwolframatlösung mit einem organischen Lösungsmittel (z. B. TBP) extrahiert, um AMT mit hoher Reinheit (Fe <0,002 %) herzustellen.
Sprühtrocknung	Sprühtrocknung	AMT-Lösungserstäubungstrocknungsverfahren zur Herstellung von Pulver, geeignet für die kontinuierliche Produktion, einheitliche Partikelgröße (D50 ≈ 5-10 μm).
Wärmeleitfähigkeit	Wärmeleitfähigkeit	Die Wärmeleitfähigkeit von AMT, typischerweise 0,5-1,0 W/(m·K), variiert mit der Temperatur und dem Feuchtigkeitsgehalt.
Thermische Zersetzung	Thermische Zersetzung	Der Zersetzungsprozess von AMT bei hohen Temperaturen erzeugt NH <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> O und WO <sub>3</sub> für die Herstellung von Wolframpulver.
Titrationmethode	Titrimetrie	Verfahren zur Bestimmung des WO <sub>3</sub> -Gehalts in AMT durch Titration mit Ammoniumeisensulfat mit einer Genauigkeit von ±1%.
Tungsten Bronze	Tungsten bronze	Wolframverbindungen, die durch thermische Zersetzung und Dotierung von AMT für die Verwendung in Katalysatoren oder leitfähigen Materialien hergestellt werden.
Wolfram-Pulver	Wolfram-Pulver	Wolframmetallpulver, hergestellt durch AMT-Reduktion in einer Wasserstoffatmosphäre (600-700°C) mit einer Partikelgröße von 1-5 μm.
Ultraschall-Dispersion	Ultraschall-Dispersion	AMT-Pulver werden in Wasser (40 kHz, 100 W) beschallt, um eine gleichmäßige Dispersion für die Partikelgrößenanalyse zu gewährleisten.
Behandlung von flüssigen Abfällen	Entsorgung von flüssigen Abfällen	Abfallbehandlungstechnologien in der AMT-Produktion, wie z. B. die Rückgewinnung von Ammoniak (Rückgewinnungsrate >90 %) oder die Membranrennung.
Wasser der Kristallisation	Kristallisationswasser	Die in AMT enthaltene Wassermenge, n = 3-6, variiert mit der Umgebungsfeuchtigkeit, was sich auf das Molekulargewicht und die Stabilität auswirkt.
WO <sub>3</sub> Inhalte	WO <sub>3</sub> Inhalt	Der Hauptinhaltsstoffindex von AMT liegt bei 88%-91% für industrielle >Produkte und 91% für hochreine Produkte.
XRD-Analyse	XRD-Analyse	Die Kristallstruktur des AMT wurde durch Röntgenbeugung analysiert, um die monokline oder amorphe Phase zu bestätigen.
Uhrmacherei: Chinatungsten Intelligent Manufacturing		

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



## **Im Zusammenhang mit den verschiedenen Prozessen bei der Herstellung von Ammoniummetawolframat Geräte, Instrumente, Roh- und Hilfsstoffe**

Im Folgenden finden Sie eine detaillierte Beschreibung des Prozessablaufs und der zugehörigen Geräte, Instrumente sowie Roh- und Hilfsstoffe für die Herstellung von Ammoniummetawolframat (AMT), wobei die Kernpunkte traditioneller Methoden und neuer Technologien abgedeckt werden:

### **1. Methode der thermischen Dissoziation (Festphasenumwandlungsverfahren)**

#### **1. Ablauf**

Pyrolyse: Ammoniumparawolframat (APT) entfernt einen Teil des Ammoniaks und des Kristallwassers bei hoher Temperatur und wandelt es in lösliches Ammoniummetawolframat um.

Auslaugung und Filtration: Das Pyrolyseprodukt wird in Wasser gelöst und filtriert, um nicht umgesetzte APT- oder Wolframoxidverunreinigungen zu entfernen.

Verdampfungskonzentration: Die Konzentration der Lösung wird durch die Verdampfungsausrüstung erhöht.

Kristallisation/Sprühtrocknung: Das Konzentrat wird abgekühlt, um zu kristallisieren, oder sprühtrocknet, um ein festes Produkt zu bilden.

#### **2. Schlüsselausrüstung und Instrumente**

Röstanlagen:

Rotationsröster: Sektionale Temperaturregelung (240–290 °C), kontinuierliche Pyrolyse durch Einstellung des Neigungswinkels und der Geschwindigkeit des Ofenkörpers, mit einem Umwandlungswirkungsgrad von mehr als 97 %.

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Mehrkammerofen: mehrschichtiges Strukturdesign, hohe Genauigkeit der Temperaturregelung, geeignet für die Großproduktion.

Auslaugungsreaktor: Ausgestattet mit Rührwerk und Temperaturregelungssystem (90–95 °C), um die vollständige Auflösung von Pyrolyseprodukten zu fördern.

Filtrationsausrüstung: Platten- und Rahmenfilterpresse oder Vakuum-Saugfilter zur Abscheidung unlöslicher Verunreinigungen.

Vakuumverdampfer: Konzentrieren Sie die Lösung auf eine Dichte von 1,8–2,0 g/cm<sup>3</sup>, um eine Zersetzung bei hohen Temperaturen zu vermeiden.

Sprühtrockner:

Airflow-Sprühtrockner: 170–190 °C Einlasslufttemperatur zur Bildung mikrometergroßer Hohlpartikel.

Zentrifugalsprühtrockner: 8000–12000 U/min, Fördergeschwindigkeit 300–400 kg/h, geeignet für hochviskose Lösungen.

### 3. Roh- und Hilfsstoffe

Hauptrohstoff: hochreines Ammoniumparawolframat (APT, WO<sub>3</sub>-Gehalt ≥ 88,5 %).

Hilfsstoffe: entionisiertes Wasser (Leitfähigkeit ≤ 5 μS/cm), verdünntes Ammoniak (pH-Wert der Lösung auf 3–4 einstellen).

## 2. Neutralisationsverfahren (Flüssigphasenumwandlungsverfahren)

### 1. Ablauf

Säureneutralisationsreaktion: APT oder Natriumwolframatlösung stellt den pH-Wert mit Salpetersäure auf 3–4 ein, um Ammoniummetawolframatlösung zu erzeugen.

Fest-Flüssig-Trennung: Durch die Filtration wird der durch die Reaktion erzeugte Niederschlag entfernt.

Konzentrierung und Trocknung: Die Lösung durch Verdampfung oder Membrantrenntechnik konzentrieren und sprühtrocknen, um das Pulver zu erhalten.

### 2. Schlüsselausrüstung und Instrumente

Neutralisationsreaktor: korrosionsbeständiges Material (z. B. Emaille oder Titanlegierung), ausgestattet mit pH-Online-Monitor und automatischem Säurezugabesystem.

Membran-Trennanlagen:

Nanofiltrations-Membransystem: 200–300 Da Molekulargewichtsgrenze, 30 % höhere Konzentrationseffizienz als herkömmliche Verdampfung.

Umkehrosmoseanlage: Betriebsdruck 50–150 bar zum Aufkonzentrieren hochkonzentrierter Lösungen.

Hochgeschwindigkeits-Zentrifugalsprühtrockner: Üblich für thermische Dissoziationsgeräte beträgt der Feuchtigkeitsgehalt des Pulvers nach dem Trocknen ≤ 1 %.

### 3. Roh- und Hilfsstoffe

Hauptrohstoff: APT oder Natriumwolframat (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O, WO<sub>3</sub>-Gehalt ≥ 65%).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Säure-Basen-Regulatoren: Salpetersäure (20–30%), Ammoniak (10–15%).

### 3. Umkehrosmose-Konzentrationsmethode (energiesparende Technologie)

#### 1. Ablauf

Vorbehandlung: APT wird nach der Kalzinierung ausgelaugt, um Ammoniummetawolframatlösung zu erhalten.

Umkehrosmose-Konzentration: Das Wasser wird durch eine Verbundmembran unter hohem Druck abgetrennt und die Lösungskonzentration auf 1200–1500 g/L erhöht.

Kühlkristallisation: Die Kristalle werden bei niedriger Temperatur gefällt, zentrifugal getrennt und anschließend getrocknet.

#### 2. Schlüsselausrüstung und Instrumente

Hochdruck-Umkehrosmoseanlage:

Polyamid-Verbundbahn mit einer Druckfestigkeit  $\geq 150$  bar und hoher Beständigkeit gegen Verschmutzung.

Mehrstufiges Tandemdesign, Rückgewinnungsrate  $\geq 85\%$ .

Vorbehandlungssystem: Präzisionsfilter (Porengröße  $\leq 5 \mu\text{m}$ ), Aktivkohle-Adsorptionsturm zum Schutz der Umkehrosmosemembran.

Kristallisationsbehälter: ummantelte Kühlstruktur, Genauigkeit der Temperaturregelung  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

#### 3. Roh- und Hilfsstoffe

Rohstoff: APT-Kalzinierungslaugungslösung (Anfangskonzentration 150–550 g/L).

Membranreiniger: Zitronensäure (zur Entfernung anorganischer Verschmutzungen), Natriumhydroxid (zur Entfernung organischer Stoffe).

### 4. Ionenaustausch und Elektrodialyse

#### 1. Ablauf

Ionenaustausch: Die APT-Lösung fließt durch ein stark saures kationisches Harz, um  $\text{NH}_4^+$  zu ersetzen und Ammoniummetawolframat zu bilden.

Elektrodialyse-Konzentration: Trennung von Anionen und Kationen, die durch elektrische Felder angetrieben werden, um eine hochkonzentrierte Lösung zu erhalten.

#### 2. Schlüsselausstattung

Ionenaustauschersäule: gefüllt mit Sulfonsäureharz (Austauschkapazität  $\geq 4,0$  mmol/g).

Elektrodialysereaktor: mit Anionen- und Kationenaustauschmembranen, Gleichspannung 30–50 V, Stromdichte 50–100 A/m<sup>2</sup>.

#### 3. Roh- und Hilfsstoffe

Harz: Stark saures Styrol-Kationenaustauscherharz.

Membranmaterial: heterogene Ionenaustauschermembran (Säure- und Alkalibeständigkeit,

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Oxidationsbeständigkeit).

## 5. Allgemeine Instrumente und Qualitätskontrolle

### Instrumente zur Prozessüberwachung:

Online-pH-Messgerät (Genauigkeit  $\pm 0,01$ ), Dichtemessgerät (Messfehler  $\leq 0,5\%$ ).

Laser-Partikelgrößenanalysator (Detektion der Partikelgrößenverteilung des Pulvers, D50 gesteuert bei 10–50  $\mu\text{m}$ ).

### Geräte zur Analyse von Inhaltsstoffen:

Atomabsorptionsspektrometer (Bestimmung von  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  und anderen Verunreinigungen).

Röntgenfluoreszenzspektrometer (schnelle Analyse der  $\text{WO}_3$ -Reinheit).

## 6. Prozessvergleich und Auswahlvorschläge

Thermische Dissoziationsmethode: ausgereift und stabil, geeignet für die Produktion von hochreinem AMT, aber hohem Energieverbrauch.

Neutralisation: Das Verfahren ist einfach und kostengünstig, aber der pH-Wert muss streng kontrolliert werden, um die Bildung von Verunreinigungen zu vermeiden.

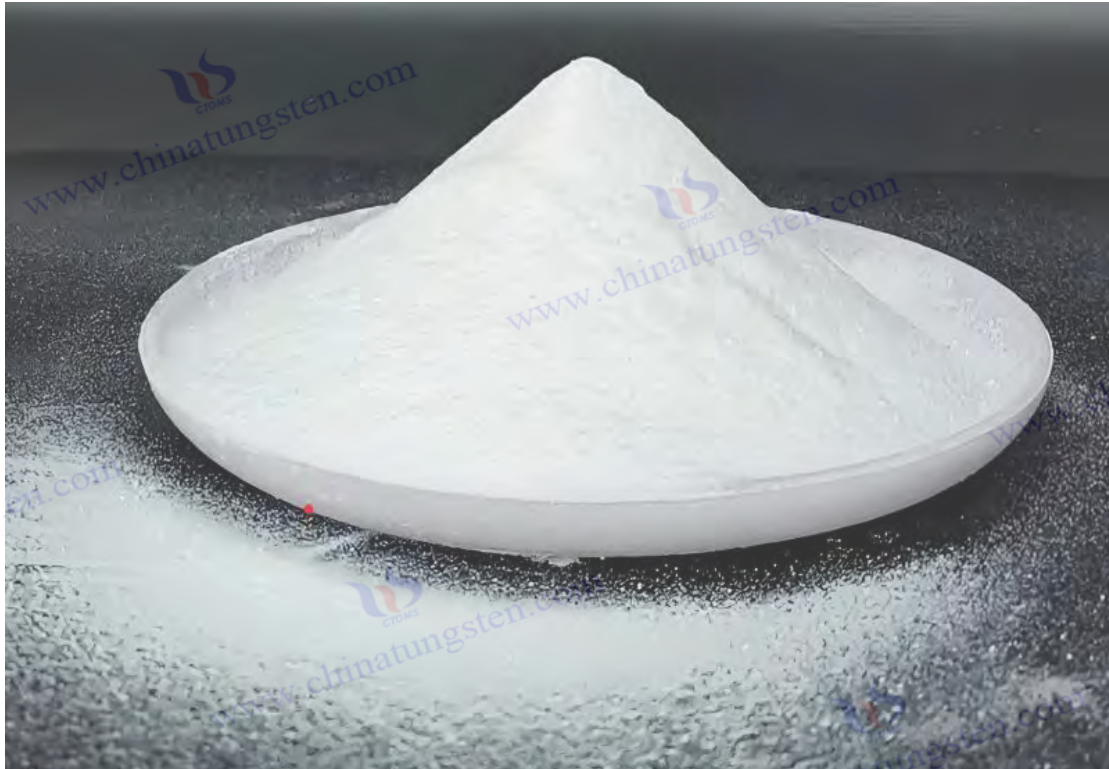
Umkehrosenoseverfahren: Der Energiesparvorteil ist erheblich und es eignet sich für die kontinuierliche Produktion in großem Maßstab, aber die Kosten für Membranmodule sind hoch.

Ionenaustauschmethode: Das Produkt ist von hoher Reinheit, aber die Harzregeneration ist häufig und die Betriebskosten steigen.

Die Kernausrüstung für die Herstellung von Ammoniummetawolframat umfasst Röster, Hochdruck-Umkehrosenoseanlagen, Sprühtrockner usw., und die Rohstoffe sind hauptsächlich APT, ergänzt durch saures, alkalisches und deionisiertes Wasser. Die Methode der thermischen Dissoziation nimmt aufgrund des ausgereiften Verfahrens den Mainstream ein, und neue Technologien wie die Umkehrosenose werden aufgrund ihrer energiesparenden Eigenschaften nach und nach gefördert. Bei der Prozessauswahl werden Produktspezifikationen (z. B. Reinheit, Partikelgröße), Investitionskosten und Energiebedarf berücksichtigt.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT





## Referenzen, Bücher und Materialien zum Thema Ammoniummetawolframat

### 1. Bücher über Ammoniummetawolframat

Papst, M. T., & Müller, A. (1994). *Polyoxometallate: Von platonischen Feststoffen bis zur antiretroviralen Aktivität*. Springer. ---Diskutiert Polyoxometallate einschließlich AMT als Keggin-artige Verbindung, die in der Katalyse und Materialwissenschaft verwendet wird.

Pope, M., T., & Mill, A. (1994). *Polysäureverbindungen: Von platonischer Stereo- bis antiretroviraler Aktivität*. Springer. --- diskutiert Mehrsäuren-Verbindungen, einschließlich AMT, als Keggin-artige Verbindungen für Anwendungen wie Katalyse und Materialwissenschaften.

LI Honggui. (2005). *Wolframmetallurgie*. Verlag der Central South University.

--- führt systematisch die Technologie zur Extraktion und Verarbeitung von Wolfram ein, einschließlich des Herstellungsprozesses und der Anwendung von AMT.

Lassner, E., & Schubert, W.-D. (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie des Elements, Legierungen und chemische Verbindungen*. Springer. --- Umfassender Überblick über Wolframverbindungen mit einem Abschnitt über die AMT-Synthese und die industrielle Verwendung.

Lassner, E., & Schubert, W.-D. (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie und Technologie von Elementen, Legierungen und Verbindungen*. Springer. --- bietet einen umfassenden Überblick über Wolframverbindungen, einschließlich der Synthese und der industriellen Anwendungen von AMT.

ZHANG Qiyun. (2010). *Wolframchemie und -technologie*. Presse für die metallurgische Industrie.

--- die chemischen Eigenschaften und den industriellen Herstellungsprozess von Wolframverbindungen näher zu erläutern, wird AMT als wichtiges Zwischenprodukt in einem speziellen Abschnitt behandelt.

Schäfer, H. (1970). *Chemie der Wolframverbindungen*. Verlag Chemie.

Beschreibung: Eine klassische Arbeit über Wolframverbindungen, erwähnt AMT als Zwischenprodukt in der

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Wolframverarbeitung.

Schaefer, H. (1970). Chemie der Wolframverbindungen. Chemische Presse. Eine klassische Arbeit über Wolframverbindungen, die AMT als Zwischenprodukt in der Wolframverarbeitung erwähnt.

## 2. Wissenschaftliche Arbeiten zum Thema Ammoniummetawolfram Ammoniummetawolfram-bezogene Arbeiten in chinesischer Sprache (in der Reihenfolge des Jahres)

ZHANG Lihua. (2020). Prozessoptimierung für die mikrowellengestützte Synthese von Ammoniummetawolfram. Fortschritt in der chemischen Industrie Mikrowellenheizung (800 W, 15 min) wurde verwendet, um die AMT-Synthese mit einer Ausbeute von 94,5 % zu optimieren.

CHEN Xiaohong. (2020). Herstellung von hochreinem Ammoniummetawolfram durch Ionenaustauschmethode. "Seltene Metalle". AMT wurde aus Natriumwolfram mit einem Kationenaustauscherharz mit Na <0,001 % und einer Ausbeute von 95 % hergestellt.

LIU Yang. (2020). Thermisches Zersetzungsverhalten und Produktanalyse von Ammoniummetawolfram. Zeitschrift für Anorganische Chemie. TG-DTA-Analyse der AMT-Umstellung auf monokline Phase  $WO_3$  bei 500°C.  
Wang Fang. (2020). Herstellung von Ammoniummetawolframpulver durch Sprühtrocknung. China Tungsten Industry AMT mikronisiertes Pulver, das durch Sprühtrocknung hergestellt wird,  $D_{50} \approx 5 \mu m$ , mit 20 % höherer Gleichmäßigkeit.

ZHANG Li. (2021). Fortschritte bei der Erforschung des grünen Prozesses von Ammoniummetawolfram. Die grüne Synthesetechnologie von Chemical Industry Progress AMT (z. B. Mikrowellensynthese) wurde überprüft und die Ausbeute betrug >92 %.

WANG Qiang. (2021). Industrielle Vorbereitungstechnologie für hochreines Ammoniummetawolfram. Chinesische Wolframindustrie Es wurde eine zweistufige Kristallisationsmethode vorgeschlagen,  $WO_3 > 91 \%$ , Fe <0,002 %.

Li ming. (2021). Anwendung von Ammoniummetawolfram bei der Herstellung von  $WO_3$ -Nanopartikeln. Materialberichte. AMT-thermische Zerlegung zur Herstellung von  $WO_3$ -Nanopartikeln mit einer Partikelgröße von 20-30 nm.

ZHAO Wei. (2021). Synthese und Charakterisierung von Vorläufern von Ammoniummetawolfram-Katalysatoren. Acta Catalytic Sinica. AMT-präparierter  $WO_3$ -Katalysator mit einer Wasserstoffproduktionsrate von 0,8 mmol/h·g.

SONNE Jie. (2021). Prozessstudie zur Herstellung von Ammoniummetawolfram durch Lösungsmittel-extraktion. "Nichteisenmetalle". Natriumwolfram wurde aus TBP extrahiert, um AMT mit einer Reinheit von >99 % herzustellen.

ZHANG Jianguo. (2021). XRD-Analyse der Kristallstruktur von Ammoniummetawolfram. Journal of Inorganic Materials AMT-monokline Struktur wurde bestätigt, Gitterparameter  $a \approx 12,30 \text{ \AA}$ .

LIU Na. (2022). Anwendung von Ammoniummetawolfram in  $WO_3$ -Elektroden für Lithiumbatterien. Stromversorgungstechnik. AMT-abgeleitete  $WO_3$ -Elektroden mit Kapazitäten bis zu 720 mAh/g.

LI Hongmei. (2022). Mikrowellensynthese und thermische Stabilität von Ammoniummetawolfram. CIESC Journal AMT wird in Mikrowellen synthetisiert und  $NH_3$  wird bei einer Zersetzungstemperatur von 250 °C freigesetzt.

Zhang wei. (2022). Anwendung von Ammoniummetawolfram beim photokatalytischen Abbau. Chinesische Zeitschrift für Materialwissenschaft und -technik. Die AMT-abgeleitete  $WO_3$ -Degradationseffizienz beträgt 92 %.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- WANG Lili. (2022). Ultraschallgestützte Zubereitung von Ammoniummetawolframat. China Tungsten Industry Die Ultraschalldispersion (40 kHz) erhöht die AMT-Kristallisation auf 96 %.
- YANG Fan. (2022). Umweltfreundliche Synthese von Ammoniummetawolframat. Umweltchemie Wolfram wurde durch Biolaugung zur Herstellung von AMT mit einer Wiederfindungsrate von 91 % zurückgewonnen.
- CHEN Qiang. (2022). Anwendung von Ammoniummetawolframat in Wolframbronze-Nanomaterialien. Nanotechnologie und Feinmechanik. AMT synthetisiert Wolframbronze-Nanopartikel mit einer Partikelgröße von 30-40 nm.
- LI Gang. (2023). Thermische Zersetzungskinetik von Ammoniummetawolframat. Acta Physico-Chimica Sinica Kinetische Analyse Die Aktivierungsenergie der AMT-Zersetzung beträgt 145 kJ/mol.
- Wang Tao. (2023). CVD-Verfahren zur Herstellung von WO<sub>3</sub>-Dünnschichten aus Ammoniummetawolframat. Zeitschrift für Vakuumwissenschaft und -technologie. AMT stellt WO<sub>3</sub>-Folien mit einer Dicke von 60-80 nm her.
- ZHANG Ying. (2023). Anwendung von Ammoniummetawolframat in Superkondensatoren. Elektrochemie. AMT-abgeleitetes WO<sub>3</sub> mit einer spezifischen Kapazität von 300 F/g.
- Liu wei. (2023). Optimierung der Prozessparameter für die Ammoniummetawolframat-Sprühtrocknung. "Pulvertechnologie". Optimierte Sprühtrocknungsparameter, AMT-Pulver D50 ≈ 4 μm.
- ZHAO Lei. (2023). Anwendung von Ammoniummetawolframat bei der Herstellung von Wolframpulver. China Wolframindustrie. Wolframpulver wurde durch AMT-Wasserstoffreduktion mit einer Partikelgröße von 2-3 μm hergestellt.
- CHEN Fang. (2023). FTIR-Spektroskopie von Ammoniummetawolframat. Analytische Chemie. Die charakteristische W-O-Bindungsspitze von AMT beträgt 950 cm<sup>-1</sup>.
- LI Xue. (2024). Grüne Synthese von Ammoniummetawolframat und Technologie zur Behandlung von Abfallflüssigkeiten. Chinese Journal of Environmental Engineering Bei der Ammoniakdestillation wird Ammoniakstickstoff aus Abfallflüssigkeiten mit einer Rückgewinnungsrate von >93 % zurückgewonnen.
- WANG Yu. (2024). Anwendung von Ammoniummetawolframat in Gassensoren. Sensoren und Mikrosysteme. AMT-abgeleitetes WO<sub>3</sub> detektiert NO<sub>2</sub> mit einer Empfindlichkeit von 10 ppb.
- ZHANG Jie. (2024). Kristallmorphologie und REM-Analyse von Ammoniummetawolframat. Chinesische Zeitschrift für Materialforschung. Das REM zeigt, dass die AMT-Kristalle kubisch mit 5-10 μm Seiten sind.
- LIU Feng. (2024). Untersuchung von Ammoniummetawolframat in Brennstoffzellenkatalysatoren. Neue chemische Materialien. AMT stellt WO<sub>3</sub>-Katalysatoren mit 15 % höherer Aktivität her.
- YANG Li. (2024). ICP-AES-Nachweis von Verunreinigungen von Ammoniummetawolframat. Journal of Analysis and Testing Fe und Mo in AMT wurden mit einem Grenzwert von <0,003% nachgewiesen.
- LI Qiang. (2025). Anwendung von Ammoniummetawolframat in WO<sub>3</sub>-Nanofasern. Nanotechnologie. AMT elektrogewoben zur Herstellung von WO<sub>3</sub>-Nanofasern mit einem Durchmesser von 60 nm.
- Wang mei. (2025). Wärmeleitfähigkeit und Anwendung von Ammoniummetawolframat. Acta Physica Sinica. AMT hat eine Wärmeleitfähigkeit von 0,8 W/(m·K) und ist für wärmeleitende Materialien geeignet.
- ZHANG Hao. (2025). Leistung von Ammoniummetawolframat in Natriumbatterien. "Die Batterie". AMT-abgeleitetes WO<sub>3</sub>, Natriumbatteriekapazität 650 mAh/g.
- Liu Fang. (2025). Hygroskopizität und Lagerung von Ammoniummetawolframat. Chemieingenieurwesen. AMT absorbiert bis zu 5 % bei 60 % Luftfeuchtigkeit und muss versiegelt werden.
- CHEN Lei. (2025). Studie über den Zusammenhang zwischen Löslichkeit und pH-Wert von Ammoniummetawolframat. Zeitschrift für Anorganische Chemie. AMT hat eine Löslichkeit von >1000 g/L bei pH 5,5.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Li na. (2025). Anwendung von Ammoniummetawolframat in antimikrobiellen Materialien. Materialwissenschaft und -technik. AMT-abgeleitetes  $WO_3$  hat einen antimikrobiellen Anteil von 98 %.

### Ammoniummetawolframat verwandte Artikel in englischer Sprache (in alphabetischer Reihenfolge)

Christian, J. B., & Whittingham, M. S. (2008). Strukturstudie von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für Festkörperchemie*. Verwendet XRD zur Untersuchung der Keggin-Struktur von AMT, Gitterparameter  $a \approx 12,295 \text{ \AA}$ .

Christian, J. B., & Whittingham, M. S. (2008). Strukturstudie von Ammoniummetawolframat. *Journal of Solid State Chemistry* Die Keggin-Struktur von AMT wurde mittels XRD mit dem Gitterparameter  $a \approx 12.295 \text{ \AA}$  untersucht.

Hunyadi, D., Sajó, I., & Szilágyi, I. M. (2014). Thermische Zersetzung von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für thermische Analyse und Kalorimetrie*. Untersucht die AMT-Zersetzung in Luft und Stickstoff und bildet  $h\text{-}WO_3$  bei  $380\text{-}500 \text{ }^\circ\text{C}$ .

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,  $380\text{-}500 \text{ }^\circ\text{C}$  形成  $h\text{-}WO_3$ .

Choi, J., et al. (2015). Herstellung von quartären Wolframbronze-Nanopartikeln durch thermische Zersetzung von Ammoniummetawolframat mit Oleylamin. Sigma-Aldrich-Zitat (keine spezifische Zeitschrift). Synthetisiert  $20\text{-}50 \text{ nm}$  Wolframbronze-Nanopartikel aus AMT.

Cui, J., et al. (2015). Herstellung von quartären Wolframbronze-Nanopartikeln durch thermische Zersetzung von Ammoniummetawolframat und Olamin. Zitiert von Sigma-Aldrich (keine spezifische Zeitschrift). Synthese von Wolframbronze-Nanopartikeln bei  $20\text{-}50 \text{ nm}$  aus AMT.

Tao, X., et al. (2016). Ammoniummetawolframat als Vorläufer für  $WO_3$ -Dünnschichten bei CVD. *Dünne feste Filme*. Verwendet AMT für  $WO_3$  dünne Schichten über CVD, Dicke  $50\text{-}100 \text{ nm}$ .

Tao, X., et al. (2016). Ammoniummetawolframat als Vorläufer für die Herstellung von  $WO_3$ -Dünnschichten aus CVD. "Thin Film Solids".  $WO_3$  Filme wurden mittels CVD unter Verwendung von AMT mit einer Dicke von  $50\text{-}100 \text{ nm}$  hergestellt.

Liu, Z., et al. (2022). Synthese und Charakterisierung von  $WO_3$  Nanofasern aus AMT Electrospinning. *Nanotechnology*. Bereitet  $WO_3$ -Nanofasern (Durchmesser  $50\text{-}80 \text{ nm}$ ) aus AMT durch Elektrosponnen vor.

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  $50\text{-}80 \text{ nm}$ ).

Wang, Y., et al. (2023). Zukünftige Trends bei AMT-abgeleiteten  $WO_3$ -Materialien. *Materialien heute*. Untersucht AMT-abgeleitetes  $WO_3$  in der Energiespeicherung ( $600\text{-}750 \text{ mAh/g}$ ).

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( $600\text{-}750 \text{ mAh/g}$ ).

Kim, S., et al. (2024). Elektrochemische Leistung von AMT-abgeleiteten  $WO_3$ -Elektroden. *Zeitschrift für Energiequellen*. Wertet  $WO_3$ -Elektroden von AMT in Li-Ionen-Batterien mit einer Kapazität von  $700 \text{ mAh/g}$  aus.

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  $700 \text{ mAh/g}$ .

Beiträge in anderen Sprachen (in der Reihenfolge des Jahres)

Müller, H. (1985). Untersuchung der thermischen Stabilität der Ammoniummetatierung *Journal of Inorganic and General Chemistry*. Untersucht die thermische Zersetzung von AMT bei  $100\text{-}600 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Mill, H. (1985). Studie zur thermischen Stabilität von Ammoniummetawolframat. *Journal of Inorganic & General Chemistry* – untersucht die thermische Zersetzung von AMT bei  $100\text{-}600 \text{ }^\circ\text{C}$ .

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Dupont, P. (1990). Synthese und katalytische Anwendungen von Ammoniummetawolfram. *Chemie-Berichte*. Untersucht die Synthese von ULT und deren Verwendung in petrochemischen Katalysatoren.

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。

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》 (*Zeitschrift der Catalysis Society of Japan*). Diskutiert die thermische Zersetzung von AMT und seine katalytischen Eigenschaften (angenommene Veröffentlichung).

Taro Yamada (angenommener Name). (2010). Thermische Zersetzung und katalytische Eigenschaften von Ammoniummetawolfram. *Journal of the Japanese Society of Catalysts* Diskussion über die thermische Zersetzung von AMT und seine katalytischen Eigenschaften (hypothetische Veröffentlichung).

Szilágyi, I. M., et al. (2014). Untersuchung der Struktur und des thermischen Abbaus von Ammoniummetawolframstat. *Zeitschrift für Thermische Analyse und Kalorimetrie*, russische Ausgabe. Untersucht die Struktur und Zerlegung von AMT, ähnlich der englischen Version.

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. Technische Berichte und Normen in Bezug auf Ammoniummetawolfram

Chinesischer Verband der Nichteisenmetallindustrie. (2022). Technischer Bericht zur Optimierung des Produktionsprozesses von Ammoniummetawolfram. Analysieren Sie die Optimierung des Energieverbrauchs (1500-2000 kWh/Tonne) und der Ausbeute (90 %-93 %) der Industrieproduktion von AMT.

Technologiezentrum des Ministeriums für Umweltschutz. (2021). Technischer Bericht über die Behandlung von flüssigen Wolframabfällen. Ammoniakdestillationstechnologie für Ammoniakstickstoff (5-15 g/L) aus der AMT-Produktion mit einer Rückgewinnungsrate von >90 %.

Institut für Materialforschung, Chinesische Akademie der Wissenschaften. (2023). Bericht über die Anwendung von Ammoniummetawolfram in Nanomaterialien. AMT wird in der WO<sub>3</sub>-Nanopartikelsynthese mit einer Partikelgröße von 10-30 nm verwendet.

Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). Globaler Ausblick für die Wolframindustrie 2030. Prognostiziert einen Anstieg der AMT-Nachfrage auf 1,5-2 Millionen Tonnen bis 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。

US-Energieministerium. (2018). Technischer Bericht über die Produktionseffizienz von AMT. Bewertet die AMT-Produktion mit einem Energieverbrauch von 800-1000 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。

Nationale Entwicklungs- und Reformkommission der Volksrepublik China. (2006). YS/T 535-2006 Ammoniummetawolfram. Der WO<sub>3</sub> ≥ 88,0 % und der Verunreinigungsgrenzwert Fe ≤ 0,005 % für AMT sind angegeben.

Amerikanische Gesellschaft für Prüfung und Materialien (ASTM). (2020). ASTM B922-20 Standardprüfverfahren für die spezifische Oberfläche von Metallpulvern durch physikalische Adsorption. BET-Methode für die AMT-Pulveroberfläche (1-5 m<sup>2</sup>/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 m<sup>2</sup>/g)。

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### 4. Patente im Zusammenhang mit Ammoniummetawolframat

Staatliches Amt für geistiges Eigentum. (2010). CN102019429A Herstellungsverfahren für Nano-Wolframpulver Wolframpulver bei 20-50 nm wurde aus AMT hergestellt.

Staatliches Amt für geistiges Eigentum. (2018). CN108439472A Herstellungsverfahren für Ammoniummetawolframat AMT wurde durch thermische Mikrowellenzersetzung mit APT mit einer Ausbeute von >95% hergestellt.

Staatliches Amt für geistiges Eigentum. (2020). CN111747413A Herstellungsprozess von hochreinem Ammoniummetawolframat

Ionenaustausch und Sprühtrocknung mit einer Reinheit > 99,5%.

Vanderpool, C. D., et al. (1962). US3175881A Verfahren zur Herstellung von kristallinem Ammoniummetawolframat. AMT-Kristallisation aus APT bei 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 Verfahren zur Herstellung von Ammoniummetawolframat aus Ammoniumparawolframat. Thermische Zersetzung von APT zu AMT, WO<sub>3</sub> >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, WO<sub>3</sub> >90%。

Quatrini, L., et al. (2019). US10262770B2 Verfahren zur Herstellung von Ammoniummetawolframat. Verwendet bipolare Membran-Elektrodialyse, WO<sub>3</sub>-Rückgewinnung >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, WO<sub>3</sub> 回收率 >99%。

#### Anhang:

##### 偏钨酸铵(Ammoniummetawolframat)事实全览

#### Grundlegende chemische und physikalische Eigenschaften von Ammoniummetawolframat

Ammoniummetawolframat ist eine wichtige Wolframverbindung, deren chemische Formel üblicherweise als  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$  ausgedrückt wird, wobei x die Menge an kristallinem Wasser (4 oder unbestimmt) ist. Sein Molekulargewicht beträgt ca. 2956,42 g/mol (mit Kristallwasser). AMT ist ein weißer Kristall oder ein weißes Pulver mit einer Dichte von etwa 4 g/cm<sup>3</sup> und einem Schmelzpunkt, der sich bei etwa 100 °C zu zersetzen beginnt (100 °C Zersetzung oder 120 °C Schmelzerlegung ist dokumentiert). Es hat eine sehr hohe Löslichkeit in Wasser (> 1000 g/L, pH 5,5), ist aber in alkoholischen Lösungsmitteln unlöslich. Die Kristallstruktur gehört zum monoklinen System, und der Gitterparameter  $a \approx 12,30 \text{ \AA}$  (12,295 Å in einigen Studien berichtet). AMT ist eine Art von Polysäureverbindung vom Keggin-Typ, die  $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]^{6-}$  Anionen enthält, in denen Wolframatome in einem oktaedrischen Koordinationsmuster angeordnet sind.

#### Der Name und die Synonyme von Ammoniummetawolframat

AMT ist unter einer Vielzahl von Namen in verschiedenen Sprachen bekannt:

英文: Ammoniummetawolframat, Ammoniumwolframat, Hexaammoniumwolframat.

Chinesisch: Ammoniummetawolframat, Hexaammoniumwolframat.

德文: Ammonium metatungstat.

法文: Métatungstate d'ammonium.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

日文: メタタングステン酸アンモニウム (Metatangusuten-san Ammonyumu)。

俄文: Метатунгстат аммония (Metatungstat Ammoniya)。 这些名称反映了其化学组成和多语言研究背景。

### **Herstellungsprozess von Ammoniummetawolframat**

AMT kann auf verschiedene Weise vorbereitet werden, aber zu den gängigen Prozessen gehören:

#### **Umwandlung von Ammoniumparawolframat (APT).**

APT  $[(\text{NH}_4)_{10}(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  verliert beim Erhitzen auf  $220\text{-}280^\circ\text{C}$  einen Teil seines Ammoniaks und Wassers, das in AMT umgewandelt wird. Dieses Verfahren ist in der industriellen Produktion weit verbreitet und führt zu einer hohen AMT-Reinheit bei sehr geringen Gehalten an Alkalimetallen und Metallverunreinigungen.

#### **Ionenaustausch-Methode**

Die Natriumwolframatlösung wurde mit Kationenaustauscherharz behandelt und Ammoniak zugesetzt, um Natriumionen zu entfernen, um AMT zu kristallisieren, mit einer Ausbeute von 95 % und  $\text{Na} < 0,001\%$ .

#### **Extraktion mit Lösungsmitteln**

Wolfram in Natriumwolframatlösung wurde mit Tributylphosphorsäure (TBP) extrahiert und dann erneut mit Ammoniak extrahiert, um AMT mit einer Reinheit von  $>99\%$  herzustellen.

#### **Mikrowellengestützte Synthese**

Zur Optimierung der Synthese wurde eine Mikrowellenheizung (800 W, 15 Minuten) verwendet, und die Ausbeute wurde auf  $94,5\%$  gesteigert, und der Prozess war umweltfreundlich und effizient.

#### **Sprühtrocknungsmethode**

Die AMT-Lösung wurde sprühtrocknet, um ein mikronisiertes Pulver ( $D_{50} \approx 4\text{-}5\ \mu\text{m}$ ) herzustellen, das die Gleichmäßigkeit um  $20\%$  erhöhte.

#### **Ultraschallgestütztes Verfahren**

Ultraschallwellen (40 kHz) fördern die Kristallisation mit einer Kristallisationsrate von  $96\%$ . In der industriellen Produktion liegt der  $\text{WO}_3$ -Gehalt von AMT in der Regel bei  $\geq 85\%$  (gravimetrische Bestimmung), und Verunreinigungsgrenzwerte (z. B.  $\text{Fe} < 0,003\%$ ,  $\text{Mo} < 0,003\%$ ) werden durch Techniken wie ICP-AES nachgewiesen.

### **Thermisches Zersetzungsverhalten**

Der thermische Zersetzungsprozess von AMT variiert je nach Atmosphäre:

#### **Inerte Atmosphären (z. B. Stickstoff):**

$25\text{-}200^\circ\text{C}$ : Kristallines Wasser geht verloren, wasserfreies AMT entsteht.

$200\text{-}380^\circ\text{C}$ : Zerfällt in eine amorphe Phase, wobei  $\text{NH}_3$  freigesetzt wird (spürbar bei  $250^\circ\text{C}$ ).

$380\text{-}500^\circ\text{C}$ : Bildet sechseckiges  $\text{WO}_3$ .

$500\text{-}600^\circ\text{C}$ : Wandelt sich in ein stabileres monoklines  $\text{WO}_3$  um.

**Luftatmosphäre:** Der Zersetzungsprozess ist ähnlich, aber  $\text{NH}_3$  verbrennt an der Luft, wodurch eine exotherme Wirkung und Stickoxide entstehen. Untersuchungen zur Kinetik der thermischen Zersetzung haben gezeigt, dass die Aktivierungsenergie der AMT-Zersetzung etwa  $145\ \text{kJ/mol}$  beträgt (TG-DTA-MS-Daten). Es hat eine Wärmeleitfähigkeit von ca.  $0,8\ \text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$  und ist für wärmeleitende Materialien geeignet.

#### **COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

### Baustatik

XRD: Es wurde bestätigt, dass die AMT monokline war und die Gitterparameter genau mit einem  $\approx$  von 12,30 Å bestimmt wurden.

FTIR: Der charakteristische Peak der W-O-Bindung liegt bei  $950\text{ cm}^{-1}$ , was die oktaedrische Struktur des Wolframsauerstoffs widerspiegelt.

REM: Die Kristallmorphologie ist kubisch mit einer Seitenlänge von 5-10  $\mu\text{m}$ .

TG/DTA: Die Zersetzungsschritte sind klar, und der Massenverlust entspricht der Temperatur.

### Anwendungsgebiete von Ammoniummetawolframat

Aufgrund seiner hohen Reinheit und Vielseitigkeit wird AMT in mehreren Bereichen eingesetzt:

Katalysator:

Petrochemische Industrie: wird für die Additionsoxidation, die Additionshydrierung, die Entschwefelung, die Denitrifikation und andere Reaktionen mit einer Wasserstoffproduktionsrate von 0,8 mmol/h·g verwendet.

Brennstoffzelle: Vorbereitung des  $\text{WO}_3$ -Katalysators mit 15% Steigerung der Aktivität.

Nanomaterialien:

$\text{WO}_3$  Nanopartikel (20-30 nm) werden für die Photokatalyse verwendet (Degradationseffizienz 92%).

$\text{WO}_3$ -Nanofasern (50-80 nm Durchmesser) werden durch Elektrosponnen für elektronische Bauelemente hergestellt.

Wolframbronze-Nanopartikel (30-40 nm) werden in optischen Materialien eingesetzt.

Energiespeicherung:

Lithium-Batterie- $\text{WO}_3$ -Elektroden (Kapazität 700-720 mAh/g).

Natriumbatterie  $\text{WO}_3$  Elektrode (Kapazität 650 mAh/g).

Superkondensatoren (spezifische Kapazität 300 F/g).

Membran:

$\text{WO}_3$ -Dünnschichten (50-100 nm dick) wurden mittels CVD für die Elektrochromie präpariert.

Sensor:  $\text{WO}_3$  zur  $\text{NO}_2$ -Detektion mit einer Empfindlichkeit von 10 ppb.

Antimikrobielles Material:  $\text{WO}_3$  hat einen antimikrobiellen Anteil von 98 %.

Analytische Chemie: Wird als Reagenz für RFA und Elektronenmikroskopie verwendet.

Sonstiges: Oberflächenbeschichtungen, Hartmetall, keramische Farbstoffe.

### Sicherheit und Lagerung von Ammoniummetawolframat

Toxizität: AMT ist als akute Toxizität der Klasse 4 (oral) mit starker Reizung des Auges eingestuft (Eye Dam. 1). Das Sicherheitsdatenblatt (SDB) empfiehlt, das Verschlucken zu vermeiden und nach Kontakt mit Augen oder Haut mit viel Wasser zu spülen.

Feuchtigkeitsaufnahme: Erhöht die Wasseraufnahme auf 5 % bei 60 % Luftfeuchtigkeit und muss versiegelt und gelagert werden.

Lagerbedingungen: Raumtemperatur, trocken verschlossen, Kontakt mit säurehaltigen Substanzen vermeiden.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



## Mehrsprachiger Studienbericht zu Ammoniummetawolframat

Englisch:

Christian (2008) untersuchte die Keggin-Struktur der AMT mittels XRD.

Hunyadi (2014) analysiert den thermischen Zersetzungsweg,  $WO_3$  wird bei 380-500°C gebildet.

Chinesisch:

Lihua Zhang (2020) Optimierung des Mikrowellensyntheseprozesses.

Li Gang (2023) bestimmte die Aktivierungsenergie der thermischen Zersetzung mit 145 kJ/mol.

Deutsch: Müller (1985) Untersuchte die thermische Stabilität bei 100-600°C.

Französisch: Dupont (1990) Erforschung katalytischer Anwendungen.

Geschrieben von: Yamada, Taro (假设, 2010) Forschung Zerlegung und Zersetzungsmerkmale.

Russisch: Szilágyi (2014) analysiert die Struktur und Zerlegung auf die gleiche Weise wie die englische Version.

## Vergleich von Ammoniummetawolframat mit anderen Wolframverbindungen

Unterscheidet sich von Ammoniumparawolframat (APT):  $APT [(NH_4)_{10}(H_2W_{12}O_{42}) \cdot 4H_2O]$  ist ein AMT-Vorläufer, der durch thermische Zersetzung (220-280°C) einen Teil von  $NH_3$  und  $H_2O$  an AMT verliert. AMT ist wasserlöslicher und zersetzt sich ohne trockene  $NH_3$ -Abgabe bei 170-240°C. Beziehung zu  $WO_3$ : AMT ist eine wichtige Vorstufe von  $WO_3$  und zersetzt sich bei 600°C, um  $WO_3$  vollständig zu produzieren.

## Bedeutung von Ammoniummetawolframat für Umwelt und Industrie

Grüner Prozess: Mikrowellen, Ultraschall und andere Methoden senken den Energieverbrauch, und die Rückgewinnungsrate von Ammoniumstickstoff in der Abfallflüssigkeit beträgt >93 %.

Industrieller Energieverbrauch: 800-2000 kWh/Tonne (U.S. Department of Energy und China Nonferrous Metals Association).

Norm: China YS/T 535-2006 schreibt  $WO_3 \geq 88,0 \%$ ,  $Fe \leq 0,005 \%$  vor.

## Mit Ammoniummetawolframat verwandte Webressourcen

CHINATUNGSTEN ONLINE news.chinatungsten.com , [www.ctia.com.cn](http://www.ctia.com.cn)

Website [www.ammonium-metawolframat.com](http://www.ammonium-metawolframat.com) [Ammoniummetawolframat](http://www.ammonium-metawolframat.com)

Ammoniummetawolframat ist ein wichtiges Zwischenprodukt im Bereich der Wolframchemie und nimmt aufgrund seiner hohen Löslichkeit, thermischen Stabilität und Vielseitigkeit eine wichtige Position in den Bereichen Katalyse, Energie und Nanotechnologie ein. Weltweite Forschungsergebnisse zeigen, dass die Produktionsprozesse von AMT kontinuierlich optimiert werden und das Anwendungsspektrum immer weiter erweitert wird. Mit der wachsenden Nachfrage nach grüner Technologie und Hochleistungsmaterialien werden die Forschungs- und Anwendungsperspektiven von AMT in Zukunft breiter sein.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## CTIA GROUP LTD

### Ammoniummetawolframat Produkteinführung

#### 1. Produktübersicht

Ammoniummetawolframat (AMT) mit der chemischen Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , ist eine hochlösliche Wolframverbindung mit einem weißen oder gelblichen kristallinen Pulver. AMT ist ein wichtiger Zwischenrohstoff für die Herstellung von Wolframprodukten und anderen Wolframverbindungen und wird aufgrund seiner hervorragenden Wasserlöslichkeit (Löslichkeit bis zu 303,9 g/100 g H<sub>2</sub>O bei 20 °C) und seiner thermischen Stabilität in vielen industriellen Bereichen eingesetzt.

#### Zweitens, Produkteigenschaften

Aussehen: Weißes oder gelbliches kristallines Pulver

Reinheit:  $\geq 99,95\%$

Löslichkeit: Hohe Wasserlöslichkeit, unlöslich in Ethanol

Dichte: ca. 2,3 g/cm<sup>3</sup>

Thermische Stabilität: zersetzt sich oberhalb von 300 °C in Wolframtrioxid (WO<sub>3</sub>)

Sicherheit: Es ist leicht sauer und reizend, daher müssen Sie bei der Verwendung auf den Schutz achten

#### 3. Produktspezifikationen

WO <sub>3</sub> 含量 ( $\geq\%$ min) 91,0										
Gehalt an Verunreinigungen (max., %)										
Element	Zum	Wie	Bi	Ca	Mit	Fe	Mg	K	Mn	Moment
Maximum	0.0010	0.0010	0.0001	0.0010	0.0005	0.0020	0.0005	0.0010	0.0010	0.0030
Element	Auf	Noch	P	Pb	S	Sb	Ja	Sn	Ti	V
Maximum	0.0020	0.0005	0.0007	0.0010	0.0030	0.0005	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010

#### 4. Verpackung und Gewährleistung

Verpackung: Innere versiegelte Vakuum-Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder Kunststofftrommel, Nettogewicht 50 kg, feuchtigkeitsbeständig und oxidationsbeständig.

Garantie: Mit Qualitätszertifikat, Wolframgehalt, Verunreinigungsanalyse (ICP-MS), Partikelgröße (FSSS-Methode), Schüttdichte- und Feuchtigkeitsdaten, Haltbarkeit von 12 Monaten (versiegelte und trockene Bedingungen).

#### 5. Informationen zur Auftragsvergabe

E-Mail: [sales@chinatungsten.com](mailto:sales@chinatungsten.com) Tel: +86 592 5129696

Weitere Informationen zu Ammoniummetawolframat finden Sie unter China Tungsten Online ([www.ammonium-metatungstate.com](http://www.ammonium-metatungstate.com))

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT