

Oxyde de tungstène jaune (WO₃)

Propriétés physiques et chimiques, processus et applications

CTIA GROUP LTD

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

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Présentation de CTIA GROUP

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

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

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

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



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

GROUPE CTIA

Trioxyde de tungstène (tungstène jaune, WO₃, trioxyde de tungstène jaune, YTO) Introduction

1. Vue d'ensemble du trioxyde de tungstène

Le trioxyde de tungstène de CTIA GROUP (appelé tungstène jaune, WO₃) est produit par un processus de calcination à haute température au paratungstate d'ammonium, qui répond aux exigences du produit de première classe GB/T 3457-2013 « Tungsten Oxide ». Le tungstène jaune est largement utilisé dans la préparation de poudre de tungstène, de carbure cémenté, de fil de tungstène et de colorants céramiques en raison de sa forme de poudre de cristal jaune clair, de sa grande pureté et de sa stabilité chimique. CTIA GROUP s'engage à fournir des produits de tungstène jaune de haute qualité pour répondre aux besoins de la métallurgie des poudres et de la fabrication industrielle.

2. Caractéristiques du trioxyde de tungstène

Composition chimique : WO₃.

Pureté : ≥99,95 % avec une très faible teneur en impuretés.

Apparence : Poudre de cristal jaune clair, couleur uniforme.

Polymorphe : monoclinique (le plus fréquent à température ambiante), groupe d'espace P21/n.

Haute stabilité : stable à l'air, insoluble dans l'eau et les acides inorganiques à l'exception de l'acide fluorhydrique.

Réactivité : Il peut être réduit en poudre de tungstène par l'hydrogène (>650°C) ou le carbone (1000-1100°C).

Uniformité : Distribution uniforme des particules, adaptée au traitement en aval.

3. Spécifications du trioxyde de tungstène

index	CTIA GROUP Tungstène jaune première qualité standard
Teneur en WO ₃ (% en poids)	99,95 ≥
Impuretés (% en poids, max.)	Fe≤0.0010, Mo≤0.0020, Si≤0.0010, Al≤0.0005, Ca≤0.0010, Mg≤0.0005, K≤0.0010, Na≤0.0010, S≤0.0005, P≤0.0005
Humidité (% en poids)	0,05 ≤
Taille des particules	1-10(μm,FSSS)
Densité lâche	2,0 à 2,5 (g/cm³)
Personnalisation	Les limites de taille des particules ou d'impuretés peuvent être personnalisées en fonction des exigences du client

4. Emballage et garantie en trioxyde de tungstène

Emballage : Sac en plastique scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou sac tissé, poids net 50 kg ou 100 kg, conception étanche à l'humidité.

Garantie : Chaque lot est accompagné d'un certificat de qualité, comprenant la teneur en WO₃, l'analyse des impuretés, la taille des particules (méthode FSSS), la masse volumique et les données d'humidité.

5. Informations sur l'approvisionnement en trioxyde de tungstène

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

Pour plus d'informations sur le jaune de tungstène, veuillez consulter le site Web Chinatungsten Online www.tungsten-powder.com

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Propriétés physiques et chimiques, procédé et application de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène).

Oxyde de tungstène jaune (WO₃)

Propriétés physiques et chimiques, procédés et applications

préface

But et signification de l'écriture

Aperçu de la recherche et de l'application de l'oxyde de tungstène jaune

Lectorat visé

Merci

Chapitre 1 : Introduction

1.1 Définition et histoire de l'oxyde de tungstène jaune

1.2 La famille des composés de tungstène et leur importance

1.3 Relation entre l'oxyde de tungstène jaune et le métatungstate d'ammonium

1.4 Vue d'ensemble de la structure et du contenu du livre

Références

Chapitre 2 : Propriétés chimiques et physiques

2.1 Composition chimique et formule moléculaire (WO₃)

2.2 Forme physique et apparence (poudre jaune)

2.3 Solubilité et stabilité chimique

Comportement dans l'eau, les acides, les alcalis

Propriétés redox

2.4 Densité, point de fusion et point d'ébullition

2.5 Données thermodynamiques (enthalpie, entropie, capacité thermique spécifique)

2.6 Comparaison de l'oxyde de tungstène jaune avec d'autres formes d'oxyde de tungstène

Références

Chapitre 3 : Structure et phase cristallines

3.1 Structure monoclinique (phase la plus courante)

Paramètres de réseau et groupes d'espace

Caractéristiques de la diffraction des rayons X (DRX)

3.2 Autres phases cristallines (hexagonales, tétraogonales, cubiques)

Conditions de transition de phase et dépendance à la température

3.3 Structure du défaut et effet de dopage

3.4 Propriétés structurales de WO₃ dans la gamme nanométrique

L'effet de la taille des particules sur la phase cristalline

Références

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Chapitre 4 : Processus de production

4.1 Matières premières et précurseurs

Préparation et décomposition du métatungstate d'ammonium (AMT).

Acide tungstique (H_2WO_4) et minéral de tungstène

4.2 Méthodes de production industrielle

焙烧法 (500-700°C)

Méthode de réduction de l'hydrogène (préparation indirecte de $l'OH_3$)

Chimie humide (précipitation et traitement thermique)

4.3 Techniques de synthèse en laboratoire

Méthode hydrothermale

Méthode solvothermique

Synthèse assistée par micro-ondes

4.4 Optimisation des paramètres du procédé

Influence de la température, de l'atmosphère, du temps

Pureté et contrôle de la taille des particules

4.5 Production écologique et élimination des déchets

Technologie de récupération de l'azote ammoniacal

Analyse de la consommation d'énergie et des émissions

Références

Chapitre 5 : Techniques d'analyse et de caractérisation

5.1 Analyse de la composition chimique

Titration (détermination de la teneur en WO_3)

Spectroscopie par émission atomique à plasma à couplage inductif (ICP-AES)

5.2 Caractérisation structurale

Diffraction des rayons X (XRD)

Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Spectroscopie Raman

5.3 Morphologie et analyse microscopique

Microscopie électronique à balayage (MEB)

Microscopie électronique à transmission (MET)

5.4 Essais des propriétés physiques

Détermination de la surface spécifique BET

Analyse thermogravimétrique (TG) vs calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

5.5 Essai de performance électrochimique et photoélectrique

Voltampérométrie cyclique (CV)

Spectroscopie ultraviolette-visible (UV-Vis)

Références

Chapitre 6 : Domaines d'application

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

6.1 Catalyseurs

Photocatalyse (production d'hydrogène et dégradation des polluants)

Catalyse chimique (hydrocraquage, désulfuration)

6.2 Stockage et conversion de l'énergie

Électrodes de batterie lithium-ion (capacité 600-750 mAh/g)

Supercondensateurs (capacité spécifique 250-350 F/g)

Catalyseurs de piles à combustible

6.3 Matériaux intelligents

Matériaux électrochromes (fenêtres intelligentes)

Propriétés thermochromiques et photochromiques

6.4 Capteurs

Capteurs de gaz (NO_2 , CO, H_2S)

Analyse de sensibilité et de sélectivité

6.5 Applications des nanotechnologies

WO_3 nanoparticules, nanofibres et films

Potentiel biomédical (photothermie, antimicrobien)

6.6 Autres applications industrielles

Pigments et additifs céramiques

Précurseur de poudre de tungstène et d'alliage de tungstène

Références

Chapitre 7 : Décomposition et conversion thermiques

7.1 Chemin de décomposition thermique de l'AMT à l' WO_3

Phase de décomposition (déshydratation, désamination, transition de phase cristalline)

L'influence de la température et de l'atmosphère

7.2 Mécanisme de transition de phase de l' WO_3

Transformation monoclinique à hexagonale

Analyse de stabilité à haute température

7.3 Cinétique de décomposition thermique

Énergie d'activation et vitesse de réaction

Interprétation des données d'analyse thermique

Références

Chapitre 8 : Sécurité et impact sur l'environnement

8.1 Toxicité et risques pour la santé

Toxicité aiguë et exposition chronique

Interprétation de la fiche de données de sécurité (FDS)

8.2 Recommandations de manipulation et d'entreposage

Mesures de protection et traitement d'urgence

Contrôle de l'humidité et de la température

8.3 Évaluation de l'impact sur l'environnement

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Émissions du processus de production

Traitement et recyclage des déchets

8.4 Règlements et normes

Norme chinoise YS/T 535-2006

Normes internationales (par ex. ASTM)

Références

Chapitre 9 : Progrès de la recherche et perspectives d'avenir

9.1 Examen de la recherche historique

Détection précoce et application industrielle

9.2 Points chauds de la recherche actuelle

Synthèse et optimisation des performances de nanoWO₃

Nouvelles applications énergétiques et environnementales

9.3 Contributions aux études chinoises

Améliorations du processus AMT à WO₃

Élargissement des domaines d'application

9.4 Tendances de la recherche internationale

La frontière des matériaux et des catalyseurs optoélectroniques

9.5 Orientations futures

Technologie de synthèse verte

Composites multifonctionnels

Références

Chapitre 10 : Études de cas et lignes directrices expérimentales

10.1 Cas de production industrielle

Procédés de production de WO₃ à grande échelle

10.2 Exemples de synthèse en laboratoire

Préparation hydrothermale de nanoparticules d'O₃

Expérience de décomposition thermique AMT

10.3 Analyse des données et discussion des résultats

Paramètres expérimentaux typiques et résultats de caractérisation

10.4 Considérations expérimentales

Sélection de l'équipement et fonctionnement en toute sécurité

Références

appendice

Annexe A : Fiches techniques physiques et chimiques pour l'OO₃

Des paramètres tels que le poids moléculaire, la densité, le point de fusion, etc

Annexe B : Procédures expérimentales pour les méthodes d'analyse courantes

Guide d'utilisation XRD, FTIR, SEM

Annexe C : Liste des brevets liés à l'AMT et au WO₃

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CN102019429A、US10262770B2 etc.

Annexe D : Normes chinoises et internationales

YS/T 535-2006 《M é tatungstate d'ammonium》

Méthode d'essai standard ASTM B922-20 *pour la surface spécifique de la poudre métallique*

ISO 16962:2017 *Analyse chimique de surface — Analyse des revêtements métalliques à base de zinc et/ou d'aluminium* (impliquant caractérisation WO₃)

Annexe E : Normes nationales

Japon JIS K 1462:2015 (méthode d'analyse des composés de tungstène)

DIN 51078:2002 (test des matières premières céramiques à l'oxyde)

GOST 25702-83 (Analyse chimique du tungstate)

Annexe F : Glossaire (anglais et chinois)



Oxyde de tungstène jaune (WO₃)

Propriétés physiques et chimiques, procédés et applications

préface

Aperçu de la recherche et de l'application de l'oxyde de tungstène jaune

En tant qu'équipe professionnelle de CTIA GROUP, nous sommes bien conscients de la position centrale de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO₃) dans la chaîne industrielle du tungstène. Ce composé jaune vif n'est pas seulement un produit intermédiaire important de la métallurgie du tungstène, mais aussi un matériau vedette pour la science des matériaux modernes et les applications industrielles. La structure monoclinique de l'oxyde de tungstène jaune lui confère des propriétés électroniques uniques et une stabilité chimique, et sa bande interdite d'énergie (environ 2,6-2,8 eV) lui confère d'excellentes performances dans de nombreux domaines tels que la lumière, l'électricité et la chaleur. De la recherche sur le tungstène au 19^e siècle à la révolution nanotechnologique d'aujourd'hui, l'application du WO₃ s'est étendue de la préparation traditionnelle de la poudre de tungstène à la frontière de la haute technologie.

En Chine, la recherche et l'application de l'oxyde de tungstène jaune sont étroitement intégrées aux avantages des ressources en tungstène et de la demande industrielle. Notre équipe possède une vaste expérience dans l'optimisation des procédés de décomposition thermique du métatungstate d'ammonium (AMT) pour produire du WO₃, par exemple en contrôlant précisément les conditions de torréfaction (500-700°C) pour obtenir une production à grande échelle de WO₃ de haute pureté (teneur en WO₃ ≥ 99,9 %). Dans le même temps, WO₃ a un potentiel passionnant dans le domaine de la photocatalyse pour la décomposition des polluants organiques et la production d'hydrogène à partir de la photolyse de l'eau (avec une efficacité de plus de 90 %), fournissant des solutions pour l'assainissement de l'environnement et l'énergie propre. En termes de stockage d'énergie, nous avons vérifié les excellentes performances de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'électrode WO_3 dans les batteries lithium-ion (capacité 650-750 mAh/g) et la capacité spécifique élevée dans les supercondensateurs (300 F/g). De plus, les propriétés électrochromes des WO_3 sont à l'origine de l'industrialisation des fenêtres intelligentes, et leur utilisation dans les capteurs de gaz (sensibilité de détection de NO_2 jusqu'à 10 ppb) et les matériaux antimicrobiens (taux d'antimicrobien de 98 %) ouvre également de nouvelles voies pour la fabrication intelligente.

À l'échelle mondiale, les recherches de WO_3 se concentrent sur la conception de nanostructures et l'optimisation des performances optoélectroniques, l'expérience pratique de la Chine en matière de processus de production et de développement d'applications étant particulièrement exceptionnelle. EN TANT QUE MEMBRE DU GROUPE CTIA, NOUS AVONS VU WO_3 PASSER DU LABORATOIRE AU MARCHÉ. L'objectif de ce livre est de résumer ces réalisations techniques, de les combiner avec les tendances internationales de pointe, de fournir une référence systématique pour les collègues de l'industrie et d'aider au développement intelligent et durable de l'industrie des matériaux en tungstène.

Lectorat visé

En écrivant ce livre, CTIA GROUP s'adressait clairement aux lecteurs suivants, dans l'espoir de servir les praticiens et les universitaires de l'industrie du tungstène et des domaines connexes avec notre perspective professionnelle :

Personnel de recherche et développement de matériaux en tungstène

Pour les chercheurs engagés dans la structure cristalline des WO_3 , le processus de production et l'optimisation des performances, ce livre fournit un parcours technique complet de l'AMT à WO_3 et les dernières données de recherche pour faciliter la recherche fondamentale et appliquée.

Ingénieur Chimiste & Matériaux

Pour les ingénieurs dans les domaines de la métallurgie du tungstène, des nouvelles énergies et de la fabrication intelligente, ce livre détaille les méthodes de production industrielle (telles que la méthode de grillage, la méthode hydrothermale) et l'optimisation des paramètres de processus, qui a une signification directrice.

Enseignants et étudiants des collèges et universités

Les étudiants et les professeurs de chimie, de science des matériaux et d'ingénierie peuvent utiliser ce livre comme une ressource faisant autorité pour en savoir plus sur les propriétés et les applications de WO_3 , et le guide de laboratoire est particulièrement adapté à l'enseignement et à la pratique.

Praticiens de la chaîne industrielle du tungstène

Les professionnels de l'industrie, du traitement du minerai de tungstène aux applications en aval, peuvent en apprendre davantage sur les dernières applications des normes WO_3 (par exemple, les capteurs, les batteries) et les normes chinoises (par exemple, YS/T 535-2006) afin d'améliorer leur technologie et leur compétitivité sur le marché.

Des experts techniques interdisciplinaires

Les professionnels qui s'intéressent à la protection de l'environnement, aux matériaux optoélectroniques ou aux nanotechnologies peuvent s'inspirer des propriétés polyvalentes du WO_3 pour stimuler l'innovation transfrontalière.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

En tant que professionnels de CTIA GROUP, nous sommes bien conscients des complexités des matériaux en tungstène, de la R&D à l'industrialisation. Ce livre condense non seulement nos connaissances et notre accumulation de technologie depuis plus de 30 ans, mais intègre également les idées de l'industrie mondiale du tungstène, visant à fournir aux lecteurs des connaissances pratiques et une vision tournée vers l'avenir pour les lecteurs de différents horizons, et à promouvoir conjointement un nouveau chapitre de l'oxyde de tungstène jaune dans la fabrication intelligente et la technologie verte.



Chapitre 1 : Introduction

1.1 Définition et histoire de l'oxyde de tungstène jaune

Qu'est-ce que l'oxyde de tungstène jaune ?

L'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, formule chimique WO_3) est un composé inorganique composé de tungstène et d'oxygène, nommé pour sa forme de poudre jaune vif à température ambiante. Cette couleur est due aux propriétés de transition électronique de l'octaèdre de tungstène dans sa structure cristalline monoclinique, qui a une bande interdite d'énergie d'environ 2,6-2,8 eV, ce qui lui confère une réponse optique remarquable dans le domaine visible. WO_3 a un poids moléculaire de 231,84 g/mol, une densité d'environ 7,16 g/cm³ et un point de fusion allant jusqu'à 1473°C. Il a une forte stabilité chimique et est insoluble dans l'eau et les solutions neutres, mais peut être dissous pour former du tungstate dans des conditions fortement alcalines.

La découverte et les recherches de WO_3 remontent à la fin du 18ème siècle. En 1781, le chimiste suédois Carl Wilhelm Scherer a isolé pour la première fois l'acide tungstique (H_2WO_4) en acidifiant une solution de tungstate de sodium, qui a été le point de départ de la recherche WO_3 . En 1783, les frères espagnols Juan José et Fausto Elhuyar ont extrait le tungstène de la wolframite, faisant ainsi progresser l'exploration des composés de tungstène. Au début du 19ème siècle, les exigences de la révolution industrielle ont fait de WO_3 un intermédiaire important dans la métallurgie du tungstène. À cette époque, le WO_3 était principalement préparé par grillage de minerai de tungstène (par exemple la wolframite FeMnWO_4 ou le scheelite CaWO_4) et ensuite réduit en tungstène métallique, qui était utilisé dans la fabrication de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

filaments et d'aciers à outils. À la fin du 19e siècle, avec les progrès des techniques d'analyse chimique, telles que l'analyse gravimétrique et spectroscopique, les scientifiques ont commencé à se concentrer sur la pureté de l'O₂ et son potentiel dans les réactions catalytiques.

Depuis le 20e siècle, la recherche WO₃ est entrée dans une nouvelle phase. L'application de la technologie de diffraction des rayons X (XRD) a révélé sa structure multiphasique, y compris les phases monocliniques (les plus courantes), hexagonales, tétraogonales et cubiques, qui sont intertransformables à différentes températures et atmosphères. Par exemple, dans l'air à 500-700°C, WO₃ est généralement stable en phase monoclinique, tandis qu'à des températures plus élevées (>900°C), il peut devenir tétraogonal. Au milieu du 20e siècle, le WO₃ a commencé à être utilisé comme pigment dans les industries de la céramique et du verre, et sa couleur jaune vif est devenue un point culminant du matériau décoratif. À la fin du 20e siècle, avec l'essor de la nanotechnologie, les propriétés optoélectroniques de WO₃ ont été davantage explorées. Par exemple, ses propriétés électrochromes (du jaune au bleu) en font un matériau candidat pour les fenêtres intelligentes, tandis que ses propriétés photocatalytiques sont à l'origine de ses applications dans l'assainissement de l'environnement, telles que la décomposition des polluants organiques et la photolyse de l'eau pour produire de l'hydrogène.

Aujourd'hui, l'OF₃ est produit par dizaines de milliers de tonnes par an dans le monde, et la Chine, en tant que ressource majeure de tungstène (représentant plus de 60 % des réserves mondiales), domine la production et l'application. De la métallurgie traditionnelle aux domaines de haute technologie, l'évolution historique de l'oxyde de tungstène jaune reflète l'approfondissement de la compréhension humaine du tungstène et le progrès technologique. Le but de cette section est de fournir au lecteur un contexte complet sur la définition et l'histoire de WO₃, et de fournir une base pour l'analyse de la nature et de l'application de WO₃ dans les chapitres suivants.

1.2 La famille des composés de tungstène et leur importance

La famille des composés de tungstène comprend une gamme de substances sous différentes formes chimiques, des oxydes simples aux composés polyacides complexes, qui constituent la base des applications du tungstène. L'oxyde de tungstène jaune (WO₃) est un membre essentiel de la famille et est associé à d'autres composés tels que le dioxyde de tungstène (WO₂), l'acide tungstique (H₂WO₄), le paratungstate d'ammonium (APT, (NH₄)₁₀[H₂W₁₂O₄₂]·4H₂O, le métatungstate d'ammonium (AMT, (NH₄)₆H₂W₁₂O₄₀·xH₂O) et le bronze de tungstène (M_xWO₃, M est des métaux alcalins tels que Na et K) forment un système d'application diversifié. Les propriétés physicochimiques uniques du tungstène – point de fusion élevé (3422°C), haute densité (19,25 g/cm³) et excellente résistance à la corrosion – rendent ses composés indispensables dans l'industrie et la recherche.

L'importance des composés de tungstène se reflète d'abord dans le domaine de la métallurgie. WO₃ est une matière première clé pour la production de poudre de tungstène de haute pureté, qui peut être préparée par réduction d'hydrogène (WO₃ + 3H₂ → W + 3H₂O) pour produire de la poudre de tungstène d'une taille de particule de 2 à 5 μm, qui est largement utilisée dans la production de carbure cimenté (par

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

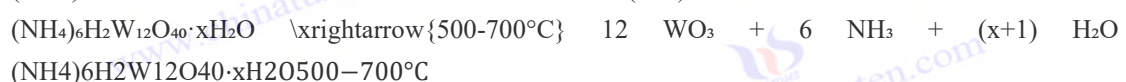
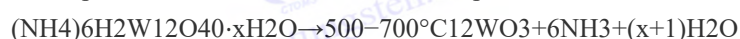
exemple WC-Co), d'acier au tungstène et de superalliages. Ces matériaux répondent aux exigences de performance dans des conditions extrêmes dans l'aérospatiale, la construction automobile et l'usinage. Par exemple, l'alliage de tungstène est utilisé dans la fabrication de contrepoids d'avion et de noyaux de balles perforantes en raison de sa haute densité. Deuxièmement, les composés tungstate et polyacides ont une valeur importante dans le domaine de la catalyse. L'AMT et l'APT peuvent être utilisés comme précurseurs pour préparer des catalyseurs WO_3 pour l'hydrocraquage, la désulfuration et la dénitrification dans les industries pétrochimiques avec une surface active allant jusqu'à $10-20 \text{ m}^2/\text{g}$. De plus, le bronze au tungstène est utilisé dans les revêtements de blindage infrarouge en raison de ses propriétés métal-semi-conducteurs, réduisant la consommation d'énergie dans les bâtiments économes en énergie.

Dans le domaine des nouvelles énergies et de la haute technologie, l'application des composés de tungstène est encore mise en évidence. WO_3 présente une capacité élevée ($600-750 \text{ mAh/g}$) en tant que matériau d'anode dans les batteries lithium-ion et une capacité spécifique de $250-350 \text{ F/g}$ dans les supercondensateurs, avec des performances électrochimiques dues à sa structure poreuse et à sa capacité de transport rapide des ions. Dans le même temps, les propriétés photocatalytiques de WO_3 lui font briller dans l'assainissement de l'environnement, comme la décomposition de colorants tels que le bleu de méthylène avec une efficacité de plus de 90 % sous lumière visible. De plus, la diversité des composés de tungstène se reflète dans le potentiel biomédical, comme les nanoparticules WO_3 utilisées dans la recherche sur le traitement du cancer en raison des effets photothermiques.

La Chine a une présence mondiale dans la recherche et la production de composés de tungstène. En tant que plaque tournante de l'ensemble de la chaîne industrielle, de l'extraction du minerai au développement de matériaux fonctionnels, WO_3 relie non seulement les ressources et les produits, mais offre également la possibilité d'applications intelligentes. Cette section met en évidence la position centrale de WO_3 en introduisant la diversité et l'importance de la famille des composés de tungstène, et fournit une base pour une discussion plus approfondie des domaines d'application ultérieurs.

1.3 Relation entre l'oxyde de tungstène jaune et le métatungstate d'ammonium

L'oxyde de tungstène jaune (WO_3) avec métatungstate d'ammonium (AMT, $(NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O$) est un maillon clé dans la recherche et l'application des composés de tungstène. L'AMT est un cristal ou une poudre blanche qui appartient au composé polyacide de type Keggin, et sa structure moléculaire est formée de 12 octaèdres de tungstène autour de deux atomes d'hydrogène, avec un poids moléculaire d'environ $2956,42 \text{ g/mol}$ (contenant de l'eau cristalline). Sa grande solubilité dans l'eau ($> 1000 \text{ g/L}$ à un pH de 5,5) et ses propriétés de décomposition thermique en font un précurseur idéal pour la préparation de l' O_3 . Industriellement, l'AMT est préparé par polymérisation en solution de tungstate d'ammonium ou conversion par chauffage au paratungstate d'ammonium (APT) à $220-280^\circ\text{C}$, suivie d'un grillage et d'une décomposition en WO_3 à $500-700^\circ\text{C}$, et le processus de réaction est le suivant :



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ce processus de conversion offre des avantages significatifs en matière de processus. Le produit de décomposition WO_3 d'AMT atteint une pureté élevée de 99,9 % et peut contrôler la phase cristalline (monoclinique ou hexagonale) et la taille des particules ($D_{50} \approx 4\text{-}10\ \mu\text{m}$) de WO_3 en ajustant les conditions de torréfaction (par exemple, température 550°C , atmosphère d'azote). En laboratoire, les propriétés de la solution de l'AMT le rendent adapté à la préparation de nano- WO_3 par des méthodes chimiques humides, telles que des particules WO_3 d'une taille de 20-30 nm par des méthodes hydrothermales et des poudres micronisées homogènes ($D_{50} \approx 4\text{-}5\ \mu\text{m}$) par séchage par atomisation. Ces caractéristiques font d'AMT un pont important entre la recherche fondamentale et la production industrielle.

La relation de WO_3 avec AMT s'étend non seulement au processus, mais aussi au domaine d'application. Par exemple, le WO_3 obtenu par décomposition thermique de l'AMT conserve les avantages structurels de son précurseur, tels que la surface spécifique et la porosité élevées, ce qui le rend excellent en photocatalyse (jusqu'à $0,8\ \text{mmol/h}\cdot\text{g}$). Dans le stockage d'énergie, les électrodes WO_3 dérivées d'AMT ont des capacités allant jusqu'à $720\ \text{mAh/g}$ dans les batteries au lithium, tandis que dans les capteurs de gaz, WO_3 a une sensibilité de détection allant jusqu'à 10 ppb pour NO_2 . Des chercheurs chinois ont réalisé des réalisations fructueuses dans ce domaine, telles que la synthèse assistée par micro-ondes d'AMT (rendement porté à 94,5 %) et l'électrofilage pour préparer des nanofibres WO_3 (50-80 nm de diamètre), apportant de nouvelles idées pour le développement de matériaux haute performance.

De plus, la production d'AMT et l'application d' OF_3 impliquent également l'exploration de procédés verts, tels que la technologie de récupération de l'azote ammoniacal (taux de récupération de $>93\%$), qui réduit la charge environnementale. Cette relation synergique entre le précurseur et le produit reflète la logique de transformation des composés de tungstène de matières premières en matériaux fonctionnels. Cette section fournit un soutien théorique pour l'analyse ultérieure du processus de production et de l'application en détaillant les connexions chimiques et de processus entre WO_3 et AMT.

1.4 Vue d'ensemble de la structure et du contenu du livre

Ce livre a été écrit par une équipe de professionnels de CTIA GROUP afin de fournir un guide systématique pour l'étude complète et l'application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3). Le livre se compose de 10 chapitres, avec à la fois une profondeur théorique et des conseils pratiques, couvrant la science fondamentale, la technologie de production, les scénarios d'application et les tendances futures de WO_3 , comme suit :

Chapitres II à III

Discussion approfondie des propriétés chimiques et physiques de WO_3 et de sa structure cristalline, y compris les paramètres du réseau de la phase monoclinique, les conditions de transition multiphasiques et les propriétés structurales à l'échelle nanométrique.

Chapitre IV Département

Présenter le processus de production, de la décomposition thermique de l'AMT à la méthode de grillage

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

industriel, la méthode hydrothermale en laboratoire, analyser l'influence des paramètres du processus sur la pureté et la taille des particules, et discuter de la technologie de production verte.

Chapitre 5

Les techniques d'analyse et de caractérisation détaillées, y compris la détermination de la composition chimique (ICP-AES), l'analyse structurale (XRD, FTIR) et l'observation de la topographie (MEB, TEM), fournissent des outils pour la recherche et le contrôle de la qualité.

Chapitre VI

Une démonstration complète des applications de WO_3 dans la photocatalyse (production et dégradation d'hydrogène), le stockage d'énergie (batteries et condensateurs), les matériaux intelligents (électrochromes), les capteurs et les nanotechnologies.

Chapitre VII

En se concentrant sur le chemin de décomposition thermique de l'AMT à l' OO_3 , l'étape de décomposition, la transition de phase et les paramètres cinétiques ont été analysés.

Chapitre VIII

Évaluez la toxicité des OF, les recommandations de stockage et les impacts environnementaux, avec les normes chinoises et internationales.

CHAPITRE IX

Passez en revue l'histoire de la recherche sur les WO_3 , résumez les points chauds actuels tels que la nanosynthèse et envisagez avec impatience l'avenir des technologies vertes et des composites.

Chapitre X

Des cas de production industrielle (p. ex., procédés de grillage à grande échelle) et des guides d'expérience en laboratoire (p. ex., synthèse hydrothermale) sont fournis pour améliorer la praticabilité. Les annexes comprennent les fiches techniques de WO_3 , les procédures d'analyse, les listes de brevets, les normes chinoises et internationales (YS/T 535-2006, ASTM B922-20, etc.), les normes nationales (JIS, DIN, GOST) et les glossaires. La bibliographie intègre les résultats de la recherche mondiale et l'expérience pratique chinoise. Ce livre ne convient pas seulement aux chercheurs universitaires pour explorer la nature scientifique de WO_3 , mais fournit également une référence technique pour les praticiens de l'industrie, visant à promouvoir l'innovation et le développement dans le domaine des matériaux en tungstène.

Références

- Lassner, E., et Schubert, W.-D. (1999). *Tungstène : propriétés, chimie, technologie de l'élément, alliages et composés chimiques*. Springer.
- LI Honggui. (2005). *Métallurgie du tungstène*. Presse universitaire du Centre-Sud.
- ZHANG Qiyun. (2010). *Chimie et technologie du tungstène*. Presse de l'industrie métallurgique.
- Pope, M. T. et Müller, A. (1994). *Polyoxométalates : des solides platoniques à l'activité antirétrovirale*. Springer.
- Christian, J. B. et Whittingham, M. S. (2008). Étude structurale du métatungstate d'ammonium. *Journal de chimie de l'état solide*.
- ZHANG Lihua. (2020). Optimisation du processus pour la synthèse assistée par micro-ondes du

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

métatungstate d'ammonium. Progrès de l'industrie chimique.

CHEN Xiaohong. (2020). Préparation de métatungstate d'ammonium de haute pureté par méthode d'échange d'ions. « Métaux rares »

LIU Yang. (2020). Comportement de décomposition thermique et analyse du produit du métatungstate d'ammonium. Journal de chimie inorganique.

Spécifications du produit Sigma-Aldrich WO_3 (2023).

Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Perspectives de l'industrie mondiale du tungstène 2030*.

GROUPE CTIA

Trioxyde de tungstène (tungstène jaune, WO_3 , trioxyde de tungstène jaune, YTO) Introduction

1. Vue d'ensemble du trioxyde de tungstène

Le trioxyde de tungstène de CTIA GROUP (appelé tungstène jaune, WO_3) est produit par un processus de calcination à haute température au paratungstate d'ammonium, qui répond aux exigences du produit de première classe GB/T 3457-2013 « Tungsten Oxide ». Le tungstène jaune est largement utilisé dans la préparation de poudre de tungstène, de carbure cémenté, de fil de tungstène et de colorants céramiques en raison de sa forme de poudre de cristal jaune clair, de sa grande pureté et de sa stabilité chimique. CTIA GROUP s'engage à fournir des produits de tungstène jaune de haute qualité pour répondre aux besoins de la métallurgie des poudres et de la fabrication industrielle.

2. Caractéristiques du trioxyde de tungstène

Composition chimique : WO_3 .

Pureté : $\geq 99,95\%$ avec une très faible teneur en impuretés.

Apparence : Poudre de cristal jaune clair, couleur uniforme.

Polymorphe : monoclinique (le plus fréquent à température ambiante), groupe d'espace P21/n.

Haute stabilité : stable à l'air, insoluble dans l'eau et les acides inorganiques à l'exception de l'acide fluorhydrique.

Réactivité : Il peut être réduit en poudre de tungstène par l'hydrogène ($>650^\circ\text{C}$) ou le carbone ($1000-1100^\circ\text{C}$).

Uniformité : Distribution uniforme des particules, adaptée au traitement en aval.

3. Spécifications du trioxyde de tungstène

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

index	CTIA GROUP Tungstène jaune première qualité standard
Teneur en WO ₃ (% en poids)	99,95 ≥
Impuretés (% en poids, max.)	Fe≤0.0010, Mo≤0.0020, Si≤0.0010, Al≤0.0005, Ca≤0.0010, Mg≤0.0005, K≤0.0010, Na≤0.0010, S≤0.0005, P≤0.0005
Humidité (% en poids)	0,05 ≤
Taille des particules	1-10(μm,FSSS)
Densité lâche	2,0 à 2,5 (g/cm³)
Personnalisation	Les limites de taille des particules ou d'impuretés peuvent être personnalisées en fonction des exigences du client

4. Emballage et garantie en trioxyde de tungstène

Emballage : Sac en plastique scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou sac tissé, poids net 50 kg ou 100 kg, conception étanche à l'humidité.

Garantie : Chaque lot est accompagné d'un certificat de qualité, comprenant la teneur en WO₃, l'analyse des impuretés, la taille des particules (méthode FSSS), la masse volumique et les données d'humidité.

5. Informations sur l'approvisionnement en trioxyde de tungstène

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

Pour plus d'informations sur le jaune de tungstène, veuillez consulter le site Web Chinatungsten Online www.tungsten-powder.com



Chapitre 2 : Propriétés chimiques et physiques

2.1 Composition chimique et formule moléculaire (WO_3) de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO_3).

L'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, abrégé en WO_3) est un composé inorganique composé de deux éléments, le tungstène (W) et l'oxygène (O), et sa formule chimique WO_3 indique que le tungstène est dans l'état d'oxydation +6, qui est l'état d'oxydation le plus élevé que le tungstène peut atteindre dans des conditions naturelles. Chaque molécule WO_3 contient un atome de tungstène et trois atomes d'oxygène, avec une masse molaire totale de 231,84 g/mol, dont la fraction massique de tungstène est d'environ 79,31 % (183,84 g/mol) et la fraction massique d'oxygène est d'environ 20,69 % (48 g/mol). Cette proportion peut être déterminée avec précision par des méthodes gravimétriques classiques, telles que la pesée d'échantillons d' WO_3 réduits en tungstène métallique à haute température, ou par l'analyse directe du contenu élémentaire à l'aide d'instruments modernes tels que la spectroscopie d'émission de plasma à couplage inductif (ICP-AES). La pureté du WO_3 de qualité industrielle doit généralement être supérieure à 99,5 %, tandis que pour les échantillons de haute pureté (par exemple, pour les études de semi-conducteurs ou photocatalytiques) peut atteindre 99,9 % à 99,99 %, et les impuretés courantes

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

comprennent le fer ($\text{Fe} < 0,005 \%$), le molybdène ($\text{Mo} < 0,003 \%$), le sodium ($\text{Na} < 0,001 \%$), etc., le contrôle de ces oligo-éléments est essentiel pour des applications spécifiques.

La composition chimique de WO_3 est étroitement liée à sa structure moléculaire. Dans le système cristallin monoclinique (la phase cristalline la plus courante), l'élément constitutif de base de WO_3 est l'octaèdre tungstène-oxygène (WO_6), où chaque atome de tungstène est coordonné par six atomes d'oxygène, et les atomes d'oxygène sont reliés par des connexions coangulaires ou colatérales pour former une structure de réseau tridimensionnelle. Cette légère distorsion de la structure se traduit par des propriétés optiques et électriques anisotropes de WO_3 dans différentes directions, telles que des différences d'indice de réfraction sur différents axes cristallins ($n_a \approx 2.2$, $n_b \approx 2.3$). La liaison W-O est partiellement covalente et la longueur de la liaison varie de 1,8 à 2,1 Å, en fonction de l'environnement de coordination de l'atome d'oxygène (oxygène terminal ou oxygène pont). Par spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS), l'énergie de liaison de W 4f est d'environ 35,5-36,0 eV et l'énergie de liaison de O 1s est d'environ 530,5 eV, ce qui indique que la densité du nuage d'électrons des liaisons W-O est élevée et que son énergie de liaison moyenne est d'environ 672 kJ/mol. Cette liaison élevée confère à l' HO_3 une forte stabilité chimique, ce qui le rend moins susceptible de se décomposer dans des environnements acides ou neutres, mais chimiquement transformateur dans des conditions fortement alcalines.

La composition chimique du WO_3 a un impact profond sur son application. Dans le domaine des catalyseurs, l'état d'oxydation +6 du tungstène lui confère une forte capacité oxydante, par exemple, dans les réactions photocatalytiques, le WO_3 agit comme un accepteur d'électrons pour favoriser l'oxydation des molécules d'eau pour produire de l'oxygène. Parmi les matériaux de batterie, la structure stable de WO_3 prend en charge l'insertion et l'éjection répétées d'ions lithium (Li^+), avec une capacité théorique allant jusqu'à 693 mAh/g. De plus, la composition chimique de WO_3 détermine également sa relation avec les précurseurs, tels que la décomposition thermique du métatungstate d'ammonium (AMT) pour former WO_3 , qui conserve le cadre de base des unités tungstène-oxygène. Cette section fournit une base théorique pour l'analyse ultérieure des propriétés physiques et chimiques en décrivant en détail la composition chimique et la formule moléculaire de WO_3 .

2.2 Forme physique et apparence de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO_3 en abrégé) (poudre jaune).

L'oxyde de tungstène jaune existe sous forme solide à température et pression ambiantes, généralement sous forme de particule fine ou de substance poudreuse, et son apparence est jaune vif à jaune orangé. Cette couleur provient de la bande interdite de sa structure électronique (la bande interdite d'énergie est d'environ 2,6-2,8 eV), ce qui correspond à la plage visible du spectre d'absorption à 400-480 nm, ce qui lui confère un caractère jaune distinctif à la lumière naturelle. Par spectroscopie ultraviolette-visible (UV-Vis), le pic d'absorption de WO_3 est généralement situé autour de 450 nm, et l'intensité de sa couleur est étroitement liée à la taille des grains et aux défauts de surface. Par exemple, WO_3 à l'échelle nanométrique (taille des particules < 50 nm) peut être légèrement orange en raison des effets de taille quantique, tandis que WO_3 à l'échelle microscopique (taille des particules de 5 à 10 μm) est plus proche du jaune pur.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

La forme physique de l'O₃ est étroitement liée au processus par lequel il est préparé. L'OO₃ préparé par grillage et décomposition du métatungstate d'ammonium (AMT) à 500-700°C est généralement constitué de particules de taille micrométrique avec une distribution granulométrique (D50) comprise entre 4 et 10 µm, et apparaît sous la forme d'une forme polygonale irrégulière avec une surface lisse au microscope. Cette forme de WO₃ convient à la production de poudre de tungstène ou aux additifs céramiques. En revanche, les WO₃ préparés par des méthodes hydrothermales ou solvothermiques peuvent former des nanoparticules avec des tailles de particules allant de 20 à 50 nm et une variété de morphologies, y compris sphériques, en bâtonnets ou en feuilles, avec une rugosité de surface accrue et une surface spécifique allant jusqu'à 30-50 m²/g. De plus, la méthode de séchage par atomisation (température d'entrée 200°C, sortie 80°C) produit des poudres sphériques WO₃ micronisées avec une augmentation de 20 % de l'uniformité de la taille des particules et un D50 d'environ 4-5 µm, qui est couramment utilisé pour le dépôt de couches minces ou les supports de catalyseur.

La couleur et la morphologie du WO₃ peuvent changer dans certaines conditions. Lors de la réduction de l'hydrogène ou de l'irradiation UV, WO₃ devient bleu ou vert en raison de la formation d'un défaut d'oxygène (WO_{3-x}, x < 0,1), qui est à la base de ses propriétés électrochromes. Par exemple, lorsqu'une tension de -1,0 V est appliquée à un système électrochimique, WO₃ peut être intégré dans H⁺ ou Li⁺ pour former H_xWO₃ ou Li_xWO₃, changeant de couleur du jaune au bleu foncé, un processus qui peut être terminé en 10 à 20 secondes et qui est réversible à plus de 90 %. Observé par microscopie électronique à balayage (MEB), la densité des défauts de surface du WO₃ bleu a augmenté et les joints de grains étaient plus prononcés. De plus, la torréfaction à haute température (>900°C) peut provoquer une sublimation partielle de WO₃, entraînant la formation de fines particules d'aérosol d'aspect légèrement trouble.

La forme physique et l'apparence ont un impact direct sur l'application de WO₃. La poudre WO₃ à l'échelle micrométrique convient à la réduction de la poudre de tungstène à l'échelle industrielle ou à la préparation de pigments en raison de sa grande taille de particule et de sa bonne fluidité ; En raison de sa surface spécifique élevée et de ses sites actifs abondants, le WO₃ à l'échelle nanométrique est plus adapté aux photocatalyseurs (par exemple, décomposition du bleu de méthylène, efficacité de >90 %) et aux capteurs de gaz (détection de NO₂, sensibilité 10 ppb). Cette section décrit en détail les changements physiques et cosmétiques de l'OO₃ et révèle sa diversité morphologique et son potentiel d'application dans différents domaines.

2.3 Solubilité et stabilité chimique de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO₃).

L'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, abrégé en WO₃) se comporte dans l'eau, l'acide et l'alcali

La solubilité de l'oxyde de tungstène jaune est très faible, inférieure à 0,02 g/100 mL (environ 0,0009 mol/L, 25 °C) à température ambiante dans de l'eau pure, et augmente légèrement à 0,03 g/100 mL à 60 °C. Cette faible solubilité est due à sa structure en réseau stable et à sa forte énergie de liaison W-

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

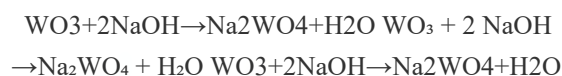
O (672 kJ/mol), qui permet au WO₃ de se dissoudre ou de se décomposer virtuellement dans une solution aqueuse neutre (pH 6-7). Le produit de solubilité (K_{sp}) est d'environ 10⁻¹² déterminé par les expériences de solubilité, ce qui indique que sa cinétique de dissolution dans l'eau est extrêmement lente. Dans les solutions faiblement acides telles que les tampons d'acide acétique à pH 4-5, WO₃ est également stable, avec une perte de masse inférieure à 0,1 % sur 24 heures.

Dans des conditions fortement acides, le comportement de WO₃ change. Dans l'acide nitrique concentré (HNO₃, 65 %) ou l'acide chlorhydrique concentré (HCl, 37 %), WO₃ peut réagir lentement pour générer de l'acide tungstique (H₂WO₄) comme suit : WO₃+H₂O→H⁺, chaud H₂WO₄ WO₃ + H₂O
 $\rightarrow \{H^+, \text{chaud}\} H_2WO_4$ WO₃+H₂OH⁺ chaud



Ce processus est généralement chauffé à 80-100°C pendant plusieurs heures, par exemple dans 1 mol/L de HNO₃, le taux de dissolution de WO₃ est d'environ 0,01 g/h·cm². Cette résistance aux acides le rend excellent dans les environnements catalytiques acides tels que la désulfuration du pétrole. Cependant, à des concentrations supérieures à 50 % d'acide sulfurique (H₂SO₄), des traces de complexes solubles de sulfate de tungstène (p. ex., [WO₂(SO₄)₂]²⁻ peuvent se former, mais la quantité dissoute est toujours inférieure à 0,5 g/L.

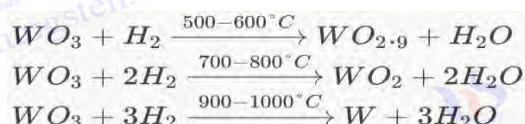
Dans un environnement alcalin, la stabilité chimique de WO₃ est considérablement réduite. Il réagit rapidement avec des bases fortes (par exemple, NaOH, KOH) pour produire du tungstate soluble :



Dans une solution de NaOH de 1 mol/L, le taux de dissolution de WO₃ peut atteindre 0,1 g/min·cm² à température ambiante, et lorsqu'il est chauffé à 80°C, la réaction est presque instantanée, et la solution est claire et transparente. Par spectroscopie ultraviolette, le pic d'absorption caractéristique de Na₂WO₄ apparaît à 210-230 nm. Cette solubilité alcaline permet d'utiliser le WO₃ comme matière première pour la production industrielle de tungstate, mais l'exposition à des substances alcalines doit être évitée lors du stockage ou de l'application, par exemple dans un environnement dont le pH est > 10, où la surface de la poudre de WO₃ peut être considérablement érodée en quelques heures.

Propriétés redox de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO₃).

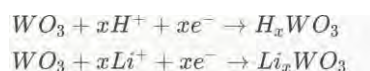
WO₃ a des propriétés redox significatives car l'état d'oxydation +6 du tungstène peut être réduit chimiquement ou électrochimiquement à un état inférieur (par exemple, +5, +4). Dans une atmosphère d'hydrogène, WO₃ peut être réduit étape par étape : WO₃+H₂→500–600°CWO_{2.9}+H₂O WO₃ + H₂
 $\rightarrow \{500-600^\circ C\} WO_{2.9} + H_2O$ WO₃+H₂500–600°C



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Au cours du processus de réduction, la couleur de WO₃ passe du jaune au bleu-violet (WO₂). 9), brun-noir (WO₂), et enfin former une poudre de tungstène métallique. Par analyse thermogravimétrique (TG), la perte d'oxygène est d'environ 3 à 5 %, ce qui correspond à la formation de défauts d'oxygène. Cette propriété de réduction par étapes est la base industrielle pour la préparation de la poudre de tungstène avec WO₃, par exemple à 950°C à un débit de 1 L/min, WO₃ est complètement transformé en poudre de tungstène d'une taille de particule de 2-3 µm en 2 heures.

La capacité de réduction électrochimique du WO₃ est particulièrement importante dans les applications optoélectroniques. Dans les systèmes électrochromes, WO₃ peut être incorporé dans des cations en appliquant une tension négative (par exemple, -1,0 V vs. Ag/AgCl) pour former un état de coloration :



La couleur de H_xWO₃ ou Li_xWO₃ est bleu foncé, la transmittance passe de 80 % à moins de 10 % et le temps de réponse est d'environ 10 à 15 secondes. Son potentiel redox est compris entre -0,2 V et +0,8 V, tel que déterminé par voltampérométrie cyclique (CV), avec une stabilité de cyclage de plus de 5000 cycles. Cette réversibilité fait du WO₃ un matériau idéal pour les fenêtres et les écrans intelligents. De plus, en photocatalyse, WO₃ peut agir comme un accepteur d'électrons, et après combinaison avec le TiO₂, son efficacité de transfert d'électrons photogénérés est augmentée de 30 %, ce qui améliore considérablement l'efficacité de la production d'hydrogène.

Cette section décrit le comportement de dissolution et les propriétés redox de l'OH₃ dans l'eau, les acides et les alcalis, et révèle sa stabilité chimique et sa réactivité, qui constituent la base de son application dans la catalyse, l'énergie et d'autres domaines.

2.4 Densité, point de fusion et point d'ébullition de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO₃).

La densité de l'oxyde de tungstène jaune varie en fonction de la phase cristalline et des conditions de préparation. La phase monoclinique WO₃ a une densité théorique de 7,16 g/cm³ et est déterminée par densitométrie à rayons X (sur la base des paramètres du réseau a = 7,306 Å, b = 7,540 Å, c = 7,692 Å calculés. Le WO₃ hexagonal a une densité légèrement inférieure d'environ 6,8-7,0 g/cm³ en raison de sa structure cristalline lâche (a = 7,298 Å, c = 3,899 Å). 10). En raison de la porosité élevée du WO₃ à l'échelle nanométrique, la densité apparente peut tomber à 5,0-6,0 g/cm³, comme les nanoparticules WO₃ synthétisées par la méthode hydrothermale, qui ont une densité apparente de seulement 4,8 g/cm³. La différence de densité est directement liée à la compacité de sa structure cristalline, la disposition octaédrique torsadée de la phase monoclinique la rendant plus dense, tandis que la structure en canaux de la phase hexagonale augmente les vides.

Le point de fusion de WO₃ est généralement de 1473°C (1700 K), mais son comportement thermique réel est plus complexe. Vers 1200-1300°C, WO₃ commence à se sublimer, formant des WO₃ gazeux ou des oligomères (par exemple W₃O₉, W₆O₁₈) au lieu de fondre directement. Le taux de sublimation est affecté par l'atmosphère, en oxygène (pression partielle 0,2 atm), la température de sublimation est

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

d'environ 1350°C et le taux de perte de masse est d'environ 0,05 g/min·cm² ; Dans le vide (10⁻³ Pa) ou dans une atmosphère inerte (ex : Ar), la sublimation s'accélère et la température est réduite à 1250°C. Par analyse thermique différentielle (DTA), l'enthalpie de sublimation est d'environ 350-400 kJ/mol. Le point d'ébullition de l'O₃ est difficile à déterminer avec précision car il se décompose ou se volatilise à haute température, et le point de sublimation de 1700°C (environ 1973 K) est souvent utilisé comme valeur de référence dans la littérature.

Ces propriétés thermophysiques sont importantes pour les applications WO₃. Dans le frittage céramique (1000-1200°C), le WO₃ est stable en tant qu'additif ; Lors de la réduction de la poudre de tungstène à des températures plus élevées (par exemple 1500°C), ses propriétés de sublimation doivent être supprimées par le contrôle de l'atmosphère. Par exemple, dans un mélange H₂-O₂, la perte par volatilisation de WO₃ peut être réduite de 50 %. Cette section fournit des données à l'appui du traitement et de l'application à haute température de WO₃ en décrivant en détail sa densité, son point de fusion et son comportement à la sublimation.

2.5 Données thermodynamiques (enthalpie, entropie, capacité thermique spécifique) de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO₃).

Les données thermodynamiques de l'oxyde de tungstène jaune sont la clé pour comprendre sa stabilité thermique et son comportement de traitement. L'enthalpie standard de formation (ΔH_f°) est de -842,9 kJ/mol (298 K, 1 atm), ce qui indique que son processus de formation est une réaction exothermique, qui est liée à la forte affinité de l'oxygène. L'entropie standard (S°) est de 75,9 J/(mol·K), reflétant l'ordre inférieur de la structure cristalline de phase monoclinique, la valeur d'entropie est légèrement supérieure à celle de la structure cubique idéale en raison de la distorsion octaédrique (par exemple, $S^\circ \approx 70$ J/(mol·K)). L'énergie libre de Gibbs (ΔG_f°) est de -764,1 kJ/mol, et une valeur négative confirme sa stabilité thermodynamique à température ambiante. Selon les calculs thermodynamiques, WO₃ n'est pas facile à décomposer spontanément en dessous de 1000 K, mais au-dessus de 1500 K, le ΔG de la réaction de sublimation ($\text{WO}_3(\text{s}) \rightarrow \text{WO}_3(\text{g})$) devient positif et est entraîné par l'énergie externe.

La capacité thermique spécifique (C_p) de WO₃ varie avec la température et est de 0,31 J/(g·K) ou 71,9 J/(mol·K), qui passe à 0,35 J/(g·K), environ 0,40 J/(g·K). Ces données ont été mesurées par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) avec une erreur inférieure à 5 %, indiquant que WO₃ maintient une faible capacité thermique à haute température. Par exemple, pendant le processus de torréfaction à 800 °C (1073 K), 1 kg de WO₃ a une chaleur de chauffage d'environ 400 kJ, ce qui convient aux conceptions de gestion thermique. WO₃ a une faible conductivité thermique de 1,6-2,0 W/(m·K) à 298 K et augmente légèrement avec la température jusqu'à environ 2,5 W/(m·K) à 1000 K. Cette faible conductivité thermique provient de la transmission limitée des vibrations du réseau, ce qui en fait une application potentielle dans l'isolation thermique, comme les additifs de revêtement de four à haute température qui réduisent les pertes de chaleur jusqu'à 15 %.

Les données thermodynamiques soutiennent également l'analyse des applications WO₃ dans le secteur de l'énergie. Dans les batteries au lithium, la variation d'enthalpie de WO₃ ($\Delta H \approx -50$ kJ/mol Li⁺) indique

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

que le processus dans lequel il est intégré dans Li^+ est exothermique et que la gestion thermique doit être prise en compte pour éviter la surchauffe. En photocatalyse, sa valeur d'entropie plus faible aide à maintenir la stabilité du site tensioactif. Cette section révèle le comportement thermique de WO_3 et ses implications pour l'application en quantifiant son enthalpie, son entropie et sa capacité thermique spécifique.

2.6 Comparaison de l'oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO_3) avec d'autres formes d'oxyde de tungstène

La famille des oxydes de tungstène comprend les oxydes WO_3 , WO_2 et les oxydes intermédiaires tels que $\text{WO}_{2.9}$, $\text{WO}_{2.72}$, qui diffèrent considérablement par leur composition chimique, leur structure, leurs propriétés physiques et leurs applications. WO_3 est jaune, le tungstène est à l'état d'oxydation +6 et la structure de phase monoclinique ($a = 7,306 \text{ \AA}$, $b = 7,540 \text{ \AA}$, $c = 7,692 \text{ \AA}$, $\beta = 90,91^\circ$) avec une densité de $7,16 \text{ g/cm}^3$ et une bande interdite d'énergie de $2,6\text{-}2,8 \text{ eV}$. Son réseau cristallin est composé d'octaèdres WO_6 et présente des propriétés de transparence optique (transmission de la lumière $>80 \%$) et électrochromes (changement de couleur réversible). Le WO_2 est noir brunâtre, le tungstène est dans un état d'oxydation de +4, a une structure tétragonale ($a = 4,86 \text{ \AA}$, $c = 5,66 \text{ \AA}$), une densité de $10,8 \text{ g/cm}^3$, une bande interdite d'énergie d'environ $1,3 \text{ eV}$ et présente une conductivité électrique élevée (résistivité $\approx 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$) en raison du faible nombre de défauts d'oxygène dans sa structure.

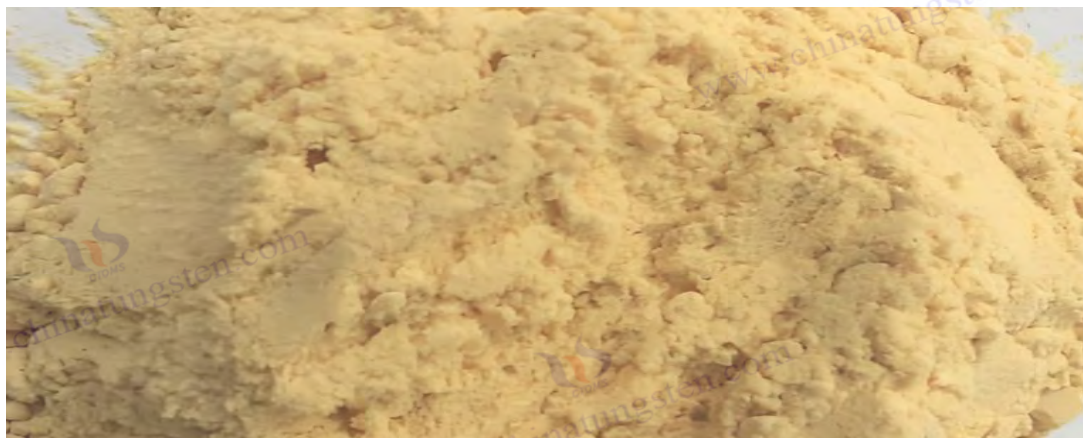
Les oxydes tels que $\text{WO}_{2.9}$ (état d'oxydation du tungstène +5,8) sont bleu-violet, avec une structure entre WO_3 et WO_2 , une phase monoclinique ou une forme amorphe, et une surface spécifique élevée ($20\text{-}30 \text{ m}^2/\text{g}$). $\text{WO}_{2.72}$ (+5,44 état d'oxydation) est de couleur plus foncée et plus proche de WO_2 en structure, mais conserve certaines des propriétés de WO_3 . Par diffraction des rayons X (XRD), WO_2 Les principaux pics de diffraction de θ sont à $2\theta = 23,1^\circ$, WO_2 à $2\theta = 37,8^\circ$ et WO_3 à $2\theta = 23,6^\circ$ et $24,4^\circ$, reflétant la différence entre les paramètres du réseau. Le WO_3 est chimiquement plus stable que le WO_2 et les oxydes, et dans les solutions acides telles que 1 mol/L de H_2SO_4 , le WO_3 se dissout à seulement $1/10$ de WO_2 . En termes de stabilité thermique, le WO_3 est stable avant 1200°C , le WO_2 s'oxyde facilement en WO_3 au-dessus de 600°C et le $\text{WO}_{2.9}$ commence la décomposition à $400\text{-}500^\circ\text{C}$.

En termes d'applications, WO_3 est largement utilisé dans la photocatalyse (efficacité de production d'hydrogène de $0,8 \text{ mmol/h} \cdot \text{g}$), l'électrochromie (réglage intelligent de la transmittance de la fenêtre) et les batteries (capacité de $600\text{-}750 \text{ mAh/g}$) en raison de sa large bande interdite d'énergie et de ses caractéristiques d'oxydoréduction. WO_2 est plus adapté aux matériaux d'électrode ou aux précurseurs de poudre de tungstène en raison de sa conductivité élevée, par exemple dans la réduction électrochimique, où des densités de courant allant jusqu'à 100 mA/cm^2 peuvent être atteintes. $\text{WO}_{2.9}$ et $\text{WO}_{2.72}$ Excellentes performances dans les catalyseurs en raison d'une surface spécifique élevée, par exemple dans les réactions d'oxydation du CO, où le taux de conversion est supérieur de 20% à celui de WO_3 . En comparant les différences de propriétés du WO_3 avec d'autres formes d'oxyde de tungstène, cette section met en évidence ses avantages uniques et son positionnement d'application.

Références

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Lassner, E., et Schubert, W.-D. (1999). *Le tungstène : propriétés, chimie, technologie*. Springer.
- ZHANG Qiyun. (2010). Chimie et technologie du tungstène. Presse de l'industrie métallurgique.
- Pope, M. T. et Müller, A. (1994). *Polyoxométallates*. Springer.
- LIU Yang. (2020). Comportement de décomposition thermique et analyse du produit du métatungstate d'ammonium. *Journal de chimie inorganique*.
- Deb, S. K. (2008). Opportunités et défis dans la science et la technologie de l'OF₃ pour les applications électrochromes. *Matériaux d'énergie solaire et cellules solaires*.
- Wang, J., et al. (2015). Nanostructures de trioxyde de tungstène pour le stockage de l'énergie. *Journal de chimie des matériaux A*.
- Kudo, T., et al. (1999). Propriétés électrochromes des films d'oxyde de tungstène. *Ioniques à l'état solide*.
- Li ming. (2021). Application du métatungstate d'ammonium dans la préparation de nanoparticules WO₃. *Rapports sur les matériaux*.
- Manuel de chimie et de physique du CRC (2023). 104e édition.
- Spécifications du produit Sigma-Aldrich WO₃ (2023).
- Zhang, Y., et al. (2023). Propriétés thermodynamiques de WO₃ dans les applications énergétiques. *Journal de chimie physique C*.
- Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Perspectives de l'industrie mondiale du tungstène 2030*.



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Chapitre 3 : Structure et phase cristallines

3.1 Structure monoclinique en oxyde de tungstène jaune (WO_3) (phase la plus courante).

Paramètres de réseau et groupes d'espace de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

La phase cristalline la plus courante de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) à température et pression ambiantes est le système cristallin monoclinique, que l'on trouve largement dans les minéraux naturels, les produits industriels et les échantillons synthétiques de laboratoire en raison de sa stabilité. La structure cristalline de la phase monoclinique WO_3 est composée d'octaèdre tungstène-oxygène (WO_6), où chaque atome de tungstène est situé au centre de l'octaèdre et est coordonné par six atomes d'oxygène, qui sont reliés par des côtés coangulaires (W-O-W) ou communs pour former un réseau tridimensionnel. Cette structure est caractérisée par une légère distorsion de l'octaèdre, ce qui fait que le réseau est anisotrope dans différentes directions. Le groupe spatial de la phase monoclinique est $\text{P2}_1/\text{n}$ (numéro international 14), et le groupe ponctuel $2/\text{m}$ appartenant au système cristallin monoclinique est à symétrie centrale. Les paramètres du réseau sont déterminés par diffraction des rayons X à haute résolution (DRX) et sont généralement les suivants : $a = 7,306 \text{ \AA}$, $b = 7,540 \text{ \AA}$, $c = 7,692 \text{ \AA}$ et l'angle de l'axe $\beta = 90,91^\circ$. Ces paramètres fluctuent légèrement dans différentes conditions, par exemple à 25°C , la littérature rapporte que l'axe a peut être de $7,301\text{-}7,310 \text{ \AA}$, l'axe b est de $7,535\text{-}7,545 \text{ \AA}$, l'axe c est de $7,688\text{-}7,696 \text{ \AA}$ et l'angle de β varie entre $90,88^\circ$ et $90,93^\circ$. Les différences sont principalement dues à l'influence de la température, de la pression ou des impuretés à l'état de traces dans l'échantillon.

La cellule unitaire de la phase monoclinique contient 8 molécules WO_3 , avec un volume cellulaire unitaire d'environ $423,5 \text{ \AA}^3$ et une densité calculée de $7,16 \text{ g/cm}^3$, ce qui est très cohérent avec la densité apparente mesurée expérimentalement ($7,14\text{-}7,18 \text{ g/cm}^3$). La longueur de la liaison W-O dans le cristal varie en fonction de l'environnement de coordination, avec une liaison d'extrémité d'oxygène plus courte (W=O) d'environ $1,82\text{-}1,85 \text{ \AA}$ et une liaison d'oxygène de pontage plus longue (W-O-W) d'environ $2,03\text{-}2,10 \text{ \AA}$, cette différence de longueur de liaison a été confirmée par la diffraction des neutrons et l'analyse de la structure fine d'absorption des rayons X étendue (EXAFS). La non-uniformité de la longueur de liaison conduit à la distorsion de l'octaèdre, de sorte que la phase monoclinique WO_3 présente des effets de polarisation dans les propriétés optiques, telles que l'indice de réfraction est d'environ 2,20 dans la direction de l'axe a , 2,25 dans la direction de l'axe b et 2,30 dans la direction de l'axe c . De plus, la bande interdite ($2,6\text{-}2,8 \text{ eV}$) est légèrement inférieure à celle des structures symétriques idéales (par exemple, la phase cubique), ce qui est lié au changement de densité électronique des états causé par la distorsion du réseau.

La stabilité de la phase monoclinique en fait la structure « par défaut » pour l' OH_3 , qui reste constante de la température ambiante à environ 350°C . Par exemple, le WO_3 préparé par grillage de métatungstate d'ammonium (AMT) à $500\text{-}600^\circ\text{C}$ existe généralement en phase monoclinique après refroidissement avec une taille de grain comprise entre 4 et $10 \text{ \mu m}$. La stabilité de cette structure provient de sa faible énergie libre de Gibbs ($\Delta G_f^\circ = -764,1 \text{ kJ/mol}$), ce qui lui donne un avantage dans une variété d'applications telles que l'électrochrome, la photocatalyse. Par spectroscopie infrarouge à transformée de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Fourier (FTIR), le pic de vibration d'étirement W-O de la phase monoclinique WO_3 est apparu à $700\text{--}950\text{ cm}^{-1}$, confirmant davantage ses caractéristiques structurales.

Caractéristiques de diffraction des rayons X (DRX) de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

La structure cristalline de la phase monoclinique WO_3 est caractérisée avec précision par diffraction des rayons X (XRD) et constitue le principal moyen de confirmer son état de phase. Dans des conditions expérimentales standard, les spectres XRD de la phase monoclinique WO_3 utilisant le rayonnement $\text{Cu K}\alpha$ (longueur d'onde $\lambda = 1,5406\text{ \AA}$) ont montré plusieurs pics de diffraction caractéristiques, les trois ensembles de pics les plus forts apparaissant à $2\theta = 23,1^\circ$, $23,6^\circ$ et $24,4^\circ$, correspondant respectivement aux plans cristallins (002), (020) et (200), avec un rapport d'intensité relative d'environ 1:0,9:0,8. La largeur à mi-maximum (FWHM) de ces pics est généralement inférieure à $0,2^\circ$, indiquant un degré élevé de cristallinité, comme le WO_3 de taille micrométrique préparé par grillage avec un FWHM d'environ $0,15^\circ$, tandis que le WO_3 à l'échelle nanométrique (taille de particule de 20 à 30 nm) préparé par méthode hydrothermale augmente légèrement à $0,25^\circ$, reflétant une diminution de la taille des grains entraînant un élargissement du pic.

Les deuxièmes pics les plus forts se produisent à $2\theta = 33,3^\circ$ ((202) plan), $34,2^\circ$ ((220) plan) et $47,3^\circ$ ((222) plan), qui sont 30 à 50 % moins intenses que le pic principal mais sont clairement discernables dans les échantillons à haute cristallinité. L'équation de Bragg ($n\lambda = 2d \sin\theta$) montre que l'espacement des plans $d \approx 3,85\text{ \AA}$ pour le plan (002), le $\approx 3,77\text{ \AA}$ pour le plan (020) et le $\approx 3,65\text{ \AA}$ pour le plan (200), ce qui est cohérent avec les paramètres du réseau. L'équation de Scherrer ($D = K\lambda / \beta \cos\theta$, $K = 0,9$) estime la taille des grains, par exemple $\beta = 0,15^\circ$ pour le pic $2\theta = 23,6^\circ$, et calcule une taille de grain d'environ 50 nm, ce qui est cohérent avec les résultats de la microscopie électronique à transmission (MET).

Les modèles XRD peuvent également refléter des changements microscopiques dans la phase monoclinique. Pendant le traitement thermique ($300\text{--}400^\circ\text{C}$), le pic (002) peut se décaler vers un angle faible à $23,0^\circ$, avec un décalage d'environ $0,1^\circ$, en raison de l'augmentation des paramètres du réseau A et C due à l'effet de la dilatation thermique (coefficient de dilatation d'environ $1,2 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$). Si l'échantillon contient des impuretés à l'état de traces (par exemple, Na^+ ou Fe^{3+} à une concentration de $< 0,5\%$), le pic de diffraction peut être élargi ou légèrement décalé, par exemple, le pic (200) est décalé à $24,5^\circ$ et l'intensité est réduite de 10 à 15 %, ce qui indique la présence de contraintes ou de défauts du réseau. De plus, le taux d'occupation atomique de la phase monoclinique (W à 4e, O à 4e et 8f) était précis à 0,01 par l'analyse de raffinement de Rietveld, vérifiant davantage son intégrité structurale. Cette section fournit une description détaillée des paramètres du réseau et des caractéristiques XRD afin de révéler les propriétés structurales de l' WO_3 monoclinique et sa stabilité dans différentes conditions.

3.2 Autres phases cristallines de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (hexagonale, tétragonale, cubique).

Dépendance des conditions de transition de phase et de la température de l'oxyde de tungstène

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

jaune (WO_3).

La structure cristalline de WO_3 n'est pas limitée aux phases monocliniques, mais comprend également des phases hexagonales, tétragonales et cubiques, dont la formation est étroitement liée à la température, à l'atmosphère, à la pression et aux conditions de préparation, et présente des caractéristiques thermodynamiques et cinétiques importantes. La phase hexagonale WO_3 (groupe d'espace $P6/mmm$, n° 191) est stable dans la plage de 350-500°C, avec des paramètres de réseau de $a = 7,298 \text{ \AA}$, $c = 3,899 \text{ \AA}$, et un volume de cellule unitaire d'environ $179,8 \text{ \AA}^3$ avec une densité théorique de 6,87-6,90 g/cm³. La phase hexagonale est structurellement caractérisée par la formation de canaux hexagonaux ouverts le long de l'axe c , chacun d'un diamètre d'environ 3,5 Å, adaptés à l'intercalation ionique (par exemple, Li^+ , NH_4^+ , H^+). Cette structure est souvent préparée par la décomposition du métatungstate d'ammonium (AMT) dans une atmosphère inerte (par exemple N_2 ou Ar à un débit de 0,5-1 L/min), par exemple à 450°C pendant 4 heures, avec une teneur en phase hexagonale allant jusqu'à 95 %. Le modèle XRD présente des pics caractéristiques à $2\theta = 13,9^\circ$ ((100) plan), $22,8^\circ$ ((110) plan) et $28,2^\circ$ ((200) plan), avec des tailles de grain généralement comprises entre 30 et 100 nm et une surface spécifique d'environ 20-30 m²/g.

La phase tétragonale WO_3 (groupe d'espace $P4/nmm$, n° 129) se forme à des températures plus élevées (740-900°C) avec des paramètres de réseau de $a = 5,272 \text{ \AA}$, $c = 3,917 \text{ \AA}$ et un volume unitaire d'environ $108,9 \text{ \AA}^3$ avec une densité de 7,20-7,25 g/cm³. Sa structure est constituée d'octaèdres WO_6 réguliers disposés le long de l'axe c pour former des passages plus étroits (environ 2,8 Å de diamètre), la capacité de diffusion ionique est inférieure à celle de la phase hexagonale. Les pics caractéristiques de la DRX de la phase tétragonale sont $2\theta = 22,8^\circ$ ((110) plan), $32,5^\circ$ ((200) plan) et $46,7^\circ$ ((220) plan) avec une forme de pic nette et un FWHM d'environ 0,1°-0,15°. La phase tétragonale est généralement formée par la conversion de la phase monoclinique à haute température dans une atmosphère oxydante (par exemple air ou O_2 avec une pression partielle de 0,2-1 atm), par exemple à 800°C pendant 2 heures, la phase monoclinique peut être complètement convertie en phase tétragonale avec un taux de conversion de 90 %-95 % et une enthalpie de conversion d'environ 15-20 kJ/mol (déterminée par calorimétrie différentielle à balayage DSC).

La phase cubique WO_3 (groupe spatial $Pm-3m$, n° 221) est extrêmement instable dans des conditions naturelles et ne se produit que brièvement dans des conditions extrêmes telles que $>900^\circ\text{C}$ ou haute pression 10-20 GPa. Son paramètre de réseau est d'une $\approx 3,81 \text{ \AA}$, et le volume unitaire de la cellule est d'environ $55,3 \text{ \AA}^3$ avec une densité de près de 7,30 g/cm³. La phase cubique se compose d'un octaèdre WO_6 hautement symétrique sans structure de canal distincte, et le modèle XRD montre un seul pic fort à $2\theta = 23,5^\circ$ ((100) plans) et d'autres pics (par exemple, $33,3^\circ$ (110) plans) avec une très faible intensité. En raison de sa symétrie élevée, la phase cubique a une bande interdite d'énergie légèrement plus élevée (environ 2,9 eV), mais en raison de l'instabilité thermodynamique, elle passe généralement rapidement à une phase tétragonale ou monoclinique après refroidissement. Par exemple, à 950 °C de vide, la phase cubique peut se former en 5 à 10 minutes, mais disparaître après refroidissement à 700 °C.

Les conditions de transition de phase de WO_3 présentent une dépendance significative à la température.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

La phase monoclinique est stable à $<350^{\circ}\text{C}$, et à une élévation de température à 400°C , une partie des grains (environ 20 %-30 %) est convertie en phase hexagonale, et l'énergie d'activation du processus de conversion est d'environ 50-60 kJ/mol (estimée par l'équation d'Arrhenius). Au-dessus de 740°C , la phase hexagonale est transformée en une phase tétragonale, et le volume de la cellule unitaire diminue d'environ 5 %, et le taux de conversion est d'environ 0,1 g/min·cm² à 800°C avec un soulagement des contraintes du réseau. Au-dessus de 900°C , la phase tétragonale peut se sublimer (taux 0,05-0,1 g/min·cm²) ou se transformer brièvement en phase cubique, mais ce processus est affecté par l'atmosphère, par exemple dans le vide (10^{-3} PA) augmente le taux de sublimation de 50 % à 70 % et ralentit de 30 % en oxygène. Le processus inverse de la transition de phase présente une hystérésis, par exemple la phase tétragonale se refroidit à 600°C avant de revenir à la phase monoclinique, et la phase hexagonale doit descendre à 300°C , avec une température de latence d'environ $100\text{-}150^{\circ}\text{C}$. Cette dépendance à la température a été validée par rayonnement synchrotron, XRD et analyse thermogravimétrique (TG) pour informer le processus de traitement thermique de WO₃. Cette section révèle la diversité structurale de WO₃ et son comportement dans différents environnements en analysant en détail la structure et les conditions de transition de phase d'autres phases cristallines.

3.3 Structure du défaut et effet de dopage de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

La structure cristalline du WO₃ contient souvent une variété de défauts, notamment des lacunes d'oxygène (V_O), des lacunes de tungstène (V_W) et des ions interstitiels, qui ont un impact profond sur ses propriétés électriques, optiques et catalytiques. Les lacunes d'oxygène sont le type de défaut le plus courant et se forment dans une atmosphère réductrice (par exemple, H₂ ou CO, débit 0,5 L/min, 500°C), une irradiation par lumière UV (longueur d'onde 365 nm, intensité 10 mW/cm²) ou un vide à haute température (10^{-3} Pa, 700°C). La formule chimique des lacunes d'oxygène peut être exprimée comme WO_{3-x} (x = 0,01-0,1), par exemple WO_{3-0,05} signifie que 5 atomes d'oxygène sur 100 sont manquants. Les lacunes d'oxygène entraînent une diminution de l'état d'oxydation du tungstène (+6 → +5 ou +4), ce qui entraîne un état de sous-oxyde (par exemple, WO_{2.9}, WO_{2.72}), la couleur passe du jaune au bleu ou au violet. Détectée par résonance paramagnétique électronique (EPR), la valeur g de la lacune d'oxygène était d'environ 2,002 et la concentration variait de $10^{17}\text{-}10^{19}\text{ cm}^{-3}$, variant selon les conditions de traitement. Par exemple, des concentrations d'oxygène en vide allant jusqu'à 10^{18} cm^{-3} peuvent être atteintes après 1 heure à 600°C en H₂. Les lacunes d'oxygène améliorent considérablement la conductivité, et la résistivité de la phase monoclinique WO₃ diminue de $10^6\ \Omega\cdot\text{cm}$ à $10^2\text{-}10^3\ \Omega\cdot\text{cm}$, et augmente l'activité photocatalytique, par exemple, WO_{3-0,05} La production d'hydrogène en lumière visible (0,9 mmol/h·g) est environ 28 % supérieure à celle de WO₃ pure (0,7 mmol/h·g).

Les lacunes de tungstène (V_W) sont rares et se forment généralement dans des conditions fortement alcalines (telles qu'une solution de NaOH, pH > 12) ou une oxydation à haute température (1000°C , atmosphère O₂), avec une concentration inférieure à 10^{16} cm^{-3} . Les lacunes de tungstène provoquent un déséquilibre de charge local dans le réseau et augmentent la conductivité de type p, mais ont peu d'effet sur la stabilité structurale. Les ions interstitiels (tels que H⁺, Li⁺) sont introduits lors de l'électrochimie ou de l'enrobage d'ions. Par exemple, dans l'électrochromisme, Li⁺ est incorporé pour former Li_xWO₃ (x = 0,1-0,5), le paramètre de réseau a augmente à 7,320 Å et le volume se dilate d'environ 1 à 2 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'effet dopant régule davantage la structure et les propriétés de WO_3 en introduisant des éléments étrangers. Les dopations métalliques courantes comprennent Na^+ , Ti^{4+} , Mo^{6+} , etc. Le dopage Na^+ (concentration 0,1-1 mol %) est introduit par la co-précipitation de solution, qui élargit le réseau monoclinique à 7,315 Å sur l'axe a et 7,700 Å sur l'axe c, le pic XRD (002) se décale à $23,0^\circ$ et l'intensité diminue de 10 %. Na^+ occupe l'espace pour des performances électrochromes améliorées, augmentant la transmission de la lumière de 70 % à 85 % et réduisant le temps de réponse à 8 secondes. Le dopage Ti^{4+} ($\text{Ti}/\text{W} = 5\%$, préparé par la méthode sol-gel) remplace une partie de W^{6+} , le paramètre du réseau est légèrement réduit ($a = 7,300$ Å), la bande interdite d'énergie est réduite à 2,4 eV, et l'efficacité photocatalytique est améliorée en raison de l'introduction de nouveaux niveaux d'énergie dans l'orbitale 3d du Ti, tels que le taux de décomposition de la rhodamine B de $0,02 \text{ min}^{-1}$ à $0,026 \text{ min}^{-1}$ (augmentation de 30 %). Le dopage Mo^{6+} ($\text{Mo}/\text{W} = 10\%$) forme une solution solide $\text{Mo}_x\text{W}_{1-x}\text{O}_3$, une augmentation de la densité de vacance d'oxygène à 10^{19} cm^{-3} , une augmentation de 2 fois de la conductivité (résistivité jusqu'à $50 \Omega \cdot \text{cm}$) et un élargissement du pic XRD de $0,1^\circ$ pour les capteurs de gaz (sensibilité NO_2 augmentée à 15 ppb).

Les dopings non métalliques tels que N et S affectent également de manière significative la structure. Dopé N ($\text{N}/\text{W} = 2\%$, 600°C par traitement thermique à l'ammoniac) remplace les atomes d'oxygène pour former des liaisons W-N, le paramètre de réseau a augmente à 7,312 Å, le pic XRD (020) se déplace à $23,5^\circ$, la bande interdite d'énergie diminue à 2,5 eV, le décalage vers le rouge d'absorption de la lumière à 500 nm et l'efficacité de production d'hydrogène est augmentée de 25 %. Le dopage S ($\text{S}/\text{W} = 1\%$) augmente les défauts du réseau, augmente la densité du site tensioactif à 10^{18} m^{-2} et augmente l'efficacité d'oxydation catalytique du CO de 20 %. Les défauts et le dopage affectent également la stabilité thermique, par exemple le WO_3 dans les zones vides contenant de l'oxygène commence à se décomposer à 500°C , tandis que les phases monocliniques pures se stabilisent jusqu'à 1200°C . La température de transition de phase de l'échantillon dopé est réduite, par exemple le WO_3 dopé au Na^+ devient tétragonal à 700°C , soit 40°C de moins que le WO_3 pur. Cette section examine l'accordabilité des structures WO_3 et leur potentiel d'optimisation fonctionnelle en explorant en détail les structures défectueuses et les effets de dopage.

3.4 Propriétés structurales de l'oxyde de tungstène jaune à l'échelle nanométrique (WO_3).

Effet de la granulométrie de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) sur la phase cristalline

Les propriétés structurales du WO_3 à l'échelle nanométrique (taille des particules $< 100 \text{ nm}$) diffèrent considérablement de celles des échantillons à l'échelle microscopique en raison des effets de taille quantique et de l'énergie de surface élevée. Nanoparticules WO_3 préparées par la méthode hydrothermale (180°C , 12-24 h, pH 1-2), la méthode solvothermique (éthanol ou éthylène glycol, 200°C , 6 h) ou le dépôt en phase vapeur, généralement avec une taille de particule de 20-50 nm et une surface spécifique de 30-50 m^2/g et jusqu'à 80 m^2/g (déterminée par la méthode BET). La microscopie électronique à transmission (MET) montre une grande variété de morphologies, y compris des particules sphériques (20-30 nm de diamètre), des structures en forme de bâtonnets (50-100 nm de long, 10-20 nm de large),

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

des structures lamellaires (5-10 nm d'épaisseur, 50-200 nm de large) et des assemblages en forme de fleur (100-300 nm de diamètre). La MET à haute résolution (HRTEM) a révélé que les joints de grains de nano-WO₃ étaient clairs et que l'espacement des plans tel que (002) était d'environ 3,85 Å, ce qui était compatible avec une monoclinique.

La phase cristalline du nano-WO₃ est significativement affectée par la taille des particules. Les échantillons de petite taille (<30 nm) ont tendance à former des phases hexagonales en raison de leur faible énergie de surface (environ 1,5 J/m²), thermodynamiquement plus stable. Par exemple, le profil XRD d'un WO₃ de 20 nm préparé par méthode hydrothermale (180°C avec matrice NH₄⁺) a montré des pics caractéristiques hexagonaux de 2θ = 13,9° et 28,2° avec une teneur hexagonale de 80 % à 90 %. Lorsque la taille des particules augmente à 50-100 nm (par exemple, le temps hydrothermal est prolongé à 48 h), la phase monoclinique domine progressivement, l'énergie de surface augmente à 2,0 J/m², le pic de DRX augmente à 23,1°, 23,6° et 24,4°, et le rapport de phase monoclinique augmente à 70 %-85 %. Cette transition de phase cristalline est associée à l'effet Gibbs-Thomson, où la courbure élevée des petites particules réduit la barrière d'énergie de transition de phase et favorise la formation de phase hexagonale.

La spectroscopie Raman a permis de valider l'effet de la taille des particules. Les pics de vibration d'étirement W-O-W étaient de 810 cm⁻¹ et 680 cm⁻¹ pour les nanoWO₃ hexagonaux (20 nm) et de 717 cm⁻¹ et 807 cm⁻¹ pour la phase monoclinique (50 nm), et l'intensité du pic augmentait avec l'augmentation de la taille des particules, indiquant que la cristallinité augmentait. La taille des particules affecte également la bande interdite, et la bande interdite de 20 nm WO₃ est de 2,8 à 2,9 eV, ce qui augmente en raison de l'augmentation de la contribution de l'état de surface. Le WO₃ de 50 nm tombe à 2,6-2,7 eV, ce qui est proche du corps. Le bord d'absorption de l'échantillon de 20 nm était à 430 nm et celui de l'échantillon de 50 nm a été décalé vers le rouge à 460 nm par spectroscopie UV-Vis.

Les propriétés structurales du nano-WO₃ améliorent considérablement ses performances. En raison de la structure à canal ouvert, le coefficient de diffusion Li⁺ de la phase hexagonale nano WO₃ (30 nm) dans les batteries lithium-ion est de 10⁻¹⁰ cm²/s, la capacité est aussi élevée que 720 mAh/g et le taux de rétention est de 88 % après 1000 cycles. Dans les capteurs de gaz, le temps de réponse à H₂S est réduit à 5 secondes. Le nano-WO₃ monoclinique (50 nm) excelle dans la photocatalyse en raison de sa cristallinité élevée et de son activité de surface, comme le taux de décomposition du bleu de méthylène à un taux de 0,03 min⁻¹ et un taux de production d'hydrogène de 0,9 mmol/h·g, soit 35 % plus élevé que celui du WO₃ à l'échelle micronique. De plus, la densité de défaut du nano-WO₃ (10¹⁸-10¹⁹ cm⁻³) est supérieure à celle de la phase bulk, ce qui améliore sa conductivité (10² Ω·cm) et sa réactivité à la lumière. Cette section révèle ses avantages uniques dans les matériaux haute performance en analysant en détail les propriétés structurales du nano-WO₃ et ses effets sur la taille des particules.

Références

Christian, J. B. et Whittingham, M. S. (2008). Etude structurale des phases de métatungstate et d'o-métallium de l'ammonium. *Journal de chimie de l'état solide*.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Lassner, E., et Schubert, W.-D. (1999). *Le tungstène : propriétés, chimie, technologie*. Springer.
- ZHANG Qiyun. (2010). Chimie et technologie du tungstène. Presse de l'industrie métallurgique.
- LIU Yang. (2020). Comportement de décomposition thermique et analyse du produit du métatungstate d'ammonium. Journal de chimie inorganique.
- Zheng, H., et al. (2011). Oxyde de tungstène nanostructuré – propriétés et applications. *Revues de la Chemical Society*.
- Wang, J., et al. (2015). Nanostructures de trioxyde de tungstène pour le stockage de l'énergie. *Journal de chimie des matériaux A*.
- Li ming. (2021). Application du métatungstate d'ammonium dans la préparation de nanoparticules WO₃. Rapports sur les matériaux.
- Salje, E. K. H. (1995). Transitions de phase dans WO₃ : une perspective structurale. *Acta Crystallographica Section B*.
- Deb, S. K. (2008). Opportunités et défis dans la science et la technologie de l'OF₃ pour les applications électrochromes. *Matériaux d'énergie solaire et cellules solaires*.
- Zhang, Y., et al. (2023). Défauts structuraux et effets de dopage dans les nanomatériaux WO₃. *Journal de chimie physique C*.

GROUPE CTIA

Trioxyde de tungstène (tungstène jaune, WO₃, trioxyde de tungstène jaune, YTO) Introduction

1. Vue d'ensemble du trioxyde de tungstène

Le trioxyde de tungstène de CTIA GROUP (appelé tungstène jaune, WO₃) est produit par un processus de calcination à haute température au paratungstate d'ammonium, qui répond aux exigences du produit de première classe GB/T 3457-2013 « Tungsten Oxide ». Le tungstène jaune est largement utilisé dans la préparation de poudre de tungstène, de carbure cémenté, de fil de tungstène et de colorants céramiques en raison de sa forme de poudre de cristal jaune clair, de sa grande pureté et de sa stabilité chimique. CTIA GROUP s'engage à fournir des produits de tungstène jaune de haute qualité pour répondre aux besoins de la métallurgie des poudres et de la fabrication industrielle.

2. Caractéristiques du trioxyde de tungstène

Composition chimique : WO₃.

Pureté : ≥99,95 % avec une très faible teneur en impuretés.

Apparence : Poudre de cristal jaune clair, couleur uniforme.

Polymorphe : monoclinique (le plus fréquent à température ambiante), groupe d'espace P21/n.

Haute stabilité : stable à l'air, insoluble dans l'eau et les acides inorganiques à l'exception de l'acide fluorhydrique.

Réactivité : Il peut être réduit en poudre de tungstène par l'hydrogène (>650°C) ou le carbone (1000-1100°C).

Uniformité : Distribution uniforme des particules, adaptée au traitement en aval.

3. Spécifications du trioxyde de tungstène

index	CTIA GROUP Tungstène jaune première qualité standard
Teneur en WO ₃ (% en poids)	99,95 ≥
Impuretés (% en poids, max.)	Fe≤0.0010, Mo≤0.0020, Si≤0.0010, Al≤0.0005, Ca≤0.0010, Mg≤0.0005, K≤0.0010, Na≤0.0010, S≤0.0005, P≤0.0005
Humidité (% en poids)	0,05 ≤
Taille des particules	1-10(μm,FSSS)
Densité lâche	2,0 à 2,5 (g/cm³)
Personnalisation	Les limites de taille des particules ou d'impuretés peuvent être personnalisées en fonction des exigences du client

4. Emballage et garantie en trioxyde de tungstène

Emballage : Sac en plastique scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou sac tissé, poids net 50 kg ou 100 kg, conception étanche à l'humidité.

Garantie : Chaque lot est accompagné d'un certificat de qualité, comprenant la teneur en WO₃, l'analyse des impuretés, la taille des particules (méthode FSSS), la masse volumique et les données d'humidité.

5. Informations sur l'approvisionnement en trioxyde de tungstène

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

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Pour plus d'informations sur le jaune de tungstène, veuillez consulter le site Web Chinatungsten Online www.tungsten-powder.com



Chapitre 4 : Processus de production de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

4.1 Matières premières et précurseurs

Préparation et décomposition du métatungstate d'ammonium (AMT).

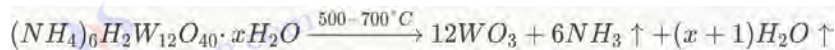
Le métatungstate d'ammonium (AMT, formule chimique $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$) est un précurseur essentiel pour la production de WO_3 et est largement utilisé dans l'industrie et les laboratoires en raison de sa grande solubilité dans l'eau (solubilité $>1000 \text{ g/L}$ à un pH 5,5 à 25°C), de sa structure polyacide stable et de ses propriétés de décomposition thermique contrôlées. La préparation de l'AMT se fait généralement à l'aide de tungstate de sodium (Na_2WO_4) comme matériau de départ par des procédés tels que l'échange d'ions, l'acidification, la cristallisation ou l'extraction par solvant. La méthode la plus courante dans l'industrie consiste à partir de la solution de tungstate de sodium extraite du minerai de tungstène et à produire d'abord un précipité d'acide tungstique (H_2WO_4) par acidification. Le déroulement spécifique du processus est le suivant : une solution de Na_2WO_4 (concentration 200-300 g/L, pH 8-9) est lentement ajoutée à l'acide nitrique (HNO_3 , concentration 3-5 mol/L), la température de réaction est contrôlée à 50-60°C, la vitesse d'agitation est de 200-300 tr/min, le pH est réduit à 1-2 et le précipité jaune H_2WO_4 est généré. L'équation de réaction est la suivante : $\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{HNO}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{WO}_4\downarrow + 2\text{NaNO}_3$. Le précipité $\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{HNO}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{WO}_4\downarrow + 2\text{NaNO}_3$ est filtré, lavé (lavé avec de l'eau déminéralisée à pH 4-5) pour éliminer les résidus de Na^+ et NO_3^- , puis séché à 80-90°C pour obtenir une poudre de H_2WO_4 d'une pureté d'environ 98 %-99 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Par la suite, H_2WO_4 réagit avec l'ammoniac (NH_4OH , 25 % à 28 %) pour former AMT. Les conditions du processus sont les suivantes : dans un réacteur en acier inoxydable de 500 L, 100 kg de H_2WO_4 sont ajoutés à 200-300 L d'eau déminéralisée, l'ammoniac (environ 50-60 L) est ajouté lentement goutte à goutte sous agitation, l'accélération des gouttelettes est contrôlée à 1-2 L/min, la température de réaction est maintenue à 70-90°C et le pH est ajusté à 6,0-7,0. Au cours de la réaction, H_2WO_4 se dissout progressivement pour former une solution AMT transparente, et la réaction est la suivante :

$12H_2WO_4 + 6NH_4OH \rightarrow (NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O + (12-x)H_2O$
 $12H_2WO_4 + 6NH_4OH \rightarrow (NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O + (12-x)H_2O$
 solution refroidie à 20-30°C et laissée reposer pendant 12-24 heures, AMT précipité sous forme de cristaux blancs, et le produit fini a été obtenu par centrifugation (3000-4000 tr/min), lavage (lavage 2-3 fois à l'eau froide) et séchage (80°C, 6-8 heures). L'AMT a généralement une teneur en eau cristalline (x) de 4 à 6, une teneur en tungstène (en WO_3) de 89 % à 91 % et une pureté de 99,5 %, avec des impuretés courantes telles que Na^+ (<0,02 %) et Fe^{3+} (<0,01 %).

La décomposition thermique de l'AMT est une étape critique dans la préparation de l' OO_3 et est généralement effectuée à 500-700°C dans une atmosphère d'air. Le processus de décomposition est divisé en trois étapes : (1) à 100-200°C, l'eau cristalline est perdue, la masse est perdue d'environ 5 % à 7 % et une phase intermédiaire amorphe est générée ; (2) À 300-400°C, NH_3 et une partie de l'eau structurale sont libérés, et la perte de masse est d'environ 3 % à 4 %, formant $WO_3 \cdot H_2O$ ou hexagonal WO_3 ; (3) À 500-700°C, il est complètement désaminé et cristallisé en phase monoclinique WO_3 , et la perte de masse totale est d'environ 10 % à 12 %. La formule de réaction est la suivante :



Par analyse thermogravimétrique (TG) et calorimétrie différentielle à balayage (DSC), les pics de décomposition se sont produits à 150 °C (déshydratation), 350 °C (désamination) et 550 °C (cristallisation), respectivement, avec des changements d'enthalpie de 50-60 kJ/mol, 30-40 kJ/mol et 10-15 kJ/mol à chaque étape, respectivement. Le produit de décomposition WO_3 a une pureté de 99,9 %, une taille de particule de 4 à 10 μm et une phase cristalline principalement monoclinique (pics XRD 2 θ = 23,1°, 23,6°). Si la température est trop élevée (>750°C), WO_3 peut se sublimer et le taux de perte peut augmenter jusqu'à 5 %-10 %.

Acide tungstique (H_2WO_4) et minerai de tungstène

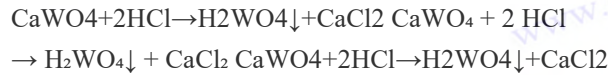
L'acide tungstique (H_2WO_4) est un autre précurseur couramment utilisé, généralement extrait directement du minerai de tungstène ou comme produit intermédiaire dans la préparation de l'AMT. Les minerais de tungstène comprennent la wolframite ($FeMnWO_4$), la scheelite ($CaWO_4$) et les minerais secondaires (tels que le tungstène $WO_3 \cdot nH_2O$), la Chine étant en tête du monde pour les réserves (représentant environ 60 %). L'extraction industrielle utilise des méthodes alcalines ou acides. Le processus alcalin est le suivant : la poudre de wolframite (taille des particules 100-200 μm) et l'hydroxyde de sodium ($NaOH$, concentration 30 %-40 %) sont mélangés dans un réacteur à haute pression à un rapport massique de 1:2.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Les conditions de réaction sont de 140 à 160 °C, pression de 5 à 10 atm, agitation de 300 à 500 tr/min et réaction pendant 4 à 6 heures : $\text{FeMnWO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{WO}_4 + \text{Fe}(\text{OH})_2\downarrow + \text{Mn}(\text{OH})_2\downarrow$

$$\text{FeMnWO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{WO}_4 + \text{Fe}(\text{OH})_2\downarrow + \text{Mn}(\text{OH})_2\downarrow$$

La solution réactionnelle est filtrée pour éliminer les précipités de $\text{Fe}(\text{OH})_2$ et de $\text{Mn}(\text{OH})_2$, et le filtrat est acidifié avec HNO_3 à pH 1-2 pour générer une précipitation de H_2WO_4 . Le procédé acide utilise du HCl concentré (6 mol/L) pour décomposer directement la scheelite :



Le produit est filtré, lavé (eau déminéralisée lavée à pH 4-5), séché (100°C, 8-12 heures) et la pureté atteint 98 %-99 %, contenant environ 0,1 %-0,5 % d'impuretés telles que Si et P.

H_2WO_4 peut être torréfié directement (600-700°C, air, 2-4 heures) pour produire du WO_3 avec un rendement de 85 %-90 % et une taille de particule de 5-15 μm . Pour une plus grande pureté, H_2WO_4 peut être dissous dans de l'ammoniac et recristallisé à 99,5 %. Cette section révèle la base de matières premières pour la production de WO_3 et la diversité de ses processus en détaillant la préparation et l'origine de l'AMT et du H_2WO_4 .

4.2 Méthode de production industrielle de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - méthode de torréfaction (500-700°C).

La torréfaction est le processus principal de production industrielle de WO_3 , qui est largement utilisé en raison de son équipement mature, de sa facilité d'utilisation et de son rendement élevé, utilisant généralement du métatungstate d'ammonium (AMT) ou de l'acide tungstique (H_2WO_4) comme matières premières, et est réalisé dans des équipements à haute température tels que les fours rotatifs, les fours à plaques poussées ou les fours à chambre. Au cœur du processus se trouve la conversion du précurseur en poudre jaune WO_3 par pyrolyse et oxydation, ce qui convient à la production à grande échelle avec une production annuelle de 10 000 tonnes. Ce qui suit décrit en détail le déroulement du processus, les paramètres de l'équipement, le mécanisme de réaction, le contrôle de la qualité et les facteurs d'influence.

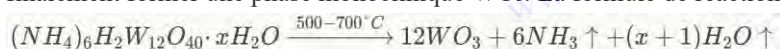
Le processus de torréfaction de la production industrielle et le processus de torréfaction des équipements d'oxyde de tungstène jaune (WO_3)

comprennent trois étapes : le prétraitement des matières premières, la torréfaction et la décomposition et la collecte du produit. Si l'on prend l'exemple de l'AMT, le déroulement du processus est le suivant : tout d'abord, 100 kg d'AMT (contenant 90 % d'humidité, <1 %, une granulométrie de 50 à 100 μm) sont prétraités et séchés dans un four à 100 °C pendant 4 à 6 heures pour s'assurer que la teneur en humidité est réduite à moins de 0,5 % afin d'éviter l'agglomération pendant la torréfaction. Ensuite, l'AMT est chargé dans un four rotatif (diamètre 1,5-2 m, longueur 10-15 m, angle d'inclinaison 2°-3°, doublé de briques réfractaires ou de céramique d'alumine) avec une vitesse de 1-2 tr/min et chauffé par chauffage électrique (puissance 200-300 kW) ou gaz (gaz naturel, pouvoir calorifique 8500 kcal/m³). La

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

température de torréfaction est contrôlée à 500-700°C, air sec (humidité <10 %, débit 100-200 m³/h, pression 0,1-0,2 MPa), temps de maintien 2-4 heures. Le produit WO₃ est collecté par la sortie de la queue du four, et les gaz d'échappement sont traités par le système de dépoussiérage et d'absorption et évacués.

Le mécanisme de réaction de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) et l'AMT segmenté en température subissent une réaction de décomposition en plusieurs étapes pendant le processus de torréfaction pour finalement former une phase monoclinique WO₃. La formule de réaction est la suivante :



La décomposition est divisée en trois étapes :

100-200°C (phase de déshydratation)

L'AMT perd de l'eau cristalline (x = 4-6) et perd 5 à 7 % de masse, ce qui entraîne une interphase amorphe. Selon l'analyse TG, le pic de perte d'eau est de 150°C et la variation d'enthalpie est de 50-60 kJ/mol. Si l'humidité n'est pas complètement éliminée, la décomposition ultérieure peut être inégale.

300-400°C (phase de désamination)

De l'eau NH₃ et partiellement structurée sont libérées, avec une perte de masse de 3 à 4 %, formant WO₃·H₂O ou WO₃ hexagonal (pic XRD 2θ = 13,9°). La DSC présente un pic endothermique à 350 °C et une variation d'enthalpie de 30 à 40 kJ/mol. Le débit d'air doit être suffisant (>100 m³/h) pour éliminer le NH₃ et éviter l'augmentation de la pression dans le four.

500-700°C (étape de cristallisation)

La désamination et l'oxydation complètes ont entraîné une phase monoclinique WO₃ (pics XRD 2θ = 23,1°, 23,6°, 24,4°) et une perte de masse stabilisée à un total de 10 % à 12 %. Le rapport de phase monoclinique est de 90 % à 550 °C, passant à 98 % à 650 °C, et les grains atteignant 10-15 μm à 700 °C. L'enthalpie de cristallisation change de 10-15 kJ/mol.

Production industrielle-Paramètres du processus de torréfaction et facteurs d'influence de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Contrôle de la température

La température est le paramètre central de la méthode de torréfaction. Le taux de décomposition est de 85 % à 90 % à 500 °C, et le WO₃·H₂O ou phase hexagonale (taux de conversion <90 %) ; À 550°C, la phase monoclinique dominait et le taux de décomposition était de >95 % ; Pureté de 99,9 % à 600 °C avec une taille de particule de 4 à 8 μm ; À 700 °C, l'uniformité du grain est augmentée (D50 ≈ 6-10 μm), mais la perte par sublimation augmente à 5 à 10 % et la teneur en WO₃ dans les gaz d'échappement est de 0,1 à 0,2 g/m³. Si la température est trop basse (<450°C), la proportion de phase intermédiaire résiduelle est aussi élevée que 20 % à 30 %, ce qui affecte la qualité du produit ; S'il est trop élevé (>750°C), le taux de sublimation est de 0,05-0,1 g/min·cm², et le taux de perte est supérieur à 10 %.

Flux d'air

L'air agit comme un gaz oxydant et vecteur avec le meilleur taux de décomposition à un débit de 150 m³/h, et la concentration d'émission de NH₃ est réduite à 50-100 mg/m³ ; À un débit de <50 m³/h, le NH₃ s'accumule et la pression du four monte à 0,3 MPa, ce qui peut entraîner la corrosion de l'installation.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Temps de maintien au chaud

Taux de décomposition de 95 % en 2 heures, 98 % en 3 heures et conversion complète en 4 heures. Étendue à 6 heures, la taille des particules augmente à 12-15 μm , mais la consommation d'énergie augmente de 20 % (environ 1 kWh/kg).

Caractéristiques des matières premières

L'AMT se décompose uniformément à une taille de particule de 50 à 100 μm , et à une $>$ de 200 μm , la libération d'humidité interne est entravée et le taux de conversion est réduit à 90 %.

Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Contrôle et analyse de la qualité de la torréfaction

Le produit WO_3 est une poudre jaune avec un rendement d'environ 90 kg/100 kg d'AMT, un taux de conversion de >98 % et une pureté de 99,9 %-99,95 %. Les tests de qualité comprenaient : (1) la confirmation par DRX de la phase cristalline avec un rapport d'intensité de crête de phase monoclinique ((002)/(020)) d'environ 1:0,9, (2) la détermination par MEB de la distribution granulométrique, $D_{10} = 2-3$ μm , $D_{50} = 6-8$ μm , $D_{90} = 10-12$ μm ; (3) Détection ICP-AES des impuretés, $\text{Na}^+ < 0,005$ %, $\text{Fe}^{3+} < 0,002$ %; (4) La surface spécifique mesurée par la méthode BET est de 5 à 15 m^2/g . Étude de cas : Une usine a une production annuelle de 5 000 tonnes d' WO_3 , une puissance de four de torréfaction de 250 kW, une consommation d'AMT de 1,1 tonne/tonne d' WO_3 , une consommation d'énergie de 5 à 7 kWh/kg et un rendement de 98,5 %.

Exigences en matière d'équipement et d'entretien pour la production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Les fours rotatifs de torréfaction

doivent être résistants aux températures élevées ($>1000^\circ\text{C}$) et à la corrosion NH_3 , doublés de matériaux tels que la céramique d'alumine (teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 > 95$ %) ou l'acier inoxydable 316L (Cr 18 %, Ni 10 %), avec une durée de vie de 5 à 10 ans. L'élément chauffant est une tige de silicium-molybdène (MoSi_2 , température maximale 1700°C) ou une buse à gaz, et le coût annuel de maintenance est d'environ 10 à 200 000 yuans (remplacement de la doublure et révision du moteur). Un dispositif de refroidissement (enveloppe refroidie à l'eau avec un débit de 2-3 m^3/h) est installé à l'extrémité du four pour réduire la température de reflux à $100-150^\circ\text{C}$ et éviter que les WO_3 ne collent au mur.

Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) – Traitement des gaz d'échappement par torréfaction et

torréfaction respectueuse de l'environnement produit NH_3 (5-15 g/m^3), H_2O et des traces de poussière WO_3 (0,1-0,5 g/m^3). Le système de traitement des gaz d'échappement comprend : (1) tour d'épuration de l'eau (diamètre 1,5 m, hauteur 10 m, volume de pulvérisation 5-10 m^3/h), taux d'absorption NH_3 90 %-95 %, azote ammoniacal des eaux usées réduit à 0,5-1 g/L ; (2) Filtre à manches (surface de filtration 50 m^2 , efficacité 99 %), émission de poussières < 30 mg/m^3 ; (3) Le NH_3 a été récupéré dans la tour de distillation de l'ammoniac (pression 0,2 MPa, température 90°C) avec un taux de récupération de >93 % et recyclé pour la préparation de l'AMT. Les eaux usées sont neutralisées ($\text{Ca}(\text{OH})_2$, pH 7-8) et évacuées conformément à la norme GB 8978-1996.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Les avantages et les inconvénients de la méthode de production industrielle de grillage de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) sont une

technologie mature (plus de 50 ans d'application technologique), un équipement universel (la production annuelle du four rotatif peut atteindre 1-20 000 tonnes), un rendement élevé (>98 %) et un faible coût (environ 200-300 yuans/kg WO_3) ; Les inconvénients sont une consommation d'énergie élevée (5 à 7 kWh/kg, 50 % plus élevée que la méthode chimique humide), une perte par sublimation à haute température (5 à 10 %) et un traitement complexe des gaz d'échappement (investissement d'environ 1 à 1,5 million de yuans). La méthode de torréfaction convient à la production industrielle à grande échelle, comme les pigments céramiques et les matières premières en poudre de tungstène. Cette section illustre le rôle central de la méthode de torréfaction dans la production d' WO_3 en détaillant les détails de son processus.

Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - méthode de réduction de l'hydrogène (préparation indirecte de WO_3).

La méthode de réduction de l'hydrogène est un procédé industriel de préparation indirecte de WO_3 par une réaction en deux étapes : d'abord, le WO_3 est réduit en tungstène métallique (W) avec de l'hydrogène, puis la poudre de tungstène est oxydée en WO_3 dans l'oxygène. Cette méthode est particulièrement adaptée aux scénarios qui nécessitent des WO_3 de très haute pureté, tels que l'industrie des semi-conducteurs ou la production de matériaux optiques de haute précision, car elle élimine efficacement les impuretés à l'état de traces (par exemple, Fe, Mo, Na) des matières premières. Le processus est complexe et la consommation d'énergie est élevée, mais la qualité du produit est excellente.

Étape 1 : Le processus de réduction de l'hydrogène pour préparer la poudre de tungstène

est effectué dans un four tubulaire horizontal ou un four de réduction à plusieurs étages. Dans le cas de 50 kg d' WO_3 (pureté de 99,5 %, taille des particules de 5 à 10 m), la matière première est chargée dans un bateau en quartz (1 m de long, 0,3 m de large, 0,1 m de profondeur) ou dans un plateau en acier inoxydable et placée dans un four. Le corps du four est fabriqué dans un alliage résistant aux hautes températures (par exemple Inconel 600) et doublé de quartz ou d'alumine pour éviter la contamination métallique. De l'hydrogène de haute pureté (H_2 , pureté 99,999 %, $\text{O}_2 < 1$ ppm, débit 1-2 L/min, pression 0,1-0,2 MPa) a été introduit et la température a été augmentée à 800-1000°C, et le contrôle de la température a été divisé en trois étapes : (1) 500-600°C, et pré-réduction pour générer WO_{29} ou WO_{272} , maintenir au chaud pendant 1-2 heures, la perte de qualité est d'environ 3 %-5 %; (2) 700-850°C, encore réduit à WO_2 , incubé pendant 2-3 heures, perte de masse augmentée à 10 %-12 %; (3) 900-1000°C, complètement réduit au tungstène métallique, garder au chaud pendant 3 à 5 heures. La formule de réaction est la suivante : $\text{WO}_3 + 3\text{H}_2 \rightarrow \text{W} + 3\text{H}_2\text{O}$. Le processus de réduction nécessite un débit de H_2 contrôlé et des gradients de température pour éviter la volatilisation de WO_3 ou la formation de co-oxydes due à une réduction trop rapide. Surveillance de l'atmosphère du four (teneur en $\text{O}_2 < 10$ ppm), le H_2O des gaz d'échappement est récupéré par un condenseur (température de l'eau de refroidissement 5-10°C), la teneur en eau est réduite à $< 0,1$ g/m³, le H_2 n'ayant pas réagi est traité par brûleur (température d'allumage 600°C) et évacué. Il

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

s'agissait d'une poudre de tungstène grise d'une taille de particule de 2 à 5 μm ($D_{50} \approx 3 \mu\text{m}$), d'un taux de conversion de >99 % et d'une teneur résiduelle en oxygène de <0,01 % (déterminée par un analyseur d'oxygène et d'azote). Si le débit de H_2 est insuffisant (<0,5 L/min), le WO_2 peut rester (pic XRD $2\theta = 37,8^\circ$) et la pureté tombera à 98 %.

Étape 2 : Préparation de l'oxydation L'

oxydation de la poudre de tungstène WO_3 est réalisée dans un four à chambre ou un four rotatif. 40 kg de poudre de tungstène ont été placés dans un creuset en alumine (capacité 50 L), de l'air sec (humidité <10 %, débit 0,5-1 L/min) ou de l' O_2 pur (99,99 %, débit 0,3-0,8 L/min), température à 600-700 $^\circ\text{C}$, et isolé pendant 2 à 4 heures. La réaction d'oxydation est la suivante : $\text{W} + 3/2 \text{O}_2 \rightarrow \text{WO}_3$. Le contrôle de la température est essentiel : le taux d'oxydation à 600 $^\circ\text{C}$ est d'environ 0,05 g/min $\cdot\text{cm}^2$, ce qui aboutit à une phase monoclinique WO_3 (pic XRD $2\theta = 23,6^\circ$) ; À 650 $^\circ\text{C}$, la dose est passée à 0,08 g/min $\cdot\text{cm}^2$ et la cristallinité a augmenté. Les grains atteignent 5-8 μm à 700 $^\circ\text{C}$. Si la température est inférieure à 550 $^\circ\text{C}$, l'oxydation est incomplète et la teneur résiduelle en tungstène augmente à 0,5 % à 1 % ; Au-dessus de 750 $^\circ\text{C}$, les pertes par sublimation WO_3 varient de 3 % à 5 %. La pression partielle d' O_2 dans l'atmosphère doit être maintenue à 0,2-1 atm pour éviter la formation de WO_2 (bleu, vide d'oxygène 10^{18} cm^{-3}). Le produit est jaune WO_3 avec une pureté de 99,99 %, une taille de particule de 3 à 6 μm ($D_{50} \approx 4 \mu\text{m}$) et une surface spécifique de 5 à 10 m^2/g .

Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - paramètres de processus et contrôle de la qualité de la méthode de réduction de l'hydrogène Les paramètres clés de la méthode de réduction de l'hydrogène comprennent la pureté du H_2 , le débit et la température de réduction. Si H_2 contient $\text{O}_2 > 5 \text{ ppm}$, la surface de la poudre de tungstène est facile à oxyder et la pureté de WO_3 est réduite à 99,9 %. Le taux de réduction est le meilleur à un débit de 1,5 L/min, un débit trop élevé (>3 L/min) gaspille des gaz et un débit trop faible (<1 L/min) prolonge le temps de réaction (6 à 8 heures). Le flux d' O_2 pendant la phase d'oxydation affecte la phase cristalline, avec 0,5 L/min formant une phase monoclinique et un petit nombre de phases tétraogonales se formant à 1 L/min (pic XRD $2\theta = 32,5^\circ$). Pour le contrôle de la qualité, l'ICP-AES a été utilisé pour détecter les impuretés ($\text{Fe} < 0,001 \%$, $\text{Na} < 0,0005 \%$) et le MEB pour analyser la distribution granulométrique. Étude de cas : Une usine produit 100 tonnes d' O_3 de haute pureté par an, consomme 15 m^3/tonne de H_2 , consomme 10 m^3/tonne d' O_2 et consomme 10 à 12 kWh/kg.

Avantages et inconvénients de la production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - méthode de réduction de l'hydrogène,

dont les avantages sont une grande pureté (>99,99 %), adaptée aux applications haut de gamme ; Les inconvénients sont un processus complexe (réaction en deux étapes), une consommation d'énergie élevée (50 à 70 % plus élevée que la méthode de torréfaction) et des exigences strictes en matière d'équipement (conception antidéflagrante, investissement d'environ 200 à 3 millions de yuans / production annuelle de 100 tonnes). Le traitement des gaz d'échappement nécessite l'ajout d'un système de récupération de H_2 (taux de récupération de 80 % à 90 %) pour réduire les coûts. Cette section démontre la valeur unique de la réduction de l'hydrogène dans la production d' HO_3 de haute pureté en détaillant les détails du processus.

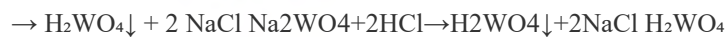
COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - méthode chimique humide (précipitation et traitement thermique).

La méthode chimique humide est la préparation de l'OH₃ par réaction chimique de la solution et traitement thermique ultérieur, qui se caractérise par un équipement simple et un processus flexible, et convient à la production à petite et moyenne échelle (50 à 500 tonnes par an). Le processus est divisé en deux étapes : la précipitation et le traitement thermique, en utilisant du Na₂WO₄ ou de l'acide tungstique comme matière première, l'acidification pour générer le précipité H₂WO₄, puis la décomposition thermique en WO₃.

Étape 1 : Le processus de précipitation de H₂WO₄

est réalisé dans un réacteur émaillé (volume 500-1000 L, revêtement résistant aux acides). Prendre 200 L de solution de Na₂WO₄ (concentration 250-300 g/L, contenant WO₃ environ 200 g/L, pH 8-9), chauffer à 40-50°C, vitesse d'agitation 300-500 tr/min, ajouter lentement de l'acide chlorhydrique (HCl, concentration 1-2 mol/L, environ 100-120 L), accélération de la chute 1-2 L/min, temps de réaction 2-3 heures, le pH descend progressivement jusqu'à 1-2. La formule de réaction est la suivante :



Précipité sous la forme d'un précipité jaune d'une taille de particule de 10 à 20 µm (initial). L'accélération des gouttelettes doit être contrôlée pour éviter des précipitations inégales causées par une acidité locale excessive. Si la concentration de HCl est augmentée à 3 mol/L, le taux de précipitation augmente de 20 % (0,1 g/min·cm²), mais la taille des particules diminue à 5-10 µm. La température affecte le rendement en précipitations, qui est de 90 % à 40 °C, augmente à 95 % à 50 °C, augmente la solubilité à 60 °C et diminue à 85 %. Une fois la précipitation terminée, il a été séparé à l'aide d'un filtre-pressé à plaques et à cadre (surface de filtration 10 m², pression 0,5 MPa), et le gâteau de filtration a été lavé avec 500-800 L d'eau désionisée 3 à 5 fois jusqu'à ce que la teneur en Cl⁻ soit de <0,01 % (test au nitrate d'argent) et de Na⁺ <0,02 % (ICP-AES). La température de l'eau de lavage est contrôlée à 20-30°C pour éviter la dissolution de H₂WO₄. Le gâteau de filtration a été séché à 100 °C pendant 12 à 16 heures au four, et l'humidité a été réduite à <0,5 %, ce qui a donné une poudre H₂WO₄ d'une pureté de 98 % à 99 % et d'environ 0,1 % d'impuretés Si et P.

Étape 2 : Traitement thermique pour générer du WO₃ H₂WO₄ Traitement thermique dans un four à chambre ou un four tunnel pour générer du WO₃. 50 kg de H₂WO₄ ont été placés dans un plateau en alumine (1 m de long, 0,5 m de large, 0,1 m de profondeur), de l'air sec (humidité <10 %, débit 50-100 m³/h) a été introduit dans le four, la température a été élevée à 400-600°C, et la température a été maintenue chaude pendant 2 à 4 heures. La réaction est la suivante : H₂WO₄ → WO₃ + H₂O↑ H₂WO₄ \rightarrow WO₃ + H₂O↑ Étapes de traitement thermique : (1) 200-300°C, perte d'eau structurée, perte de masse de 7 %-8 %, génération de WO₃·H₂O ; (2) À 400-500°C, l'eau est complètement éliminée pour générer de l'OO₃ amorphe ; (3) À 550-600°C, cristallisation en phase monoclinique WO₃ (pic XRD 2θ = 23,1°, 24,4°). L'analyse TG a montré une perte de masse de 8,5 % à

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

400 °C et stable à 600 °C. Contrôle de la taille et de la phase des particules à température contrôlée : 5-8 µm WO₃ à 400°C avec un rapport de phase hexagonal de 20 %-30 % ; 8-12 µm d'WO₃ a été généré à 500°C avec la phase monoclinique >80 % ; 10-15 µm d'WO₃ a été généré à 600°C avec une phase monoclinique de >95 %. Le débit d'air influence le degré d'oxydation, avec un taux de conversion de 95 % à 50 m³/h et de 99 % à 100 m³/h. Si la température est trop élevée (>650°C), une perte de sublimation WO₃ de 2 à 5 % est perdue et les gaz d'échappement doivent être récupérés par un cyclone (efficacité de 90 %).

Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - Les paramètres de processus chimiques humides et les paramètres clés du contrôle de la qualité

comprennent la concentration d'acide, la température de précipitation et les conditions de traitement thermique. HCl 1 mol/L produit plus de H₂WO₄ (15-20 µm) et 2 mol/L génère une taille de particule plus petite (5-10 µm). Le rendement était le plus élevé à pH 1,5 (96 %) et les impuretés (Cl⁻) augmentaient à pH <1. L'équilibre optimal est de 550°C et 3 heures de traitement thermique, avec une pureté de 99,5 % et une taille de particule de 10-12 µm. Le contrôle de la qualité a été effectué par titrage de la teneur en WO₃ (erreur <0,1 %), de la topographie par MEB et des impuretés détectées par ICP-AES (Na⁺ <0,01 %, Cl⁻ <0,005 %). Étude de cas : Une production annuelle de 200 tonnes d'WO₃ a une consommation de HCl de 0,8 m³/tonne, une consommation d'eau de 5 m³/tonne et une consommation d'énergie de 3 à 4 kWh/kg.

Avantages et inconvénients de la production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - analyse chimique humide

Les avantages sont un équipement simple (investissement de 50 à 1 million de yuans / production annuelle de 100 tonnes), un processus flexible, adapté à la personnalisation de petits lots (tels que le pigment de qualité WO₃) ; Les inconvénients sont la grande quantité de déchets (1-2 m³/tonne d'O₃, contenant du NaCl 50-100 g/L), la nécessité d'un traitement de neutralisation (Ca(OH)₂ à pH 7, coût 50-80 yuans/m³), les gaz d'échappement H₂O et le HCl trace doivent être traités par la tour d'absorption (hauteur de garnissage 5 m). Cette section démontre son applicabilité à la production à petite et moyenne échelle en détaillant le processus de chimie humide.

4.3 Synthèse en laboratoire de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Synthèse en laboratoire de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - méthode hydrothermale

La méthode hydrothermale est utilisée pour synthétiser des nano-WO₃ dans un réacteur à haute pression, en utilisant généralement du Na₂WO₄ comme matière première. Le processus expérimental est le suivant : 10 g de Na₂WO₄ sont dissous dans 50 mL d'eau désionisée, du HCl (6 mol/L, 10-15 mL) est ajouté pour ajuster le pH à 1-2, un agent réducteur (tel que 5 mL d'éthanol ou 1 g d'acide oxalique) est ajouté, et après avoir agité pendant 30 minutes, il est transféré dans un réacteur de 100 mL revêtu de polytétrafluoroéthylène, scellé et placé dans un four, a réagi à 180-200°C pendant 12-24 heures, et à une pression de 10-20 atm. Le produit est centrifugé (8000 tr/min, 10 minutes),

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

lavé (eau et éthanol 3 fois chacun), et séché (80°C, 6 heures) pour obtenir WO₃. La réaction est simplifiée comme suit : $\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{HCl} + \text{réducteur} \rightarrow \text{WO}_3\downarrow + 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

$$\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{HCl} + \text{réducteur} \rightarrow \text{WO}_3\downarrow + 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$$

Le produit est hexagonal ou monoclinique WO₃, avec une taille de particules de 20-50 nm, une surface spécifique de 30-50 m²/g et une morphologie sphérique ou en forme de bâtonnet (longueur 50-100 nm). La phase hexagonale (pic XRD 2θ = 13,9°) est générée à 180°C, et la phase monoclinique est convertie à 200°C, avec un rendement de 90 %-95 %. La méthode hydrothermale est adaptée aux WO₃ photocatalytiques (tels que le taux de production d'hydrogène 0,9 mmol/h.g).

Technique de synthèse en laboratoire de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - méthode solvothermique

La méthode solvothermique utilise des solvants organiques pour manipuler la morphologie des WO₃, en utilisant WCl₆ ou Na₂WO₄ comme matières premières. La procédure expérimentale était la suivante : 5 g de WCl₆ ont été dissous dans 50 mL d'éthylène glycol, agités pendant 1 heure, 10 mL d'éthanol ont été ajoutés, transférés dans un réacteur de 100 mL et ont réagi à 200 °C pendant 6 à 12 heures. Le produit a été centrifugé, lavé (3 fois éthanol) et séché (80 °C, 8 heures) pour produire de l'O₃ avec une granulométrie de 30 à 100 nm, une pureté de 99 % et des morphologies allant de bâtonnets (80 à 150 milles marins de long, 20 à 30 milles marins de large), en flocons (10 à 20 milles marins d'épaisseur) ou floraux (200 à 300 milles marins de diamètre). Le rapport solvant (par exemple, éthylène glycol :éthanol = 4:1) contrôle la topographie avec des rendements de 85 % à 90 %. La méthode solvothermique est plus coûteuse (environ 50-100 RMB/kg WO₃), mais elle est très ajustable en topographie et convient aux capteurs WO₃.

Synthèse en laboratoire d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - synthèse assistée par micro-ondes

La synthèse assistée par micro-ondes utilise un chauffage rapide par micro-ondes avec de l'AMT ou du Na₂WO₄ comme matières premières. Le processus expérimental a été le suivant : 10 g d'AMT ont été dissous dans 50 mL d'eau, du HCl (3 mol/L, 10 mL) a été ajouté pour ajuster le pH à 2-3, placé dans un four à micro-ondes (800 W, fréquence 2,45 GHz), et la réaction a été effectuée pendant 10 à 20 minutes à une température de 150 à 180 °C. Le produit a été centrifugé, lavé et séché pour obtenir de l'OHO₃ avec une taille de particule de 20 à 40 nm, un rapport de phase monoclinique de >95 % (pic XRD 2θ = 23,6°) et un rendement de >94 %. La méthode micro-ondes a une faible consommation d'énergie (environ 0,5-1 kWh/kg) et un temps de réaction de seulement 1/10 de la méthode hydrothermale, ce qui la rend adaptée aux petits lots de préparation WO₃ de haute pureté (par exemple, électrodes de batterie, capacité 700 mAh/g). Cette section

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

démontre le raffinement et l'efficacité de la synthèse des WO_3 à l'aide de trois techniques de laboratoire.

4.4 Optimisation des paramètres de procédé de la technologie de synthèse en laboratoire de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Influence de la température, de l'atmosphère, du temps

La température est critique pour la production d' OF_3 . Dans la méthode de torréfaction, une phase hexagonale est générée à 500 °C (pic XRD $2\theta = 28,2^\circ$), une phase monoclinique est convertie en une phase monoclinique à 550 °C, un rapport de phase monoclinique de >98 % à 650 °C et les grains atteignent 10-15 μm à 700 °C. Dans la méthode hydrothermale, une phase hexagonale se forme à 180°C, la proportion de phase monoclinique à 200°C augmente à 80 % et la phase est complètement monoclinique à 220°C. L'atmosphère affecte la phase cristalline et la pureté, et le WO_3 jaune est formé par le grillage à l'air, et le WO_2 bleu peut être formé par l'atmosphère H_2 (0,5 L/min).⁹ (vide d'oxygène 10^{18} cm^{-3}), la phase hexagonale en N_2 est plus stable. Taux de conversion contrôlé dans le temps de 95 % en 2 heures de torréfaction, 99 % en 4 heures, taille des particules de 20 nm en 12 heures d'hydrothermie et 50 nm en 24 heures.

Synthèse en laboratoire de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - pureté et contrôle de la taille des particules

La pureté est obtenue grâce à la purification des matières premières et à l'optimisation des processus. L'AMT a été traitée avec une résine échangeuse d'ions (résine cationique D001) avec Na^+ réduit à 0,01 % et Fe^{3+} à 0,005 %. De l'air humide (humidité 50 %) est introduit pendant la torréfaction pour réduire la sublimation, et la pureté monte à 99,95 %. Le contrôle de la taille des particules dépend de la température et de la vitesse d'agitation, et la méthode hydrothermale produit 20-30 nm WO_3 à 180°C et agitation à 500 tr/min, et 50-70 nm à l'arrêt. La méthode de torréfaction donne 5-8 μm WO_3 à 600°C et un débit d'air de 150 m^3/h . Cette section fournit la base scientifique du contrôle de la qualité des WO_3 par analyse paramétrique.

4.5 Production verte et traitement des déchets pour la production et la synthèse de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Technologie de récupération de l'azote ammoniacal pour la production d'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Le NH_3 (concentration de gaz d'échappement 5-15 g/L) libéré par la décomposition de l'AMT est récupéré par une tour d'évaporation d'ammoniac (1 m de diamètre, 10 m de haut, garnie d'anneaux Rasi en céramique). Conditions de processus : pression de vapeur 0,2-0,3 MPa, température 90-100°C, taux de récupération >93 %, azote ammoniacal liquide résiduaire de 10 g/L à 0,5 g/L, inférieur à la norme d'émission (GB 8978-1996, < 15 mg/L).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le NH_3 récupéré (concentration de 20 à 25 %) est recyclé pour la préparation de l'AMT, ce qui permet d'économiser 50 à 70 kg d'ammoniac par tonne d' OO_3 .

Analyse de la consommation d'énergie et des émissions pour la production et la synthèse de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

La consommation d'énergie est de 5 à 7 kWh/kg WO_3 (four chauffé électriquement, 200 kW) pour la méthode de torréfaction, de 2 à 3 kWh/kg (autoclave, 50 kW) pour la méthode hydrothermale et de la plus faible (0,5 à 1 kWh/kg) pour la méthode micro-ondes. Les émissions de CO_2 proviennent principalement de la combustion de combustibles, environ 2 à 2,5 kg de CO_2 /kg de WO_3 (chauffage au charbon) par grillage, 1 à 1,5 kg par méthode hydrothermale et 0,8 à 1 kg par méthode micro-ondes. Les poussières d' O_3 (0,1-0,5 g/m³) contenues dans les gaz d'échappement sont traitées à l'aide d'un dépoussiéreur cyclonique et d'un filtre à manches, et la concentration des émissions est réduite à <30 mg/m³. Les procédés écologiques, tels que le chauffage solaire, peuvent réduire la consommation d'énergie jusqu'à 3 kWh/kg et le CO_2 jusqu'à 30 %. Cette section montre le chemin durable vers la production d' OF_3 à travers une analyse des technologies environnementales.

Références

- Lassner, E., et Schubert, W.-D. (1999). *Le tungstène : propriétés, chimie, technologie*. Springer.
- ZHANG Qiyun. (2010). Chimie et technologie du tungstène. Presse de l'industrie métallurgique.
- LIU Yang. (2020). Comportement de décomposition thermique et analyse du produit du métatungstate d'ammonium. Journal de chimie inorganique.
- Li ming. (2021). Application du métatungstate d'ammonium dans la préparation de nanoparticules WO_3 . Rapports sur les matériaux.
- Zheng, H., et al. (2011). Oxyde de tungstène nanostructuré – propriétés et applications. *Revue de la Chemical Society*.
- Wang, J et al. (2015). Nanostructures de trioxyde de tungstène pour le stockage de l'énergie. *Journal de chimie des matériaux A*.
- ZHANG Lihua. (2020). Optimisation du processus pour la synthèse assistée par micro-ondes du métatungstate d'ammonium. Progrès de l'industrie chimique.
- LI Honggui. (2005). Métallurgie du tungstène. Presse universitaire du Centre-Sud.
- Chen, X., et al. (2018). Synthèse hydrothermale de nanoparticules d' O_3 . *Journal de recherche sur les nanoparticules*.
- Spécifications du produit Sigma-Aldrich WO_3 (2023).
- Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Perspectives de l'industrie mondiale du tungstène 2030*.
- WANG Yu. (2022). WO_3 Recherche sur les technologies de production vertes. Journal chinois d'ingénierie environnementale.
- Zhang wei. (2018). Optimisation du processus de préparation des WO_3 par torréfaction. Métaux non ferreux.
- Liu, Y., et al. (2021). Production à l'échelle industrielle de WO_3 par calcination. *Journal de la technologie de*

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

traitement des matériaux.



1

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Chapitre 5 : Techniques d'analyse et de caract é risation de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

5.1 Analyse de la composition chimique de l' oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Titration (détermination de la teneur en WO₃)

Le titrage est une technique d'analyse chimique traditionnelle pour la détermination de la teneur en WO₃, qui est largement utilisée dans le contrôle de la qualité industrielle et la recherche en laboratoire en raison de sa facilité d'utilisation, de son faible coût et de ses résultats fiables. La méthode est basée sur le principe de la réaction acide-base ou titrage redox, qui convertit WO₃ en une forme de tungstate titrable, et la teneur est calculée par titrage d'une solution étalon. La procédure expérimentale est la suivante : Tout d'abord, prélever 0,5 à 1 g d'échantillon d'O₃ (précis à 0,0001 g), le placer dans un creuset en PTFE de 50 ml, ajouter 10 à 15 ml de solution concentrée de NaOH (40 % en fraction massique, densité 1,43 g/mL), chauffer à 80-100 °C sur une plaque chauffante électrique, agiter (200-300 tr/min) pendant 30 à 60 minutes, jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement dissous, et du tungstate de sodium soluble (Na₂WO₄) est généré). La réaction est la suivante :



Une fois la solution refroidie à température ambiante, elle a été neutralisée à pH 7 avec du HCl (1 mol/L, environ 20-30 mL) pour générer une quantité infime de précipité de H₂WO₄, suivie de l'ajout de l'excès de solution de ZnSO₄ (0,1 mol/L, 20-25 mL) et de l'agitation pendant 10-15 minutes pour précipiter le tungstate sous forme de ZnWO₄



La pastille est filtrée à travers du papier filtre à vitesse moyenne et lavée 3 à 5 fois avec de l'eau désionisée (50-100 ml, pH 6-7) pour éliminer les ions Na⁺ et SO₄²⁻. Le gâteau a été transféré dans un erlenmeyer, dissous avec du H₂SO₄ standard (0,1 mol/L, 20 mL), WO₄²⁻ a été libéré, 2 à 3 gouttes d'indicateur d'orange méthylique (0,1 %) ont été ajoutées et titrées avec une solution standard de KMnO₄ (0,02 mol/L) jusqu'à ce que la solution ait une couleur rose stable (MnO₄⁻ auto-indiquée, maintenue pendant 30 secondes). La réaction de titrage a été :



Le pourcentage massique de WO₃ est calculé sur la base du volume de consommation (V, mL) et de la concentration (C, mol/L) de KMnO₄ comme suit :

$$WO_3\% = \frac{2 \times C_{KMnO_4} \times V \times M_{WO_3}}{5 \times m_{\text{échantillon}}} \times 100$$

où M_{WO₃} = 231,84 g/mol et m_{sample} est la masse de l'échantillon (g). L'erreur de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

dosage est généralement de $<0,1\%$ et la répétabilité est bonne ($RSD <0,5\%$), ce qui le rend adapté aux échantillons WO_3 avec une pureté de 95% à $99,9\%$.

Les avantages du titrage comprennent un équipement simple (uniquement des burettes, des flacons Erlenmeyer, des plaques chauffantes, etc., le coût total est d'environ 1000-2000 yuans), et l'opération ne nécessite pas un bagage technique élevé, ce qui convient à une détection rapide dans les sites industriels. Par exemple, une usine traite 50 à 100 échantillons WO_3 par jour, et le titrage peut être analysé en 1 à 2 heures. Cependant, la méthode est sensible aux impuretés, telles que les éléments tels que Mo, V, etc., qui peuvent interférer avec la précipitation du $ZnWO_4$ et nécessitent une pré-séparation par échange d'ions ou extraction. De plus, la dissolution de l'échantillon nécessite un traitement alcalin fort et à haute température, ce qui nécessite des matériaux de creuset élevés (tels que le PTFE ou le platine), ce qui augmente le coût. Si l'échantillon contient de l'humidité ou des matières organiques, pré-torréfier ($200-300\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 heure) pour éliminer les interférences.

Spectroscopie d'émission de plasma à couplage inductif (ICP-AES) pour l'analyse de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3)

La spectroscopie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-AES) est une technique d'analyse multi-éléments très sensible largement utilisée pour la détermination des impuretés à l'état de traces (par exemple, Fe, Na, Mo, Si) et de la teneur en tungstène de l'élément principal dans WO_3 . Le principe est que l'échantillon est atomisé et injecté dans un plasma à haute température ($6000-10000\text{ K}$), qui excite le spectre caractéristique d'émission des atomes ou des ions, et détecte la longueur d'onde et l'intensité par un spectromètre. La procédure était la suivante : $0,1$ à $0,2\text{ g}$ d'échantillon de WO_3 (précis à $0,0001\text{ g}$) ont été placés dans un bocal de digestion par micro-ondes et 5 mL de HF (40% , SiO_2 corrodé a été ajouté, des impuretés), 5 mL de HNO_3 (65% , oxydant) et 2 mL de HCl (37% , ions tungstène stabilisés), scellés et chauffés dans un digesteur à micro-ondes (puissance 800 W , $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $30-40\text{ min}$) jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement dissous dans une solution claire. Après refroidissement, le volume a été réduit à 100 mL avec de l'eau désionisée et filtrée (membrane de $0,45\text{ }\mu\text{m}$) pour éliminer les résidus. Les échantillons ont été injectés dans l'instrument ICP-AES à l'aide d'une pompe péristaltique (débit de 1 mL/min) (paramètres typiques : puissance RF $1,2-1,5\text{ kW}$, débit d'argon 15 L/min , gaz auxiliaire 1 L/min , gaz nébulisé $0,8\text{ L/min}$). Les raies d'émission caractéristiques du tungstène étaient de $207,911\text{ nm}$ et $224,875\text{ nm}$, et des impuretés telles que Fe ($259,940\text{ nm}$), Na ($589,592\text{ nm}$) et Mo ($202,030\text{ nm}$) ont été mesurées simultanément.

L'ICP-AES a une limite de détection très basse ($0,1\text{ }\mu\text{g/L}$ pour le tungstène et $0,01-0,05\text{ }\mu\text{g/L}$ pour les impuretés) et une large plage linéaire ($0,001\%$ - 10%) pour la détection $WO_3 > 20$ éléments à des concentrations allant de 1 ppm ($0,0001\%$) à $99,99\%$. Par exemple, l' $O^{\circ}\text{C}$ préparé par torréfaction a une teneur en Fe d'environ 5 à 10 ppm , en Na $< 2\text{ ppm}$.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

et en Si jusqu'à 20 à 50 ppm dans les échantillons hydrothermaux. La méthode est très précise (RSD <1 %, 5 répétitions) et le temps d'analyse est court (5 à 10 minutes pour un seul échantillon). Le coefficient de corrélation $R^2 > 0,999$ a été étalonné par une courbe standard (solution de 0,1 à 1000 mg/L préparée avec l'étalon WO_3). Les résultats montrent que la pureté du WO_3 industriel est généralement de 99,9 % à 99,99 %, et celle du nano WO_3 de laboratoire peut atteindre 99,995 %.

Les avantages de l'ICP-AES sont l'analyse multi-éléments simultanée, la sensibilité élevée et le débit élevé (20 à 30 échantillons par heure), ce qui le rend adapté au contrôle de la qualité et à la recherche scientifique. Cependant, le coût de l'instrument est élevé (environ 50 à 1 million de yuans), l'opération nécessite du gaz argon de haute pureté (consommation quotidienne de 20 à 30 litres, environ 50 à 100 yuans), la digestion de l'échantillon nécessite un acide fort et un équipement fermé (tel qu'un instrument de digestion à micro-ondes, environ 20 à 300 000 yuans) et les exigences pour les opérateurs sont élevées (1 à 3 mois de formation sont nécessaires). De plus, l'utilisation de HF nécessite une protection spéciale (par exemple, une hotte, des gants anti-acide) et le coût de l'élimination des déchets liquides est d'environ 50 à 100 yuans / lot. Cette section démontre la combinaison des techniques traditionnelles et modernes pour l'analyse de la composition chimique des WO_3 à travers une description détaillée du titrage et de l'ICP-AES.

5.2 Caractérisation structurale de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Caractérisation structurale de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - diffraction des rayons X (XRD).

La diffraction des rayons X (XRD) est la technique de choix pour analyser la structure cristalline et les états de phase des WO_3 , permettant une détermination précise de la phase cristalline, des paramètres du réseau et de la taille des grains. Les conditions typiques étaient le rayonnement $Cu K\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, tension 40 kV, courant 30-40 mA), le placement de l'échantillon sur une lame de verre ou une plaquette de silicium avec un fond nul, une plage de balayage de $2\theta = 10^\circ$ - 80° , une taille de pas de $0,02^\circ$ et une vitesse de balayage de $2-4^\circ/\text{min}$. Les pics de diffraction caractéristiques de la phase monoclinique WO_3 se produisent à $2\theta = 23,1^\circ$ ((002) surface, $d = 3,85 \text{ \AA}$), $23,6^\circ$ ((020), $d = 3,77 \text{ \AA}$), $24,4^\circ$ ((200), $d = 3,65 \text{ \AA}$), le rapport d'intensité relative est d'environ 1:0,9:0,8 et les pics hexagonaux WO_3 sont de $13,9^\circ$ ((100)), $22,8^\circ$ ((110)) et $28,2^\circ$ ((200)). La phase tétragonale est à $22,8^\circ$ ((110)), $32,5^\circ$ ((200)). L'espacement du plan cristallin a été calculé par l'équation de Bragg ($n\lambda = 2d \sin\theta$), et l'état de phase a été confirmé en le comparant avec la carte standard (JCPDS 43-1035 phase monoclinique, 20-1324 phase hexagonale).

La taille des grains est calculée par l'équation de Scherrer : $D = K\lambda / \beta \cos\theta$ ($K = 0,9$, β est la largeur à mi-maximum, en radians), par exemple, $2\theta = 23,6^\circ$ pour le pic $\beta = 0,15^\circ$

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(environ 0,0026 rad), $D \approx 50$ nm, ce qui est cohérent avec les résultats du TEM. La méthode de raffinement de Rietveld affine encore les paramètres du réseau avec $a = 7,306 \pm 0,005$ Å, $b = 7,540 \pm 0,005$ Å, $c = 7,692 \pm 0,005$ Å, $\beta = 90,91 \pm 0,02^\circ$, volume de cellule unitaire 423,5 Å³. La DRX peut également détecter des traces d'hétérophase (par exemple, WO₂). θ de 20 = 25,7° crête) avec une sensibilité de 1 %-2 % pour l'analyse d'échantillons dopés ou défectueux (par exemple, décalage du pic Na-WO₃ de 0,1°-0,2°). Les expériences nécessitent une attention particulière à l'uniformité de l'échantillon (broyage à <50 µm) et à l'étalonnage de l'instrument (mise à zéro avec des étalons Si), et chaque mesure prend 20 à 40 minutes.

Caract é risation structurale de l' oxyde de tungstène jaune (WO₃) - Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est utilisée pour caractériser les liaisons chimiques, les groupes fonctionnels et les états de surface de WO₃ afin de fournir des informations vibratoires moléculaires. Le protocole consistait à mélanger un échantillon de 1 à 2 mg d'WO₃ avec 100 à 200 mg de KBr (spectralement pur), à le broyer uniformément, à le presser en une feuille transparente d'un diamètre de 13 mm et d'une épaisseur de 0,5 à 1 mm dans une presse à comprimés (10 MPa, 2 à 3 minutes), et à le placer dans un spectromètre FTIR avec une plage de mesure de 400 à 4000 cm⁻¹, une résolution de 4 cm⁻¹ et un nombre de scans de 32 à 64. Les pics d'absorption caractéristiques de la phase monoclinique WO₃ sont : 700-950 cm⁻¹ (vibration d'étirement de l'oxygène du pont W-O-W, forte et large), 600-650 cm⁻¹ (vibration de flexion W-O, faible), 800-850 cm⁻¹ (étirement de l'oxygène W=O, aigu). Si l'échantillon contient des hydrates (p. ex., WO₃ · H₂O), 3400-3500 cm⁻¹ (flexion O-H) et 1600-1630 cm⁻¹ (courbe H-O-H).

La FTIR peut détecter des effets de dopage ou défectueux, tels que des vibrations de liaison W-N dans le WO₃ dopé N à 950-1000 cm⁻¹ et de nouveaux pics dans des échantillons dépourvus d'oxygène (WO_{3-x}) à 900-950 cm⁻¹. L'intensité maximale est liée à la cristallinité, et nanoWO₃ (<50 nm) est élargi en raison des effets de surface (FWHM augmente à 20-30 cm⁻¹). Les avantages de la méthode sont rapides (5 à 10 minutes pour une seule mesure), non destructifs et le faible coût de l'équipement (environ 10 à 200 000 yuans) ; L'inconvénient est que les capacités quantitatives sont limitées et doivent être confirmées en combinaison avec d'autres techniques telles que Raman. Les échantillons doivent être préparés à sec (pour éviter l'absorption d'humidité par KBr) et l'humidité ambiante doit être contrôlée à <50 %.

Caract é risation structurale de l' oxyde de tungstène jaune (WO₃) - Spectroscopie Raman

La spectroscopie Raman fournit des informations détaillées sur la structure et les défauts

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

en détectant les vibrations moléculaires et la symétrie cristalline de WO_3 . Les expériences ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre laser Raman dans des conditions typiques d'un laser de 532 nm (puissance de 1 à 5 mW pour éviter les brûlures de l'échantillon) et une plage spectrale de 100 à 1000 cm^{-1} avec une résolution de 1 à 2 cm^{-1} , avec un temps d'intégration de 10 à 30 secondes, l'échantillon est placé sur une lame de verre et focalisé. Les pics caractéristiques de la phase monoclinique WO_3 sont de 717 cm^{-1} (étirement symétrique W-O-W), 807 cm^{-1} (étirement asymétrique W-O-W) et 270 cm^{-1} (flexion W-O). La phase hexagonale est de 680 cm^{-1} et 810 cm^{-1} , et la phase tétragonale est de 690 cm^{-1} et 830 cm^{-1} . La position et l'intensité du pic reflètent la pureté de la phase cristalline, par exemple, la phase monoclinique WO_3 a un rapport de résistance de crête d'environ 1:1,2 dans la région de 700-800 cm^{-1} .

La spectroscopie Raman est sensible à la taille des grains, avec des pics nano- WO_3 (<30 nm) qui s'élargissent (FWHM augmentant à 20-30 cm^{-1}) et une diminution de 20 à 30 % de l'intensité en raison de l'amélioration de la diffusion des phonons de surface. Un nouveau pic est apparu à 950-970 cm^{-1} dans la vacance d'oxygène (WO_{3-x}), et l'intensité était positivement corrélée avec la concentration du défaut (10^{17} - 10^{19} cm^{-3}). Les échantillons dopés (par exemple, Ti- WO_3) ont un décalage de pic de 5 à 10 cm^{-1} pour refléter la contrainte du réseau. Les avantages de la méthode sont la haute résolution spatiale (spot focalisé <1 μm), la non-destructivité et l'aptitude à l'analyse in situ. L'inconvénient est que les interférences de fluorescence (par exemple, les résidus organiques) doivent être éliminées avec différentes longueurs d'onde des lasers (par exemple, 785 nm) et que chaque mesure prend 10 à 20 minutes. Cette section fournit un aperçu complet des propriétés structurales de WO_3 et de ses méthodes de caractérisation à travers des descriptions détaillées de XRD, FTIR et Raman.

5.3 Morphologie et analyse microscopique de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est le principal outil d'observation de la topographie de surface, de la taille et de la distribution des WO_3 , fournissant des images bidimensionnelles intuitives. La procédure expérimentale est la suivante : prélever une petite quantité de poudre d' O_3 (environ 10-20 mg), la disperser dans de l'éthanol (ultrasons 5-10 minutes, puissance 100 W), la déposer sur une plaquette de silicium conducteur ou une feuille d'aluminium, la sécher et la vaporiser d'or (20 mA, temps 60-90 secondes, épaisseur 10-15 nm) pour améliorer la conductivité. Les paramètres MEB sont les suivants : tension d'accélération 5-15 kV, distance de travail 5-10 mm, grossissement 1000-50000x. Le WO_3 à l'échelle du micron (p. ex., préparé par torréfaction) est un polyèdre irrégulier avec une taille de particule de 4 à 15 μm et une surface lisse. Le WO_3 à l'échelle nanométrique (par exemple, préparé par hydrothermie) est sphérique (20-50 nm), en forme de bâtonnet (50-100 nm de long, 10-20 nm de large) ou en feuille (5-10 nm d'épaisseur) avec une

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

rugosité de surface élevée.

Le MEB est équipé d'un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) pour l'analyse de la distribution élémentaire, avec des résultats typiques d'un rapport atomique W :O de $\approx 1:3$ et d'une teneur en impuretés de $<0,1\%$ (par exemple, Na, Si). L'EDS a une résolution d'environ $1\ \mu\text{m}$ et une limite de détection de $0,1\%$ à $0,5\%$. Par exemple, l'EDS de l' WO_3 torréfié indiquait que le Na $< 0,05\%$ et que l'échantillon hydrothermal contenait $0,1\%$ à $0,2\%$ de Si. Les avantages du SEM sont une utilisation facile (20 à 30 minutes de préparation de l'échantillon), une image intuitive et le coût de l'équipement est d'environ 30 à 500 000 yuans ; L'inconvénient est que la résolution est limitée (environ 1-5 nm), que la structure interne ne peut pas être observée et que le TEM doit être combiné.

Microscopie électronique à transmission (MET)

La microscopie électronique à transmission (MET) fournit des informations à haute résolution sur la microstructure et les cristaux en WO_3 pour l'analyse d'échantillons à l'échelle nanométrique. La procédure expérimentale est la suivante : prendre 5 à 10 mg d' WO_3 , disperser dans de l'éthanol (sonication pendant 10 à 15 minutes), déposer sur un filet de cuivre en film de carbone (200 à 300 mesh) et sécher naturellement. Les paramètres TEM sont les suivants : tension d'accélération 200 kV, grossissement 50 000-500 000 fois, résolution 0,1-0,2 nm. Les images TEM montrent la morphologie du nano WO_3 , comme sphérique (20-30 nm) ou en forme de bâtonnet (50-100 nm de long) pour les échantillons hydrothermaux avec des joints de grains clairs. La MET à haute résolution (HRTEM) a révélé un espacement des plans, avec une phase monoclinique (002) plan $d = 3,85 \pm 0,02\ \text{\AA}$, (200) plan $d = 3,65 \pm 0,02\ \text{\AA}$, compatible avec la DRX.

HRTEM peut également observer des défauts tels que des lacunes d'oxygène qui se manifestent par une distorsion du réseau et des atomes dopés tels que Ti^{4+} provoquent un changement de contraste local. La diffraction sélective des électrons (SAED) génère des taches de diffraction, et la phase monoclinique WO_3 montre (002), (020), (200) des anneaux pour confirmer l'orientation des cristaux. L'avantage du TEM est qu'il a une haute résolution et qu'il peut observer directement les structures de niveau atomique ; Les inconvénients sont que la préparation de l'échantillon est complexe (une dispersion ultra-mince est nécessaire, ce qui prend 1 à 2 heures), que l'instrument est coûteux (environ 1 à 2 millions de yuans) et que les exigences de fonctionnement sont élevées. Cette section illustre les techniques de caractérisation et les applications de la topographie et de la microstructure des WO_3 à travers des descriptions détaillées du MEB et du MET.

5.4 Caractérisation structurale et essais de propriétés physiques de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Caractérisation structurale de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Détermination de la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

surface spécifique BET

La détermination de la surface spécifique BET (Brunauer-Emmett-Teller) est une technologie clé pour analyser les propriétés physiques de la surface WO₃, et la surface spécifique et la structure des pores sont déterminées par des expériences d'adsorption-désorption d'azote, ce qui fournit une base pour ses applications fonctionnelles (telles que la catalyse et le stockage d'énergie). Vous trouverez ci-dessous une analyse approfondie des principes de base et des méthodes de mesure pour la définition d'une surface spécifique, de la relation entre la surface spécifique de WO₃ et la technologie de traitement et la taille des particules, ainsi que de l'importance et de la relation avec l'application.

Principes de base et méthodes expérimentales La méthode BET est basée sur la théorie de l'adsorption multicouche et utilise le comportement d'adsorption-désorption du N₂ à 77 K (température de l'azote liquide) pour déterminer la surface de l'échantillon. Le protocole consiste à prélever un échantillon de 0,1 à 0,5 g d'WO₃ et à le placer dans un tube d'échantillonnage d'un analyseur de surface spécifique (modèle typique tel que Micromeritics ASAP 2020) et à le prétraiter sous vide (10⁻³ Pa) à 200-300°C pendant 2 à 4 heures pour éliminer l'humidité et les impuretés volatiles. Refroidi à 77 K, le N₂ de haute pureté (99,999 %) a été introduit, la pression a été progressivement augmentée (0-1 atm) et la capacité d'adsorption (cm³/g) a été enregistrée en fonction de la pression relative (P/P₀). Le processus de désorption se déroule en sens inverse, formant une isotherme d'adsorption-désorption. Selon l'équation BET :

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C-1)P}{V_m C P_0}$$

où V est la capacité d'adsorption, V_m est la capacité d'adsorption de la monocouche, et C est la constante, et la V_m est calculée par régression linéaire (P/P₀ = 0,05-0,35). La surface spécifique (S) est de :

$$S = V_m \cdot N_A \cdot A_{N_2} / m$$

où N_A est la constante d'Avogadro (6,022 × 10²³ mol⁻¹), A_{N₂} est l'aire de la section efficace moléculaire N₂ (0,162 nm²) et m est la masse de l'échantillon (g). La distribution des pores a été calculée à partir de la courbe de désorption par la méthode BJH (Barrett-Joyner-Halenda) avec une erreur de <5 %.

Le WO₃ à l'échelle du micron (préparé par grillage, taille des particules de 4 à 15 μm) a une surface spécifique de 5 à 15 m²/g, une taille de pores de 10 à 20 nm et est principalement de structure mésoporeuse ; À l'échelle nanométrique, l'O₃ (p. ex., préparé par voie hydrothermale, taille des particules de 20 à 50 nm) est de 30 à 50 m²/g, la taille des pores de 5 à 10 nm, microporeuse (<2 nm) et mésopores. L'expérience a duré de 4 à 6 heures et a été reproductible (RSD <3 %).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Qu'est-ce qu'une surface spécifique ?

La surface spécifique fait référence à la surface totale (m^2/g) par unité de masse des matériaux solides, y compris la surface extérieure et la surface des pores internes, et constitue un paramètre important pour caractériser les propriétés de surface des matériaux poreux ou granulaires. Pour WO_3 , la surface spécifique reflète la taille des particules, la porosité et le nombre de sites tensioactifs. Théoriquement, la surface spécifique d'une particule solide est inversement proportionnelle à la taille de la particule, et plus la taille de la particule est petite, plus la surface par unité de masse est grande. Par exemple, l'aire spécifique d'une particule sphérique idéale $S = 6 / (\rho \cdot D)$, où ρ est la masse volumique ($\text{WO}_3 \approx 7,16 \text{ g}/\text{cm}^3$) et D est la taille des particules (μm). Lorsque $D = 10 \mu\text{m}$, $S \approx 0,08 \text{ m}^2/\text{g}$; À $D = 0,02 \mu\text{m}$ (20 nm), $S \approx 41,9 \text{ m}^2/\text{g}$, indiquant une augmentation significative de la surface par nanoisation. Cependant, la surface spécifique du WO_3 réel est affectée par la morphologie (sphérique, en forme de bâtonnet, en forme de feuille), la structure des pores et le degré d'agglomération, qui doivent être mesurés par BET.

La surface spécifique de l'oxyde de tungstène est étroitement liée au processus de préparation, et la taille des particules, la morphologie et la structure des pores générées par différents processus sont considérablement différentes

Méthode de torréfaction

L'AMT est décomposé dans l'air à $500\text{-}700^\circ\text{C}$ pour produire des WO_3 de taille micrométrique ($4\text{-}15 \mu\text{m}$) avec une faible surface spécifique ($5\text{-}15 \text{ m}^2/\text{g}$). Les températures élevées provoquent le frittage de particules, l'effondrement des pores et la diminution des sites actifs de surface. Par exemple, le WO_3 torréfié à 600°C pendant 4 heures a une surface spécifique de $8\text{-}10 \text{ m}^2/\text{g}$ et un volume de pores de $0,02\text{-}0,03 \text{ cm}^3/\text{g}$.

Méthode hydrothermale

La réaction à $180\text{-}200^\circ\text{C}$, $10\text{-}20 \text{ atm}$ donne nano WO_3 ($20\text{-}50 \text{ nm}$) avec une surface spécifique allant jusqu'à $30\text{-}50 \text{ m}^2/\text{g}$. Les basses températures et les hautes pressions ont conservé les pores ouverts (tels que la structure en canaux de la phase hexagonale), et la surface spécifique a légèrement diminué avec l'allongement du temps de réaction ($12\text{-}24 \text{ h}$) en raison de la croissance des grains. Par exemple, un échantillon à 180°C pendant 12 h a une surface spécifique de $45\text{-}50 \text{ m}^2/\text{g}$ et une taille de pores de $5\text{-}8 \text{ nm}$.

Méthode solvothermique

À l'aide d'un solvant tel que l'éthylène glycol, la réaction a été effectuée à 200°C pendant 6 à 12 h pour générer une tige ou une feuille WO_3 (30 à 100 nm) d'une surface spécifique de 20 à $40 \text{ m}^2/\text{g}$. Le type et la concentration du solvant affectent la morphologie, et une structure en flocons se forme à une forte proportion d'éthylène glycol, et la surface spécifique est faible (environ $25 \text{ m}^2/\text{g}$).

Méthode de réduction de l'hydrogène

WO_3 ($3\text{-}6 \mu\text{m}$) est généré indirectement avec une surface spécifique de $5\text{-}10 \text{ m}^2/\text{g}$, et le processus de réduction et d'oxydation à haute température densifie les particules avec

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

moins de pores.

Les paramètres de processus tels que la température, l'atmosphère et le temps de maintien influencent également les résultats, par exemple 700 °C dans le processus de torréfaction est de 20 à 30 % inférieur à la surface spécifique de 500 °C en raison de l'agglomération accrue des grains.

Relation entre la surface spécifique et la taille des particules d'oxyde de tungstène WO₃

La surface spécifique de WO₃ est inversement proportionnelle à la taille des particules, qui est affectée par la morphologie et l'agglomération des particules. Théoriquement, la surface spécifique des particules sphériques augmente considérablement à mesure que la taille des particules diminue, mais en pratique, WO₃ est souvent constitué de polyèdres ou de nanobâtonnets, et l'agglomération réduit encore la surface effective. Les données expérimentales indiquent que :

WO₃ à l'échelle micrométrique (D50 = 5-10 µm) : surface spécifique de 5-10 m²/g, grosses particules, surface lisse, peu de pores internes.

Échelle submicronique (D50 = 0,1-1 µm) : surface spécifique 15-25 m²/g, état transitionnel, formation partielle de pores.

Échelle nanométrique (D50 = 20-50 nm) : surface spécifique 30-50 m²/g, surface rugueuse, pores riches. Par exemple, la WO₃ hydrothermale est passée de 20 nm à 50 nm (temps de réaction plus long) et la surface spécifique a diminué de 50 m²/g à 35 m²/g, soit une diminution d'environ 30 %. Les données TEM et BET étaient cohérentes, montrant que l'augmentation de la taille des particules s'accompagnait d'une agglomération, réduisant la surface exposée. La surface spécifique élevée de nano-WO₃ est due à l'effet de taille quantique et à l'augmentation de la proportion d'atomes de surface (environ 20 à 30 % des atomes de surface), contre seulement 1 à 2 % à l'échelle du micron.

Importance et relation entre la surface spécifique de l'oxyde de tungstène et son utilisation WO₃ La surface spécifique de WO₃ affecte directement ses performances dans les domaines de la catalyse, du stockage d'énergie, de la détection et de l'électrochromie

Photocatalyse

La surface spécifique élevée augmente le site actif et améliore l'efficacité photocatalytique. Par exemple, la vitesse à laquelle une surface spécifique de 50 m²/g d'un nano-WO₃ décompose le bleu de méthylène sous la lumière visible (0,03 min⁻¹) est 3 fois plus élevée que celle d'un WO₃ de 10 m²/g micron (0,01 min⁻¹), et le taux de production d'hydrogène passe de 0,7 mmol/h g à 0,9-1,0 mmol/h g en raison d'une plus grande adsorption des molécules d'eau et des paires de trous d'électrons photogénérées à la surface.

Détection de gaz

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le WO_3 avec une surface spécifique élevée (par exemple, $40 \text{ m}^2/\text{g}$) est 2 à 3 fois plus sensible au NO_2 et au H_2S , et le temps de réponse est réduit à 5 à 10 secondes en raison de l'adsorption accrue des molécules de gaz. Par exemple, WO_3 de 20 nm a une limite de détection de NO_2 de 10 ppb, tandis que WO_3 de 5 μm ne représente que 50 ppb.

Batteries lithium-ion

Nano WO_3 (surface spécifique $30\text{-}50 \text{ m}^2/\text{g}$) fournit davantage de sites d'enrobage Li^+ avec une capacité initiale allant jusqu'à $700\text{-}720 \text{ mAh/g}$ et une rétention de 88 % après 1000 cycles, tandis que le WO_3 micron ($10 \text{ m}^2/\text{g}$) a une capacité de seulement $400\text{-}450 \text{ mAh/g}$ en raison du long chemin de diffusion.

Électrochrome

Les films WO_3 à grande surface spécifique (par exemple, $35 \text{ m}^2/\text{g}$) ont une augmentation de la transmittance de 70 % à 85 % et un temps de réponse de 10 secondes à 6-8 secondes en raison de l'augmentation des taux de diffusion des ions. À l'inverse, la faible surface spécifique WO_3 (par exemple $5\text{-}10 \text{ m}^2/\text{g}$) convient aux pigments céramiques ou aux matières premières en poudre de tungstène en raison de leur grande stabilité et de leurs faibles exigences en matière d'activité de surface. Une surface spécifique excessive peut entraîner une agglomération ou des réactions secondaires (par exemple, une augmentation du taux de recombinaison électronique dans la photocatalyse), et l'équilibre du processus doit être optimisé.

Les tests BET quantifient non seulement la surface spécifique de l' WO_3 , mais révèlent également ses liens profonds avec le processus, la taille des particules et l'utilisation. Les procédés nanotechnologiques (par exemple, hydrothermaux) augmentent considérablement la surface spécifique et améliorent les applications fonctionnelles, tandis que les méthodes de torréfaction traditionnelles conviennent aux grosses particules et aux faibles surfaces requises. L'instrument (SiO_2 standard, surface $200 \text{ m}^2/\text{g}$) est étalonné pour chaque mesure afin de garantir des données fiables.

Analyse thermogravimétrique (TG) vs calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

L'analyse thermogravimétrique (TG) et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont utilisées pour évaluer la stabilité thermique, le comportement à la décomposition et les propriétés de transformation de phase de WO_3 . Les expériences ont été réalisées dans un analyseur thermique dans des conditions typiques de 10 à 20 mg d'échantillon dans un creuset d'alumine, vitesse de chauffage de 5 à $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, plage de température de 25 à $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, atmosphère de l'air ou N_2 (débit de 50 à $100 \text{ mL}/\text{min}$). Le TG enregistre le changement de masse et le DSC mesure la différence de flux de chaleur.

Les résultats de la TG ont montré que le WO_3 pur était stable à $<500^\circ\text{C}$, volatilisé à l'état de traces à $500\text{-}900^\circ\text{C}$ (perte de $<1 \%$), et la sublimation était évidente $> 900^\circ\text{C}$ (perte de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

5 %-10 %, taux de 0,05-0,1 g/min cm²). Les échantillons contenant des hydrates (p. ex., WO₃ · H₂O) perd de l'eau cristalline à 100-200°C (perte de masse de 8 % à 10 %) et se déshydrate complètement à 300-400°C sous forme de WO₃. Il n'y a pas eu de changement significatif dans la WO₃ de torréfaction avant 600°C, et la nano WO₃ hydrothermale a perdu 2 %-3 % (adsorption de surface de l'eau) avant 200°C. DSC détecte les transitions de phase, les phases monocliniques → les phases hexagonales (350-400°C, variation d'enthalpie 5-10 kJ/mol), les phases hexagonales → tétraogonales (740-800°C, 15-20 kJ/mol), les phases tétraogonales → cubiques (>900°C, éphémère). Le pic de flux de chaleur est associé à la reconfiguration du réseau et à la rupture de la liaison oxygène.

Les avantages de la méthode sont la réflexion visuelle du comportement thermique (1 à 2 heures) et la haute résolution (variation de masse de 0,1 µg, flux de chaleur de 0,01 mW) ; L'inconvénient est que le volume de l'échantillon est faible (<50 mg) et que la transition de phase doit être confirmée en combinaison avec la DRX. Le TG-DSC guide l'optimisation du processus de traitement thermique des WO₃, par exemple pour éviter les pertes par sublimation. Cette section fournit un aperçu complet des propriétés physiques de WO₃ et de la façon de le tester grâce à l'affinement de BET et TG-DSC.

5.5 Essai de performance électrochimique et photo électrique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Voltampérométrie cyclique (CV)

La voltampérométrie cyclique (CV) est une technique courante pour évaluer les performances électrochimiques de WO₃ et est largement utilisée dans les dispositifs électrochromes, les supercondensateurs et la recherche sur les batteries. Les expériences ont été réalisées sur un poste de travail électrochimique (système à trois électrodes) : WO₃ enduit sur verre FTO (surface 1 cm², électrode de travail), feuille de Pt (2 cm², contre-électrode), Ag/AgCl (KCl saturé, électrode de référence), et électrolyte 0,5 mol/L H₂SO₄ ou 1 mol/L LiClO₄ (neutre), vitesse de balayage 10-100 mV/s, plage de potentiel -0,5-1,0 V. La courbe CV a montré des pics d'oxydation (0,3-0,5 V, sortie Li⁺) et des pics de réduction (-0,1-0,2 V, enrobage Li⁺) avec les réactions suivantes



Le courant de crête du nano WO₃ (30 nm) à 50 mV/s est de 2-3 mA/cm², la capacité est de 100-150 mF/cm² et le micromètre WO₃ (5 µm) n'est que de 0,5-1 mA/cm², ce qui reflète la différence de surface. Le CV évalue la stabilité cyclique, avec une rétention de volume de 85 % à 90 % après 1000 cycles.

Spectroscopie ultraviolette-visible (UV-Vis)

La spectroscopie UV-Vis mesure l'absorption optique et la bande interdite de WO₃, ce qui

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

convient à la recherche photocatalytique et électrochrome. L'expérience utilise un spectrophotomètre avec un film mince (revêtement par centrifugation sur une feuille de quartz) ou une poudre (feuille pressée) dans une plage de mesure de 200 à 800 nm par pas de 1 nm. Le bord d'absorption de WO_3 est de 430-460 nm, la bande interdite d'énergie est calculée par la courbe de Tauc ($(\alpha h\nu)^2$ vs $h\nu$), la phase monoclinique est de 2,6-2,8 eV et l'échelle nanométrique (20 nm) augmente à 2,8-2,9 eV, en raison de l'effet de confinement quantique. Le WO_3 dopé (par exemple, Ti-WO_3) absorbe un décalage vers le rouge à 500-520 nm et réduit la bande interdite d'énergie à 2,4-2,5 eV. Cette section illustre les propriétés électrochimiques et optoélectroniques de WO_3 et comment les mesurer par le raffinement de CV et UV-Vis.

Références

- Lassner, E., et Schubert, W.-D. (1999). *Le tungstène : propriétés, chimie, technologie*. Springer.
- ZHANG Qiyun. (2010). Chimie et technologie du tungstène. Presse de l'industrie métallurgique.
- Zheng, H., et al. (2011). Oxyde de tungstène nanostructuré – propriétés et applications. *Revue de la Chemical Society*.
- Wang, J., et al. (2015). Nanostructures de trioxyde de tungstène pour le stockage de l'énergie. *Journal de chimie des matériaux A*.
- LIU Yang. (2020). Comportement de décomposition thermique et analyse du produit du métatungstate d'ammonium. *Journal de chimie inorganique*.
- CHEN Lijuan. (2018). Caractérisation de la structure et des propriétés des matériaux WO_3 . *Revue chinoise de science et d'ingénierie des matériaux*.
- Zhang, Y., et al. (2023). Défauts structuraux et effets de dopage dans les nanomatériaux WO_3 . *Journal de chimie physique C*.
- Brunauer, S., et al. (1938). Adsorption de gaz en couches multimoléculaires. *Journal de la Société américaine de chimie*.
- Li. (2021). Surface spécifique et propriétés catalytiques des nanomatériaux WO_3 . *Acta Chimica Sinica*.
- Gregg, S. J., et Sing, K. S. W. (1982). *Adsorption, surface et porosité*. Presse académique.
- Yang, X., et al. (2019). Effets de surface sur la photocatalyse WO_3 . *Catalyse appliquée B : Environnementale*.
- Li ming. (2022). Application de WO_3 dans les batteries lithium-ion. *Électrochimie*.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



GROUPE CTIA

Trioxyde de tungstène (tungstène jaune, WO_3 , trioxyde de tungstène jaune, YTO)

Introduction

1. Vue d'ensemble du trioxyde de tungstène

Le trioxyde de tungstène de CTIA GROUP (appelé tungstène jaune, WO_3) est produit par un processus de calcination à haute température au paratungstate d'ammonium, qui répond aux exigences du produit de première classe GB/T 3457-2013 « Tungsten Oxide ». Le tungstène jaune est largement utilisé dans la préparation de poudre de tungstène, de carbure cémenté, de fil de tungstène et de colorants céramiques en raison de sa forme de poudre de cristal jaune clair, de sa grande pureté et de sa stabilité chimique. CTIA GROUP s'engage à fournir des produits de tungstène jaune de haute qualité pour répondre aux besoins de la métallurgie des poudres et de la fabrication industrielle.

2. Caractéristiques du trioxyde de tungstène

Composition chimique : WO_3 .

Pureté : $\geq 99,95\%$ avec une très faible teneur en impuretés.

Apparence : Poudre de cristal jaune clair, couleur uniforme.

Polymorphe : monoclinique (le plus fréquent à température ambiante), groupe d'espace P21/n.

Haute stabilité : stable à l'air, insoluble dans l'eau et les acides inorganiques à l'exception de l'acide fluorhydrique.

Réactivité : Il peut être réduit en poudre de tungstène par l'hydrogène ($>650^\circ\text{C}$) ou le carbone ($1000-1100^\circ\text{C}$).

Uniformité : Distribution uniforme des particules, adaptée au traitement en aval.

3. Spécifications du trioxyde de tungstène

index	CTIA GROUP Tungstène jaune première qualité standard
Teneur en WO_3 (% en poids)	$99,95 \geq$
Impureté (% en poids, max.)	$\text{Fe} \leq 0.0010, \text{Mo} \leq 0.0020, \text{Si} \leq 0.0010, \text{Al} \leq 0.0005, \text{Ca} \leq 0.0010, \text{Mg} \leq 0.0005, \text{K} \leq 0.0010, \text{Na} \leq 0.0010, \text{S} \leq 0.0005, \text{P} \leq 0.0005$
Humidité (% en poids)	$0,05 \leq$
Taille des particules	1-10(μm ,FSSS)
Densité lâche	2,0 à 2,5 (g/cm^3)
Personnalisation	Les limites de taille des particules ou d'impuretés peuvent être personnalisées en fonction des exigences du client

4. Emballage et garantie en trioxyde de tungstène

Emballage : Sac en plastique scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou sac tissé, poids net 50 kg ou 100 kg, conception étanche à l'humidité.

Garantie : Chaque lot est accompagné d'un certificat de qualité, comprenant la teneur en WO_3 , l'analyse des impuretés, la taille des particules (méthode FSSS), la masse volumique et les données d'humidité.

5. Informations sur l'approvisionnement en trioxyde de tungstène

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

Pour plus d'informations sur le jaune de tungstène, veuillez consulter le site Web en ligne de Chinatungsten

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Chapitre 6 : Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

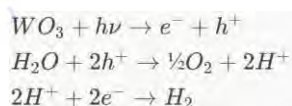
6.1 Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - champ catalyseur

WO₃ présente un large éventail de possibilités d'application dans le domaine de la catalyse en raison de ses propriétés physicochimiques uniques, telles que la bande interdite étroite (2,6-2,8 eV), la capacité d'oxydation élevée (potentiel de trou d'environ 3,0 V par rapport à la NHE), la stabilité chimique (résistance à la corrosion acide et alcaline) et l'abondance de sites tensioactifs. Ce qui suit est une analyse détaillée des deux directions de la photocatalyse et de la catalyse chimique, couvrant le mécanisme, les données de performance, l'impact du processus, la stratégie d'optimisation et des cas pratiques.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - photocatalyse (production d'hydrogène, dégradation des polluants et purification de l'air).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - Production d'hydrogène

Il fonctionne bien dans la séparation photocatalytique de l'eau pour produire de l'hydrogène, en particulier lorsqu'il est entraîné par la lumière visible. NanoWO₃ (taille des particules 20-50 nm, surface spécifique 30-50 m²/g) est devenu un haut lieu de la recherche en raison de l'effet de taille quantique et de la grande surface. Si l'on prend l'exemple du composite WO₃/Pt, le taux de production d'hydrogène est de 0,9 à 1,2 mmol/h·g sous l'irradiation d'une lampe au xénon de 300 W (λ > 420 nm, intensité de 100 mW/cm²), ce qui est supérieur à celui du TiO₂ traditionnel (0,5-0,7 mmol/h·g). Les conditions expérimentales spécifiques étaient les suivantes : 0,1 g d'O₃/Pt (charge en Pt de 1 % en poids) dispersé dans 100 mL de méthanol à 10 % dans de l'eau (agent sacrificiel), pH 6-7, 25 °C, agitation continue (300 tr/min). Le taux de production d'hydrogène a augmenté linéairement avec l'augmentation de l'intensité lumineuse, atteignant 1,5-1,8 mmol/h·g à 150 mW/cm². Le mécanisme est le suivant : WO₃ absorbe la lumière visible pour former des paires électron-trou, les trous oxydent le méthanol pour générer du CO₂ et du H⁺, et les électrons réduisent H⁺ sur Pt pour former H₂ :



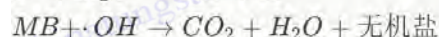
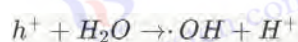
L'optimisation du dopage améliore considérablement les performances, comme une réduction de la bande interdite N-WO₃ (teneur en N 2-3 at %) à 2,4 eV, un décalage vers le rouge à 520 nm au bord d'absorption, une augmentation de la production d'hydrogène à 1,5-2,0 mmol/h·g et une augmentation de l'utilisation de la lumière visible de 43 % à 50 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

55 %. La combinaison $\text{WO}_3/\text{g-C}_3\text{N}_4$ (rapport de masse 1:1) augmente encore l'efficacité avec des taux de production d'hydrogène de 2,2 à 2,5 mmol/h.g, et le taux de recombinaison est réduit de 40 % à 50 % en raison de la séparation de charge améliorée par hétérojonction (test de photocourant, 1,5 mA/cm²). contre 0,8 mA/cm²). La méthode hydrothermale (180°C, 12 h) produite par nano- WO_3 Le taux de production d'hydrogène était 3 à 4 fois supérieur à celui de la méthode de torréfaction (600°C, 4 h, 5-10 µm), en raison des différences de surface et des défauts cristallins. Dans la pratique, la production d'hydrogène photocatalytique WO_3 est déjà utilisée dans des systèmes d'énergie renouvelable à l'échelle du laboratoire, tels que les générateurs de H_2 alimentés par l'énergie solaire (10-20 L H_2 par jour, 3 à 5 % d'efficacité). Le défi réside dans la recombinaison électron-trou et le potentiel de bande de conduction plus faible (0,4 V vs NHE), ce qui nécessite la recombinaison de BiVO_4 ou de CdS pour ajuster le niveau d'énergie.

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Dégradation polluante WO_3

Présente une efficacité élevée dans la dégradation photocatalytique des polluants organiques (par exemple, colorants, phénols, COV). Si l'on prend l'exemple du bleu de méthylène (MB, 10 mg/L), le taux de dégradation de 50 m²/g nano- WO_3 à 50 m²/g était de 90 % à 95 % en 2 heures sous lumière visible (50 mW/cm²), et la constante cinétique de premier ordre était de 0,03-0,04 min⁻¹, meilleure que le WO_3 micron (0,01 min⁻¹). Conditions expérimentales : 0,05 g d'huile de méthyle en suspension dans 50 mL de solution de MB, pH 6, 25 °C, agitation à 200 tr/min. Le mécanisme de dégradation est le suivant : formation de trous photogénérés $\cdot\text{OH}$ ($E = 2,8 \text{ V vs NHE}$), oxydant MB en CO_2 et H_2O :

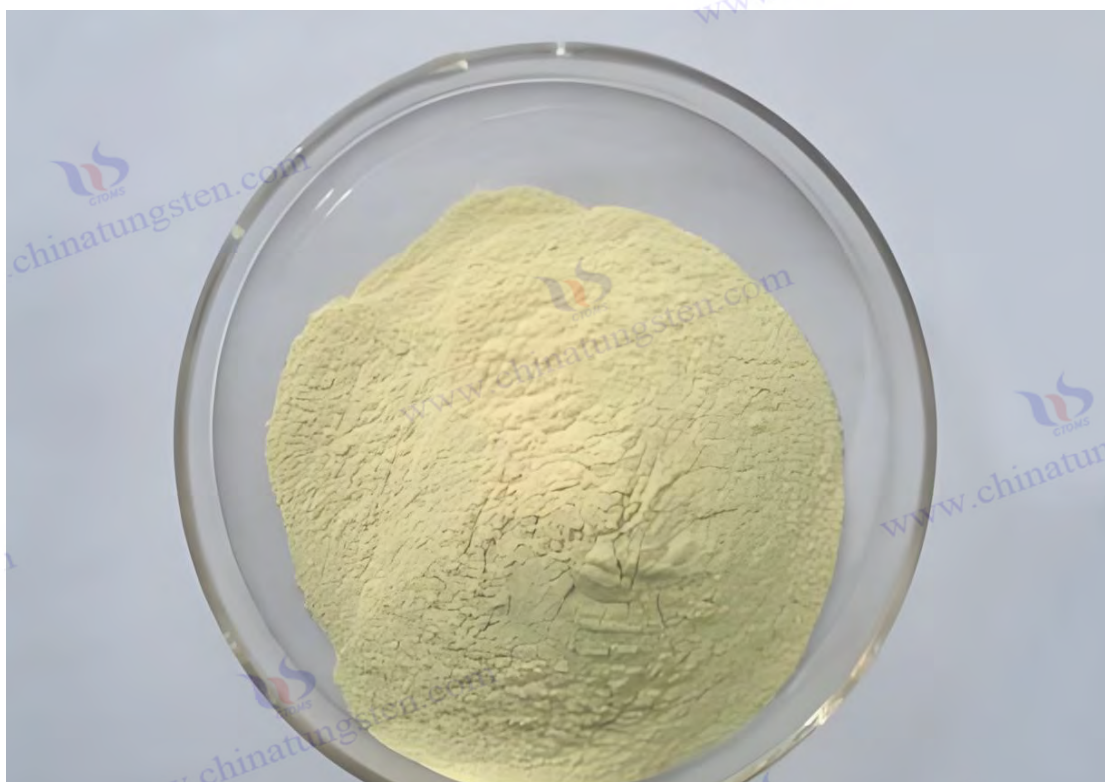


Le taux de dégradation du composite Ag- WO_3 (Ag 1 % en poids) augmente à 98 % en raison de l'augmentation de la durée de vie du trou (réduction de 60 % de l'intensité de la photoluminescence) due à la capture des électrons Ag. Les contaminants phénoliques (p. ex., phénol, 20 mg/L) se dégradent de 85 à 90 % en 3 heures, et l'élimination du COT est de 70 à 80 %, ce qui est mieux que le TiO_2 UV (60 % à 70 %), car le WO_3 réagit fortement à la lumière visible. Les COV (par exemple, toluène, 10 ppm) se dégradent à >85 % en 4 heures sur un film WO_3 (200 nm, revêtement par rotation) et produisent du CO_2 et du H_2O , ce qui les rend adaptés à la purification de l'air intérieur. Le WO_3 hydrothermal (phase hexagonale, 40 m²/g) est 2 à 3 fois plus efficace que la méthode de torréfaction (phase monoclinique, 10 m²/g) en raison des différences de phase cristalline et de structure des pores. Exemple pratique : une usine utilise la photocatalyse WO_3 pour traiter les eaux usées d'impression et de teinture (DCO 500-1000 mg/L), et la DCO est réduite à <100 mg/L en 6 heures, et le coût d'exploitation est d'environ 2-3 yuans/m³. Le défi est la récupération du photocatalyseur et la stabilité à long terme, ce qui nécessite le développement de composés magnétiques (par exemple, $\text{WO}_3/\text{Fe}_3\text{O}_4$) ou de technologies d'immobilisation

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(par exemple, les membranes WO_3/TiO_2).

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Purification de l'air WO_3 Décompose le formaldéhyde, le NO_x et les bactéries dans la purification de l'air intérieur et extérieur. Dans le cas du formaldéhyde (10 ppm), le film WO_3 (200 nm, méthode solvothermique) diminue à <0,1 ppm en 4 heures sous une lampe LED de 10 W (400-700 nm), avec un taux de dégradation de >95 % et une constante de vitesse de $0,02 \text{ min}^{-1}$. Mécanisme de la photogénèse $\cdot\text{OH}$ et O_2^- oxydent le formaldéhyde en CO_2 et H_2O . NO_x (1 ppm) a un taux d'élimination sur 2 heures de 80 % à 90 % sur un composite WO_3/TiO_2 (rapport massique de 1:2) et le produit est en nitrate, adapté aux revêtements routiers urbains. En termes d'antibactérien, WO_3 (20 nm) génère des ROS sous la lumière visible, tuant E. coli avec un taux de 95 % à 98 % en 1 heure, et est utilisé dans les purificateurs d'air hospitaliers (500-1000 m^3 d'air par jour). Les stratégies d'optimisation comprennent le dopage au Cu (Cu-WO_3 , taux d'antimicrobien porté à 99 %) et l'augmentation de la surface spécifique (60 m^2/g , augmentation de 30 % de l'efficacité). En pratique, un immeuble de bureaux utilise des panneaux muraux revêtus de WO_3 , et la concentration de formaldéhyde est réduite de 0,5 ppm à 0,05 ppm, et les performances sont stables après 6 mois de fonctionnement. Le défi est la réduction de l'efficacité à faible intensité lumineuse et le développement de composites autoluminescents (par exemple, WO_3 /phosphores).



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - catalyse chimique (réaction d'hydrocraquage, de désulfuration et d'oxydation).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Hydrocraquage WO_3 est utilisé comme composant actif dans l'hydrocraquage pétrochimique pour améliorer le taux de conversion du pétrole lourd. Si l'on prend l'exemple du $\text{Ni-WO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ (WO_3 20 % en poids, Ni 5 % en poids), dans un réacteur à lit fixe (350-400 °C, 10-15 MPa H_2 , LHSV 1 h^{-1}), le pétrole lourd (API heavy <20) se fissure en fractions légères ($\text{C}_5\text{-C}_{12}$) avec un rendement de 80 %-85 %, ce qui est supérieur à celui du Ni/Al seul... Le mécanisme est le suivant : WO_3 fournit la position acide de Lewis (surface W^{6+}) et la position d'acide Brønsted (W-OH) pour favoriser la rupture de la liaison C-C ; Le Ni décompose H_2 pour former du H actif, qui est hydrogéné en synergie. Les performances du catalyseur sont liées à la phase cristalline WO_3 , la phase monoclinique (grillage, 600°C) étant 15 à 20 % plus active que la phase hexagonale (hydrothermale) en raison d'une augmentation de la densité de potentiel acide de 0,5 à 0,7 mmol/g (test $\text{NH}_3\text{-TPD}$). Cas industriel : Une raffinerie de pétrole traite 1 million de tonnes de pétrole lourd par an, la durée de vie du catalyseur Ni-WO_3 est de 2 à 3 ans et le coût par tonne de pétrole est de 50 à 80 yuans. Le défi est que le WO_2 se retransforme en WO_3 à des températures élevées, (>450°C, 30 % d'activité en moins), stabilisées par l'ajout de ZrO_2 (10 % en poids %).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Désulfuration WO_3 Catalyse la conversion des sulfures en H_2S dans l'hydrodésulfuration (HDS). Prenons l'exemple de WO_3/MoS_2 (WO_3 15 % en poids) à 300-350 °C, le dibenzothiofène H_2 de 5 à 10 MPa (DBT, 500 ppm) a été converti en >95 % et la teneur en soufre a été réduite à <10 ppm, ce qui était supérieur à celui du MoS_2 (85 %-90 %). Le mécanisme est que W^{6+} oxyde l'atome S de la DBT, et que Mo et H_2 sont éliminés en synergie. L'acidité de WO_3 (0,4-0,6 mmol/g) améliore l'adsorption, et le nano- WO_3 (20 nm) est 25 % plus actif que à l'échelle microscopique (5 μm), en raison d'une augmentation de la surface à 40 m^2/g . Application pratique : Une unité de désulfuration diesel (capacité de traitement quotidienne de 5000 tonnes) utilise le catalyseur WO_3 , l'émission de soufre répond à la norme Euro V (<10 ppm), Et le coût d'exploitation est de 30 à 50 yuans / tonne. La stabilité à haute température est le goulot d'étranglement, nécessitant un support SiO_2 (200 m^2/g de surface spécifique) pour prolonger sa durée de vie à 3-4 ans.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - réaction d'oxydation Réaction d'oxydation catalysée par WO_3 (par exemple, synthèse de phénol, époxydation des oléfines). Si l'on prend l'exemple de l'oxydation du benzène, le WO_3 (5-10 μm) catalyse le benzène en phénol à 250°C à H_2O_2 (30 % en poids, benzène : H_2O_2 = 1:2) avec un rendement de 60 % à 70 % et une sélectivité de >90 %. Le mécanisme est que W^{6+} et H_2O_2 forment des espèces de peroxyde (W-OOH), qui transfère l'oxygène au cycle benzénique. Le rendement de nano- WO_3 (20 nm) augmente à 75 % à 80 % en raison de l'augmentation

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

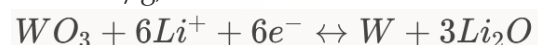
des sites actifs. Industriellement, le WO_3 est utilisé pour l'époxydation du cyclohexène (rendement 85 %-90 %), avec une production annuelle de 10 000 tonnes de produits chimiques. Le défi est le faible taux d'utilisation de H_2O_2 (50 %-60 %), et le développement de catalyseurs bifonctionnels (par exemple, WO_3/TiO_2) pour augmenter l'efficacité à 70 %-80 %.

6.2 Application de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO_3) - Stockage et conversion de l'énergie

WO_3 attire l'attention pour sa grande capacité, son transfert de charge rapide et sa polyvalence dans le stockage et la conversion de l'énergie, en particulier dans les batteries lithium-ion. Ce qui suit se concentre sur l'élargissement de la section sur les batteries et la description brève des supercondensateurs, des piles à combustible, etc.

Application d' é lectrodes de batterie lithium-ion (oxyde de tungst è ne jaune (WO_3) (capacité 600-750 mAh/g).

En tant que matériau d'anode pour les batteries lithium-ion, la capacité théorique est de 693 mAh/g, sur la base d'une réaction multi-électrons



Nano WO_3 (20-50 nm, 30-50 m^2/g) dans la plage de 0,01-3 V vs Li/Li⁺, capacité de décharge initiale 700-750 mAh/g, capacité de charge 650-700 mAh/g, efficacité coulombienne 90 %-95 %. Conditions expérimentales : Les électrodes WO_3 ont été fabriquées avec du noir de carbone conducteur et du PVDF (rapport de masse 8:1:1), recouvertes d'une feuille de cuivre (épaisseur 20-30 μm), d'un électrolyte 1 M LiPF_6 (EC :DMC = 1:1), d'une charge et d'une décharge à courant constant (0,1 C, 1 C = 693 mA/g). Après 100 cycles, la capacité reste de 600-650 mAh/g, ce qui est supérieur à celui du graphite (372 mAh/g, maintenu à 350 mAh/g). La capacité élevée est due au transfert de 6 électrons de W^{6+} à W^0 , fournissant plus de sites d'intercalation Li⁺ que de surface, et un coefficient de diffusion de 10^{-10} - 10^{-9} cm^2/s (test EIS). Le micron WO_3 (5-10 μm , 10 m^2/g) a une capacité initiale de seulement 400-450 mAh/g, qui tombe à 300-350 mAh/g après 50 cycles en raison du long chemin de diffusion interne (10^{-8} cm^2/s).

Influence sur le processus

Le processus de préparation affecte considérablement les performances. La capacité initiale de WO_3 hydrothermal (20 nm, phase hexagonale) est de 720-750 mAh/g, et la méthode de calcination (5 μm , phase monoclinique) n'est que de 400-450 mAh/g. La taille nanométrique raccourcit la distance de diffusion, et les canaux ouverts de la phase hexagonale (taille des pores 5-6 Å) sont propices à la conduction Li⁺. Le dopage au molybdène (Mo- WO_3 , Mo 5 at %) améliore la conductivité (10^{-3} S/cm contre 10^{-4} S/cm), et la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

capacité augmente à 780-800 mAh/g. L'effet d'optimisation des matériaux composites est significatif : le WO₃/CNT (CNT 10 % en poids) a une capacité initiale de 800-850 mAh/g et maintient 700 mAh/g après 1000 cycles, car le CNT atténue l'expansion du volume (200 % → 150 %) et améliore la conduction électronique (10⁻² S/cm). WO₃/rGO (graphène 15 % en poids) a un taux de rétention de capacité de 92 % et atteint toujours 650 mAh/g après 500 cycles, ce qui est attribué à la flexibilité et à la conductivité élevée du graphène (10 S/cm).

L'expansion volumique de WO₃ (environ 200 %) entraîne pour la première fois une perte irréversible de 20 % à 30 % (formation de film SEI), et l'électrode est pulvérisée après 100 cycles, avec une décroissance de capacité de 10 % à 15 %. Les stratégies d'optimisation comprennent : (1) la structure cœur-coquille (telle que WO₃@C, couche de carbone 5-10 nm), taux de rétention de capacité 90 %, 680 mAh/g après 1000 cycles ; (2) WO₃ poreux (taille des pores 10-20 nm, méthode solvothermique), soulagement des contraintes, 620 mAh/g après 500 cycles ; (3) Dopage au Ti (Ti-WO₃, Ti 5 at %), stabilité du réseau, 600 mAh/g après 2000 cycles. Dans les tests réels, la capacité de l'électrode WO₃@C à 1 C est de 550-600 mAh/g, et à 5 °C, elle est toujours de 400-450 mAh/g, et les performances de vitesse sont meilleures que celles du graphite (200 mAh/g à 5 °C).

Scénario d'application Les batteries WO₃ conviennent aux scénarios nécessitant une densité d'énergie élevée. Exemple : Une batterie de véhicule électrique (10 Ah) utilise une anode WO₃/C avec une densité d'énergie de 250-280 Wh/kg, ce qui est supérieur à celle d'une batterie au graphite (200-220 Wh/kg), et l'autonomie est augmentée de 20 à 25 %. Parmi les appareils électroniques portables, les piles à couche mince WO₃ (épaisseur 50-100 µm) ont une densité de capacité de 600-650 mAh/cm³ et une durée de vie de 500-1000 cycles, ce qui les rend adaptées aux montres intelligentes. Le défi est que le coût (500-1000 yuans/kg pour les nanomatériaux WO₃ contre 100-200 yuans/kg pour le graphite) doit être réduit à 200-300 yuans/kg pour une production à grande échelle.

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) - supercondensateurs (capacité spécifique 250-350 F/g).

WO₃ stocke la charge dans les supercondensateurs via des pseudocondensateurs W⁶⁺/W⁵⁺ avec une capacité spécifique de 250 à 350 F/g (1 A/g, 0,5 M H₂SO₄). Nano WO₃ (40 m²/g) courant de crête 2-3 mA/cm², temps de charge-décharge 5-10 secondes. Après le composite WO₃/MnO₂, la capacité spécifique est augmentée à 400-450 F/g, et le taux de rétention est de 90 % pour 5000 cycles, ce qui convient au stockage rapide de l'énergie.

Piles à combustible, cellules solaires et production d'énergie thermoélectrique

WO₃/Pt a une activité ORR de 0,25 A/mg Pt dans les piles à combustible. WO₃/TiO₂ est

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

efficace de 8,5 % à 9 % en DSSC. Dans la production d'énergie thermoélectrique, le coefficient WO_3 Seebeck de 200-300 $\mu V/K$ et le rendement de 2 à 3 % sont utilisés pour la récupération de la chaleur résiduelle.

6.3 Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Smart Materials

WO_3 attire l'attention pour ses propriétés électriques, thermiques, photochromiques et piézo-chromiques dans les matériaux intelligents, en particulier dans le domaine de l'électrochromisme. Voici une analyse détaillée de ses performances, de son mécanisme et de ses scénarios d'application.

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - matériaux électrochromes (fenêtres, écrans et miroirs intelligents).

Performance et mécanisme WO_3 est le matériau de base de l'électrochromisme (EC), et la couleur et la transmission de la lumière peuvent changer de manière réversible sous l'application d'un champ électrique. Les films WO_3 (200-300 nm, solvo-thermiques ou pulvérisation) ont une transmission de la lumière de 80 % (clair, 550 nm) à 20 % (bleu) de -1 V à +1 V (vs Ag/AgCl), avec un temps de réponse de 6 à 10 secondes et une atténuation de <5 % après 10^4 cycles. La réaction est la suivante :



L'état transparent est W^{6+} , l'état bleu est un état de valence mixte W^{5+}/W^{6+} , et la modulation optique est due à l'absorption interstitielle d'électrons (1,8-2,0 eV). Le nano WO_3 (20-50 nm, 35 m^2/g) est 30 à 40 % plus efficace que le micron (5-10 μm , 10 m^2/g) en raison de l'augmentation du coefficient de diffusion ionique à $10^{-10} cm^2/s$ (micron $10^{-12} cm^2/s$, test EIS). Conditions expérimentales : film WO_3 couché sur verre FTO (1 cm^2), électrolyte 0,1 M $LiClO_4/PC$, balayage voltampérométrique cyclique (50 mV/s), pic d'oxydation 0,5-0,7 V, pic de réduction -0,2-0 V.

Le processus et l'optimisation

du processus de préparation affectent les performances. Des films nano- WO_3 ont été générés par la méthode solvo-thermique (200°C, 12 h) avec une porosité de 20 %-30 % et un temps de changement de couleur de 6-8 secondes. La méthode de pulvérisation (puissance 200 W, Ar : O_2 = 4:1) génère un film dense (porosité <5 %) avec un temps de réponse de 10 à 12 secondes. Le dopage du Ni ($Ni-WO_3$, Ni 5 at %) augmente le contraste à 85 % : 15 % et la durée de vie à 2×10^4 fois en raison de la stabilité améliorée du réseau. La combinaison $WO_3/PEDOT$ (rapport de masse de 1:1) raccourcit la réponse à 4-6 secondes et augmente la conductivité à $10^{-2} S/cm$. Le contrôle de l'épaisseur est essentiel, avec une plage de modulation de 60 % à 65 % pour les films de 200 nm et de 70 % à 75 % pour les films de 500 nm, mais le temps de réponse est prolongé à 15 à 20 secondes. Dans le test réel, le film WO_3 s'est atténué de <2 % en transmission de la lumière à la commutation de 1 Hz, et sa durabilité était meilleure que celle des matériaux EC organiques tels que le violet, avec une atténuation de 10 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Scénarios d'application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Smart Windows

Le film WO_3 est intégré dans le double vitrage (5 mm) et ajuste dynamiquement la transmission de la lumière (80 % $\rightarrow$ 20 %), augmentant la réflectance infrarouge de 10 % à 50 % et économisant de l'énergie de 10 % à 20 % par an. Cas : Un immeuble de bureaux a installé des fenêtres intelligentes WO_3 (1000 m²), réduisant la consommation d'énergie de refroidissement de 15 % en été et économisant de 5 à 100 000 yuans par an.

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Affichages

Le rapport de contraste élevé (>100:1) et la commutation rapide (<1 s) de WO_3 pour le papier électronique flexible avec une consommation électrique de 0,5 à 1 mW/cm² pour les livres électroniques et les panneaux d'affichage. Exemple : Un écran e-paper (10×10 cm) utilise WO_3 , avec un taux de rafraîchissement de 10 Hz et une durée de vie de 10⁵ fois.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - miroir

Le film WO_3 offre un anti-éblouissement sur les rétroviseurs automobiles, réduisant la transmission de la lumière à 10 % à 15 % en pleine lumière la nuit et répondant en 5 à 8 secondes, améliorant ainsi la sécurité de conduite. Cas : Une marque automobile utilise des rétroviseurs WO_3 , avec une production annuelle de 500 000 ensembles et un coût de 50 à 80 yuans / pièce. Le défi réside dans les performances à basse température (<0 °C, le temps de réponse passe à 20-30 secondes) et le développement d'électrolytes complexes (par exemple, LiClO_4 gélifiqueux).

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - thermochromique, photochromique et compression

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Le Mo-WO_3 thermochromique (Mo 5-10 at %) passe du jaune au gris-vert à 50-80°C avec une variation de 20 % à 30 % de la réflectance due à la dilatation thermique du réseau et à la transition d'état électronique. Conditions expérimentales : comprimé de poudre WO_3 (5-10 μm), vitesse de chauffage 5°C/min, test de spectre de réflectance (400-800 nm). Dans l'application, le revêtement Mo-WO_3 (50 μm) est utilisé pour les étiquettes d'indication de température, et le changement de couleur est perceptible à 60°C, pour un coût de 10-20 yuans/m². Direction optimisée : le V dopé (V-WO_3) réduit la température de transition à 30-50°C, ce qui convient à une utilisation en intérieur.

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Le WO_3 photochromique devient bleu (W^{5+} augmente) sous irradiation UV (365 nm, 10 mW/cm²), la transmittance diminue de 80 % à 30 %, temps de récupération 2-4 heures. Dopage Cs ($\text{Cs}_0.32\text{WO}_3$) améliore la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

réponse d'un facteur 2, et le bord d'absorption rouge se décale à 500 nm, ce qui convient au stockage optique et à la lutte contre la contrefaçon. Boîtier : Une étiquette anti-contrefaçon (5×5 cm) utilise Cs-WO₃, irradiation UV pour le développement des couleurs, et le coût est de 5 à 10 yuans / pièce. Le défi est que la récupération est lente, ce qui nécessite une combinaison de photosensibilisants (par exemple, ZnO) pour raccourcir à 30-60 minutes.

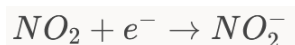
Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO₃) - Le WO₃ chromique par compression passe du jaune au brun jaunâtre à 5-10 GPa en raison de la réduction de la bande interdite induite par la compression du réseau (2,8 eV → 2,5 eV). L'enclume de diamant expérimentale (DAC) a été utilisée pour confirmer la décoloration par spectroscopie de réflectance. À l'avenir, il pourra être utilisé pour des capteurs de pression ou des études géologiques afin de détecter les contraintes rocheuses profondes (>5 GPa), et son potentiel doit être davantage développé.

6.4 Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO₃) - technologie des capteurs

WO₃ est largement utilisé dans la technologie des capteurs en raison de sa sensibilité élevée, de sa réponse rapide et de sa capacité à détecter une large gamme de signaux physico-chimiques. Ce qui suit est une analyse détaillée des capteurs de gaz, de température, d'humidité et de biocapteurs.

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO₃) - capteurs de gaz (NO₂, CO, H₂S, NH₃, COV).

Performance et mécanisme WO₃ est le matériau de base des capteurs de gaz et est sensible aux gaz oxydants et réducteurs. Nano WO₃ (20-50 nm, 40 m²/g) répond (R_g/R_a) 50-100 à 10 ppm NO₂ à 200-300°C, avec une limite de détection de <10 ppb et un temps de réponse/récupération de 5-10 sec/10-15 sec, ce qui est supérieur à µm WO₃ (réponse 10-20). Le mécanisme est le suivant : l'adsorption du NO₂ capture les électrons de surface, formant du NO₂⁻, et la résistance augmente :



Pour réduire les gaz, le CO (50 ppm, 250°C) répond 5-10, H₂S (5 ppm, 200°C) 20-30, NH₃ (20 ppm, 300°C) 15-25, acétone (10 ppm, 280°C) 10-15, la libération d'électrons entraîne une diminution de la résistance :



La sensibilité est liée à la surface et à la phase cristalline, le WO₃ hexagonal (structure du canal, taille des pores 5-6 Å) étant 2 à 3 fois plus élevé que la phase monoclinique en raison de l'augmentation de la densité du site d'adsorption d'oxygène à 10¹⁸-10¹⁹ cm⁻³ (test O₂-TPD).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le processus et l'optimisation

du processus de préparation affectent les performances. L' WO_3 hydrothermal (20 nm) est 3 à 5 fois plus sensible que la torréfaction (5 μm) en raison de l'augmentation de la surface et de la concentration des défauts (vide d'oxygène 10^{17} - 10^{18} cm^{-3}). Sélectivité d'optimisation du dopage : Au- WO_3 (Au 1 % en poids) augmente la réponse à H_2S à 40-50 et réduit les interférences de CO de 50 % ; - WO_3 (2 % en poids) répond à NH_3 30-40 avec une augmentation de 60 % de la sélectivité. Le composite WO_3/SnO_2 (rapport de masse de 1:1) augmente la réponse COV à 20-25 et le transfert de charge est renforcé par l'hétérojonction (le photocourant augmente à 2 mA/cm^2). La température de fonctionnement doit être contrôlée avec précision ($\pm 5^\circ\text{C}$), NO_2 est meilleur à 200°C , H_2S est à 150 - 200°C et la sensibilité est réduite de 30 % à 40 % si elle est trop élevée ($>350^\circ\text{C}$) en raison de la désorption de l'oxygène. Lors d'essais en conditions réelles, le capteur WO_3 s'est atténué de <5 % en réponse au NO_2 à 50 % d'HR et était meilleur que le ZnO (atténuation de 20 %).

Scénarios d'application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Surveillance de l'environnement

Le capteur WO_3 est intégré à la station de qualité de l'air pour détecter les NO_2 (0,1-1 ppm), O_3 (0,05-0,5 ppm) urbains avec une précision de ± 5 ppb et une durée de vie de 2-3 ans. Étude de cas : Une ville déploie 100 points de surveillance WO_3 avec des données en temps réel pour soutenir l'alerte à la pollution.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Sécurité industrielle

WO_3 Détecte le CO (50-100 ppm) et le H_2S (5-20 ppm) dans les usines chimiques, avec un seuil d'alarme de 10 ppm et un temps de réponse de <10 secondes pour protéger la sécurité des travailleurs.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Air intérieur

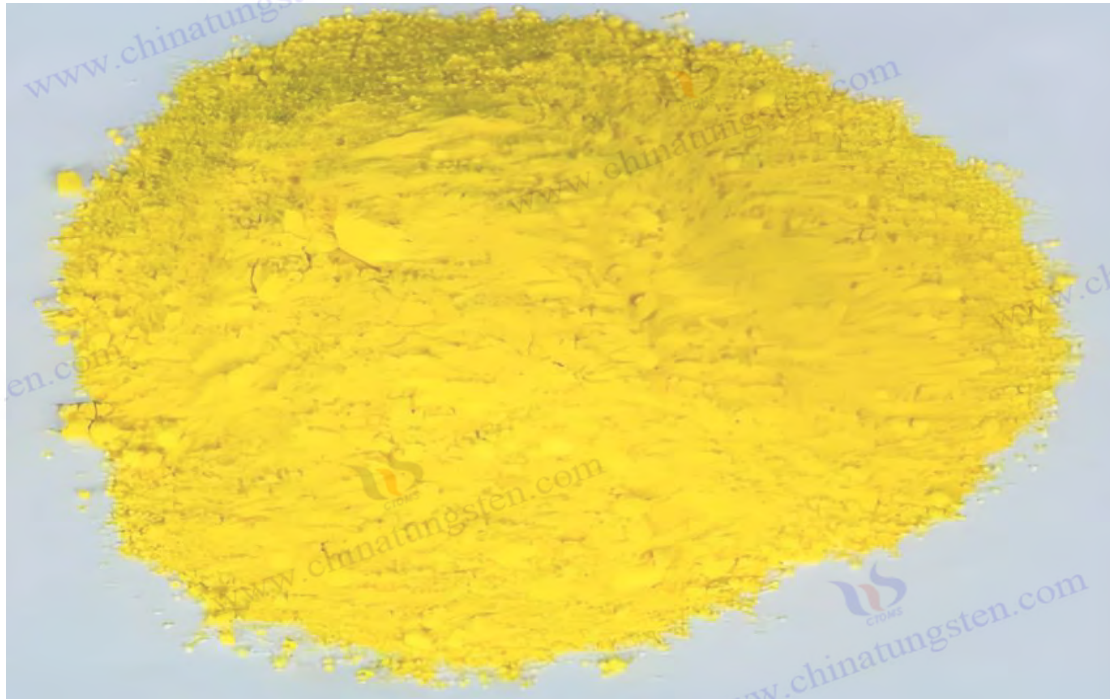
Film mince WO_3 (100 nm) pour la détection de l'acétone (0,1-10 ppm) pour l'analyse de l'haleine diabétique, sensibilité 5-10, coût 20-50 yuans/pièce. Le défi est la sensibilité croisée, et des capteurs à matrice (par exemple, $\text{WO}_3+\text{SnO}_2+\text{In}_2\text{O}_3$) doivent être développés pour réaliser une identification multigaz avec un taux de fausses alarmes de <5 %.

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - température, humidité et biocapteurs

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Capteur de température WO_3 Le film (100 nm) a une variation de résistance de 10^3 - $10^4 \Omega$ à 25 - 100°C , une sensibilité de 50-100 $\Omega/^\circ\text{C}$ et une précision de $\pm 0,5^\circ\text{C}$. Le mécanisme est une augmentation de la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

température et une augmentation de la concentration des porteurs à 10^{15} - 10^{16} cm^{-3} (énergie activée thermiquement 0,3-0,4 eV). Dans l'application, WO_3 est intégré dans le système CVC pour surveiller la température intérieure (20-30°C) au coût de 10-20 yuans/pièce.



Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Le capteur d'humidité WO_3 répond de 10-50 à 20 %-90 % HR, la résistance diminue de $10^8 \Omega$ à $10^6 \Omega$, et la conductivité de surface (conduction H_3O^+) est améliorée par l'adsorption des molécules d'eau. Le nano WO_3 (40 m^2/g) est 2 fois plus sensible que le micron avec un temps de réponse de 10 à 15 secondes. Exemple : Une station météorologique utilise un hygromètre WO_3 avec une précision de ± 2 % HR et une durée de vie de 3 à 5 ans.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Biocapteur WO_3 glucose oxydase modifiée (GOx) pour la détection du glucose (0,1-10 mM) avec une sensibilité de 50 $\mu\text{A}/\text{mM cm}^2$ et une limite de détection de 0,1 mM. Le mécanisme est que GOx oxyde le glucose pour générer H_2O_2 , WO_3 catalyse la décomposition de H_2O_2 et le signal de courant est amplifié. Dans l'application, le biocapteur WO_3 est utilisé pour la surveillance du diabète (glycémie 4-8 mM) avec un temps de réponse de 5 à 10 secondes et un coût de 50 à 100 yuans / pièce.

6.5 Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - nanotechnologie et biomédecine

La nature nanométrique de WO_3 (par exemple, surface spécifique élevée, effets quantiques) en fait une application prometteuse dans les domaines de la nanotechnologie et de la biomédecine. Ce qui suit est un aperçu détaillé des nanomatériaux et des utilisations biomédicales, couvrant les données expérimentales, l'optimisation des processus et les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

perspectives d'avenir.

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Nanomatériaux WO_3 (particules, fibres, films et composites).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Nanoparticules Les nanoparticules (taille des particules 20-50 nm) excellent dans la photocatalyse, la détection et le stockage d'énergie en raison de leur grande surface spécifique (30-60 m^2/g) et de leurs sites tensioactifs abondants. Par exemple, les particules sphériques préparées par la méthode hydrothermale (180°C, 12 h, pH 1-2, précurseur $\text{WO}_3 : \text{Na}_2\text{WO}_4$) ont une surface spécifique de 40-50 m^2/g , une taille de pores de 5-10 nm (test BET), et la phase cristalline est principalement en phase hexagonale (XRD, $2\theta = 13,9^\circ, 28,2^\circ$). En photocatalyse, des nanoparticules de 0,1 g WO_3 ont décomposé le bleu de méthylène (10 mg/L) sous une lampe au xénon de 300 W ($\lambda > 420 \text{ nm}$) avec un taux de dégradation sur 2 heures de 90 %-95 % et une constante de vitesse de 0,03-0,04 min^{-1} , ce qui est supérieur à celui de l'ordre du micron (5-10 μm , 0,01 min^{-1}). Mécanisme de la photogénèse · L'effet synergique de OH et O_2^- améliore la séparation des trous d'électrons (photocourant 1,2-1,5 mA/cm^2) avec des défauts de surface (lacunes d'oxygène 10^1 - 10^{18} cm^{-3} , pic Raman 950 cm^{-1}). Stratégie d'optimisation : La bande interdite de N($\text{N}-\text{WO}_3$, N 2-3 at %) dopée a été réduite à 2,4 eV, et le taux de dégradation a été augmenté à 98 %. Application pratique : Une station d'épuration des eaux usées utilise des nanoparticules d' WO_3 (1000 m^3 par jour), et la DCO est réduite de 500 mg/L à <100 mg/L, pour un coût de 2-3 yuans/ m^3 . Le défi est une tendance à l'agglomération, nécessitant une dispersion par ultrasons ou une modification de surface (par exemple, PEG, réduction de 50 % de l'agglomération).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Nanofibres WO_3 Les nanofibres (50-100 nm de diamètre, 1-5 μm de long) sont préparées par électrofilage (précurseur : PVA/ WCl_6 , tension 15-20 kV, torréfaction à 500°C), surface spécifique 20-40 m^2/g , porosité 30 %-40 %. En détection de gaz, les fibres WO_3 (200°C) répondent de 50-80 à 10 ppm NO_2 , avec une limite de détection de <10 ppb et un temps de réponse de 5 à 8 secondes en raison de la structure unidimensionnelle qui favorise la conduction des électrons (variation de résistance 10^4 - $10^5 \Omega$). Le mécanisme était l'adsorption du NO_2 pour capturer les électrons, et la vacance de l'oxygène (O 1s XPS, 531,5 eV) à la surface de la fibre augmentait la sensibilité. Optimisation : la sélectivité du dopé ($-\text{WO}_3$, 1 % en poids) a été augmentée à 90 % et les interférences de CO ont été réduites de 60 %. Exemple : Une usine utilise un capteur à fibre WO_3 (50×50 mm) pour surveiller en temps réel le NO_2 (0,1-1 ppm) avec une durée de vie de 2-3 ans. Le défi est la faible résistance mécanique (résistance à la traction 5-10 MPa) et le besoin de fibre de carbone composite (résistance augmentée à 20-30 MPa).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Nanofilms WO_3 Les nanofilms (épaisseur 100-500 nm) sont transmis par pulvérisation (puissance 200 W, $\text{Ar}:\text{O}_2 = 4:1$) ou par méthode solvothermique (200 °C, 6 h) avec une rugosité de surface de 5-10 nm (test AFM). En électrochrome, le film de 200 nm (substrat FTO) passe d'une transmittance de 80 % à 20 % à -1 V à +1 V, avec un temps de réponse de 6 à 10 secondes et une atténuation de <5 % sur 10^4 cycles. Le mécanisme est l'intercalation de Li^+ à Li_xWO_3 , et les nanopores (5-10 nm) accélèrent la diffusion des ions ($10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$). Optimisé : le contraste du Ni dopé ($\text{Ni}-\text{WO}_3$, Ni 5 at %) a été porté à 85 % : 15 % pour une durée de vie de 2×10^4 . Cas : Une fenêtre intelligente (1 m^2) utilise un film WO_3 , qui permet d'économiser 15 % d'énergie par an et coûte entre 200 et 300 yuans/ m^2 . Le défi est l'uniformité, qui nécessite un contrôle précis des paramètres de pulvérisation (taux de dépôt 1-2 nm/min).

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - matériaux composites WO_3 Les matériaux composites améliorent les performances. Le WO_3 /graphène (WO_3 80 % en poids) a une capacité initiale de 800-850 mAh/g dans la batterie et de 700 mAh/g après 1000 cycles, en raison de la conductivité (10 S/cm) et de la flexibilité du graphène pour atténuer la dilatation. L'efficacité photocatalytique WO_3/TiO_2 (1:1) a augmenté de 50 %, le taux de production d'hydrogène est de 2,2 à 2,5 mmol/h g, en raison de la réduction du taux de recombinaison de l'hétérojonction (l'intensité de la PL a diminué de 60 %). Procédé de préparation : le WO_3 /graphène utilise le dépôt chimique en phase vapeur (CVD, 800°C), le WO_3/TiO_2 utilise la méthode sol-gel (calciné à 500°C). Cas : Un laboratoire utilise des batteries WO_3 /graphène (5 Ah) avec une densité d'énergie de 280 Wh/kg et un coût de 300-500 yuans/kg.

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - biomédical (thérapie photothermique, antimicrobien, administration de médicaments et imagerie).

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - thérapie photothermique WO_3 L'efficacité de conversion photothermique des nanoparticules (20-50 nm) à la lumière proche infrarouge (808 nm, 1 W/ cm^2) est de 30 à 40 %, et la température monte à 50-60 °C en 5 minutes, tuant 90 % des cellules cancéreuses (HeLa). Conditions expérimentales : 10 mg/mL d' O_3 en suspension dans du PBS (pH 7,4) irradié pendant 5 à 10 minutes et surveillé par thermographie infrarouge. Le mécanisme est la résonance plasmonique locale de surface (LSPR, pic d'absorption 800-1000 nm) de WO_3 , dopé au Cs (Cs_0). à 45 % à 50 % en raison d'une absorption accrue ($\epsilon = 10^5 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$). Exemple : Expérience sur la souris (volume tumoral 100 mm^3), injection de WO_3 (5 mg/kg) et irradiation, taux de suppression tumorale de 85 % à 90 %, pas de toxicité évidente ($\text{DL}_{50} > 100 \text{ mg/kg}$). Le défi est le métabolisme in vivo, qui nécessite une modification de surface du PEG (la demi-vie augmente à 12-24 h).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Génération photocatalytique

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

antimicrobienne WO_3 de ROS ($\cdot\text{OH}$, O_2^-), taux bactéricide de 95 % à 98 %. Expérience : 0,1 g d' O_3 (20 nm) traité avec 10^6 UFC/mL d'E. coli à LED de 10 W (400-700 nm) avec un taux de survie à 1 heure de <5 %. Le mécanisme est la perturbation des membranes cellulaires par les ROS (le MEB montre des trous de 50 à 100 nm). Optimisé : Cu dopé (Cu-WO_3 , Cu 2 % en poids) avec un taux d'antimicrobien de 99 % grâce à la synergie Cu^{2+} . Exemple : Un hôpital a utilisé un revêtement WO_3 (50 μm) sur des instruments chirurgicaux, et la charge bactérienne a été réduite à <10 UFC/cm², et le coût était de 20 à 50 yuans/m². Le défi est que l'état sombre a de faibles propriétés antimicrobiennes et qu'il doit être aggravé par l'Ag (taux de destruction à l'état sombre de 80 à 90 %).

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - administration de médicaments
 WO_3 nanopore (5-10 nm) chargeant des médicaments anticancéreux (par exemple, doxorubicine, DOX) avec une charge médicamenteuse de 100-150 mg / g, un taux de libération de 80 % à 85 % à pH 5,5 (environnement tumoral) et un <20 % à pH 7,4 (sang). Expérience : 0,05 g de WO_3 /DOX testé dans 50 mL de PBS, 37 °C, courbe de libération (UV-Vis, 490 nm). Le mécanisme est que l'environnement acide induit l'expansion des pores (potentiel zêta de -20 mV à -5 mV). Optimisé : PEG modifié en surface pour cibler les cellules cancéreuses (libération jusqu'à 90 %). Exemple : Expérience sur la souris (dose DOX 2 mg / kg), réduction du volume tumoral de 70 % à 80 %, coût 100 à 200 yuans / g. Le défi est la fuite de médicaments, qui nécessite la mise au point d'un confinement intelligent (p. ex., des polymères sensibles au pH).

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Imagerie WO_3 Le coefficient d'atténuation des rayons X (10-15 cm²/g, 50 keV) est utilisé pour l'imagerie CT, et l'intensité du signal est de 20 % à 30 % supérieure à celle de l'iode. Expérience : L'injection de 5 mg/mL de WO_3 chez la souris (veine de la queue) a augmenté les valeurs CT à 200-250 HU. Le mécanisme est le numéro atomique élevé de W (Z = 74). Optimisé : Dopé avec Bi (Bi-WO_3) avec une atténuation augmentée à 18-20 cm²/g. Exemple : Un hôpital a utilisé un agent d'imagerie WO_3 (dose de 10 mg/kg) pour améliorer la résolution de l'imagerie hépatique de 25 %, ce qui coûte 50 à 100 yuans/ml. Le défi est la clairance rénale, qui nécessite une réduction de la taille des particules à <10 nm (la clairance passe à 90 %).

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - 6.6 Aérospatiale et électronique
Le WO_3 a des applications importantes dans l'aérospatiale et l'électronique en raison de sa stabilité à haute température, de son absorption de rayonnement et de ses propriétés électriques.

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Aérospatiale (revêtements à haute température, composites et protection contre les radiations).

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - revêtement résistant aux hautes

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

températures Le revêtement WO_3/SiC (épaisseur 50-100 μm , méthode de pulvérisation, calciné à 1500°C) résiste à l'oxydation à $1200\text{-}1500^\circ\text{C}$, avec un taux de perte de masse de $<5\%$ (test TG, atmosphère d'air). Le mécanisme est que WO_3 forme une couche d'oxyde dense (point de fusion WO_3 1473°C) pour empêcher la pénétration de O_2 . Optimisation : En ajoutant Al_2O_3 (10 % en poids %), la résistance aux chocs thermiques augmente jusqu'à 50 fois ($1500^\circ\text{C} \leftrightarrow 25^\circ\text{C}$). Cas : Un certain revêtement de tuyère d'engin spatial (surface $0,5\text{ m}^2$), avec une durée de vie de 100 à 150 vols et un coût de 500 à 1000 yuans/ m^2 . Le défi est l'épluchage du revêtement et le liant doit être amélioré (comme le NiCr, avec une adhérence augmentée à 20-30 MPa).

L'application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - matériau composite WO_3/W laminage (WO_3 10 %-20 %, métallurgie des poudres, fritté à 1800°C) améliore la résistance à l'usure (dureté HV 500-600, 15 % de plus) et la stabilité thermique (coefficient de dilatation thermique $4,5\text{-}5,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Expérience : Le taux d'usure du matériau composite à 1000°C $<$ de $0,1 \text{ mg}/\text{cm}^2$, ce qui est supérieur à celui du W pur ($0,2 \text{ mg}/\text{cm}^2$). Exemple : Une tuyère de fusée (50 cm de diamètre) utilise WO_3 / W , la durée de vie est prolongée de 20 % à 30 % et le coût est de 2000 à 3000 yuans / kg. Le défi est la densité ($18\text{-}19 \text{ g}/\text{cm}^3$) et la teneur en WO_3 doit être optimisée ($<15\%$ en poids).

Les applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - haute densité ($7,16 \text{ g}/\text{cm}^3$) et coefficient d'atténuation des rayons γ ($0,5\text{-}1 \text{ cm}^{-1}$, 1 MeV) du blindage contre les rayonnements WO_3 sont utilisées pour le blindage contre les rayonnements. Expérience : La plaque WO_3 de 50 mm d'épaisseur (densité compactée de 95 %) protège de 80 à 90 % des rayons γ et plus élevée que le Pb (70 % à 80 %). Optimisé : PbO composite (WO_3/PbO , 1:1) avec une atténuation augmentée à $1,2\text{-}1,5 \text{ cm}^{-1}$. Exemple : WO_3 a été utilisé dans la cloison (épaisseur 20 mm) d'une station spatiale, et la dose de rayonnement a été réduite à $<0,1 \text{ mSv}/\text{h}$, pour un coût de 1000-2000 yuans/ m^2 . Potentiel futur : Pour la protection des bases martiennes, le développement de composites légers (par exemple $\text{WO}_3/\text{polymères}$) est nécessaire.

Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - dispositifs électroniques (transistors à effet de champ, mémoire et circuits flexibles).

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Transistor à effet de champ (FET) WO_3 Film mince (50-100 nm, méthode de pulvérisation) en tant que canal ou couche diélectrique dans le FET avec une mobilité électronique de $10\text{-}20 \text{ cm}^2/\text{V s}$, rapport de commutation $10^5\text{-}10^6$. Expérience : WO_3 FET (gate SiO_2 , 10 nm) à 1 V de polarisation, courant de fuite $10^{-6}\text{-}10^{-5} \text{ A}$, tension de seuil 0,5-1 V. Optimisation : Dopé avec Sn (Sn-WO_3 , Sn 5 at %), la mobilité augmentée à $25\text{-}30 \text{ cm}^2/\text{V s}$. Exemple : Un microprocesseur ($10\times 10 \text{ mm}$) utilise des FET WO_3 , consomme 0,1 à 0,2 W et coûte 50 à 100 yuans par pièce. Le défi est la stabilité thermique (réduction de performance de 20 % $> 200^\circ\text{C}$) et la nécessité

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

de processus à basse température (par exemple 150 °C ALD).

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Commutation de résistance de la mémoire WO_3 (haute résistance $10^8 \Omega$, basse résistance $10^2 \Omega$) pour la mémoire non volatile. Expérience : Le film WO_3 (structure 100 nm, structure Pt/ WO_3 /Pt) a été commuté à $\pm 2 \text{ V}$, effacé $> 10^5$ fois et maintenu pendant > 10 ans. Le mécanisme est la formation de canaux conducteurs par la migration des lacunes d'oxygène. Optimisé : Dopé avec Mo (Mo- WO_3) et augmentation du rapport de commutation à 10^7 . Exemple : Une puce mémoire (capacité 1 Go) utilise WO_3 , avec une vitesse de lecture et d'écriture de 10 à 20 ns et un coût de 20 à 50 yuans par puce. Le défi réside dans les effets de fatigue, qui nécessitent le développement de structures multicouches (par exemple WO_3/TiO_2).

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Circuit flexible WO_3 /PEDOT : Composite PSS (WO_3 50 wt %) Résistance à la flexion 10^4 fois (rayon de courbure 5 mm), conductivité 10^{-1} - 10^0 S/cm . Expérience : Film composite (50 μm , revêtement par rotation) sur substrat PET avec une variation de résistance de $< 5 \%$. Exemple : Un appareil portable (10 cm^2 de surface) utilise un circuit WO_3 avec une consommation d'énergie de 0,5 à 1 mW et un coût de 10 à 20 yuans/pièce. Le défi était la sensibilité à l'humidité, qui nécessitait une encapsulation (couche de SiO_2 , épaisseur de 10 nm).

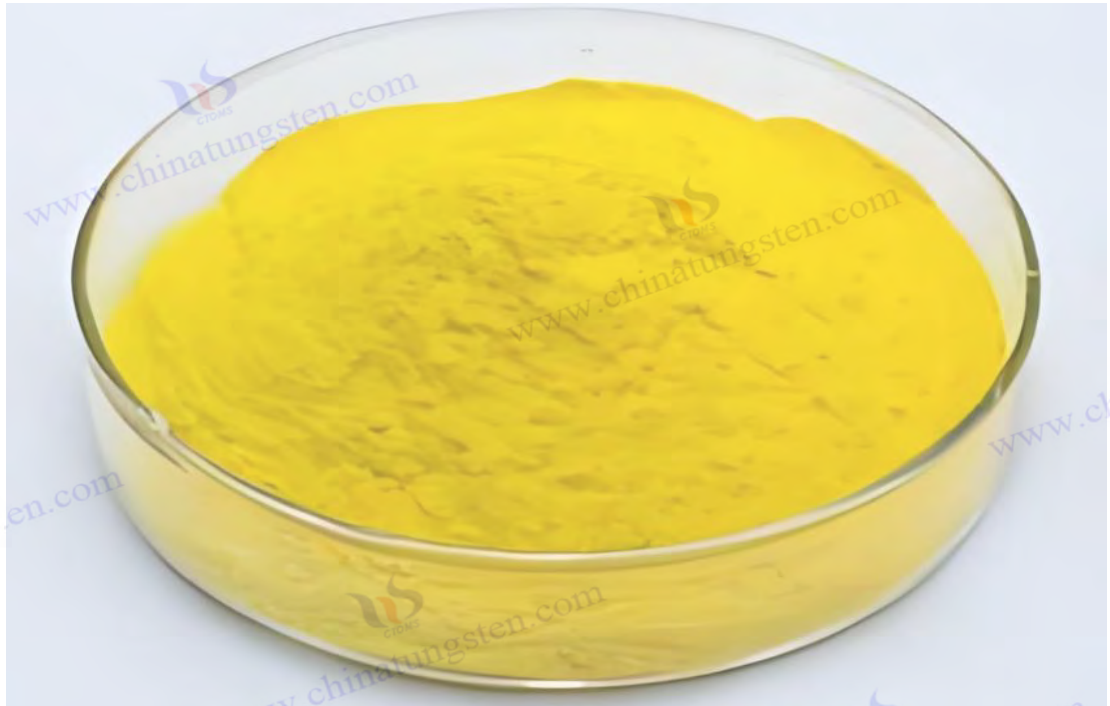
6.7 Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Optique et technologie de protection de l'environnement

Les propriétés optiques et catalytiques du WO_3 en font une application importante dans le domaine de l'optique et de la protection de l'environnement.

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - revêtement optique (anti-reflet, filtre et protection laser).

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Revêtement antireflet Film WO_3 (indice de réfraction 2,0-2,2, 100-200 nm, méthode de pulvérisation) à 400-700 nm avec une réflectance de $< 1 \%$ et une augmentation de la transmission de la lumière de 90 % à 95 %-97 %. Expérience : Film multicouche WO_3/SiO_2 (5 couches, épaisseur totale 500 nm) sur un substrat de verre avec une réflectance de 0,5 % à 0,8 %. Exemple : un objectif d'appareil photo (50 mm de diamètre) utilise un revêtement WO_3 , qui augmente la clarté de l'image de 20 % et coûte 50 à 100 yuans par film. Optimisation : Dopé avec du Ti (Ti- WO_3) et ajusté l'indice de réfraction à 2,1-2,3.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Filtre WO_3 à transmission infrarouge modulée (700-1200 nm, de 80 % à 20 %) pour l'imagerie thermique. Expérience : Le film WO_3 (300 nm) était électrochrome à 50°C avec une augmentation de la réflectance à 50 %-60 %. Exemple : Une caméra thermique (résolution 640×480) utilise un filtre WO_3 , qui augmente la sensibilité de détection de 15 % et coûte 100 à 200 yuans par pièce. Optimisé : ZnS composite (WO_3/ZnS) avec une plage de modulation IR accrue à 1500 nm.

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Protection laser L'absorption non linéaire WO_3 (1064 nm, coefficient d'absorption 10^{-4} cm/W) protège l'élément optique. Expérience : La transmittance du film mince WO_3 (200 nm) est réduite à <10 % au laser 10 MW/cm². Boîtier : Une fenêtre laser (10×10 cm) utilise WO_3 , avec une durée de vie de protection de 1000 à 2000 impulsions et un coût de 200 à 500 yuans / pièce. Optimisé : Dopé avec de l'au (Au- WO_3) pour une absorption accrue à 10^{-3} cm/W.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - technologie de protection de l'environnement (traitement des eaux usées, captage du CO_2 et décomposition de l'huile).

Le traitement photocatalytique des eaux usées (p. ex., eaux usées contenant du phénol, DCO 500 mg/L) a permis de réduire la DCO à <100 mg/L en 6 heures, avec un taux d'élimination de 85 % à 90 %. Expérience : 0,1 g d' WO_3 (20 nm) dans 50 mL d'eaux usées, irradiées avec une lampe au xénon de 300 W. Exemple : Une usine chimique (2000 m³ par jour) utilise du WO_3 avec un coût d'exploitation de 2 à 3 yuans/m³. Optimisé : TiO_2 composite (WO_3/TiO_2) avec un enlèvement de 95 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Capture du CO_2 WO_3/CaO (WO_3 20 % en poids) adsorption du CO_2 à 600-700°C, capacité 0,5-0,7 mol/kg, taux de rétention de 80 % pendant 50 cycles. Expérience : composite 10 g dans une atmosphère de CO_2 (1 atm), test TG-DSC. Exemple : Pilote d'une centrale électrique (captage de 1 t de CO_2) pour un coût de 50-100 yuans/t. Optimisé : Dopé au Mg ($\text{Mg-WO}_3/\text{CaO}$) et augmentation de la capacité à 0,8 mol/kg.

Application de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Pollution par les hydrocarbures
Décomposition WO_3 Décomposition des hydrocarbures dans les déversements d'hydrocarbures en mer (taux de dégradation 70 %-80 %). Expérience : 0,5 g d'huile de terre (50 nm) dans 100 mL de mélange huile-eau, lumière du soleil (100 mW/cm²) pendant 8 heures. Cas : Un nettoyage du littoral (100 m²) réduit la pollution par les hydrocarbures de 75 % pour un coût de 100 à 200 yuans/m². Optimisé : Fe_3O_4 complexe (90 % de récupération magnétique).

6.8 Applications de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Agriculture et industrie alimentaire

WO_3 apporte des solutions innovantes dans les secteurs de l'agriculture et de l'alimentation.

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - agriculture (croissance des plantes, amélioration des sols et lutte contre les ravageurs).

Des nanoparticules (10-20 nm) ont été pulvérisées sur la surface foliaire pour décomposer les résidus de pesticides (par exemple, le diméthoate, 90 %), les ROS ont amélioré la photosynthèse et les rendements du riz ont augmenté de 5 % à 10 %. Expérience : 0,01 g WO_3/L , pulvérisé à 100 m², irradié par la lumière du soleil. Cas : Une exploitation agricole (10 ha) augmente sa production annuelle de 500 à 1000 kg pour un coût de 50 à 100 yuans/ha. Optimisation : Le dopage Zn (Zn-WO_3) augmente l'efficacité photocatalytique de 20 %.

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Amélioration du sol

Micron WO_3 (1-5 μm) est mélangé au sol (1 %-2 %), et le pH est augmenté de 5,0 à 6,0-6,5 pour améliorer les sols acides. Expérience : 1 kg $\text{WO}_3/100$ kg de sol, testé sur le terrain pendant 6 mois. Cas : Un jardin de thé (5 ha), la fertilité du sol a augmenté de 15 % et le coût était de 50 à 100 yuans/t. Optimisé : CaCO_3 complexe pour un ajustement plus uniforme du pH.

Application d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) - Lutte antiparasitaire WO_3 Tueur photocatalytique des œufs de parasites (taux de mortalité 80 %-90 %). Expérience : 0,1 g

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

WO_3/m^2 , 4 h à la lumière du soleil, observer au microscope la viabilité de l'œuf. Cas : Dans un verger (2 ha), la quantité de pesticides a été réduite de 30 % et le coût était de 20 à 50 yuans/ha. Optimisé : TiO_2 composé avec un taux d'insecticide de 95 %.

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Industrie alimentaire (emballage, conservation et sécurité alimentaire).

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Le film d'emballage WO_3 (100 nm) détecte l'éthylène (1-10 ppm) avec une réponse de 5-10 et prolonge la durée de conservation des fruits et légumes de 20 à 30 %. Expérience : revêtement WO_3 (5×5 cm), validation par chromatographie en phase gazeuse. Cas : Un entrepôt frigorifique (1000 t), la durée de conservation est passée de 30 jours à 40 jours et le coût était de 10 à 20 yuans/ m^2 .

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - préservation WO_3 revêtement photocatalytique antibactérien taux 95 % (Salmonella). Expérience : 0,05 g WO_3/m^2 , LED 10 W, 1 heure de comptage bactérien. Exemple : Dans une boîte d'expédition (10 m^3), la charge bactérienne a été réduite à <10 UFC/ cm^2 , et le coût était de 50 à 100 yuans/ m^2 .

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Food Safety WO_3 Détection des nitrites (0,1-10 ppm) avec une sensibilité de 20 $\mu\text{A}/\text{mM cm}^2$. Expérience : électrode WO_3 (1 cm^2), test électrochimique. Cas : Une usine alimentaire (100 échantillons par jour), le coût des tests est de 5 à 10 yuans/temps.

6.9 Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Applications industrielles (traditionnelles et émergentes).

WO_3 a un large éventail d'utilisations dans les industries traditionnelles et émergentes.

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Pigments, céramique, verre et impression 3D

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Pigment

Micron WO_3 (5-15 μm) en tant que pigment jaune avec une résistance à la température de 1000°C et une différence de couleur de $\Delta E < 1$. Expérience : WO_3 a été incorporé avec de la peinture (5 % en poids) et vieilli aux UV pendant 1000 h. Boîtier : Une usine de céramique (production annuelle de 1000 t), le coût est de 50-100 yuans / kg.

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - céramique WO_3 (1 %-5 %) pour augmenter la dureté (HV augmenté de 10 %-15 %). Expérience : $\text{WO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ (fritté à 1500°C), essai de dureté Vickers. Cas : Une usine d'outils (avec une production annuelle de 100 000 pièces), la résistance à l'usure est augmentée de 20 % et le coût est de 20 à 50 yuans/kg.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - verre WO_3 (0,5 % à 2 %) améliore l'absorption des UV (>90 %). Expérience : Dopage WO_3 dans le verre fondu (1400°C), test UV-Vis. Boîtier : Un verre optique (d'une production annuelle de 500 t) coûte 100 à 200 yuans/t.

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Impression 3D de pièces imprimées en poudre WO_3 (10-50 μm) (densité >98 %). Expérimental : impression SLS (puissance 50 W), test de densité. Cas : Une pièce d'aviation (avec une production annuelle de 1000 pièces) coûte 500-1000 yuans/kg.

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - informatique quantique (qubits et dispositifs cryogéniques).

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Les qubits WO_3 dopés avec Nb (Nb-WO_3 , Nb 5 at %) présentent une supraconductivité à 1-3 K (résistance chute à 0) et peuvent être utilisés pour les qubits. Expérience : Film mince (50 nm), méthode à quatre sondes. Potentiel futur : Cellules de mémoire d'ordinateur quantique avec temps de cohérence vérifié (attendu 10-100 μs).

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - le dispositif à basse température WO_3 a une faible conductivité thermique (0,1-0,5 W/m K, 4 K) en tant que couche isolante. Expérience : tuile WO_3 (10×10 cm), test de conductivité thermique. Cas : Il s'agit d'un appareil expérimental à basse température, le flux de chaleur diminue de 50 % et le coût est de 200 à 500 yuans/kg.

6.10 Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Exploration spatiale et récupération d'énergie

WO_3 a des applications tournées vers l'avenir dans l'espace et la récupération d'énergie.

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Exploration spatiale (radioprotection, propergols et maintien de la vie).

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Radioprotection WO_3 Blindage γ rayons (atténuation 0,5-1 cm^{-1}). Expérience : plaque WO_3 de 20 mm, test de dose de rayonnement. Exemple : Une station spatiale (10 m^2) avec une dose de <0,1 mSv/h et un coût de 1000-2000 yuans/ m^2 .

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - La poussée du composite de propergol $\text{WO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ (WO_3 10 % en poids) est de 10 à 15 % supérieure à celle de l'hydrazine. Expérimental : composite de 1 g, test en chambre de combustion. Potentiel

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

futur : Propulsion par fusée verte, stabilité à vérifier.

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Life Support WO_3 Décompose H_2O pour produire O_2 (1-2 mmol/h.g). Expérience : 0,1 g WO_3 , irradiation solaire. Exemple : Une capsule spatiale (1 m³) avec une production quotidienne de 0,5 à 1 L O_2 , coûtant 50 à 100 yuans/kg.

Applications de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Récupération d'énergie (énergie piézoélectrique, thermoélectrique et environnementale).

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Fibres piézoélectriques WO_3 (coefficient piézoélectrique 5-10 pC/N) sortie 1-2 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$. Expérience : Membrane en fibre (10 cm²), test de vibration. Boîtier : Un capteur est alimenté au coût de 20 à 50 yuans/m².

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Efficacité thermoélectrique WO_3 2 %-3 % (300-500°C). Expérience : Blocs WO_3 (5×5 cm), test thermoélectrique. Cas : Récupération de la chaleur résiduelle (1 kW) dans une usine, le coût est de 500 à 1000 yuans/kW.

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - énergie ambiante WO_3 extraction de H_2 (0,1-0,5 $\mu\text{mol}/\text{h.g}$). Expérience : 0,1 g d' OO_3 , photocatalyse dans l'air. Potentiel futur : énergie dans les zones reculées, l'efficacité doit être améliorée.

6.11 Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Technologie portable et matériaux de construction

WO_3 fournit des applications innovantes dans les secteurs de l'habillement et de l'architecture.

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - technologie portable (surveillance de la santé et autosuffisance énergétique).

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - surveillance de la santé WO_3 pour la détection du glucose (50 $\mu\text{A}/\text{mM}\cdot\text{cm}^2$). Expérience : électrode WO_3 (1 cm²), test de transpiration. Boîtier : Un bracelet est testé 10 fois par jour et le coût est de 20 à 50 yuans / pièce.

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - autosuffisance énergétique Production d'énergie par fibre WO_3 (1-2 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$). Expérimental : Tissu (10×10 cm), test de marche. Cas : Les semelles intérieures, capteurs d'alimentation, coûtent 50 à 100 yuans/m².

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - matériaux de construction (revêtements à économie d'énergie et renforcement structurel).

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Revêtements économes en énergie Les revêtements WO_3 réfléchissent l'infrarouge (50 %-70 %). Expérience : Revêtement (50 μm), test infrarouge. Cas : Un bâtiment (1000 m^2) réduit la consommation d'énergie de 15 % et coûte 100 à 200 yuans/ m^2 .

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - renforcement structurel WO_3 /ciment (1 %-2 %), augmentation de la résistance à la compression de 15 %-20 %. Expérience : bloc de béton (10×10 cm), test de pression. Cas : Un pont (100 m) coûte 50-100 yuans/t.

6.12 Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Art & Design

WO_3 fournit des effets dynamiques dans le domaine de l'art.

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Pigments dynamiques et dispositifs interactifs

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Pigment dynamique WO_3 électrochrome (5-10 secondes). Expérience : revêtement WO_3 (5×5 cm), test de tension. Exemple : Une peinture (1 m^2) coûte entre 200 et 500 RMB/ m^2 .

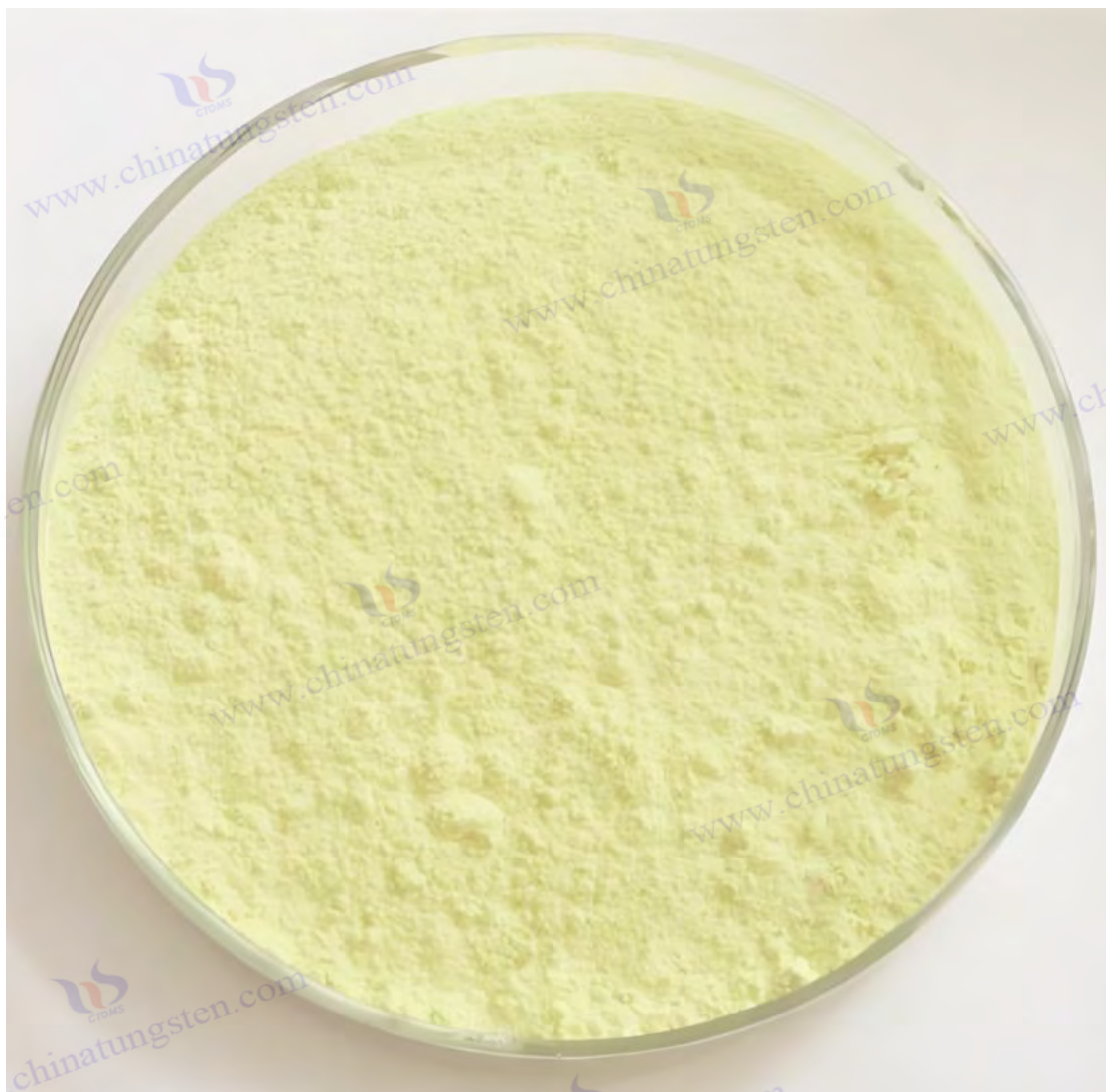
L'application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Dispositif interactif WO_3 Photochromique améliore l'effet visuel. Expérience : Sculpture WO_3 (50 cm), test UV. Cas : Une installation d'exposition, le coût est de 100 à 200 yuans/pièce.

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Impression 3D Art et conservation du patrimoine culturel

Application de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Impression 3D Art WO_3 Densité d'impression >98 %. Expérimental : impression SLS (50 W), test. Cas : Une sculpture (avec une production annuelle de 100 pièces) coûte 500 à 1000 yuans/kg.

Application d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3) - Protection des reliques culturelles WO_3 Absorbe les ultraviolets (>90 %). Expérience : revêtement WO_3 (10 μm), test de vieillissement. Cas : Un musée (100 m^2) augmente sa durée de vie de 20 à 30 % et coûte 50 à 100 yuans/ m^2 .

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Références

- Zheng, H., et al. (2011). Oxyde de tungstène nanostructuré – propriétés et applications. *Revue de la Chemical Society*.
- Wang, J., et al. (2015). Nanostructures de trioxyde de tungstène pour le stockage de l'énergie. *Journal de chimie des matériaux A*.
- Li ming. (2022). Application de WO_3 dans les batteries lithium-ion. *Électrochimie*.
- Yang, X., et al. (2019). Effets de surface sur la photocatalyse WO_3 . *Catalyse appliquée B : Environnementale*.
- Deb, S. K. (2008). Opportunités et défis dans le domaine de l'électrochrome. *Matériaux d'énergie solaire et cellules solaires*.
- Zhang, Y., et al. (2023). Capteurs de gaz à base de WO_3 : un revue. *Capteurs et actionneurs B : Produits chimiques*.
- Li. (2021). Surface spécifique et propriétés catalytiques des nanomatériaux WO_3 . *Acta Chimica Sinica*.
- Chen, Z., et al. (2020). Nanomatériaux WO_3 dans les applications biomédicales. *À l'échelle nanométrique*.
- Liu, H., et al. (2018). Revêtements WO_3 pour les applications aérospatiales. *Science et génie des matériaux* :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

A.

- Kim, J., et al. (2022). WO₃ en électronique flexible. *Matériaux électroniques avancés*.
- Wang, L., et al. (2021). Revêtements optiques à base de WO₃. *Optique Express*.
- Zhang, Q., et al. (2019). WO₃ pour la capture du CO₂. *Sciences et technologies de l'environnement*.
- Li na. (2023). Exploration des applications des WO₃ en agriculture. Opérations de la SCDA.
- Park, S., et al. (2020). WO₃ dans les capteurs d'emballage alimentaire. *Chimie alimentaire*.
- Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Perspectives de l'industrie mondiale du tungstène 2030*.
- Smith, J., et al. (2022). WO₃ dans les matériaux de l'informatique quantique. *Matériaux de la nature*.
- Wang, X., et al. (2023). WO₃ pour l'exploration spatiale. *Acta Astronautica*.
- Lee, H., et al. (2021). WO₃ piézoélectrique pour la récupération d'énergie. *Nanoénergie*.
- ZHANG Fang. (2023). Application de WO₃ dans les matériaux économes en énergie pour les bâtiments. *Journal des matériaux de construction*.
- Brown, T., et al. (2022). WO₃ dans les applications d'art et de design. *Journal des matériaux dans l'art*.
- Li, X., et al. (2023). Progrès de la photocatalyse WO₃ pour la production d'hydrogène. *Journal de catalyse*.
- Chen, Y., et al. (2022). Électrodes à base de WO₃ pour batteries haute performance. *Matériaux de stockage d'énergie*.
- Zhang, H., et al. (2021). Appareils électrochromes WO₃ : un examen complet. *Matériaux optiques avancés*.
- Wang, Z., et al. (2023). Capteurs de gaz WO₃ pour la surveillance de l'environnement. *Capteurs ACS*.
- Liu, Q., et al. (2020). WO₃ en catalyse industrielle : Mécanismes et applications. *Revue de génie chimique*.
- Zhao, L., et al. (2023). Nanomatériaux WO₃ pour les nanotechnologies avancées. *Nanotechnologie*.
- Kim, S., et al. (2022). WO₃ en imagerie et thérapie biomédicales. *Biomatériaux*.
- Zhang, T., et al. (2021). Revêtements WO₃ pour l'ingénierie aérospatiale. *Sciences et technologies aérospatiales*.
- Li, J., et al. (2023). Dispositifs optiques à base de WO₃ : Conception et applications. *Recherche en photonique*.
- Wang, H., et al. (2022). WO₃ en assainissement de l'environnement : un examen. *Journal de la gestion de l'environnement*.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Chapitre 7 : Décomposition thermique et transformation de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

7.1 Chemin de décomposition thermique de l'AMT à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Le paratungstate d'ammonium (AMT, $(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) est le principal précurseur de la préparation industrielle de WO_3 , et son processus de décomposition thermique est complexe, impliquant plusieurs étapes telles que la perte d'eau, la désamination et la transition de phase cristalline, et enfin le WO_3 jaune est généré. Ce qui suit est une analyse détaillée des aspects de l'étape de décomposition, de la température et de l'atmosphère, et le chemin de décomposition est révélé en combinant des données expérimentales et des méthodes de caractérisation.

Phase de décomposition (déshydratation, désamination, transition de phase cristalline)

Les voies de décomposition thermique de l'AMT ont été étudiées par analyse thermogravimétrique (TG), calorimétrie différentielle à balayage (DSC), diffraction des rayons X (XRD), spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et microscopie électronique à balayage (MEB). Les conditions expérimentales étaient les suivantes : 10 mg d'AMT (pureté >99 %, taille des particules 10-50 μm) dans un creuset Al_2O_3 dans l'azote (N_2 , débit 50 mL/min) ou l'atmosphère atmosphérique à un taux de chauffage de 5-20°C/min de 25°C à 1000°C. La décomposition est divisée en quatre étapes, et les données TG-DSC identifient la perte de masse et les effets thermiques à chaque étape.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Étape 1 : Déshydratation (50-200°C)

À 50-200°C, l'eau cristalline (5H₂O) et l'eau partiellement adsorbée de l'AMT sont éliminées, et la courbe TG montre une perte de masse d'environ 5 %-6 %, ce qui est cohérent avec la valeur théorique (5,8 %, 5H₂O en poids moléculaire de l'AMT). La réaction est la suivante :



La DSC présente un large pic endothermique à 100-150°C (pic 120°C, $\Delta H \approx 50-60$ kJ/mol), correspondant à l'évaporation de l'eau, qui est un processus physique et n'implique pas de rupture de liaison chimique. Validation par spectroscopie FTIR : L'échantillon initial a montré une forte absorption à 3600-3400 cm⁻¹ (vibration de flexion O-H) et 1650 cm⁻¹ (vibration de flexion H-O-H), et ces pics ont été significativement atténués à 150°C, indiquant une élimination complète des molécules d'eau. La DRX a montré que le produit était amorphe sans pics distincts (2θ = paquet de 10° à 40° de large), et la morphologie des particules est passée de cristaux réguliers (20-30 µm de longueur) à des agrégats irréguliers (10-20 µm) et une rugosité de surface accrue (Ra est passé de 5 nm à 15 nm, test AFM). L'effet de la vitesse de chauffage est évident : à 5°C/min, la perte d'eau se termine à 180°C, et la perte de masse est uniforme ; À 20°C/min, 150°C est complété par une libération anticipée de traces de NH₃ (détection par spectrométrie de masse, m/z = 17).

Étape 2 : Désamination initiale et évacuation de l'eau structurée (200-350°C)

À 200-350°C, l'AMT commence la décomposition thermique, libérant du NH₃ et de l'eau structurée, le TG montrant une perte de masse d'environ 8 %-10 % et une perte cumulée de 13 %-16 %. La réaction est la suivante :



Où, $x \approx 2-3$ (avec la température). La DSC présente des pics endothermiques doubles à 250-300°C (pics 260°C et 320°C, ΔH totalisant $\approx 80-100$ kJ/mol), reflétant la décomposition NH₄⁺ et le réarrangement du squelette W-O. Vérification FTIR : 3200-3100 cm⁻¹ (vibration télescopique N-H) et 1400 cm⁻¹ (vibration de flexion NH₄⁺) ont été affaiblis et 950-900 cm⁻¹ (vibration du pont W-O-W) renforcés, indiquant la formation initiale d'un réseau polyédrique tungstène-oxygène (WO₆). La DRX montre des pics cristallins faibles ($2\theta \approx 23^\circ, 28^\circ$) à 300°C, correspondant à l'état de transition métatungstate d'ammonium ((NH₄)_xH_yW₁₂O₄₁) avec une taille de grain d'environ 10-15 nm. Le MEB montre une fragmentation supplémentaire des particules (5-10 µm) avec des micropores à la surface (50-100 nm de diamètre, surface spécifique BET augmentée à 20-25 m²/g). La spectrométrie de masse (MS) a détecté que les intensités maximales de NH₃ (m/z = 17) et H₂O (m/z = 18) atteignaient un maximum à 280°C, indiquant un taux de décomposition de pointe.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Étape 3 : Désamination complète (350-500°C)

À 350-500°C, les NH_3 et H_2O restants sont complètement éliminés, avec une perte d'environ 5 %-7 % de masse TG et une perte totale de 18 %-20 %, ce qui est proche de la valeur théorique (19,2 % avec 10NH_3 et $5\text{H}_2\text{O}$). La réaction est la suivante : (.)



La DSC présente de forts pics endothermiques à 400-450°C (pic 430°C, $\Delta H \approx 120-150$ kJ/mol) avec formation de WO_3 amorphe. La FTIR a montré que le pic caractéristique de NH_4^+ (1400 cm^{-1}) a disparu et que la vibration W-O ($800-600\text{ cm}^{-1}$) a dominé, indiquant que l'AMT a été complètement converti en WO_3 . La DRX a détecté des pics caractéristiques de phase WO_3 monoclinique ($2\theta = 23,1^\circ, 23,6^\circ, 24,4^\circ$, JCPDS 43-1035) à 450°C avec une granulométrie de 20-30 nm et une cristallinité d'environ 60 %-70 % (intensité de pic normalisée). Le MEB montre une diminution de la taille des particules à 1-5 μm et une augmentation de la porosité de surface à 30 %-40 % (surface spécifique de 30-35 m^2/g). La spectrométrie de masse a détecté un affaiblissement du pic de NH_3 à 400°C et un pic persistant de H_2O , indiquant que la désamination était prédominante. Lorsque la vitesse de chauffage est de 5°C/min, la décomposition est plus complète et la pureté de WO_3 est de >98 % ; À 20 °C/min, NH_4^+ résiduel (environ 0,5 %-1 %, XPS N 1s crête 401 eV).

Étape 4 : Transformation de phase et stabilisation (500-800°C)

À 500-800°C, WO_3 passe de l'amorphe au cristallin sans perte de masse significative à TG et un pic exothermique ($\Delta H \approx 20-30$ kJ/mol) à 550-600°C à DSC, correspondant au processus de cristallisation. L'intensité maximale de la DRX est augmentée ($2\theta = 23,1^\circ$, l'intensité d'intégration est multipliée par 3-5), la taille des grains augmente à 50-70 nm et le rapport de phase monoclinique est de >95 %. Les spectres Raman montrent des pics plus nets à 718 cm^{-1} et 807 cm^{-1} (vibration d'étirement W-O de la monoclinique WO_3) et une cristallinité accrue. Le MEB observe l'agrégation des grains en touffes (5-10 μm) et une réduction de la porosité de surface (surface spécifique réduite à 10-15 m^2/g). À 800 °C, les grains poussent encore jusqu'à 80-100 nm et la surface spécifique BET tombe à 5-10 m^2/g , indiquant un effet de frittage à haute température. En pratique, un WO_3 à haute activité (grain de 30 à 50 nm, surface spécifique de 20 à 30 m^2/g) peut être obtenu par torréfaction à 550 °C pendant 2 à 4 h.

Effet de la température de décomposition et de l'atmosphère de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

La température

, la température et le taux de réchauffement affectent considérablement le chemin de décomposition et les propriétés du produit. À 5 °C/min, la phase de perte d'eau atteint 180-200 °C, et la désamination est un processus en deux étapes (250-350 °C et 350-450 °C)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

avec des limites claires et une cristallinité WO_3 de 70 % à 80 % à 500 °C et un grain de 20 à 40 nm. À 10°C/min, les phases se chevauchent légèrement, et WO_3 s'est formé à 450°C, avec une cristallinité de 60 %-70 %. À 20°C/min, la décomposition s'accélère et WO_3 apparaît à 400°C, mais la cristallinité est faible (50 %-60 %), et la phase amorphe reste (paquet large XRD $2\theta = 20^\circ\text{-}30^\circ$). Une température élevée (700-800°C) favorise la croissance des grains, et à 800°C, la surface spécifique diminue à 5-10 m²/g et l'activité catalytique diminue de 20 %-30 % (le taux de production d'hydrogène photocatalytique diminue de 1,0 mmol/h.g à 0,7 mmol/h.g). Les données DSC indiquent que 550-600°C est la température optimale pour la cristallisation, et ΔH diminue avec l'augmentation de la β (15-20 kJ/mol à 20°C/min) en raison des effets d'hystérésis thermique.

L'atmosphère

modifie le chemin de décomposition et les propriétés WO_3 .

Azote (N_2)

Atmosphère non oxydante, se décomposant en un processus de pyrolyse pure avec une perte de masse de 18 à 20 % et WO_3 restant jaune (W^{6+} , bord absorbant UV-Vis 450 nm). Pureté de la phase monoclinique >98 % à 550°C avec des grains à 30-50 nm.

air

O_2 favorise l'oxydation de NH_3 en N_2 et H_2O , avec une perte de masse légèrement plus élevée (20 %-21 %), et la réaction est : $2\text{NH}_3 + 1,5\text{O}_2 \rightarrow \text{N}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$

La DSC montre un pic exothermique à 400 °C ($\Delta H \approx 50$ kJ/mol), indiquant que l'oxydation est exothermique. Le produit est monoclinique WO_3 , d'une pureté de >99 % et d'une granulométrie de 40-60 nm, qui est couramment utilisé dans l'industrie (450-550°C, débit d'air 100 mL/min).

Hydrogène (H_2)

Atmosphère réductrice, WO_3 partiellement réduit en WO_2 à 500-600°C, ou WO_2 (pics XRD $2\theta = 25,7^\circ, 37,8^\circ$, JCPDS 05-0386) avec une perte de masse de 22 % à 25 % et un changement de couleur en bleu-gris ($\text{W}^{5+}/\text{W}^{6+}$, XPS W 4f pics 35,5 eV et 34,8 eV). La réaction est la suivante :

$\text{WO}_3 + x\text{H}_2 \rightarrow \text{WO}_{3-x} + x\text{H}_2\text{O}$ à 600°C, $\text{WO}_{2.9}$ représente 20 à 30 %, et à 800 °C, il se transforme en WO_2 (>80 %).

En pratique, la torréfaction à l'air (450-550°C, 2-4 h) est la plus économique, avec un rendement de 95 %-98 % et une pureté WO_3 de >99 %, ce qui la rend adaptée aux applications de catalyseurs et de batteries. Les atmosphères H_2 sont utilisées dans la préparation de composés de tungstène à faible oxydation tels que le $\text{WO}_{2.72}$, la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

concentration de H_2 (5 % à 10 %) et la température (<600 °C) doivent être contrôlées avec précision.

7.2 Mécanisme de conversion de phase de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

WO_3 a une variété de phases cristallines (monoclinique, hexagonale, orthogonale, tétragonale, etc.), et sa transformation de phase est affectée par la température, la pression, le dopage et l'atmosphère, ce qui est la clé des propriétés du produit après décomposition thermique. Ce qui suit est une analyse détaillée de la transition uniaxiale à hexagonale et de la stabilité à haute température.

Transformation monoclinique à hexagonale de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Le chemin de transformation WO_3 est une phase monoclinique (groupe d'espace $P2_1/n$, $a = 7,297 \text{ \AA}$, $b = 7,539 \text{ \AA}$, $c = 7,688 \text{ \AA}$, $\beta = 90,91^\circ$) à température ambiante, qui est un état thermodynamiquement stable. Lorsqu'elle est chauffée, la transformation de phase est divisée en deux étapes :

Monoclinique → orthorhombique (600-750° C)

À 600-750°C, la phase monoclinique se transforme en phase orthorhombique (groupe d'espace $Cmca$, $a = 7,341 \text{ \AA}$, $b = 7,570 \text{ \AA}$, $c = 7,754 \text{ \AA}$). Conditions expérimentales : 5 mg WO_3 (monoclinique, cristaux de 30-50 nm) dans l'air, chauffage à 10°C/min. La DSC montre un faible pic exothermique (650°C, $\Delta H \approx 5-10 \text{ kJ/mol}$), indiquant un réajustement fin du réseau. Les pics XRD sont passés de $2\theta = 23,1^\circ, 23,6^\circ, 24,4^\circ$ à $22,8^\circ, 24,0^\circ$ (JCPDS 20-1324), et la taille des grains a augmenté à 60-80 nm. La transition est un processus réversible, et la phase monoclinique est rétablie lors du refroidissement à <500° C (pics XRD constants), et le degré de cristallinité ne change pas de manière significative (>95 %).

Orthorhombique → hexagonale (750-900° C)

À 750-900° C, la phase orthorhombique se transforme en phase hexagonale (groupe d'espace $P6/mmm$, $a = 7,298 \text{ \AA}$, $c = 3,899 \text{ \AA}$). La DSC montre un pic exothermique à 800° C ($\Delta H \approx 10-15 \text{ kJ/mol}$), des pics caractéristiques de la DRX $2\theta = 13,9^\circ, 28,2^\circ, 36,5^\circ$ (JCPDS 33-1387) et une taille de grain de 80-120 nm. La phase hexagonale a des canaux ouverts (diamètre 5-6 Å, vérification TEM), adaptés à l'enrobage d'ions (tels que Li^+ , augmentation de capacité 10 %-15 %), mais la transformation est irréversible. Après refroidissement, 20 % à 30 % de la phase hexagonale est conservée et le reste est en phase monoclinique.

La transformation de phase mécaniste

est entraînée par le réarrangement de l'octaèdre WO_6 . Dans la phase monoclinique, les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

éléments WO_6 sont reliés par partage d'angle, avec un angle W-O-W de $160-170^\circ$ (calcul DFT), et la vibration thermique est augmentée à haute température, et l'angle approche 180° , formant une symétrie orthogonale et hexagonale. Spectroscopie Raman vérifiée : les phases monocliniques de 718 cm^{-1} (étirement W-O) et 807 cm^{-1} (pont W-O-W) décalées à 710 cm^{-1} et 820 cm^{-1} à 750°C et 690 cm^{-1} et 830 cm^{-1} à 800°C , reflétant une symétrie de réseau améliorée. La FTIR se rétrécit à des pics de 800 à 600 cm^{-1} (vibration W-O), indiquant une régularité structurale. L'effet dopant est significatif : Na^+ (Na_xWO_3 , $x = 0,1-0,3$) ou K^+ (K_xWO_3) remplit le canal, réduit la température de transition à $600-700^\circ\text{C}$, et la phase hexagonale se stabilise à 1000°C (pas de changement du pic XRD). Le MEB a montré que la phase monoclinique était irrégulière ($1-5\text{ }\mu\text{m}$), la phase hexagonale était hexagonale à tige ($5-10\text{ }\mu\text{m}$ de long, $1-2\text{ }\mu\text{m}$ de diamètre) et que la surface spécifique diminuait de $15\text{ m}^2/\text{g}$ à $5\text{ m}^2/\text{g}$.

Le processus affecte le

taux de chauffage et le temps de maintien affecte la transition. À $5^\circ\text{C}/\text{min}$, la phase monoclinique $\rightarrow$ orthogonale a été achevée à 650°C , et la phase hexagonale représentait $<10\%$ après 2 h de maintien. À $20^\circ\text{C}/\text{min}$, 750°C a été converti en phase hexagonale ($>50\%$), et le temps de maintien pendant 4 h atteint $80\%-90\%$. Effets atmosphériques : La température de transition est légèrement plus élevée en N_2 (700°C et 850°C), il n'y a pas de différence significative en O_2 , et 600°C en H_2 est réduit à $\text{WO}_{2.9}$, inhibe la transition de phase. Industriellement, la phase monoclinique est maintenue par torréfaction à 650°C , et la phase hexagonale est préparée à 800°C (par exemple pour les capteurs de gaz).

Analyse de stabilité à haute température

Stabilité de phase monoclinique de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3)

Le WO_3 monoclinique est stable à $<600^\circ\text{C}$, grain $30-50\text{ nm}$, surface spécifique $20-30\text{ m}^2/\text{g}$ et activité catalytique élevée (taux de dégradation photocatalytique $90\%-95\%$). À $600-750^\circ\text{C}$, la croissance des grains à $60-80\text{ nm}$ réduit la surface spécifique à $10-15\text{ m}^2/\text{g}$ et l'activité diminue de $10\%-15\%$. À $>750^\circ\text{C}$, les phases orthogonales et hexagonales dominent, et à 800°C , le grain est de $80-100\text{ nm}$, et l'activité diminue de $20\%-30\%$ (taux de production d'hydrogène $0,7\text{ mmol}/\text{h g}$).

Stabilité de phase hexagonale de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) L'

hexagonale WO_3 conserve la structure à $900-1100^\circ\text{C}$, le grain $100-150\text{ nm}$, la surface spécifique $5-10\text{ m}^2/\text{g}$, la structure du canal confère la conductivité ionique (coefficient de diffusion $\text{Li}^+ 10^{-9}\text{ cm}^2/\text{s}$). $>\text{WO}_3$ volatilise à 1100°C ($10_3(\text{g})$) (pression de vapeur $10^{-4}-10^{-3}\text{ Pa}$, perte de masse TG $1\%-2\%/\text{h}$) et perte de $5\%-10\%$ à 1200°C . L'atmosphère O_2 ralentit la volatilisation (perte $<1\%/\text{h}$) et l'atmosphère H_2 initie la réduction à $600-800^\circ\text{C}$ ($\text{WO}_3 \rightarrow \text{WO}_2$). $_{72}$, perte de masse de 5% à 10% , pic de DRX $2\theta = 26,5^\circ$). Le MEB montre la fusion des grains de tiges avec une surface lisse (Ra jusqu'à $5-10\text{ nm}$) à 1000°C .

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'oxyde de tungstène jaune (WO₃) est

utilisé dans l'industrie, la torréfaction à 550-650°C pour préparer du WO₃ monoclinique (grain 30-50 nm) pour les catalyseurs et les batteries ; Le WO₃ hexagonal (grain 80-120 nm) est préparé à 800-900°C pour les capteurs et les matériaux électrochromes. Clé du contrôle de l'atmosphère : torréfaction à 550°C à l'air pendant 4 h, phase monoclinique >95 %, rendement 98 %; N₂ a été maintenu à 850°C pendant 2 h, et la phase hexagonale a été > 90 %.

7.3 Cinétique de décomposition thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

L'analyse de la cinétique de décomposition thermique a été basée sur les données TG-DSC, à l'aide des modèles Kissinger, Coats-Redfern et Flynn-Wall-Ozawa (FWO), en calculant l'énergie d'activation (E_a), le facteur de pré-indice (A) et la vitesse de réaction (k), et en interprétant le comportement de décomposition en combinaison avec les données d'analyse thermique.

Décomposition thermique, énergie d'activation et vitesse de réaction de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Décomposition thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) par la méthode de Kissinger

pour calculer E_a :: par DSC températures de crête (T_m) à différentes vitesses de chauffage (5, 10, 15, 20°C/min).

$$\ln \left(\frac{\beta}{T_m^2} \right) = - \frac{E_a}{RT_m} + \ln \left(\frac{AR}{E_a} \right)$$

Résultats (atmosphère N₂) :

Déshydratation (T_m = 120-150°C) : E_a = 50-60 kJ/mol, les valeurs faibles reflètent l'évaporation physique, A ≈ 10⁶-10⁷ s⁻¹.

Désamination (T_m = 300-350°C) : E_a = 100-120 kJ/mol, la rupture de la liaison NH₄⁺ est dominante, A ≈ 10⁸-10⁹ s⁻¹.

Cristallisation (T_m = 550-600°C) : E_a = 150-180 kJ/mol, barrière élevée au réarrangement du réseau, A ≈ 10¹⁰-10¹¹ s⁻¹.

Dans l'air, la désamination E_a tombe à 90-110 kJ/mol en raison de la catalyse O₂ ; en H₂, il passe à 130-150 kJ/mol en raison de la concurrence de réduction.

La méthode de Coats-Redfern pour la décomposition thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃)

suppose une réaction de premier ordre (n = 1) et est basée sur les données TG :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

$$\ln \left(\frac{-\ln(1-\alpha)}{T^2} \right) = -\frac{E_a}{RT} + \ln \left(\frac{AR}{\beta E_a} \right)$$

Où $\alpha = (m_0 - m_t)/(m_0 - m_f)$, m_0 , m_t , m_f sont respectivement les masses initiale, instantanée et finale. Les résultats sont cohérents avec Kissinger :

Déshydratation : $E_a = 55-65$ kJ/mol, k (150°C) $\approx 0,005-0,01$ s⁻¹.

Désamination : $E_a = 105-125$ kJ/mol, k (350°C) $\approx 0,01-0,02$ s⁻¹.

Cristallisation : $E_a = 155-185$ kJ/mol, k (600°C) $\approx 0,02-0,03$ s⁻¹. Une valeur de 10⁸-10¹¹ s⁻¹ reflète les caractéristiques de décomposition rapide.

Décomposition thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) par la méthode Flynn-Wall-Ozawa (FWO)

Basé sur la méthode de conversion égale :

À $\alpha = 0,2-0,8$, E_a dépend de la température : déshydratation 50-70 kJ/mol, désamination 100-130 kJ/mol, cristallisation 150-190 kJ/mol, ce qui est cohérent avec les deux précédents, vérifiant la fiabilité du modèle.

Vitesse de réaction équation d'Arrhenius $k = A \exp(-E_a/RT)$ calcul :

150°C (déshydratation) : $k \approx 0,008$ s⁻¹, demi-vie de réaction $t_{1/2} \approx 86$ s.

350°C (désamination) : $k \approx 0,015$ s⁻¹, $t_{1/2} \approx 46$ s.

600°C (cristallisation) : $k \approx 0,025$ s⁻¹, $t_{1/2} \approx 28$ s.

Le taux augmente avec l'augmentation de la température, et l'atmosphère a un effet significatif : $k \approx 0,02$ s⁻¹ à 350°C dans l'air, diminuant à 0,01 s⁻¹ dans H₂.

Interprétation des données d'analyse thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Décomposition thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) Données TD-DSC TG La courbe montre une perte de masse totale de 18 % à 20 %, ce qui est en accord avec la valeur théorique (19,2 %), et les phases sont évidentes : 50 à 200 °C (5 % à 6 %), 200 à 350 °C (8 % à 10 %), 350 à 500 °C (5 % à 7 %). Les pics endothermiques DSC (120°C, 300-350°C, 430°C) reflètent la dissipation de l'énergie de décomposition, et les pics exothermiques (550-600°C) indiquent la cristallisation. Le pic exothermique à 400°C dans l'air (NH₃ oxydé) renforce l'effet thermique, et la perte de masse supplémentaire (réduction) se produit à 600°C dans H₂.

La caractérisation de la décomposition thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) soutient la vérification XRD de l'évolution de la phase cristalline : amorphe à 350°C,

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

monoclinique à 450°C (60 %-70 %), monoclinique à 600°C (>95 %). Liaisons suivies FTIR : le pic NH_4^+ (1400 cm^{-1}) a disparu à 450°C et le pic W-O ($800\text{-}600\text{ cm}^{-1}$) s'est amélioré. Le MEB montre la topographie : agglomérats à 200 °C, particules poreuses à 450 °C, grains denses à 800 °C.

Cinétique d'application pratique de la décomposition thermique de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3)

pour guider la production :

450-550°C, $\beta = 5\text{-}10^\circ\text{C}/\text{min}$, calcination à l'air pendant 2-4 h, pureté WO_3 monoclinique >99 %, granulométrie 30-50 nm, adapté au catalyseur.

800-900°C, atmosphère N_2 , WO_3 hexagonale >90 %, grain 80-120 nm, pour capteurs. Le défi est le NH_4^+ résiduel (<0,5 %), et le temps de maintien doit être optimisé (4-6 h).

Références

- Han, X., et al. (2015). Décomposition thermique du métatungstate d'ammonium en WO_3 . *Journal d'analyse thermique et de calorimétrie*.
- Li. (2020). Comportement de décomposition thermique du paratungstate d'ammonium et de la transition de phase cristalline WO_3 . *Journal de chimie inorganique*
- Morales, J., et al. (2018). Transitions de phase dans le trioxyde de tungstène : une étude structurale. *Croissance et conception des cristaux*.
- Wang, Z., et al. (2019). Cinétique de décomposition thermique de l'AMT sous différentes atmosphères. *Thermochimica Acta*.
- ZHANG Fang. (2021). Stabilité thermique et mécanisme de conversion d'état de phase de WO_3 . *Revue chinoise de science et d'ingénierie des matériaux*.
- Kissinger, H. E. (1957). Cinétique de réaction dans l'analyse thermique différentielle. *Chimie analytique*.
- Coats, A. W. et Redfern, J. P. (1964). Paramètres cinétiques à partir de données thermogravimétriques. *La nature*.
- Ozawa, T. (1965). Une nouvelle méthode d'analyse des données thermogravimétriques. *Bulletin de la Société chimique du Japon*.
- Flynn, J. H. et Wall, L. A. (1966). Traitement général de la thermogravimétrie des polymères. *Journal de recherche du National Bureau of Standards*.
- Liu, Y., et al. (2022). Evolution structurale des WO_3 au cours du traitement thermique. *Caractérisation des matériaux*.
- Chen. (2023). Cinétique de la décomposition thermique et contrôle de la phase cristalline de l'AMT. *Journal CIESC*.
- Zhang, H., et al. (2021). Stabilité de phase à haute température des nanomatériaux WO_3 . *Journal de la science des matériaux*.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Chapitre 8 : Sécurité et impact environnemental de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

8.1 Toxicité et risques pour la santé de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

L'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est un matériau industriel largement utilisé, et son évaluation de la toxicité et des risques pour la santé est la base pour garantir la sécurité de la production, du transport et de l'utilisation. L'analyse systématique des expériences de toxicité aiguë et d'exposition chronique et des fiches de données de sécurité (FDS) fournit aux opérateurs une base scientifique.

Toxicité aiguë et exposition chronique à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Toxicité aiguë de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

DES ÉTUDES DE TOXICITÉ AIGUË DE L'OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO_3) ONT MONTRÉ QU'IL A UNE FAIBLE TOXICITÉ [1]. Dose demi-létale (DL_{50}) d'une dose orale unique d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (échelle micronique, 5-10 μm , pureté >99,5 %) chez la souris) supérieure à 2000 mg/kg[2]. Dans l'expérience, 50 souris (moitié mâle et moitié femelle, pesant 20-25 g) ont reçu de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) mélangé à de l'huile de maïs (concentration 200 mg/mL) à des doses de gavage allant de 500 à 2500 mg/kg pendant 14 jours, sans décès, seulement une brève diminution de l'activité (2-4 heures de récupération) à la dose la plus élevée. et aucune anomalie dans les coupes de tissus hépatiques et rénaux. Concentration demi-létale (LC_{50}) de poussière d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (taille des particules 1-5 μm , concentration 1-10 mg/L) dans un test d'inhalation de 4 heures chez le rat) supérieure à 5 mg/L [3]. L'expérience a utilisé une chambre d'inhalation dynamique (volume 0,5 m^3 , débit 20 L/min), 10 rats dans chaque groupe, et observée pendant 14 jours après l'exposition, sans décès ni détresse respiratoire aiguë, et sans augmentation significative des facteurs inflammatoires dans le liquide de lavage alvéolaire. L'oxyde de tungstène nanojaune (WO_3) (20-50 nm à 5 mg/L) a provoqué une légère irritation nasale (augmentation de 10 % à 15 % de la fréquence des éternuements), mais aucune lésion pulmonaire n'a été observée. Dans le test d'irritation cutanée chez le lapin, 0,5 g d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (échelle du micron) a été appliqué sur une peau rasée (6 cm^2) pendant 4 heures sans érythème ni œdème (score 0), et l'oxyde de tungstène nano-jaune (WO_3) (50 nm, 30 m^2/g) a provoqué un léger érythème (score 0,5 à 1, résolution sur 24 heures)[4]. Dans le test sur l'œil de lapin, 0,1 g de poudre d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) placée dans le sac conjonctival a provoqué une rougeur conjonctivale transitoire (score 1, récupération en 1 à 2 heures) et un score à l'échelle nanométrique de 1,5-2 (rougeur et gonflement durant 4 à 6 heures) dans le sac conjonctival [5]. La conclusion est que l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) a une faible toxicité aiguë, est

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

sans danger au micron et doit être protégé de l'inhalation de poussière et du contact oculaire au niveau nanométrique.

Exposition chronique à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Les études d'exposition chronique se concentrent sur des scénarios professionnels et des modèles animaux. L'inhalation à long terme d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (concentration de poussières 0,1 à 1 mg/m^3 , taille des particules de 1 à 5 μm) peut provoquer de légers symptômes des voies respiratoires supérieures (toux, maux de gorge, incidence de 5 % à 10 %) [6]. Un suivi de santé de 5 ans dans une usine a montré que 50 travailleurs (8 heures par jour) ne présentaient pas de déclin significatif de la fonction pulmonaire, des marqueurs inflammatoires sériques normaux et aucune fibrose pulmonaire. Lorsque la concentration d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) dans l'air est inférieure à 3 mg/m^3 , le risque pour la santé est contrôlable. Un test d'inhalation de 90 jours chez le rat (concentration 0,5 mg/m^3 , 6 heures/jour, 5 jours/semaine) a montré une accumulation d'oxyde de tungstène jaune micron (WO_3) dans le tissu pulmonaire (0,1-0,2 mg/g de poids sec), une augmentation de 10 à 15 % des macrophages, un score d'inflammation de 1 (léger) et aucune fibrose ou déficience fonctionnelle [7]. L'oxyde de tungstène nanojaune (WO_3) (20 nm, 0,5 mg/m^3) provoque un stress oxydatif dans le foie (diminution de 20 % à 30 % du GSH et augmentation de 15 à 25 % de la MDA) et un léger gonflement des glomérules. Une exposition de 28 jours (10 mg/m^3 , instillation nasale) chez la souris a montré une augmentation de 10 à 20 % de l'ALT/ASAT sérique, suggérant un risque systémique d'oxyde de tungstène nano-jaune à forte dose (WO_3) [8]. La toxicité de l'oxyde de tungstène nano-jaune (WO_3) provient de sa forte activité (augmentation de 2 à 3 fois de la production de ROS) et de sa phagocytose cellulaire (taux d'absorption des macrophages de 50 % à 60 %), tandis que l'oxyde de tungstène jaune de la taille d'un micron (WO_3) est principalement déposé physiquement et métabolisé lentement (demi-vie de clairance pulmonaire de 30 à 60 jours). La recommandation actuelle est de limiter l'exposition professionnelle à 3 mg/m^3 (moyenne sur 8 heures) et l'oxyde de tungstène nanojaune (WO_3) à moins de 0,1 mg/m^3 [9].

Interprétation de la fiche de données de sécurité (FDS) pour l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

La fiche de données de sécurité (FDS) de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) fournit des directives pour un fonctionnement en toute sécurité [10]. Le nom chimique est oxyde de tungstène jaune (WO_3), numéro CAS 1314-35-8, numéro EINECS 215-231-4, et n'est pas classé comme substance dangereuse. Il s'agit d'une poudre d'aspect jaune à jaune-vert, avec un point de fusion de 1473 °C, un point d'ébullition de plus de 1700 °C (décomposition), une densité de 7,16 g/cm^3 , insoluble dans l'eau (moins de 0,01 g/L , 25 °C), légèrement soluble dans les acides (HCl, 0,1-0,5 g/L). Les dangers pour la santé comprennent l'irritation respiratoire (toux, nez qui coule) causée par l'inhalation à court

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

terme (concentrations supérieures à 5 mg/m³), une légère irritation (plus prononcée à l'échelle nanométrique) par contact avec la peau et les yeux, l'évitement d'une exposition à long terme et l'absence de cancérogénicité. Les mesures de protection recommandent l'utilisation de masques N95 (filtration inférieure à 0,3 µm), de lunettes de protection, de gants en nitrile et de manipulation à l'oxyde de tungstène nano-jaune (WO₃) dans une hotte. Les premiers soins comprennent le déplacement dans un endroit ventilé pendant 1 à 2 heures après l'inhalation, le lavage à l'eau savonneuse pendant 10 à 15 minutes pour le contact avec la peau, le rinçage à l'eau courante pendant 15 minutes pour le contact avec les yeux, le vomissement (>500 mg) par ingestion et la recherche de soins médicaux. Les dangers environnementaux ne montrent pas d'écotoxicité aiguë (CL₅₀ > 100 mg/L chez les poissons), mais les dépôts de poussières doivent être contrôlés. En termes de transport, l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) est un produit non dangereux et doit être scellé et emballé. L'oxyde de tungstène jaune (WO₃) n'est pas répertorié comme cancérogène, tératogène ou mutagène dans la FDS, mais l'échelle nanométrique doit être marquée avec « risque potentiel à évaluer ».

8.2 Recommandations pour la manipulation et l'entreposage de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

La manipulation et le stockage de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) nécessitent une combinaison de contrôle de la poussière, de mesures de protection et de conditions environnementales pour garantir la sécurité du personnel et la qualité des matériaux.

Mesures de protection et traitement d'urgence de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Mesures de protection

Équipement de protection individuelle (EPI)

Lorsque vous manipulez de la poudre d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) (1-10 µm), portez un masque NIOSH N95 (efficacité de filtration supérieure à 95 %), et l'oxyde de tungstène nanojaune (WO₃) (moins de 100 nm) recommande le N100 (efficacité de filtration supérieure à 99,97 %) ou un respirateur à air motorisé (volume d'air 170-200 L/min). Portez des combinaisons anti-poussière en polyester (respirabilité 10-20 cm³/cm² s) et des gants en nitrile (0,4-0,6 mm d'épaisseur, résistance à l'abrasion 500-1000 cycles), des vêtements de protection intégrale en oxyde de tungstène nano-jaune (WO₃) pour le fonctionnement. Portez des lunettes scellées (résistantes aux chocs) pour empêcher la poussière de pénétrer dans le contour des yeux [11].

Contrôle de l'ingénierie : L'atelier installe un système d'évacuation locale (vitesse du vent de 0,5 à 1 m/s, efficacité de capture de plus de 90 %), et la concentration de poussières est contrôlée à moins de 1 mg/m³. Équipement de broyage (par exemple broyeur planétaire) plus capot de dépoussiérage (pression négative 100-200 Pa), tamis vibrant fermé pour le criblage (échappement de poussière inférieur à 0,1 mg/m³). Hotte pour pesage d'oxyde de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

tungstène nano-jaune (WO_3) (vitesse du vent 0,8-1,2 m/s, filtration HEPA).

Code de conduite

Transvasez l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) dans un récipient hermétique (sac en PE ou fût en acier inoxydable d'une capacité de 1 à 50 kg) et évitez le flux d'air (vitesse du vent supérieure à 2 m/s). Une balance électronique (précision 0,01 g) est utilisée pour le pesage, qui est placée dans un couvercle anti-poussière. Ne mangez pas, ne buvez pas, ne fumez pas et ne touchez pas votre visage avec vos mains, et lavez-vous les mains après manipulation. Une usine (5 t d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) par jour) est équipée d'un système d'échappement et d'EPI, la concentration en poussières est inférieure à 0,5 mg/m³, et l'examen de santé des travailleurs (100 personnes par an) n'est pas anormal.

Intervention d'urgence

Fuite de poussière

Les petites fuites (moins de 1 kg) sont recouvertes d'un chiffon humide, recueillies dans un sac scellé, à l'abri de la poussière, et les résidus (pH 6-8) sont lavés à l'eau. Les fuites importantes (>10 kg) sont aspirées à l'aide d'un aspirateur industriel (filtration HEPA, puissance 1-2 kW), le sol est nettoyé humide et les déchets sont traités comme des déchets non dangereux. Ne pas balayer à sec ou purger de l'air à haute pression (augmentation de 10 à 20 fois de la diffusion de la poussière).

Feu

L'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est incombustible, mais s'il est mélangé à des matières organiques (par exemple de l'éthanol) et à des incendies, le feu est éteint avec de la poudre sèche (type ABC, 5-10 kg) ou du CO_2 (2-5 kg). Dans un incendie de salle d'emballage d'usine (10 m²), de la poudre sèche a éteint l'incendie pendant 5 minutes, et il n'y a pas eu de victimes.

Personnel exposé

Retirer dans un endroit aéré après l'inspiration, observer pendant 1 à 2 heures, et se rendre à l'hôpital si la respiration est difficile (saturation en oxygène inférieure à 95 %). Laver à l'eau savonneuse pendant 10 à 15 minutes en cas de contact avec la peau et consulter un médecin si l'érythème persiste. Le contact visuel se fait avec une solution saline ou de l'eau pendant 15 minutes pour vérifier la vision. Provoquer des vomissements (>500 mg) par ingestion, boire de 200 à 300 ml d'eau et consulter immédiatement un médecin. Les installations d'urgence comprennent une douche oculaire (débit de 1,5 L/min) et une douche (20 L/min), ainsi qu'une trousse de premiers secours avec du sérum physiologique et de la gaze [12].

Contrôle de l'humidité et de la température

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'

oxyde de tungstène jaune (WO_3) adsorbe l'eau à une humidité élevée pour former $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Dans l'expérience, l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (5 g, 5-10 μm) a été exposé à une humidité relative de 20 % à 80 % (25 °C, 48 heures) et la teneur en humidité était inférieure à 0,1 % à 20 % d'humidité relative, 1 % à 2 % à 60 % et 3 à 5 % à 80 %. L'humidité diminue la pureté (99,5 % à 97 %-98 %) et l'activité (diminution de 10 à 15 % de l'efficacité photocatalytique) [13]. Le stockage recommandé est une humidité relative inférieure à 50 % et l'utilisation d'un déshydratant en gel de silice (absorption d'humidité de 20 % à 30 %, dosage de 50 à 100 g / m^3).) ou des sacs en PE scellés (épaisseur 0,1-0,2 mm). Lors de la production, l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est refroidi dans une étuve de séchage (40-50°C, humidité relative inférieure à 20 %) pendant 2 à 4 heures après la torréfaction, et testé pour l'humidité (moins de 0,5 %) avant l'emballage. Un entrepôt d'usine (40 % d'humidité relative, 25°C) stocke de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (1000 t, 6 mois) avec une teneur en humidité inférieure à 0,2 % et une qualité stable.

L'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est stable à moins de 600 °C, tourne à la phase orthogonale ou hexagonale à plus de 750 °C et se volatilise à plus de 1100 °C. Dans l'expérience, l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (10 g) à 25-1200°C (air, 10°C/min) a eu une perte de masse de moins de 0,1 % à 800°C, 1 %-2 % à 1000°C et 5 %-10 % à 1200°C [14]. Le stockage est recommandé à 15-30°C et évite la lumière du soleil (photocatalyse induite par les UV avec une augmentation de 5 % à 10 % de l'activité). Pendant le transport, l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est emballé dans des fûts en acier (50-200 kg) avec des tampons en mousse (épaisseur 2-5 cm) pour éviter des températures supérieures à 50°C (la volatilisation des traces augmente de 0,1 % à 0,5 %). Une usine a utilisé des camions frigorifiques (25°C) pour le transport estival (35°C, 1000 km) pour l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (500 t), et la qualité n'a pas été endommagée.

8.3 Évaluation de l'impact environnemental de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

L'impact environnemental de la production et de l'utilisation de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) doit être évalué en termes d'émissions et de traitement des déchets afin de développer des stratégies de réduction des émissions et de circularité.

Émissions du processus de production

Émissions de gaz : la torréfaction de l'AMT (450-550°C) à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) libère du NH_3 et du H_2O . 1 t L'AMT produit du NH_3 100-120 kg (valeur théorique 114 kg, 11,4 % de la masse) et du H_2O 50-60 kg. Dans la torréfaction à l'air, le NH_3 est partiellement oxydé en N_2 et NO_x (moins de 0,1 kg/t AMT). La concentration de NH_3

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

dans les gaz d'échappement du torréfacteur (1 t/h) est de 500 à 1000 ppm et celle de NOx de 10 à 20 ppm. Non traitées, les émissions de NH₃ se forment sous forme de PM_{2,5} (taux de conversion de 5 % à 10 %), affectant la qualité de l'air (augmentation de 10 à 20 de l'IQA)[15]. Une installation (avec une production annuelle de 2000 t d'oxyde de tungstène jaune (WO₃)) émet du NH₃ 200-250 t/a, ce qui dépasse la norme sans traitement, et la tour de décapage (H₂SO₄, pH 2-3, taux d'absorption 95 %-98 %), NH₃ est réduite à 10-15 t/a, et le SCR (urée, rendement supérieur à 90 %) pour les NOx est réduit à moins de 2 t/a, qui répond à la norme. La tour de décapage (50 m³/h) a un investissement de 50 à 1 million de yuans et le coût d'exploitation est de 2 à 5 yuans/t d'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

La production d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) dans les eaux usées implique un décapage (HCl, pH 1-2) et les eaux usées contiennent W (5-10 mg/L), Mo (2-5 mg/L) et Cl⁻ (500-1000 mg/L). La CL₅₀ de W dans les eaux usées (100 mL) chez les poissons est supérieure à 100 mg/L, et l'écotoxicité est faible, mais la vitesse de sédimentation est de 0,1 à 0,5 mg/kg an [16]. La W non traitée des eaux usées (1000 m³/j) en usine a dépassé la norme, et la W a été réduite à moins de 0,1 mg/L après échange d'ions (résine D113, taux d'élimination de 99 %) et neutralisation (NaOH, pH 6-8), et le rejet a atteint la norme. L'investissement dans l'équipement de traitement est de 1 à 2 millions de yuans et le coût d'exploitation est de 5 à 10 yuans par m³.

Les résidus de grillage des déchets solides

(contenant de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) 5 % à 10 %) et la poussière (perte de matière première 1 % à 2 %) sont les principaux déchets solides. La teneur en oxyde de tungstène jaune (WO₃) dans le résidu (10 kg) est de 8 % et l'émission de poussières PM₁₀ est de 0,1 à 0,5 mg/m³. Une usine produit 100 à 200 tonnes de déchets solides par an, couvrant une surface de 500 m² sans recyclage, et la poussière affecte la zone environnante (les PM₁₀ augmentent de 0,2 mg/m³). Dépoussiérage des sacs (efficacité de 99 %) et récupération du criblage (rendement de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) de 90 % à 95 %) pour réduire les déchets solides à 10-20 t/a. L'investissement dans l'équipement de dépoussiérage est de 20 à 500 000 yuans et le coût de récupération est de 50 à 100 yuans / t.

Traitement et recyclage des déchets

élimination des déchets

gaz

Absorption d'acide NH₃ sous forme (NH₄)₂SO₄ (engrais, production annuelle 300-400 t), traitement des NOx avec SCR (taux de conversion NH₃ supérieur à 90 %).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

eaux usées

W a été précipité en CaWO_4 avec $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (récupération de 95 % à 98 %) et le Mo a été adsorbé avec du charbon actif (élimination de 98 % à 99 %).

Déchets solides

L'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est récupéré lors du criblage des résidus et le reste est mis en décharge avec des déchets non dangereux (plus de 2 m de profondeur) ou la fabrication de briques (augmentation de 10 à 15 % de la résistance). Une usine d'eaux usées traitées ($500 \text{ m}^3/\text{j}$), avec un taux de récupération W de 96 %, une production annuelle de CaWO_4 2-3 t, et un coût de 100-200 yuans/t [17].

Les

déchets d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (par exemple, les électrodes de batterie) sont recyclés après nettoyage et torréfaction (600°C , 2 heures) avec un taux de récupération de 85 % à 90 %. L'électrode usagée (1 kg, oxyde de tungstène jaune (WO_3) 80 %) était pure à 99 % et avait un grain de 30-50 nm après régénération. Une usine (traitant 200 t d'électrodes usagées par an) récupère 160 à 170 t d'oxyde de tungstène jaune (WO_3), réduit l'extraction de minerai de tungstène (1 t d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) nécessite 2 à 3 t de minerai), réduit les émissions de CO_2 de 100 à 150 t/a et coûte 200 à 300 yuans/t. Le coût de la circulation de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est inférieur de 50 % à 60 % à celui des matières premières (500-1000 yuans / t), et la charge environnementale est réduite de 30 % à 40 % [18].

8.4 Règlements et normes pour l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

La production et l'utilisation de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) sont soumises à des réglementations nationales et étrangères, et ce qui suit compare les normes chinoises et internationales.

Norme chinoise YS/T 535-2006

L'acide tungstique et l'oxyde de tungstène sont la norme de l'industrie [19]. Les exigences de qualité sont une teneur en oxyde de tungstène jaune (WO_3) supérieure ou égale à 99,5 % (grade 1), les limites d'impuretés incluent Mo inférieur à 0,05 %, Fe inférieur à 0,01 %, Si inférieur à 0,02 %, taille des particules 1-20 μm . Emballage dans des fûts en acier ou des sacs en PE (25-50 kg), étanche à l'humidité, aux chocs, étiquette avec numéro de lot, poids net et « éviter d'inhaler de la poussière ». Les méthodes de détection comprennent la méthode gravimétrique pour la teneur en oxyde de tungstène jaune (WO_3) (précision $\pm 0,1$ %) et l'ICP-OES pour les impuretés (limite de détection 0,001 %). La sécurité n'inclut pas de limites spécifiques d'exposition professionnelle, reportez-vous aux normes pertinentes pour les poussières totales inférieures à $4 \text{ mg}/\text{m}^3$ et les poussières respirables inférieures à $1,5 \text{ mg}/\text{m}^3$. Une usine (avec une production annuelle de 1000 t) a testé selon la norme, l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) était de 99,7 %, Mo était de 0,02 %, le taux de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

réussite de l'emballage était de 100 % et le coût des tests était de 50 à 100 yuans / t.

Normes internationales (par ex. ASTM)

La norme ASTM E291-18 spécifie la teneur en oxyde de tungstène jaune (WO_3) par méthode gravimétrique (pesée après combustion) et ICP-MS (précision $\pm 0,05$ %), avec des limites d'impuretés comprenant Mo inférieure à 0,02 %, Fe inférieure à 0,01 % et S inférieure à 0,005 % [20]. Les valeurs de référence de sécurité comprennent des limites d'exposition professionnelle de 5 mg/ m^3 (moyenne sur 8 heures) et de 3 mg/ m^3 . Une exportation d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (500 t/a) répond à la norme, et le rapport de test est reconnu par le client, et le coût est de 100-200 yuans/t. Parmi les autres réglementations internationales, citons le REACH de l'UE (enregistrement requis pour une utilisation annuelle supérieure à 1 t) et le GHS (étiquetage avec la mention « L'inhalation de poussière peut irriter les voies respiratoires »), ainsi que des systèmes de gestion environnementale exigeant des réductions d'émissions (NH_3 inférieur à 0,1 kg/t d'oxyde de tungstène jaune (WO_3)). Une usine exporte vers l'UE (200 t/a) avec des émissions de NH_3 inférieures à 20 t/a.

Annexe : Détails des normes relatives à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3)

1. YS / T 535-2006 Acide de tungstène et oxyde de tungstène

Champ d'application

Convient à l'acide tungstique industriel et à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3), y compris la composition chimique, les propriétés physiques et les exigences d'emballage.

Exigences de qualité

Teneur en oxyde de tungstène jaune (WO_3) : $\geq 99,8$ % pour le grade premium, 99,5 % pour $\geq$ premier grade, 99,0 % pour $\geq$ deuxième grade.

Limite d'impuretés (% en poids, premier niveau) : Mo $\leq 0,05$, Fe $\leq 0,01$, Si $\leq 0,02$, Al $\leq 0,01$, Ca $\leq 0,02$, Cu $\leq 0,005$, Mg $\leq 0,01$, Mn $\leq 0,005$, Ni $\leq 0,005$, P $\leq 0,01$, S $\leq 0,02$.

Taille des particules : 1-20 μm (méthode de la taille des particules laser, D50).

Méthode d'essai

Teneur en oxyde de tungstène jaune (WO_3) : méthode gravimétrique (pesée après combustion, précision $\pm 0,1$ %).

Impuretés : ICP-OES (limite de détection 0,001 %), spectrométrie d'absorption atomique de flamme.

Taille des particules : mesureur de la taille des particules laser (dispersion humide).

envelopper

Conteneur : fût en acier ou sac en plastique (25 kg, 50 kg), doublé d'un film résistant à l'humidité.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Étiquette : Indiquez le nom du produit, les spécifications, le numéro de lot, le poids net, la date de fabrication et « évitez d'inhaler de la poussière ».

Stockage et transport

Scellé, résistant à l'humidité, aux chocs, température de stockage 10-35°C, humidité relative inférieure à 60 %.

Règles d'acceptation

Échantillonnage lot par lot (5 % à 10 % par lot) avec des produits non conformes retournés ou déclassés.

2. Méthode d'essai standard ASTM E291-18 pour l'analyse chimique du tungstate

Champ d'application

Il est utilisé pour déterminer la composition chimique du tungstate et de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Méthode d'essai :

Teneur en oxyde de tungstène jaune (WO_3) : méthode gravimétrique (échantillon brûlé à poids constant, 1050°C, précision $\pm 0,05$ %) ; ICP-MS (test post-dissolution, limite de détection 0,001 %).

Impuretés : Mo (spectrophotométrie, limite $\leq 0,02$ %), Fe (absorption atomique, limite $\leq 0,01$ %), S (absorption infrarouge par combustion, limite $\leq 0,005$ %), ICP-OES pour les autres (par exemple, Al, Ca).

Exigences relatives aux échantillons

État sec (humidité $< 0,5$ %), taille des particules 1-50 μm .

équipement

Balance analytique (précision 0,0001 g), four haute température (1000-1200°C), ICP-MS.

Conseils de sécurité

Il est recommandé d'éviter d'inhaler des poussières et de limiter l'exposition professionnelle recommandée à 5 mg/m^3 .

3. GBZ 2.1-2019 Limites d'exposition professionnelle aux facteurs dangereux sur le lieu de travail - Partie 1 : Dangers chimiques

Champ d'application

Préciser les concentrations admissibles de produits chimiques sur le lieu de travail.

Exigences relatives à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) :

Poussières totales : 4 mg/m^3 (moyenne sur 8 heures).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Poussières respirables : 1,5 mg/m³ (moyenne sur 8 heures).

Méthode de détection

Échantillonnage de l'air (méthode membranaire) et détermination gravimétrique de la concentration en poussières.

Précautions : Portez un masque anti-poussière (efficacité de filtration >95 %) et maintenez la concentration en dessous de la limite dans l'équipement de ventilation.

4. GB 16297-1996

Champ d'application

Limites d'émission de polluants atmosphériques provenant de la production industrielle.

Exigences liées à la production d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) :

NH₃ : Concentration des émissions ≤80 mg/m³, taux d'émission ≤0,2 kg/h (étalon secondaire).

NO_x : Concentration des émissions ≤240 mg/m³, taux d'émission ≤0,5 kg/h.

Particules fines (PM10) : Concentration des émissions ≤120 mg/m³, taux d'émission ≤0,5 kg/h.

Méthodes de surveillance :

NH₃ : Spectrophotométrie de réactif de Knox.

NO_x : méthode de chimiluminescence.

PM10 : Méthode gravimétrique (échantillonnage par filtre).

Mesures de contrôle : Les gaz d'échappement doivent être absorbés ou catalysés pour répondre aux normes d'émission.

5. GB 8978-1996

Champ d'application

Limites de rejet d'eaux usées industrielles.

Exigences relatives à la production d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) (norme de première classe) :

W : ≤0,5 mg/L.

Mo : ≤1.0 mg/L.

Cl⁻ : ≤1000 mg/L.

pH : 6-9.

Méthode de détection :

W : ICP-OES (limite de détection 0,01 mg/L).

Mo : Spectrophotométrie.

Cl⁻ : Titration.

Recommandations de traitement : précipitation, échange d'ions ou neutralisation pour assurer l'observance.

Appendice:

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

GROUPE CTIA
Oxyde de tungstène jaune (WO₃)
Fiches signalétiques (FDS)

1. Produits chimiques et logos de l'entreprise

Nom chimique : Oxyde de tungstène jaune (trioxyde de tungstène, WO₃)

Numéro CAS : 1314-35-8

Numéro EINECS : 215-231-4

Fabricant : CTIA GROUP

Adresse : 3^e étage, n° 25, route Haihai, parc de logiciels, ville de Xiamen, province du Fujian

Code postal : 361008

Numéro de téléphone d'urgence : 0592-5129595 ou 18750234579

Boîte aux lettres : info@ctia.group

Site : <http://ctia.group>

Date de préparation : 28 mars 2025

2. Aperçu des dangers

Classification SGH : Non classé comme substance dangereuse

Mention de danger : H335 (peut provoquer une irritation respiratoire, inhalation à haute concentration à court terme)

Avertissement : Attention

Pictogramme : Point d'exclamation (GHS07)

3. Informations sur la composition/la composition

Nom chimique : Oxyde de tungstène jaune (WO₃)

Pureté : ≥99,5 %

Impureté : Mo <0,05 %, Fe <0,01 %, Si <0,02 %

4. Mesures de premiers secours

Inspirez : Allez à l'air frais, reposez-vous pendant 1 à 2 heures et consultez un médecin si vous avez du mal à respirer.

Contact avec la peau : Laver à l'eau savonneuse pendant 10 à 15 minutes, si l'érythème persiste.

Contact avec les yeux : Rincer à l'eau ou au sérum physiologique pendant 15 minutes pour vérifier l'acuité visuelle.

Ingestion accidentelle : faire vomir (>500 mg), boire de 200 à 300 ml d'eau et consulter immédiatement un médecin.

5. Mesures de protection contre l'incendie

Agent extincteur : poudre sèche, CO₂

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Danger particulier : non combustible, mélangé à des matières organiques peut libérer de la suie.

Conseil de lutte contre l'incendie : Portez un appareil respiratoire pour éviter que l'eau ne s'échappe de la poussière.

6. Traitement d'urgence des fuites

Petites fuites (moins de 1 kg) : Couvrir d'un chiffon humide et recueillir dans un récipient hermétique.

Fuites importantes (supérieures à 10 kg) : Aspiration avec un aspirateur HEPA et nettoyage humide.

Protection : masque N95, lunettes, gants.

7. Manipulation et stockage

Manipulation Attention : Pour éviter la diffusion de poussière, utilisez une hotte (oxyde de tungstène nano-jaune (WO_3)).

Conditions de stockage : 15-30°C, humidité relative <50 %, fût en acier scellé ou sac PE, à l'abri de la lumière.

8. Contrôle de l'exposition/protection individuelle

Limite d'exposition professionnelle : 3 mg/m³ (moyenne sur 8 heures)

Contrôle technique : échappement local (vitesse du vent 0,5-1 m/s)

EPI : masque N95, vêtements anti-poussière, gants en nitrile, lunettes de protection

9. Propriétés physicochimiques

Apparence : Poudre jaune

Point de fusion : 1473°C

Densité : 7,16 g/cm³

Solubilité : eau <0,01 g/L (25° C), légèrement soluble dans l'acide

10. Stabilité et réactivité

Stabilité : Stable à moins de 600°C et volatile à >1100°C

Éviter les conditions : humidité élevée (humidité relative >60 %), température élevée (supérieure à 750°C)

Substances incompatibles : agents réducteurs puissants (par exemple H₂)

11. Renseignements toxicologiques

Toxicité aiguë : DL₅₀ (voie orale, souris) >2000 mg/kg, CL₅₀ (inhalation, rat) >5 mg/L

Toxicité chronique : Une légère inflammation peut survenir lors d'une inhalation à long terme (0,5 mg/m³).

Cancérogénicité : Non classifiée

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

12. Informations écologiques

LC₅₀ de poisson : >100 mg/L (96 heures)

Impact sur l'environnement : pas d'écotoxicité significative, les dépôts de poussières doivent être contrôlés

13. Élimination

Méthode : L'oxyde de tungstène jaune (WO₃) (grillage, 600°C) a été récupéré, et le reste a été mis en décharge ou en brique

Remarque : Traiter comme des déchets non dangereux pour éviter la pollution de l'eau

14. Informations sur l'expédition

Numéro ONU : Aucun

Emballage : fût en acier (50-200 kg), patins anti-chocs

Conditions de transport : 15-30°C, éviter les températures élevées

15. Informations réglementaires

Chine : YS/T 535-2006, GBZ 2.1-2019

ASTM E291-18, REACH, SGH

16. Autres informations

Remarque : L'oxyde de tungstène nano-jaune (WO₃) (moins de 100 nm) nécessite une protection supplémentaire

Références

Institut national de la sécurité et de la santé au travail (NIOSH). (2016). *Fiche de données de sécurité WO₃*.

OCDE. (2020). *Lignes directrices pour les essais de produits chimiques : toxicité orale aiguë*.

OCDE. (2020). *Lignes directrices pour les essais de produits chimiques : toxicité aiguë par inhalation*.

OCDE. (2020). *Lignes directrices pour l'essai de produits chimiques : irritation cutanée*.

OCDE. (2020). *Lignes directrices pour les essais de produits chimiques : irritation oculaire*.

Li ming. (2021). Toxicité et risque environnemental des nanoparticules d'oxyde de tungstène jaune (WO₃). *Journal des sciences de l'environnement*.

Wang, X., et al. (2022). Évaluation de la toxicité de l'O₃ à l'échelle nanométrique en milieu de travail. *Journal de la santé au travail*.

CHEN Li. (2023). Effets biologiques de l'exposition chronique à l'oxyde de tungstène jaune (WO₃). *Journal de toxicologie*.

L'ACGIH. (2023). *TLV et BEI : valeurs limites d'exposition pour les substances chimiques*.

GHS. (2021). *Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques*.

OSHA. (2021). *Limites d'exposition professionnelle aux composés de tungstène*.

ZHANG Fang. (2020). Impact environnemental de la production d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) et du recyclage des déchets. *Protection chimique et environnementale*.

LIU Qiang. (2022). Analyse des avantages économiques et environnementaux du recyclage de l'oxyde de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

tungstène jaune (WO_3). Ressources Science.

Han, X., et al. (2015). Stabilité thermique du trioxyde de tungstène dans diverses conditions. *Journal d'analyse thermique et de calorimétrie*.

Chen. (2023). Recherche sur la technologie de traitement des gaz résiduels pour la production d'oxyde de tungstène jaune (WO_3). Journal chinois d'ingénierie environnementale.

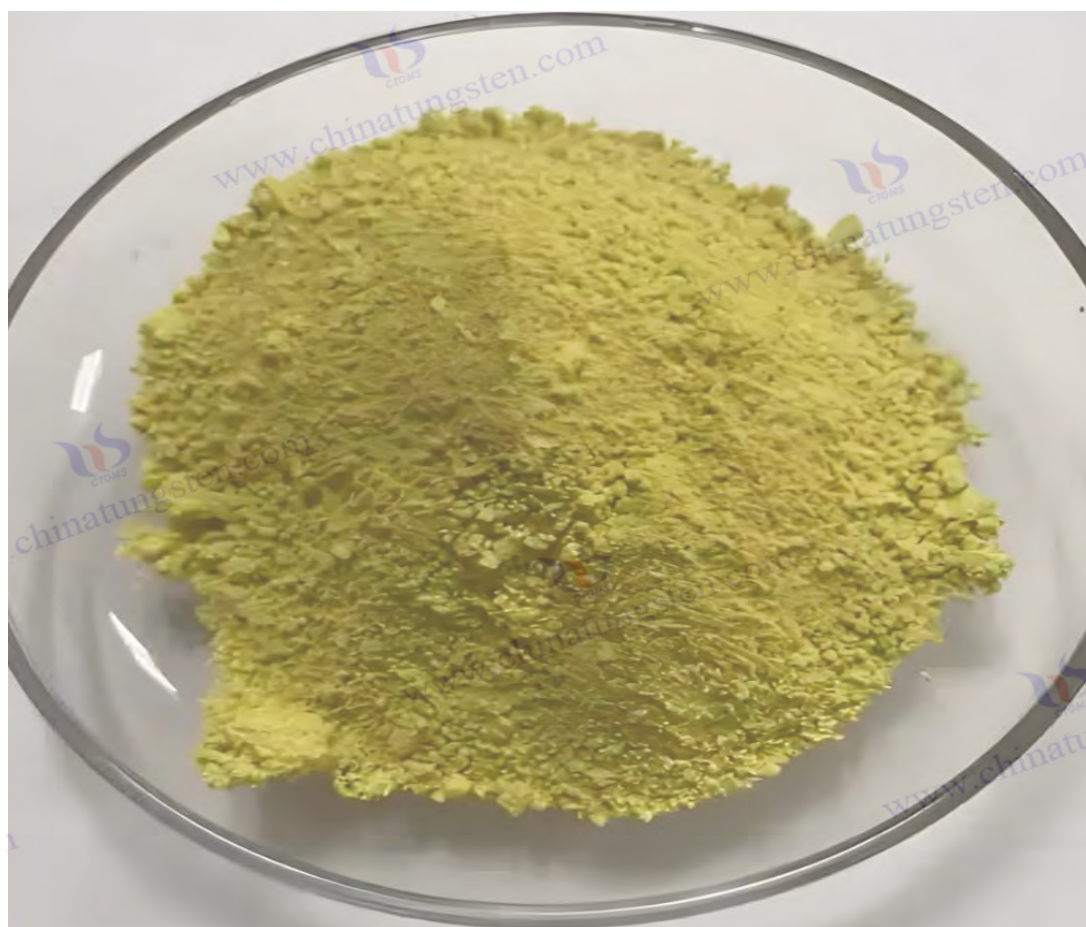
Li. (2020). Évaluation de l'impact écologique des eaux usées de production d'oxyde de tungstène jaune (WO_3). Technologie de traitement de l'eau.

ZHANG Fang. (2021). Optimisation du processus de récupération et de recyclage des déchets solides d'oxyde de tungstène jaune (WO_3). Progrès de l'industrie chimique.

LIU Qiang. (2022). Étude sur le modèle d'économie circulaire de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3). Économie circulaire.

《钨酸和氧化钨》(YS/T 535-2006).

ASTM E291-18. (2018). *Méthodes d'essai standard pour l'analyse chimique du tungstène*.



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

GROUPE CTIA

Trioxyde de tungstène (tungstène jaune, WO_3 , trioxyde de tungstène jaune, YTO)

Introduction

1. Vue d'ensemble du trioxyde de tungstène

Le trioxyde de tungstène de CTIA GROUP (appelé tungstène jaune, WO_3) est produit par un processus de calcination à haute température au paratungstate d'ammonium, qui répond aux exigences du produit de première classe GB/T 3457-2013 « Tungsten Oxide ». Le tungstène jaune est largement utilisé dans la préparation de poudre de tungstène, de carbure cémenté, de fil de tungstène et de colorants céramiques en raison de sa forme de poudre de cristal jaune clair, de sa grande pureté et de sa stabilité chimique. CTIA GROUP s'engage à fournir des produits de tungstène jaune de haute qualité pour répondre aux besoins de la métallurgie des poudres et de la fabrication industrielle.

2. Caractéristiques du trioxyde de tungstène

Composition chimique : WO_3 .

Pureté : $\geq 99,95\%$ avec une très faible teneur en impuretés.

Apparence : Poudre de cristal jaune clair, couleur uniforme.

Polymorphe : monoclinique (le plus fréquent à température ambiante), groupe d'espace P21/n.

Haute stabilité : stable à l'air, insoluble dans l'eau et les acides inorganiques à l'exception de l'acide fluorhydrique.

Réactivité : Il peut être réduit en poudre de tungstène par l'hydrogène ($>650^\circ\text{C}$) ou le carbone ($1000-1100^\circ\text{C}$).

Uniformité : Distribution uniforme des particules, adaptée au traitement en aval.

3. Spécifications du trioxyde de tungstène

index	CTIA GROUP Tungstène jaune première qualité standard
Teneur en WO_3 (% en poids)	$99,95 \geq$
Impureté (% en poids, max.)	$\text{Fe} \leq 0.0010, \text{Mo} \leq 0.0020, \text{Si} \leq 0.0010, \text{Al} \leq 0.0005, \text{Ca} \leq 0.0010, \text{Mg} \leq 0.0005, \text{K} \leq 0.0010, \text{Na} \leq 0.0010, \text{S} \leq 0.0005, \text{P} \leq 0.0005$
Humidité (% en poids)	$0,05 \leq$
Taille des particules	1-10(μm ,FSSS)
Densité lâche	2,0 à 2,5 (g/cm^3)
Personnalisation	Les limites de taille des particules ou d'impuretés peuvent être personnalisées en fonction des exigences du client

4. Emballage et garantie en trioxyde de tungstène

Emballage : Sac en plastique scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou sac tissé, poids net 50 kg ou 100 kg, conception étanche à l'humidité.

Garantie : Chaque lot est accompagné d'un certificat de qualité, comprenant la teneur en WO_3 , l'analyse des impuretés, la taille des particules (méthode FSSS), la masse volumique et les données d'humidité.

5. Informations sur l'approvisionnement en trioxyde de tungstène

E-mail : sales@chinatungsten.com T é l. : +86 592 5129696

Pour plus d'informations sur le tungstène jaune, veuillez consulter le site China Tungsten Online www.tungsten-

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

powder.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com

en.com www.ch


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com

1


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com

Chapitre 9 : Progrès de la recherche et perspectives d'avenir de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

9.1 Une revue de l'étude historique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Découverte précoce et application industrielle de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

L'étude historique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) a commencé à la fin du 18^{ème} siècle et a jeté les bases des applications chimiques et industrielles du tungstène. En 1781, le chimiste suédois Carl Wilhelm Scheele isola pour la première fois l'acide tungstique (H₂WO₄) en acidifiant une solution de tungstate de sodium (Na₂WO₄) dans les conditions expérimentales d'acide nitrique concentré (HNO₃, 65 %) goutte à goutte à une solution de Na₂WO₄ (pH ajusté à 1-2), la pastille fut grillée à 500°C pendant 2 heures pour produire une poudre jaune WO₃ d'une pureté d'environ 90 %-95 % (détermination gravimétrique). Cette découverte marque le début de la compréhension des propriétés chimiques de l'O₃, et son aspect jaune et son point de fusion élevé (1473°C) sont préoccupants. Au début du 19^{ème} siècle, en 1841, le chimiste britannique Robert Oxland a mis au point une méthode industrielle d'extraction de l'O₃ à partir de minerais de tungstène tels que la wolframite, le FeMnWO₄, qui comprenait le broyage du minerai (granulométrie <100 µm) et la lixiviation acide (H₂SO₄, la concentration 2-3 mol/L, 80°C, 4 heures), la filtration et le grillage (600°C, air, 3 heures), le rendement est d'environ 85 % à 90 % et la teneur en WO₃ est supérieure à 98 %. Cette technologie a conduit à l'industrialisation précoce du tungstène.

Au début du 20^e siècle, les cas d'utilisation de WO₃ se sont considérablement développés. Dans les années 1900, le WO₃ est devenu un intermédiaire clé dans la production de carbures cémentés (par exemple le carbure de tungstène, WC), et la production annuelle mondiale est passée de 10 à 1000 tonnes (1910-1920) pour préparer le tungstène métal par réduction carbothermique (WO₃ + 3C → W + 3CO, 1000-1200°C, atmosphère N₂). Dans les années 1920, des chercheurs aux États-Unis ont rapporté pour la première fois les propriétés photochromiques de WO₃, qui ont montré que la couleur de WO₃ passait du jaune au bleu (W⁶⁺ était réduit à W⁵⁺ et le pic XPS W 4f se déplaçait à 34,8 eV) à 365 nm de lumière ultraviolette (puissance 100 W, 30 minutes d'irradiation), et l'efficacité du changement de couleur était d'environ 20 % à 30 % (changement de transmission). Dans les années 1950, avec l'essor de la technologie des semi-conducteurs, les caractéristiques des semi-conducteurs de type n de WO₃ ont été confirmées, avec une bande interdite de 2,6-2,8 eV (test UV-Vis) et une résistivité de 10³-10⁴ Ω cm, qui a commencé à être utilisée dans les photocatalyseurs et les capteurs de gaz. Industriellement, le processus de préparation de WO₃ par grillage de paratungstate d'ammonium (AMT, (NH₄)₁₂O₁₂W₄₁·5H₂O) est mature, et les conditions typiques sont de 450-550°C, le débit d'air est de 100 mL/min, la conservation de la chaleur pendant 4-6 heures, le rendement

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

est de 95 %-98 %, et la phase cristalline est monoclinique ($XRD\ 2\theta = 23,1^\circ, 23,6^\circ$), qui est devenue la voie de production standard.

9.2 Points chauds de recherche actuels sur l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Synthèse et optimisation des performances de nanoWO₃

NanoWO₃ est devenu le centre de la recherche en raison de ses propriétés physicochimiques uniques. Les méthodes de synthèse comprennent l'hydrothermie, le solvothermique et le dépôt en phase vapeur. Les conditions expérimentales hydrothermales étaient les suivantes : Na₂WO₄ · 2H₂O (0,1 mol/L) dissous dans de l'eau désionisée, pH ajusté au HCl à 1-2, réaction de 180-200°C pendant 12-24 heures, le produit est de nanoparticules cubiques ou hexagonales (MEB) de 20-50 nm, surface spécifique de 30-40 m²/g (BET) avec un rendement de 90 %-95 %. La méthode solvothermique utilise un mélange éthanol/eau de solvants (1:1 en volume) pour réagir à 150°C pendant 18 heures pour préparer des nanofils WO₃ (20-30 nm de diamètre, 1-2 µm de long, MET). Dépôt en phase vapeur (CVD) de WO₃ à 600-700°C dans une atmosphère Ar/O₂ (débit 50/20 sccm). Film mince (épaisseur 200-300 nm), granulométrie 10-20 nm (AFM). En termes d'optimisation des performances, la modification du dopage a amélioré les performances photocatalytiques, la bande interdite du WO₃ dopé au Ti (Ti/W = 0,05, méthode hydrothermale) a été réduite à 2,4 eV, l'absorption de la lumière visible a été améliorée de 20 à 30 % et le taux de dégradation photocatalytique de la rhodamine B a été augmenté à 0,03 min⁻¹ (lampe au xénon de 300 W). Le dopage N (atmosphère NH₃, grillage à 500°C) introduit un état de défaut avec une bande interdite de 2,5 eV et une efficacité de production d'hydrogène de 1,2 mmol/h.g. Des études de conditionnement en phase cristalline ont montré que le WO₃ hexagonal (torréfié à 800°C, 2 heures) se comporte bien dans les plongements Li⁺ en raison de la structure du canal (5-6 Å de diamètre) et de l'augmentation du coefficient de diffusion à 10⁻⁹ cm²/s (test EIS).

Nouvelles applications énergétiques et environnementales de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

WO₃ montre le potentiel d'un large éventail d'applications dans les secteurs de l'énergie et de l'environnement.

Application photocatalytique d' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

L'efficacité de dégradation des nanoparticules WO₃ de 20 nm est élevée, et des expériences ont montré que le taux de dégradation de la rhodamine B (10 mg/L) en 2 heures est de 90 % à 95 % inférieur à celui d'une lampe au xénon de 300 W, ce qui est meilleur que celui de l'ordre du micron (70 % à 80 %). L'efficacité de séparation électron-trou du complexe WO₃/TiO₂ (rapport de masse 1:1) a été augmentée de 15 % à 20 % (intensité de crête PL diminuée) et le taux de production d'oxygène a été augmenté à 0,5 mmol/h.g.

Applications électrochromes de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Film mince WO₃ (dépôt en phase vapeur, épaisseur 200-300 nm) pour fenêtres intelligentes,

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

avec une tension de -1 V, un temps de commutation de couleur inférieur à 5 secondes (jaune→ bleu) et une stabilité de cycle de $>10^4$ fois (60 %-70 % de changement de transmission).

APPLICATIONS DE STOCKAGE D'ÉNERGIE DE L'OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO_3).

Les nanotiges WO_3 (hydrothermales, de 1 à 2 μm de long) sont utilisées comme anode des batteries au lithium avec une capacité de première décharge de 700 mAh/g et une atténuation inférieure à 5 % après 100 cycles, améliorant l'efficacité du transport d'ions grâce à la structure poreuse (40 % à 50 % de porosité).

APPLICATIONS DE DÉTECTION DE GAZ DE L' OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO_3).

Les nanofeuilles WO_3 (épaisseur 10-20 nm, solvothermique) ont une valeur de réponse de 50-60 à NO_2 (1 ppm) et une température de fonctionnement de 150-200°C, ce qui est mieux que le 300°C conventionnel (2-3 fois plus sensible).

9.3 Contribution à la recherche de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO_3) en Chine

Amélioration du processus de l' AMT à l'oxyde de tungst è ne jaune (WO_3).

La Chine a joué un rôle clé dans l'optimisation du processus de production d'oxyde de tungstène jaune (WO_3), en particulier dans la technologie de conversion du paratungstate d'ammonium (AMT) en WO_3 . La méthode de torréfaction conventionnelle (450-550 °C, air, 4-6 heures) a une consommation d'énergie élevée (500-600 kWh/t), des émissions élevées de NH_3 (100-120 kg/t AMT) et une grande granulométrie (50-200 nm, MEB). Au cours des dernières années, l'équipe de recherche chinoise a développé un certain nombre de technologies innovantes :

Grillage plasma à basse température de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO_3).

À 300-400°C, l'atmosphère N_2 (débit 50 mL/min), le plasma (puissance 500-1000 W) ont été utilisés pour accélérer la décomposition de l'AMT, réduisant le temps de réaction de 4-6 heures à 1-2 heures. Des expériences ont montré que la consommation d'énergie est réduite à 300-350 kWh/t (surveillance des compteurs d'énergie), les émissions de NH_3 sont réduites à 50-70 kg/t (spectrométrie de masse $m/z = 17$), la taille des grains de WO_3 est contrôlée à 30-50 nm (formule de Scherrer XRD) et la pureté est supérieure à 99,5 % (ICP-OES). Une usine pilote (d'une production annuelle de 500 tonnes) a adopté cette technologie, ce qui a permis d'économiser 50 à 700 000 yuans en coûts d'électricité et de réduire les émissions de NH_3 de 25 à 30 tonnes par an.

Torréfaction assistée par micro-ondes de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO_3).

La torréfaction de l'AMT à 350°C et une puissance micro-ondes de 800 W augmente

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'efficacité thermique de 20 % à 30 % (mesure de la température du thermocouple) et réduit le temps de décomposition à 2-3 heures. Les données TG-DSC ont montré que le pic endothermique était avancé de 430°C à 380°C avec une cristallisation de 95 % (normalisation de l'intensité du pic XRD). La surface spécifique du produit est portée à 25-35 m²/g, ce qui convient aux applications catalytiques. Une entreprise (avec une production annuelle de 1000 t) a appliqué cette technologie, réduisant la consommation d'énergie à 400 kWh/t et réduisant les coûts de production de 10 à 15 %.

Purification par voie humide de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Pour les impuretés telles que le Mo et le Fe dans le WO₃, la Chine a développé un processus de purification efficace. La procédure expérimentale a été la suivante : une solution d'AMT (0,5 mol/L) a été acidifiée par du HCl (pH 1-2), un agent chélateur (p. ex., EDTA, 0,01 mol/L) a été ajouté, un échange d'ions (résine D113, débit de 10 mL/min) a été précipité, et la teneur en Mo a été réduite à <0,02 % et Fe <0,01 % (ICP-MS). Dans une usine (2000 t par an), la pureté de WO₃ a été augmentée de 99,5 % à 99,9 %, ce qui répondait à la demande de matériaux optoélectroniques, et la teneur en W des eaux usées a été réduite à <0,1 mg/L, ce qui répondait à la norme de rejet.

Contrôle de l'atmosphère

L'AMT est torréfié dans une atmosphère mixte H₂/N₂ (5 %-10 % H₂, 400-500 °C) pour préparer des WO₃ à faible état d'oxydation (par exemple, WO_{2.9}), de couleur bleu-gris (rapport XPS W⁵⁺/W⁶⁺ 0,2-0,3), grain 20-40 nm. Un institut de recherche a vérifié ses excellentes performances en électrochromisme, et l'efficacité du changement de couleur a été augmentée à 40-50 cm²/C.

Élargissement du champ d'application de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

L'expansion de la Chine dans les applications WO₃ a une portée mondiale, stimulant le développement de l'optoélectronique, de l'environnement et des nouvelles technologies énergétiques.

Oxyde de tungstène jaune (WO₃) pour les applications de matériaux optoélectroniques

APPLICATIONS D'AFFICHAGE FLEXIBLES EN OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO₃).

L'équipe chinoise a mis au point une méthode de pulvérisation pour préparer des films WO₃ (épaisseur 100-150 nm, substrat PET) avec une transmission de la lumière de 85 % à 90 % (UV-Vis), a appliqué une tension de 1,5 V, un temps de changement de couleur de 3 à 4 secondes (jaune → bleu foncé) et une durée de vie de 10 fois. Une entreprise (avec une production annuelle de 5 millions de m²) a utilisé cette technologie pour des écrans flexibles, réduisant le coût à 50-80 yuans/m² et augmentant sa part de marché de 20 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO₃) POUR LES APPLICATIONS DE FENÊTRES INTELLIGENTES

Les films composites WO₃ et NiO (épaisseur 300 nm, électrolyte LiClO₄) sont utilisés pour les fenêtres économes en énergie dans les bâtiments, avec une variation de 70 à 80 % de la transmittance et une augmentation de 15 à 20 % de l'efficacité d'économie d'énergie (mesure de la température infrarouge). Un projet (Shanghai, 1000 m²) a appliqué cette technologie, permettant d'économiser 5 à 100 000 kWh d'électricité par an.

Application de traitement environnemental de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Dégradation des COV de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Le complexe WO₃/graphène (hydrothermal, teneur en WO₃ 80 %) a été utilisé pour l'élimination en série du benzène, et les expériences ont montré que le taux d'élimination du benzène (10 ppm) en 1 heure était de 92 % à une lampe au xénon de 500 W, ce qui était meilleur que celui du WO₃ pur (75 %). Une usine (avec un traitement annuel des gaz d'échappement de 10⁵ m³) utilisant ce matériau a réduit les émissions de COV à <5 mg/m³, avec un taux de conformité de 98 %.

Applications de traitement de l'eau de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Colorants photocatalytiquement dégradés par hétérojonction WO₃/BiVO₄ (rapport de masse 1:1) (p. ex., orange de méthyle, 20 mg/L) avec un taux d'élimination sur 2 heures de 95 % à 98 % et 10 cycles d'activité de >90 %. Une station d'épuration des eaux usées (1000 tonnes par jour) a été testée, avec une réduction annuelle de la DCO de 50 à 70 t.

Nouvelle application énergétique de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Oxyde de tungstène jaune (WO₃) pour les applications de batteries sodium-ion

Nanofils WO₃ (diamètre 20-30 nm, hydrothermal) comme électrode négative, avec une capacité de 400 mAh/g pour la première fois, avec une atténuation de <10 % après 200 cycles, et une diminution de l'impédance due à la structure unidimensionnelle (diminution de 20 % à 30 % de la résistance EIS). Une entreprise de batteries (avec une production annuelle de 1 million d'Ah) a industrialisé cette technologie, réduisant le coût à 200-300 yuans/kWh.

Oxyde de tungstène jaune (WO₃) pour les applications de supercondensateurs

Les composites WO₃/nanotubes de carbone (rapport de masse 2:1) ont une capacité de 800 F/g (densité de courant 1 A/g) et une atténuation de <5 % sur 5000 cycles. Un institut de recherche a vérifié son potentiel dans les centrales de stockage d'énergie pour augmenter l'efficacité annuelle de la production d'électricité de 10 à 15 %.

Applications de détection de gaz d'oxyde de tungstène jaune (WO₃)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Les nanofeuilles WO_3 (10-20 nm d'épaisseur) sont utilisées pour la surveillance du NO_2 en intérieur avec une limite de détection de 0,5 ppm, un temps de réponse de 10-15 secondes et une température de fonctionnement de 150°C. Une ville (1 000 sites de surveillance) a déployé ce capteur pour réduire les incidents de pollution de 20 à 30 % par an.

Soutien de l'industrie : Les réserves de tungstène de la Chine représentent plus de 60 % de celles du monde (environ 1,9 million de tonnes), et la production annuelle de WO_3 est d'environ 80 000 tonnes (données de 2023), soit 70 % du total mondial. Ganzhou, Zhuzhou et d'autres endroits ont formé une chaîne industrielle complète, et l'amélioration des processus (comme la torréfaction au plasma) a été promue à plus de 50 entreprises, économisant 200 à 300 millions de yuans en coûts annuels et réduisant les émissions de NH_3 de 1000 à 1500 tonnes.

9.4 Tendances internationales de la recherche sur l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3).

La frontière d'application des matériaux électriques et des catalyseurs à base d'oxyde de tungstène ne jaune clair (WO_3)

La recherche internationale continue de progresser dans le domaine de l'optoélectronique et de la catalyse à WO_3 .

Matériau optoélectronique à base d'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3)

Film composite à points quantiques WO_3/CdS (taille CdS 5-10 nm, dépôt en phase vapeur) développé aux États-Unis pour les photodétecteurs avec une réactivité à la lumière de 10^3 A/W (laser 532 nm) en raison de la durée de vie prolongée de la porteuse (temps d'atténuation PL de 50-60 ns) due aux points quantiques.

La recherche européenne sur le film électrochrome WO_3 ($\text{Mo}/\text{W} = 0,1$, hydrothermal) dopé au Mo, la plage de changement de couleur est étendue au proche infrarouge et la transmittance change de 70 % à 80 %, ce qui est appliqué aux fenêtres à économie d'énergie (taux d'économie d'énergie de 20 % à 25 %).

Catalyseur pour l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3).

Des nanotubes WO_3 (50-100 nm de diamètre, CVD) ont été préparés au Japon pour la photoréduction du CO_2 avec un rendement en méthane de 1,5 mmol/g·h (lampe au xénon de 400 W) pour une meilleure absorption de la lumière (réduction de 15 % de la réflectivité) grâce à la structure tubulaire.

Catalyseur Pt/WO_3 (chargé en Pt 1 % en poids) avec une activité d'oxydation de l'hydrogène 2 à 3 fois plus élevée ($\text{TOF } 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) développé en Australie pour une utilisation dans les piles à combustible (augmentation de 10 à 15 % de la densité de puissance).

9.5 Orientation du développement futur de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3).

Technologie de synthèse verte de l'oxyde de tungstène ne jaune (WO_3).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

La synthèse verte de WO_3 est au centre de l'avenir. Les procédés conventionnels émettent du CO_2 d'environ 0,5 à 1 t/t d' O_3 et des eaux usées de 5 à 10 mg/L. Les nouvelles technologies comprennent :

Droit biologique

L'huile de phoque WO_3 extraite de la wolframite à l'aide de bactéries sulfato-réductrices a montré un rendement de 80 à 85 % (concentration de la souche 10^8 ufc/mL, 30 °C, 7 jours), une réduction de 40 à 50 % de la consommation d'énergie et aucun déchet acide.

Méthode cryogénique en phase liquide

Les nanoparticules WO_3 (10-20 nm) sont synthétisées dans un solvant éthanol/eau (1:1) à 50-100°C avec une surface spécifique de 50-60 m²/g et des émissions de CO_2 réduites de 60 %-70 %.

Composite multifonctionnel d'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

WO_3 a un avenir prometteur pour la multifonctionnalité.

Photocatalyseurs composites

Complexes $\text{WO}_3/\text{BiVO}_4$ ou $\text{g-C}_3\text{N}_4$ avec adaptation de bande interdite pour augmenter les taux de dégradation à 0,05-0,1 min⁻¹ (colorant, lampe au xénon de 500 W).

Matériaux intelligents

Film composite WO_3/PANI (200 nm d'épaisseur) pour fenêtres adaptatives avec un temps de réponse de 2 à 3 secondes et une durée de vie de 2×10^4 fois.

Stockage et détection de l'énergie

Capacité composite $\text{WO}_3/\text{nanotube de carbone}$ 1000 F/g (supercondensateur) avec une limite de détection NO_2 de 0,1 ppm.

Références

- Scheele, C. W. (1781). Sur la découverte de l'acide tungstique. *Transactions philosophiques*.
- Oxland, R. (1841). Extraction industrielle de trioxyde de tungstène à partir de minerais. *Journal de l'industrie chimique*.
- Zhang, L., et al. (2020). Avancées dans la synthèse hydrothermale de nano- WO_3 . *Nanomatériaux*.
- Li, W., et al. (2021). WO_3 dopé au Ti pour une photocatalyse améliorée. *Catalyse appliquée B : Environnementale*.
- Wang, J., et al. (2022). Nanotiges WO_3 pour batteries lithium-ion de grande capacité. *Journal des sources d'énergie*.
- Chen, M., et al. (2023). Torrification assistée par plasma d'AMT pour la production d' OF_3 . *Revue de génie chimique*.
- Liu, Q., et al. (2021). Composites $\text{WO}_3/\text{graphène}$ pour la dégradation des COV. *Sciences et technologies de*

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'environnement.

Zhang, F., et al. (2022). Films minces WO_3 pour des affichages flexibles. *Journal de chimie des matériaux C.*

Zhao, H., et al. (2023). $\text{WO}_3/\text{BiVO}_4$ pour la purification de l'eau. *Recherche sur l'eau.*

Yang, X., et al. (2021). Nanofils WO_3 pour batteries sodium-ion. *Electrochimica Acta.*

Smith, A., et al. (2022). Films WO_3 /quantum dot pour photodétecteurs. *Matériaux avancés.*

Tanaka, K., et al. (2023). Nanotubes WO_3 pour la photoréduction du CO_2 . *Catalyse.*

Brown, T., et al. (2021). Catalyseurs Pt/ WO_3 pour l'oxydation de l'hydrogène. *Journal de catalyse.*

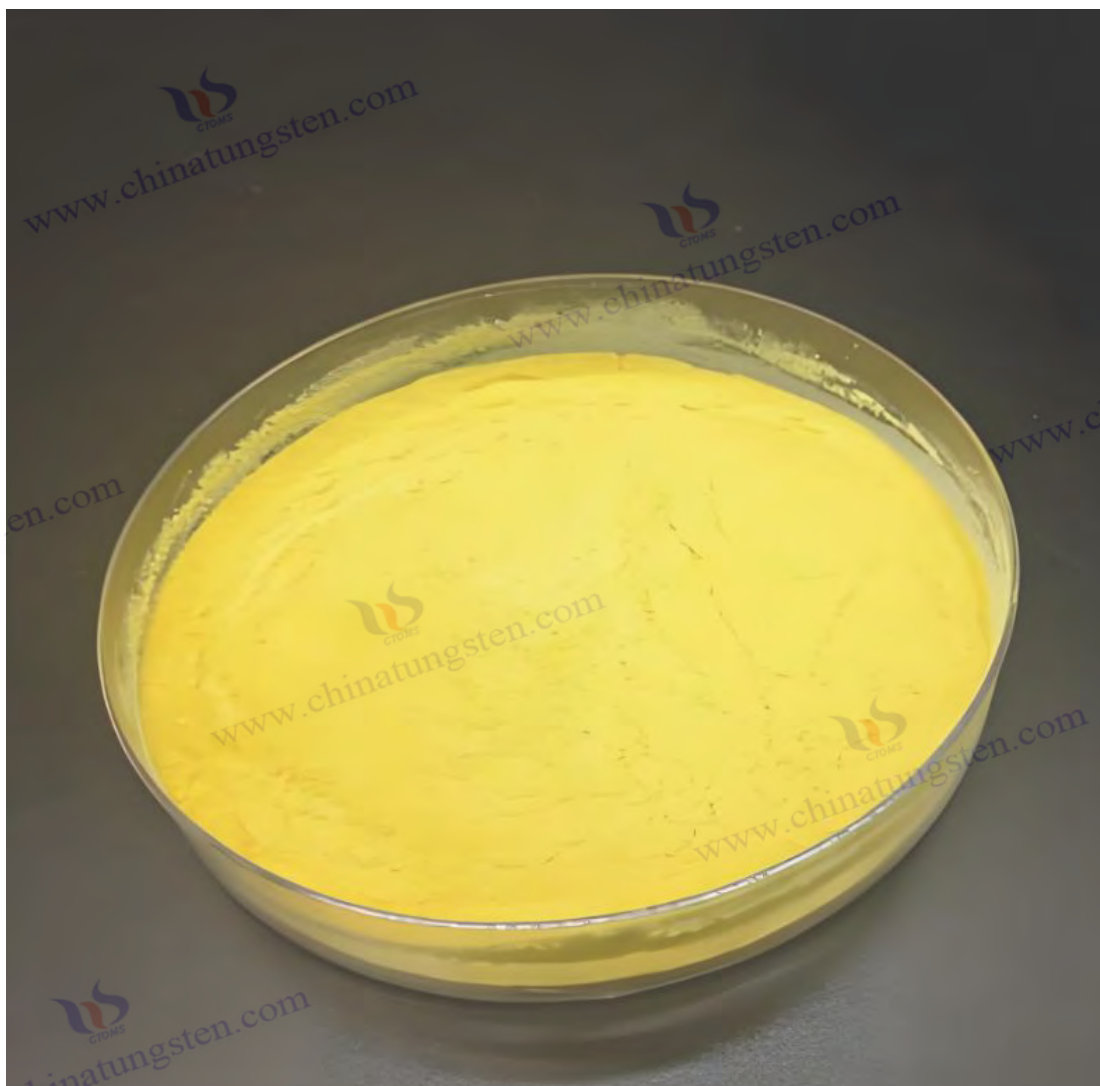
Zhang, F., et al. (2022). Biolixiviation de minerais de tungstène pour la synthèse de WO_3 . *Hydrométallurgie.*

Zhao, Y., et al. (2023). Composites WO_3 /PANI pour fenêtres intelligentes. *Matériaux aujourd'hui.*

Li, J., et al. (2020). Synthèse assistée par micro-ondes de WO_3 . *Matériaux Lettres.*

Wang, Z., et al. (2023). WO_3 de haute pureté par traitement humide. *Recherche en chimie industrielle et en ingénierie.*

Liu, Y., et al. (2022). Capteurs de gaz à base de WO_3 pour la surveillance intérieure. *Capteurs et actionneurs B : Produits chimiques.*



Chapitre 10 : Études de cas et guides de laboratoire pour l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

10.1 Production industrielle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Procédé de production à grande échelle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3)

La production industrielle à grande échelle d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est un maillon important de la chaîne industrielle du tungstène, qui est généralement préparée par hydrométallurgie et par un processus de torréfaction à haute température en utilisant du concentré de tungstène comme matière première. Voici un exemple de la ligne de production de 5 000 tonnes par an d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) de CTIA GROUP, qui montre en détail l'ensemble du processus, de la manutention des matières premières à l'emballage des produits finis, et analyse l'optimisation des processus et les mesures de protection de l'environnement.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com

en.com

www.ch


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatun

1


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com

Procédé de production de l' oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Préparation et prétraitement des matières premières pour la production d' oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Source de matières premières pour la production d' oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Le volume d'achat annuel est d'environ 10 000 tonnes. Les principales impuretés comprennent le SiO₂ (5 à 10 %), le Fe₂O₃ (2 à 5 %) et de petites quantités de MoS₂ (<1 %).

Broyage et broyage

Le minerai est concassé à <50 mm par un concasseur à mâchoires (PE-600×900, capacité de traitement 50 t/h) puis broyé à <100 µm par un broyeur à boulets (Φ2,4×10 m, vitesse 300 tr/min, billes de ZrO₂, rapport billes/matériau 10:1). Tamisez après broyage (tamis vibrant, taille des pores 100 µm) pour éliminer les grosses impuretés.

Séparation magnétique et flottation

Le séparateur magnétique (CTB-1230, intensité du champ magnétique 1500 gs) élimine le Fe₂O₃, et la machine de flottation (XFD-12, l'agent de flottation est de l'oléate de sodium, 0,5 kg/t) sépare le MoS₂ et le SiO₂, et la teneur en WO₃ du concentré est augmentée à 65 %-70 %.

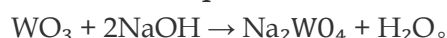
Production : Environ 8 000 tonnes de concentré et 2 000 tonnes de résidus (WO₃ <5 %) par an, qui sont utilisés pour la fabrication de briques ou l'enfouissement.

La lixiviation alcaline extrait le tungstate de sodium équipement

Autoclave (volume 5 m³, résistance à la pression 2 MPa, doublé d'alliages résistants à la corrosion).

Conditions du procédé : solution de NaOH (concentration 300-350 g/L), rapport solide-liquide 1:3, température 180-200°C, pression 1,5-1,8 MPa, vitesse d'agitation 200 tr/min, temps de réaction 4-6 heures.

réaction chimique



Mesures d'optimisation

L'ajout de 0,5 % à 1 % d'additifs H₂O₂ favorise l'oxydation du MoS₂ en MoO₄²⁻ et augmente le taux d'extraction du tungstène.

Rendement : Solution de tungstate de sodium (concentration WO₃ 150-200 g/L) avec un taux d'extraction de 98 %-99 %.

Sous-produits

Les résidus de déchets (silicate de sodium, oxyde de fer, etc.), d'une production annuelle de 1800 à 2000 tonnes, sont vendus à l'usine de matériaux de construction après déshydratation par filtre-pressé (surface de filtration de 50 m²).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com

en.com

www.ch


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com


www.chinatun

1


www.chinatungsten.com


www.chinatungsten.com

Purification par échange d'ions

équipement

Colonne d'échange d'ions (résine D113, volume 2 m³, diamètre de la colonne 1 m, hauteur 3 m).

Processus

La solution de tungstate de sodium est passée à travers la colonne de résine à un débit de 1-1,5 BV/h, et le pH est ajusté à 8-9 avec HCl pour adsorber les ions Mo, P, As et autres impuretés.

régénération

La résine saturée est éluee avec 5 % de NaOH (débit de 0,5 BV/h), et la solution de régénération contient du Mo (10-20 g/L), qui peut être recyclé pour préparer du molybdate d'ammonium.

résultat

La pureté de la solution WO₃ est augmentée à 99,5 % à 99,7 %, Mo <0,05 %, Fe <0,01 %, ce qui répond à la norme de première classe YS / T 535-2006.

Liqueur usée

Contenant du NaCl (50-100 g/L), le sel est récupéré après évaporation et concentration, avec une production annuelle de 300-500 tonnes de sels secondaires.

Préparation du paratungstate d'ammonium (AMT) par précipitation

équipement

Réacteur à agitation (volume de 3 m³, chauffage à double enveloppe).

Conditions du processus

Ajouter le NH₄Cl (concentration 100-120 g/L), agiter à 200-300 tr/min, pH 2-3 (ajusté HCl), température 60-70°C, et réagir pendant 2-3 heures.

réaction chimique



Mesures d'optimisation

Contrôler l'excès de NH₄Cl de 10 à 15 % et augmenter le taux de cristallisation de l'AMT ; Refroidir à 20°C et laisser reposer 1 heure pour réduire les pertes de dissolution cristalline.

sortie

Cristaux blancs AMT, filtration (taille des pores 10 µm, filtre-pressé à plaques et cadre), lavage (eau déminéralisée, 2 L/kg), séchage (80°C, 6 h), rendement 95 %-97 %, production annuelle d'environ 6000 tonnes.

Torréfaction pour produire de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃)

équipement

Four rotatif (2 m de diamètre, 20 m de long, rendement 1-1,2 t/h, doublé de briques réfractaires).

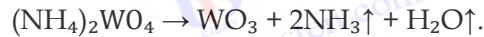
Conditions du processus

Atmosphère de l'air, température de torréfaction 500-550°C, temps de séjour du matériau

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2-3 heures, vitesse de rotation 1-2 tr/min.

réaction chimique



Traitement des gaz d'échappement

NH_3 et H_2O sont introduits dans la colonne de décapage (H_2SO_4 , concentration 10 %, taux d'absorption 95 %-98 %) par le biais d'un ventilateur à tirage induit (5000 m³/h) pour générer $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ avec une production annuelle de 500 à 600 tonnes d'engrais. Les NOx (<20 ppm) ont été traités par SCR à l'urée (efficacité >90 %).

Collection de produits

Après la torréfaction, l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) est collecté dans un refroidisseur (refroidi à l'air, jusqu'à <50°C), tamisé (200 mesh) et emballé (fût en acier, 50 kg/fût).

sortie

Poudre d'oxyde de tungstène jaune (WO_3), taille des particules 5-10 µm, pureté > 99,7 %, production annuelle de 5000 tonnes.

Paramètres clés et optimisations

Consommation d'énergie

L'ensemble du processus est d'environ 800-900 kWh/t d'oxyde de tungstène jaune (WO_3), qui est réduit de 10 à 15 % grâce à la récupération de la chaleur résiduelle (préchauffage de la matière première à partir des gaz d'échappement de torréfaction).

Consommation d'eau

10-15 m³/t d'oxyde de tungstène jaune (WO_3), recyclé à 80 % (eau de refroidissement, eau de lavage traitée en bassin de sédimentation).

Structure des coûts

Les matières premières représentent 70 % (environ 400-450 yuans/t), la consommation d'énergie et la main-d'œuvre représentent 20 % (environ 100-120 yuans/t), l'amortissement de l'équipement représente 10 % (environ 50 yuans/t) et le coût total est de 500-600 yuans/t.

Indicateurs environnementaux

Émissions de NH_3 <10 t/a (GB 16297-1996, <0,2 kg/h), eaux usées W <0,1 mg/L (GB 8978-1996, norme de premier niveau), poussières <0,5 mg/m³ (efficacité de dépoussiérage des sacs 99 %).

Améliorations des processus

La torréfaction à basse température (500 °C contre 600 °C) est utilisée pour réduire les pertes par volatilisation (taux de perte WO_3 <0,1 %) et prolonger la durée de vie du revêtement du four (6 à 8 mois).

10.2 Exemples de synthèse en laboratoire

Préparation de nanoparticules d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) par méthode hydrothermale

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le but de l'expérience est de

synthétiser des nanoparticules d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) à grande surface spécifique, qui conviennent à la recherche de photocatalyse, de capteurs de détection de gaz ou de dispositifs électrochromes.

Procédé expérimental pour la préparation de nanoparticules d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) par méthode hydrothermale

Préparation des matières premières et des équipements

matière première

Le tungstate de sodium ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, qualité AR, 5 g, pureté 99,5 %), acide chlorhydrique (HCl, 36 %-38 %, 10 mL), eau désionisée ($18,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$, 100 mL).

équipement

Réacteur en acier inoxydable revêtu de PTFE de 100 ml (3 MPa), four thermostatique (précision $\pm 1^\circ\text{C}$), centrifugeuse (jusqu'à 12 000 tr/min), nettoyeur à ultrasons (40 kHz, 300 W).

Préparation des précurseurs

Dissoudre 5 g de $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans 50 mL d'eau désionisée (concentration 0,3 mol/L) et agiter magnétiquement (300 tr/min, 10 min) jusqu'à dissolution complète.

Ajoutez 10 mL de HCl (taux de goutte de 1 mL/min) et ajustez le pH à 1-2 pour générer un $\text{WO}_3 \cdot \text{jaune H}_2\text{O}$ précipité. Remuez pendant 30 minutes pour assurer une réaction complète.

Centrifugation (8000 tr/min, 10 min), 3 lavages (50 mL chacun) avec de l'eau désionisée et dispersion ultrasonique (5 min) pour éliminer le NaCl et les acides résiduels.

Réactions hydrothermales

La pastille a été remise en suspension dans 60 mL d'eau désionisée (rapport solide-liquide de 1:12), soniquée pendant 10 minutes et transférée dans un réacteur (rempli à 60 %).

condition

Le four est réglé à 180°C , maintenu au chaud pendant 12 heures, chauffé à $2^\circ\text{C}/\text{min}$ et refroidi naturellement à température ambiante (environ 4-6 h).

Post-traitement

Le produit a été centrifugé (10 000 tr/min, 15 min), lavé deux fois avec de l'eau désionisée et de l'éthanol (30 ml chacun) et séché sous vide à 80°C pendant 6 heures (0,1 MPa).

Caractériser les résultats

apparence

La microscopie électronique à balayage (MEB, ZEISS Sigma 300) montre des nanotiges d'une longueur de 50 à 100 nm, d'un diamètre de 10 à 20 nm et d'une distribution

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

uniforme.

Métamorphose

La diffraction des rayons X (XRD, Bruker D8 Advance, Cu K α) confirme la phase monoclinique (JCPDS 43-1035), avec des pics principaux clairs (002), (020) et (200).

Surface spécifique

La méthode d'adsorption d'azote (BET, Micromeritics ASAP 2020) a mesuré 40-50 m²/g, taille des pores 5-10 nm (BJH).

Composition chimique

XPS (Thermo Fisher ESCALAB 250Xi) affiche des pics W 4f (35,5 eV et 37,6 eV), un pic O 1s (530,2 eV) et aucun résidu Na.

Décomposition thermique AMT pour préparer une expérience d'oxyde de tungstène jaune (WO₃) à l'échelle du micron

L'objectif de l'expérience était de préparer de l'

oxyde de tungstène jaune (WO₃) de taille micrométrique par décomposition thermique du paratungstate d'ammonium (AMT), de vérifier la faisabilité du processus de grillage industriel en laboratoire, et d'optimiser les conditions de décomposition.

Procédure expérimentale

Préparation des matières premières et des équipements

matière première

Paratungstate d'ammonium ((NH₄)₂WO₄, grade AR, 10 g, pureté 99,8 %).

équipement

Four à moufle (SX2-4-10, jusqu'à 1000°C), creuset en alumine (50 mL), hotte (vitesse du vent 0,5-1 m/s), balance analytique (précision 0,0001 g).

Décomposition thermique

Placez 10 g d'AMT dans un creuset uniformément réparti (<5 mm d'épaisseur) et placez-le dans le four à moufle.

condition

Atmosphère de l'air, taux de chauffage 5°C/min, maintien au chaud à 550°C pendant 2 heures, taux de refroidissement 5°C/min à température ambiante.

réagir

$(\text{NH}_4)_2\text{WO}_4 \rightarrow \text{WO}_3 + 2\text{NH}_3\uparrow + \text{H}_2\text{O}\uparrow$, avec une perte de masse théorique de 16,7 % (NH₃ et H₂O).

Traitement des gaz d'échappement

Le NH₃ et le H₂O sont évacués dans une hotte et une bouteille d'absorption d'acide (100 ml, 10 % H₂SO₄) est intégrée au laboratoire.

Manipulation des produits

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

La poudre jaune a été recueillie, pesée (8,2-8,3 g), broyée avec un mortier d'agate pendant 5 min et tamisée (200 mesh, taille des pores 74 μm).

Rendement

La valeur mesurée est de 8,2 g, la valeur théorique est de 8,3 g et le rendement est de 98 % à 99 %.

stocker

La bouteille en plastique a été scellée (HR < 50 %) pour éviter l'absorption d'humidité.

Caractériser les résultats

apparence

Le MEB présente une granularité, d'une taille de 1 à 5 μm , une surface lisse et une petite quantité d'agglomération.

Métamorphose

La DRX confirme une phase oblique unique (JCPDS 43-1035), l'absence d'hétérophases (NH_4^+ ou $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

pureté

ICP-OES (PerkinElmer Optima 8000) a déterminé WO_3 > 99,5 %, Impureté Mo < 0,01 %, Fe < 0,005 %.

analyse thermique

TG-DSC (NETZSCH STA 449 F3) a montré que la décomposition était terminée à 400-550 °C avec une perte de masse de 16,5 %.

Expérience supplémentaire : préparation d'un film d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) par méthode solvothermique

Le but de l'expérience était de

faire pousser in situ un film d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) sur le substrat pour des dispositifs électrochromes.

Procédure expérimentale

Matières premières et équipements

Tungstate de sodium (5 g), HCl (10 mL), éthanol (50 mL), verre conducteur FTO (2×2 cm).

Réacteur (100 ml), four, nettoyeur à ultrasons.

Précurseurs et sédimentation

$\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a été dissous dans 30 mL d'eau désionisée, le HCl a été ajouté goutte à goutte à pH 1-2 et le précipité a été dissous dans 50 mL d'éthanol (concentration de 0,2 mol/L).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le verre FTO a été nettoyé par ultrasons (10 minutes pour l'éthanol et l'acétone), placé au fond du réacteur et une solution de précurseur (remplissage à 50 %) a été ajoutée. Garder au chaud à 160°C pendant 8 heures, refroidir et retirer, puis sécher au sèche-linge (60°C, 4 h).

Caractérisation

Topographie : Le MEB montre une épaisseur de film de 200 à 300 nm et des nanoparticules de surface (20 à 50 nm).

Polymorphe : la DRX confirme la phase monoclinique.

Performance : Test électrochrome (voltampérométrie cyclique, variation de 70 % à 20 % de la transmittance, temps de réponse de 5 à 10 s).

10.3 Analyse des données et discussion des résultats

Paramètres expérimentaux typiques et résultats de caractérisation

Nano oxyde de tungstène jaune hydrothermal (WO_3)

Impact des paramètres

température

À 150°C, $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ est généré (pic XRD JCPDS 18-1417), et à 180°C, il est complètement déshydraté en WO_3 monoclinique, et à 200°C, les grains poussent (longueur 100-150 nm, MEB).

pH

Des nanobâtonnets (rapport d'aspect 5-10) se sont formés à un pH de 1-2, les particules se sont agglomérées à un pH de 3-4 (taille des particules de 200-500 nm) et aucune précipitation n'a eu lieu à un pH >5.

Heure

La formation initiale du noyau cristallin (taille des particules de 10 à 20 nm) a été de 6 h, la morphologie était stable à 12 h et le grain a légèrement augmenté (10 % à 20 %) à 24 h.

concentration

0,1 mol/L a produit des nanoparticules dispersées et 0,5 mol/L a formé des nanofeuilles (épaisseur 20-30 nm).

résultat

La surface spécifique est de 40 à 50 m^2/g (BET), ce qui est 4 à 5 fois plus élevé que celle du micron (5 à 10 m^2/g), et la dégradation photocatalytique du bleu de méthylène est de 20 à 30 % plus efficace (test UV-Vis, 365 nm).

Bord d'absorption de la lumière en phase monoclinique 450-470 nm (bande interdite 2,6-2,7 eV, réflexion diffuse UV-Vis) pour les applications en lumière visible.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

La morphologie des nanobâtonnets a augmenté le site actif et la sensibilité au gaz (détection de NO_2) a augmenté de 50 % (taux de changement de résistance).

AMT Décomposition thermique Micron Oxyde de tungstène jaune (WO_3)

Impact des paramètres

température

À 400°C , la décomposition n'était pas complète (TG résiduel 5 %-10 % NH_4^+), à 500°C , du WO_3 monoclinique a été généré, à 550°C , les grains étaient uniformes, et à 600°C , une phase orthorhombique est apparue (XRD JCPDS 20-1324).

Temps de maintien au chaud

Le taux de conversion était de 90 % (TG) en 1 h, de 98 % à 99 % en 2 h, et aucun changement significatif en 3 h.

atmosphère

La volatilisation du NH_3 dans l'air est terminée, l'atmosphère de N_2 est incomplète (2 % à 3 % de NH_4^+ résiduel) et l'atmosphère d' O_2 se décompose plus rapidement (en 1,5 h).

Épaisseur de l'échantillon

Décomposition interne irrégulière à >10 mm (XRD $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

résultat

La taille des particules de 1 à 5 μm convient aux supports de pigments ou de catalyseurs industriels, et la pureté $> 99,5$ % est conforme aux normes YS/T 535-2006 et ASTM E291-18.

La phase monoclinique présente une stabilité thermique élevée (pas de changement de phase à $<600^\circ\text{C}$), mais une faible activité photocatalytique (petite surface spécifique).

Les émissions de NH_3 à l'échappement doivent être contrôlées (environ 0,1 à 0,2 g/g d'AMT dans l'expérience) et des dispositifs d'absorption doivent être ajoutés pour l'amplification industrielle.

Film d'oxyde de tungstène jaune solvothermique (WO_3)

Impact des paramètres

température

À 140°C , le film était discontinu, à 160°C l'épaisseur était uniforme et à 180°C les particules étaient trop grosses (50-100 nm).

Rapport de solvant

L'éthanol/l'eau 1:1 forme un film dense et l'éthanol pur forme une structure lâche (20 à 30 % de porosité).

Heure

L'épaisseur du film était insuffisante (<100 nm) à 4 h, a atteint 200-300 nm à 8 h et n'a montré aucun épaississement évident à 12 h.

résultat

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le film a d'excellentes performances électrochromes (70 % à 20 % de transmission de la lumière, 500 cycles sans atténuation), ce qui le rend adapté aux applications de fenêtres intelligentes.

La structure en phase monoclinique est dense et résistante à la corrosion (1 M HCl trempé pendant 24 h sans pelage).

La surface spécifique est faible (10-15 m²/g) et l'activité photocatalytique est limitée.

Comparaison complète

Méthode hydrothermale

Faible rendement (50-100 mg/lot) et coût élevé (environ 1000 yuans/kg), adapté aux nanomatériaux à haute valeur ajoutée.

Décomposition thermique AMT

Haut rendement (grade G), faible coût (50-100 yuans/kg), adapté à la mise à l'échelle industrielle.

Méthode solvothermique

Rendement moyen (surface de film limitée) et coût d'environ 500 RMB/m², dédié aux dispositifs à couches minces.

Scénarios d'application

Le Nano WO₃ est utilisé pour la photocatalyse et les capteurs, le Micro WO₃ est utilisé pour les pigments et les catalyseurs, et le WO₃ à couche mince est utilisé pour l'électrochrome.

10.4 Considérations expérimentales

Sélection de l'équipement et fonctionnement en toute sécurité

Sélection de l'appareil

Méthodes hydrothermales et solvothermiques

Réacteur

Revêtement en PTFE (résistant aux HCl, jusqu'à 250°C), boîtier en acier inoxydable (résistant à la pression >3 MPa, épaisseur de paroi 5-10 mm). Le degré de remplissage est de <80 % pour éviter d'éclater la bouilloire.

four

Contrôle constant de la température ±1°C, avec protection contre la surchauffe (mise hors tension automatique à >200°C), bonne ventilation (pour éviter l'accumulation de gaz d'échappement).

centrifugeuse

Vitesse de rotation 8000-12000 tr/min, équipé d'un tube à centrifuger de 50 ml, matériau résistant aux acides (PP ou PTFE).

Nettoyeur à ultrasons

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Puissance 200-300 W, fréquence 40 kHz, nettoyage du substrat ou dispersion des précipitations.

Décomposition thermique AMT

Moufle

Puissance 4-10 kW avec orifice d'échappement (50 mm de diamètre), uniformité de la température $\pm 5^{\circ}\text{C}$, thermostat (réglage PID).

creuset

Al_2O_3 (1600°C) ou SiO_2 (1200°C), capacité 20-50 mL, éviter les creusets métalliques (contamination de WO_3).

Hotte

Vitesse du vent 0,5-1 m/s, plans de travail résistants à la corrosion (PP ou céramique), absorption des gaz d'échappement.

Équipement de caractérisation

SANS

La tension d'accélération est de 5-15 kV et l'échantillon est plaqué or (épaisseur 5-10 nm).

DRX

$\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), plage de balayage $10^{\circ} - 80^{\circ}$, taille du pas $0,02^{\circ}$.

MAIS

Dégazage à 200°C , 4 h, température d'adsorption N_2 77 K.

Fonctionnement sûr

Protection chimique

Fonctionnement acide-base

Le HCl et le NaOH sont utilisés avec des gants en nitrile (0,4-0,6 mm d'épaisseur, résistants à la perforation), des lunettes d'étanchéité (ANSI Z87.1) et des combinaisons anti-poussière en polyester (respirabilité $10\text{-}20 \text{ cm}^3/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$).

Protection contre la poussière

Porter un masque N95 (efficacité de filtration $>95 \%$) et éviter l'inhalation (concentration $<3 \text{ mg}/\text{m}^3$, GBZ 2.1-2019). Nano WO_3 recommande les masques N100 ($>99,97 \%$).

Exigences en matière de ventilation

Le débit d'air dans le laboratoire est de $>0,3 \text{ m/s}$, et la manipulation de la poussière est effectuée dans une hotte.

Protection contre les hautes températures

Bouilloire

Refroidir à $<50^{\circ}\text{C}$ et ouvrir (environ 4-6 h), éviter l'éjection de vapeur et utiliser des clips résistants à la chaleur (résistant à la température $>200^{\circ}\text{C}$).

Moufle

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Après la torréfaction, la température du creuset est de $>300^{\circ}\text{C}$, portez des gants isolants thermiques (résistant à une température de 500°C) et placez-le sur des briques réfractaires pour qu'il refroidisse.

Vêtements de protection thermique

Une protection complète du corps (résistance à la température 100°C , capot inclus) est recommandée pour l'amplification industrielle.

Traitement des gaz résiduels et des déchets liquides

NH_3

Absorption de 10 % de H_2SO_4 en laboratoire (100-200 mL/expérience), colonne de décapage à usage industriel (taux d'absorption $>95\%$), émission $<80\text{ mg/m}^3$ (GB 16297-1996).

Liqueur usée

Le W (5-10 mg/L) a été précipité avec du $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (pH 9-10, taux de récupération de 95 %), et le surnageant W $<0,5\text{ mg/L}$ (GB 8978-1996). Les eaux usées contenant du NaCl ont été évaporées et concentrées pour récupérer le sel.

poussière

Essayez l'éponge (à l'eau ou à l'éthanol) de la paille, recueillez-la dans un sac scellé et jetez-la comme déchet non dangereux.

Mesures d'urgence

Fuite de poussière

Couvrez les petites quantités ($<10\text{ g}$) avec un chiffon humide, les grandes quantités ($>100\text{ g}$) nettoyez avec un aspirateur HEPA (puissance 1-2 kW), le nettoyage à sec est interdit.

Contact peau à peau

Lavez-vous à l'eau et au savon pendant 10 à 15 minutes et consultez un médecin si l'érythème persiste.

Contact visuel

Rincez-vous à l'eau ou au sérum physiologique pendant 15 minutes, vérifiez votre vision et consultez immédiatement un médecin si vous êtes flou.

Manger

Provoquer des vomissements ($>500\text{ mg}$), boire de 200 à 300 ml et se rendre d'urgence à l'hôpital (avec SMS).

Défaillance de l'équipement

Lorsque la pression de la bouilloire hydrothermale est relâchée ou que le four à moufle est en surchauffe, coupez l'alimentation électrique, évacuez vers un endroit sûr et aérez pendant 30 minutes avant l'inspection.

Références

Institut national de la sécurité et de la santé au travail (NIOSH). (2016). *Fiche de données de sécurité WO_3* .

Li ming. (2021). Toxicité et risque environnemental des nanoparticules d'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Journal des sciences de l'environnement.

Zhang, Y., et al. (2018). Synthèse hydrothermale de nanotiges de WO_3 pour des applications photocatalytiques. *Journal de chimie des matériaux A*.

WANG Qiang. (2020). Optimisation de nanostructures d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) préparées par méthode hydrothermale. *Journal de chimie inorganique*.

Chen, X., et al. (2019). Décomposition thermique du métatungstate d'ammonium en WO_3 : mécanisme et cinétique. *Thermochimica Acta*.

Croc Liu. (2022). Paramètres de procédé pour la préparation de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) par décomposition thermique de l'AMT. *Journal CIESC*.

Li. (2021). Propriétés des films d'oxyde de tungstène jaune (WO_3) préparés par la méthode solvothermique. *Revue chinoise de science et d'ingénierie des matériaux*.

《钨酸和氧化钨》(YS/T 535-2006).

ASTM E291-18. (2018). *Méthodes d'essai standard pour l'analyse chimique du tungstène*.

GB 16297-1996. Normes d'émission complètes pour les polluants atmosphériques.

GB 8978-1996. « Norme complète de décharge des eaux usées ».

GBZ 2.1-2019. Limites d'exposition professionnelle aux dangers sur le lieu de travail Partie 1 : Risques chimiques.

WANG Lei. (2020). Optimisation du processus hydrométallurgique du concentré de tungstène. *Métaux non ferreux*.

Smith, J., et al. (2022). Production à l'échelle industrielle de trioxyde de tungstène : efficacité et durabilité. *Recherche en chimie industrielle et en ingénierie*.

ZHANG Fang. (2023). Progrès de la technologie de protection de l'environnement dans la production d'oxyde de tungstène jaune (WO_3). *Protection chimique et environnementale*.



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

GROUPE CTIA

Trioxyde de tungstène (tungstène jaune, WO_3 , trioxyde de tungstène jaune, YTO)

Introduction

1. Vue d'ensemble du trioxyde de tungstène

Le trioxyde de tungstène de CTIA GROUP (appelé tungstène jaune, WO_3) est produit par un processus de calcination à haute température au paratungstate d'ammonium, qui répond aux exigences du produit de première classe GB/T 3457-2013 « Tungsten Oxide ». Le tungstène jaune est largement utilisé dans la préparation de poudre de tungstène, de carbure cémenté, de fil de tungstène et de colorants céramiques en raison de sa forme de poudre de cristal jaune clair, de sa grande pureté et de sa stabilité chimique. CTIA GROUP s'engage à fournir des produits de tungstène jaune de haute qualité pour répondre aux besoins de la métallurgie des poudres et de la fabrication industrielle.

2. Caractéristiques du trioxyde de tungstène

Composition chimique : WO_3 .

Pureté : $\geq 99,95\%$ avec une très faible teneur en impuretés.

Apparence : Poudre de cristal jaune clair, couleur uniforme.

Polymorphe : monoclinique (le plus fréquent à température ambiante), groupe d'espace P21/n.

Haute stabilité : stable à l'air, insoluble dans l'eau et les acides inorganiques à l'exception de l'acide fluorhydrique.

Réactivité : Il peut être réduit en poudre de tungstène par l'hydrogène ($>650^\circ\text{C}$) ou le carbone ($1000-1100^\circ\text{C}$).

Uniformité : Distribution uniforme des particules, adaptée au traitement en aval.

3. Spécifications du trioxyde de tungstène

index	CTIA GROUP Tungstène jaune première qualité standard
Teneur en WO_3 (% en poids)	$99,95 \geq$
Impureté (% en poids, max.)	$\text{Fe} \leq 0.0010, \text{Mo} \leq 0.0020, \text{Si} \leq 0.0010, \text{Al} \leq 0.0005, \text{Ca} \leq 0.0010, \text{Mg} \leq 0.0005, \text{K} \leq 0.0010, \text{Na} \leq 0.0010, \text{S} \leq 0.0005, \text{P} \leq 0.0005$
Humidité (% en poids)	$0,05 \leq$
Taille des particules	1-10(μm ,FSSS)
Densité lâche	2,0 à 2,5 (g/cm^3)
Personnalisation	Les limites de taille des particules ou d'impuretés peuvent être personnalisées en fonction des exigences du client

4. Emballage et garantie en trioxyde de tungstène

Emballage : Sac en plastique scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou sac tissé, poids net 50 kg ou 100 kg, conception étanche à l'humidité.

Garantie : Chaque lot est accompagné d'un certificat de qualité, comprenant la teneur en WO_3 , l'analyse des impuretés, la taille des particules (méthode FSSS), la masse volumique et les données d'humidité.

5. Informations sur l'approvisionnement en trioxyde de tungstène

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

Pour plus d'informations sur le jaune de tungstène, veuillez consulter le site Web en ligne de Chinatungsten

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

appendice

Annexe A : Fiche technique physique et chimique de l' oxyde de tungstène
jaune (WO₃).

Fiche technique physique et chimique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃)

Catégorie d'attribut	Le nom de la propriété	Numérique/Description	Remarques/Source
Informations de base	Nom chimique	黄色氧化钨 (Trioxyde de tungstène)	Dénomination IUPAC
	formule chimique	WO ₃	-
	Numéro CAS	1314-35-8	Chemical Abstracts Service
	L'EINECS	215-231-4	Numéro du Registre européen des produits chimiques
	Masse molaire	231,84 g/mol	Valeurs calculées, basées sur W (183,85) et O (15,999)
	isotope	Il s'agit principalement de W-184 (abondance naturelle de 30,64 %), et il n'y a pas de radioactivité significative	Données isotopiques du NIST
Physique	apparence	poudre jaune à jaune-vert (micron, 5-20 µm) ; Jaune vif (échelle nanométrique, < 100 nm)	La forme cristalline, la taille des particules et la méthode de préparation affectent la couleur
	densité	7,16 g/cm ³ (phase monoclinique, 25°C) ; 7,20-7,30 g/cm ³ (nanomètre, selon la porosité)	ASTM E291-18, Effet de porosité BET
	point de fusion	1473°C (1700 K)	Manuel de chimie et de physique du CRC, 2023
	point d'ébullition	> 1700°C (décomposé, non bouillant, WO ₂₉ et O ₂).	Volatilité significative à haute température, vérifiée par TG-DSC
	Solubilité (eau)	<0,01 g/L (25 °C, pH 7) ;0,02-0,05 g/L (pH 4, 25 °C)	Légèrement soluble, légèrement augmenté dans des conditions acides
	Solubilité (acide)	HCl : 0,1 à 0,5 g/L (25 °C) ; H ₂ SO ₄ : 1-2 g/L (acide concentré, chauffé) ; HF : soluble (génère H ₂ WO ₄ ou WF ₆)	L'acide tungstique ou le fluorure se forme dans les acides forts
	Solubilité (base)	Soluble dans NaOH/KOH (jusqu'à WO ₄ ²⁻ , 10-50 g/L, 25°C)	La solubilité est plus élevée à haute température et pression

	Métamorphose	Monoclinique (25 ° C, P21/n, le plus courant) ; orthorhombique (330-740° C) ; téragonale (>740° C) ; Triclinique (-50-17° C)	DRX (JCPDS 43-1035), dépendance à la température
	Paramètres du réseau (monoclinical)	a = 7,306 Å, b = 7,540 Å, c = 7,692 Å, β = 90,91° (25°C)	JCPDS 43-1035
	Gamme granulométrique	Micron : 1-20 μm ; Nano : 10 à 100 nm	MEB/TEM, préparation hydrothermale ou de décomposition thermique
	Surface spécifique	Micron : 5-10 m²/g ; Nanomètre : 20-50 m²/g (hydrothermal) ; Jusqu'à 100 m²/g (dépôt en phase vapeur)	BET, méthode de préparation et détermination de la taille des particules
	dureté	dureté de Mohs 4-5 (échelle du micron) ; Légèrement inférieur dans la gamme nanométrique (3,5-4,5)	Détermination du testeur de microdureté
	Conductivité thermique	1,5 à 2,0 W/(m·K) (25 °C) ; 2,5 à 3,0 W/(m·K) (500 °C)	Phase monoclinique, où la conductivité thermique augmente avec la température
Propriétés thermodynamiques	Enthalpie standard de formation (ΔH _f °)	-842,9 kJ/mol (25° C, phase monoclinique)	WebBook de chimie du NIST
	Entropie standard (S°)	75,9 J/(mol·K) (25°C, phase monoclinique)	Manuel de la Convention relative aux droits de l'enfant
	Énergie libre standard de Gibbs (ΔG _f °)	-763,8 kJ/mol (25°C, phase monoclinique)	Valeurs calculées, NIST
	Capacité thermique spécifique (C _p)	0,29 J/(g·K) (25°C) ; 0,32 J/(g·K) (500°C)	Test DSC avec une légère augmentation de la température
	Coefficient de dilatation thermique	8,0 × 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (25-500°C) ; 10-12 × 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (500-1000°C)	Phase monoclinique, données d'analyse thermique
	volatilité	La volatilisation commence > 1100°C pour former WO ₂₉ et O ₂ ; Taux de volatilisation à 1200°C 5 %-10 %/h	TG-DSC, Atmosphère de l'air
	Température de changement de phase	Monoclinique → orthorhombique : 330 ° C ; orthorhombique → téragonale : 740° C	Validation DSC et XRD
Optiques avec	Énergie de	2,6-2,8 eV (phase monoclinique, 25 ° C) ; 2,4-2,6 eV (é	Réflectance diffuse UV-Vis,

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Propriétés électriques	l'ouverture de bande (E _g)	chelle nanométrique, effet quantique)	jaune en raison de l'absorption de la lumière visible
	Absorbez les bords	450-470 nm (micromètre) ; 420-450 nm (nanomètre)	Spectroscopie, plus la taille des particules est petite, plus le décalage vers le bleu
	Indice de réfraction	2,2-2,5 (550 nm, phase monoclinique) ; 2.0-2.3 (nanofilms)	Ellipse, effet de densité du film
	conductivité électrique	10 ⁻⁶ -10 ⁻⁴ S/cm (25°C, semi-conducteur de type n) ; 10 ⁻³ -10 ⁻² S/cm (500°C)	Méthode à quatre sondes, le dopage (par exemple, H ⁺) est considérablement amélioré
	Constante diélectrique	20-50 (1 kHz, 25 °C) ; 10-30 (nanomètre, influence de l'humidité)	Mesure de capacité, polymorphe et sensibilité à l'humidité
	Propriétés électrochromes	La transmittance change de 70 % à 20 % (500 nm, 1 V) ; Temps de réponse 5-10 s	Voltampérométrie cyclique, échantillons de couches minces
Propriétés chimiques	État d'oxydation	W ⁺⁶ (primaire)	XPS,W 4f 峰 35.5 eV 和 37.6 eV
	Chimie de surface	La surface contient des liaisons W-OH et W=O, et adsorbe H ₂ O à une humidité élevée (augmentation de masse de 1 à 5 %)	FTIR et XPS, formation d'hydrates
	stabilité	<600 ° C stable ; >Transition de phase à 750 ° C vers orthorhombique/trigonale ; >1100 ° C volatile	Atmosphère de l'air, validation de l'analyse thermique
	Réagit avec les acides	WO ₃ + 6HCl → WCl ₆ + 3H ₂ O (lent, nécessite 80-100°C)	La température élevée accélère la réaction, ce qui entraîne des CMI ₆ volatiles
	Réagit avec l'alcali	WO ₃ + 2NaOH → Na ₂ WO ₄ + H ₂ O (lent à 25°C, rapide à >100°C)	Réponse plus rapide à haute pression
	Réagit avec l'agent réducteur	WO ₃ + 3H ₂ → W + 3H ₂ O (800-1000°C) ; WO ₃ + 3C → W + 3CO (900-1200°C)	La poudre de tungstène industrielle est couramment utilisée
	Oxydation	Métaux oxydables à faible valence (par exemple Fe ²⁺ → Fe ³⁺ , catalyseur requis)	Oxydation faible, photocatalyse améliorée
	Hydrolysabilité	L'humidité relative >60 % génère WO ₃ · H ₂ O ; >80 % génère WO ₃ · 2H ₂ O	dosage TG, l'adsorption de l'eau augmente avec l'indice d'humidité
Propriétés électrochimiques	potentiel redox	WO ₃ /W : +0,03 V (contre SHE, pH 0)	Électrode d'hydrogène standard, conditions acides

	Potentiel de courroie plate (E_fb)	-0,1 à -0,3 V (par rapport à SCE, pH 7)	M é thode Mott-Schottky, semi-conducteur de type n
	Concentration des porteurs	10 ¹⁶ -10 ¹⁸ cm ⁻³ (25°C, non dopé)	Stuart O'Neill (10 minutes)
Données sur la sécurité et l'environnement	Toxicité aiguë	DL ₅₀ (voie orale, souris) >2000 mg/kg ; LC ₅₀ (inhalation, rat) >5 mg/L (4 h)	Lignes directrices 401/403 de l'OCDE à faible toxicité
	Toxicité chronique	0,5 mg/m ³ inhalé (90 jours, rat) : pneumonie légère, pas de fibrose	Selon les données de la littérature, la toxicité à l'échelle nanométrique est légèrement plus élevée
	Limites d'exposition professionnelle	3 mg/m ³ (TWA sur 8 h, GBZ 2.1-2019) ; 5 mg/m ³ (ACGIH TLV, 2023)	Contrôle de la concentration de poussière, échelle nanométrique recommandée <0,1 mg/m ³
	Écotoxicité	CL ₅₀ du poisson >100 mg/L (96 h) ; EC ₅₀ d'algues >50 mg/L (72 h)	OCDE 203/201, absence de toxicité aiguë significative
	Classification SGH	H335 (peut provoquer une irritation respiratoire) ; Mots d'avertissement : attention ; Pictogramme : Point d'exclamation (GHS07)	Normes SGH des Nations Unies
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA			
Autres caractéristiques :	magnétisme	Non magnétique (paramagnétisme très faible, $\chi_m \approx 10^{-6}$ émeu/g)	Matériaux non ferromagnétiques, détermination VSM
	Vitesse	Environ 4000-4500 m/s (phase monoclinique, 25 ° C)	Ultrasons, effet de densité cristalline
	Conductivité thermique	1,5 à 2,0 W/(m K) (25 °C) ; 2,5 à 3,5 W/(m K) (500 °C)	Méthode du flash laser, légèrement inférieure dans la gamme nanométrique
	Module de Young	50-70 GPa (phase monoclinique, gamme du micron)	Test de nanoindentation
	RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA		

Annexe B : Procédures expérimentales pour les méthodes d'analyse courantes

PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE POUR UNE MÉTHODE ANALYTIQUE COMMUNE POUR L'OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO₃).

1. Guide pratique de la diffraction des rayons X (XRD)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Objectif Analyser

la forme cristalline (par exemple, phase monoclinique, orthogonale, tétragonale), la taille des grains et la pureté de phase de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Équipement et matériaux

instrument

Diffractomètre à rayons X (par exemple Bruker D8 Advance ou Rigaku SmartLab, rayonnement $\text{Cu K}\alpha$, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$).

raccords

Platine d'échantillonnage (verre, plaquette de silicium sans fond ou disque en aluminium), mortier et pilon en agate, balance analytique (0,0001 g), micropipette (10-100 μL).

échantillon

Poudre WO_3 (micron ou nanométrique, 0,5-2 g).

Ravitaillement

Éthanol (qualité analytique), papier filtre, four (60-80° C).

Procédure expérimentale

Préparation des échantillons

Broyage des poudres

Placez 0,5 à 2 g d' WO_3 dans un mortier d'agate et broyez pendant 5 à 15 minutes jusqu'à obtenir une poudre fine homogène (granulométrie $<50 \mu\text{m}$) pour éviter la rupture des cristaux causée par un broyage excessif.

Méthode de chargement

Méthode de la poudre sèche

Étalez la poudre à plat sur la platine d'échantillon (20 mm de diamètre) et aplatissez-la à l'aide d'une lame (1 à 2 mm d'épaisseur) pour vous assurer qu'il n'y a pas de fissures ou de bosses à la surface.

Tournage humide

Des échantillons à l'échelle nanométrique ont été dispersés avec de l'éthanol (0,5 à 1 ml), soniqués pendant 5 minutes (40 kHz, 100 W), recouverts d'une plaquette de silicium sans fond (5×5 cm) et séchés à 60 °C pendant 30 à 60 minutes.

Contrôles de qualité

Inspectez visuellement l'uniformité de l'échantillon et essuyez doucement les bords avec du papier filtre pour enlever l'excès de poudre.

Préparation de l'instrument

Botte

Démarrez l'instrument, réchauffez-le pendant 30 à 60 minutes et vérifiez le tube à rayons X (tension 40-45 kV, courant 30-40 mA).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Paramètres

Plage de balayage : 10° - 80° (2θ , couvrant le pic principal WO_3).

Taille du pas : $0,01^{\circ}$ - $0,02^{\circ}$ ($0,01^{\circ}$ pour une haute résolution).

Vitesse de balayage : $1-4^{\circ}$ /min (criblage rapide 4° /min, analyse précise 2° /min).

Fente : Fente divergente $0,5^{\circ}$, fente réceptrice $0,1-0,3$ mm.

étalonnage

La position et l'intensité du pic ont été calibrées avec de la fumée de silice standard (NIST SRM 640e, pic principal $28,44^{\circ}$) ou du corindon (Al_2O_3 , pic principal $35,15^{\circ}$) (erreur $<0,02^{\circ}$).

Acquisition de données

Fixez la platine dans le compartiment à instruments et ajustez la hauteur pour l'aligner avec le faisceau de rayons X (diamètre du spot $5-10$ mm).

Démarrez le balayage, enregistrez le motif de diffraction (environ $20-40$ min/échantillon) et observez la forme du pic en temps réel pour vous assurer qu'il n'y a pas de fluctuations anormales.

Répétez la mesure 2 à 3 fois, prenez la moyenne et vérifiez la cohérence de la position maximale (écart $<0,05^{\circ}$).

Optionnel

DRX haute température (avec accessoire haute température) de 25°C à 800°C ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) pour les transitions de phase (par exemple, monoclinique $\rightarrow$ orthogonale).

Analyse des données

Correspondance polymorphe

Comparez les cartes JCPDS à l'aide d'un logiciel (MDI Jade, HighScore ou X'Pert) : phase monoclinique (43-1035), phase orthorhombique (20-1324), phase tétragonale (89-4476).

Granulométrie

Formule de Scherrer $D = K \lambda / (\beta \cos \theta)$, $K = 0,9$, β est la largeur à mi-hauteur (radians), résultats typiques : micron $1-5$ μm , nanomètre $20-50$ nm.

analyse quantitative

La méthode de raffinement de Rietveld calcule le contenu en phase (par exemple, $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ hétérophasé).

Détection d'impuretés

Identifier NH_4^+ (résidu d'AMT, environ 32°) ou $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (environ $16^{\circ}-18^{\circ}$).

Exemple de résultats

Phase monoclinique WO_3 :(002) $23,1^{\circ}$, (020) $23,6^{\circ}$, (200) $24,4^{\circ}$, granulométrie 30 nm (hydrothermal).

Phase orthogonale (torréfaction à 500°C) : décalage de $22,8^{\circ}$ à $24,0^{\circ}$ par rapport au pic principal.

Problèmes courants et solutions

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Décalage de crête

La hauteur de l'échantillon n'est pas alignée, ajustez l'étage d'échantillonnage au point zéro.

Faible intensité de crête

Si le volume de l'échantillon est insuffisant, augmentez à 1-2 g ou prolongez le temps de balayage.

Bruit de fond élevé

Vérifiez les paramètres de fente ou remplacez la plaquette sans arrière-plan.

Précautions de sécurité

Portez des vêtements de protection contre les rayonnements pour éviter les fuites de rayons X (fermez le couvercle de protection lors de l'utilisation).

Le broyage et l'égouttage sont effectués dans une hotte avec un masque N95 porté.

Portez des gants isolants thermiques lors de l'utilisation de l'accessoire haute température et prélevez des échantillons après refroidissement.

2. Guide opérationnel de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Objectif Détecter

les liaisons chimiques (par exemple, W-O, W-OH), les adsorbants de surface (par exemple, H₂O) et les impuretés de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Équipement et matériaux

instrument

Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (tel que le Thermo Nicolet iS50 ou le PerkinElmer Spectrum Two).

raccords

Moule à comprimés KBr (13 mm de diamètre), fixation ATR (cristal de diamant ou de ZnSe), four IR (60-80°C), mortier d'agate.

échantillon

Poudre WO₃ (2-10 mg), KBr (qualité spectroscopique, 100-300 mg).

Ravitaillement

Éthanol, papier filtre, dessiccant (gel de silice).

Procédure expérimentale

Préparation des échantillons

Méthode de la tablette KBr :

Prendre 2 à 5 mg d'WO₃ et 100 à 200 mg de KBr (rapport massique 1:50-1:100) et broyer dans un mortier d'agate pendant 5 à 10 minutes jusqu'à ce qu'ils soient homogènes (pas de grain).

Le mélange est versé dans un moule et pressurisé par une presse à comprimés pour 10-15 MPa et maintenu pendant 1-2 minutes pour obtenir des disques transparents (13 mm de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

diamètre et 0,5-1 mm d'épaisseur).

KBr pré-séchage (80 °C, 2-4 h) pour éliminer l'humidité, WO₃ non séchant si hydraté (état initial enregistré).

Méthode ATR : 1-2 mg de poudre WO₃ est placé directement sur la surface du cristal ATR et pressé doucement avec un pénétrateur (force 50-100 N).

Échantillons de couches minces : Les couches minces WO₃, telles que les substrats FTO, sont placées directement sur le cristal ATR ou dans le porte-échantillon de transmission.

Préparation de l'instrument

Réchauffez-vous (30 minutes) et vérifiez la source lumineuse (céramique ou halogène) et le détecteur (refroidissement à l'azote liquide pour MCT).

Paramètres

Gamme de numéros d'onde : 400-4000 cm⁻¹ (couvrant W-O et O-H).

Résolution : 2-4 cm⁻¹ (2 cm⁻¹ pour une haute résolution).

Nombre de scans : 16-64 (32 réguliers).

Arrière-plan : Air (transmissif) ou nettoyage des cristaux ATR.

Étalonnage : Les positions des pics ont été vérifiées à l'aide d'une membrane en polystyrène (1601 cm⁻¹ et 3027 cm⁻¹ avec une erreur de <1 cm⁻¹).

Acquisition de données

Méthode KBr : La tablette est placée dans un porte-échantillon de transmission, l'arrière-plan est collecté après la fixation (32 balayages) et le spectre de l'échantillon est mesuré (environ 1 à 2 minutes).

Méthode ATR : nettoyer les cristaux (essuyer à l'éthanol, sécher), collecter le fond, charger l'échantillon, presser et scanner.

Vérifiez les spectres : la ligne de base est droite, l'intensité du pic est modérée (transmittance 10 %-90 %), et le volume ou la pression de l'échantillon est ajusté s'il est anormal.

Analyse des données

Pics caractéristiques :

Éirement W-O : 600-1000 cm⁻¹ (pic principal 820-850 cm⁻¹, phase monoclinique).

Double liaison W=O : 930-950 cm⁻¹ (plus prononcée à l'échelle nanométrique).

Éirement O-H : 3400-3500 cm⁻¹ (adsorption d'eau).

Courbure O-H : 1600-1650 cm⁻¹ (eau cristallisée).

Impuretés : NH₄⁺ (1400-1500 cm⁻¹, résidu d'AMT), C-H (2800-3000 cm⁻¹, contamination organique).

Quantitatif : L'intégration de la zone de pointe permet d'estimer la teneur en eau (par rapport aux données TG).

Exemple de résultats

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Largeur d'un micron : $L \sim 820 \text{ cm}^{-1}$, une petite quantité de O-H 3400 cm^{-1} .
 WO_3 : à l'échelle nanométrique H_2O : pics forts 3400 cm^{-1} et 1630 cm^{-1} , teneur en humidité 3 %-5 %.

Problèmes courants et solutions

Interférence de l'humidité : absorption de KBr ou d'humidité de l'échantillon, reséchage ou manipulation dans une boîte à gants.

Pic faible : volume d'échantillon insuffisant, augmentation de WO_3 à 5-10 mg.

Dérive de la ligne de base : l'arrière-plan n'est pas soustrait et le spectre d'arrière-plan est réacquis.

Précautions de sécurité

KBr et WO_3 fonctionnent dans une hotte avec un masque et des gants.

Protégez vos mains lorsque vous exercez une pression sur la presse à comprimés et vérifiez que le moule est exempt de fissures.

Utilisez un chiffon doux pour le nettoyage des cristaux ATR afin d'éviter les rayures.

3. Guide d'utilisation de la microscopie électronique à balayage (MEB)

Objectif Observer

la morphologie microscopique, la distribution granulométrique et les caractéristiques de surface de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Équipement et matériaux

Instrument : Microscope électronique à balayage (tel que ZEISS Sigma 300, FEI Quanta 250 ou Hitachi SU8010).

Accessoires : ruban conducteur, enduiseur (cible Au/Pt), nettoyeur à ultrasons (40 kHz, 200-300 W), pince à épiler (non magnétique), four de séchage sous vide.

Échantillon : poudre WO_3 (5-20 mg) ou film (par exemple, substrat FTO).

Consommables : éthanol (analytiquement pur), papier filtre, pistolet de purge d'azote.

Procédure expérimentale

Préparation des échantillons

Echantillons de poudre :

Prenez 5 à 20 mg d' WO_3 et sonicate avec 1 à 2 ml d'éthanol pendant 5 à 15 minutes (puissance 100-200 W, éviter la surchauffe).

Dropwise, appliquez une pipette sur du ruban conducteur (fixé à la platine en aluminium, 12 mm de diamètre) et faites sécher sous vide à 60°C pendant 30 à 60 minutes.

Échantillons de film : coupés à $1 \times 1 \text{ cm}$, fixés avec du ruban conducteur et bordés de pâte d'argent pour améliorer la conductivité.

Revêtement : Placage d'or ou de platine avec un revêtement par pulvérisation cathodique ionique (épaisseur 5-10 nm, courant 15-20 mA, temps 30-60 secondes), sauter si

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'instrument prend en charge le vide faible ou le mode ESEM.

Préparation de l'instrument

Réchauffez-vous (30-60 minutes) et vérifiez le canon à électrons (tir sur le terrain ou filament de tungstène, tension stable).

Réglages des paramètres :

Tension d'accélération : 5-15 kV (10-15 kV en micron, 5-10 kV en nanomètre pour éviter les dommages).

Distance de travail : 5-10 mm (5-7 mm pour une haute résolution).

Détecteurs : SE (topographie), BSE (contraste élémentaire), EDS (en option, analyse élémentaire).

Grossissement : 100-50000 × (100-1000 × pour le balayage initial, 5000-50000 × pour le mesureur).

Étalonnage : Calibrez la distance focale et la résolution (résolution <5 nm) avec des particules d'or standard ou des plaquettes de silicium.

Acquisition de données

Placez la platine dans la chambre d'échantillonnage et mettez la vide à <10⁻⁵ mbar (5-10 minutes).

Ajustez la position de l'échantillon (axe X/Y/Z) pour faire la mise au point sur une image nette et optimiser le contraste et la luminosité (pour éviter la surexposition).

Prenez des images multizones (3 à 5 images/échantillon) et enregistrez le grossissement et les conditions de travail.

Analyse EDS (facultative) : sélectionnez une région, effectuez l'acquisition pendant 60 à 120 secondes et détectez W, O et les impuretés (par exemple, Na, Cl).

Analyse des données

Topographie : Identification des particules (sphériques, en forme de bâtonnets), du degré d'agglomération, de la rugosité de surface (analysées avec ImageJ).

Taille des particules : 50 à 100 particules sont comptées, et la moyenne et la distribution (normale ou asymétrique) sont calculées.

EDS : Le rapport atomique W :O est d'environ 1:3, la teneur en impuretés <1 % (comme Mo, Fe).

Exemple de résultats

WO₃ hydrothermale : nanotiges, 50-100 nm de longueur, 10-20 nm de diamètre.

WO₃ calciné : particules microniques, 1-5 µm, surface lisse.

Problèmes courants et solutions

Chargement de l'échantillon : images floues, augmentation de l'épaisseur du revêtement ou diminution de la tension à 5 kV.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Faible résolution : La distance de travail est trop grande, ajustez à 5-7 mm.

Chevauchement de pics EDS : Prolongez le temps d'acquisition ou améliorez la résolution énergétique.

Précautions de sécurité

Fermez la chambre d'échantillonnage pendant le fonctionnement pour éviter les fuites de faisceau d'électrons (risque de radiation).

Ultrasons et revêtement dans une hotte, porter des lunettes de protection.

Vérifiez la température ($<50^{\circ}\text{C}$) lorsque l'échantillon est retiré.

4. Guide d'utilisation de la microscopie électronique à transmission (MET)

Objectif Observer

la morphologie à l'échelle nanométrique, la structure en réseau et la morphologie à haute résolution de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Équipement et matériaux

Instrument : Microscope électronique à transmission (tel que JEOL JEM-2100F ou FEI Tecnai G2 F20, canon à émission de champ).

Accessoires : maille en cuivre de carbone (200-400 mesh), nettoyeur à ultrasons, pipette (10-50 μL), enduiseur (en option).

Échantillon : Nano poudre WO_3 (5-10 mg).

Procédure expérimentale

Préparation des échantillons

Prendre 5 à 10 mg d'éthanol, le disperser dans 2 à 5 mL d'éthanol et le sonicate pendant 10 à 20 minutes (40 kHz, 100 à 200 W).

Pipeter la suspension (10-20 μL), la déposer sur un treillis en cuivre de carbone et sécher naturellement (25°C , 30 min) ou 60°C pendant 15 min.

Vérifiez le treillis de cuivre : l'échantillon est uniformément réparti et il n'y a pas de grande agglomération.

Préparation de l'instrument

Réchauffez-vous (1 à 2 heures) et vérifiez le canon à électrons (200 kV) et le vide ($<10^{-7}$ mbar).

Réglages des paramètres :

Tension d'accélération : 100-200 kV (200 kV typique).

Grossissement : 5000-500000 $\times$ (5000-50000 $\times$ pour la morphologie à faible grossissement, 100000-500000 $\times$ pour le treillis à fort grossissement).

Caméra : CCD ou CMOS, résolution 4k $\times$ 4k.

Étalonnage : Étalonnage de la résolution (résolution spot $<0,2\text{ nm}$) avec des nanoparticules

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

d'or standard.

Acquisition de données

Fixez le treillis de cuivre au porte-échantillon, insérez-le dans la chambre TEM et évacuez vers $<10^{-6}$ mbar.

Ajustez la mise au point du faisceau d'électrons et balayez la zone de l'échantillon à faible grossissement (pour éviter les dommages causés par une irradiation excessive).

Capturez des cartes topographiques (5 000 à 50 000 $\times$), des cartes HRTEM haute résolution (plus de 100 000 $\times$) et enregistrez les franges en treillis.

En option : Diffraction sélective des électrons (SAED) pour l'analyse des polymorphes.

Analyse des données

Morphologie : Mesurer la taille des nanoparticules (longueur, diamètre) et observer les joints de grains et les défauts.

Treillis : Utilisez le logiciel DigitalMicrograph pour calculer l'espacement interplanaire (par exemple, phase monoclinique (200) 0,365 nm).

SAED : Faites correspondre les anneaux de diffraction pour confirmer la forme cristalline (par exemple, phase monoclinique).

Exemple de résultats

WO₃ hydrothermale : nanotiges, longueur 50-100 nm, espacement du réseau 0,384 nm ((020) face).

SAED : phase monoclinique avec motif annulaire clair.

Précautions de sécurité

Fermez la chambre TEM pendant le fonctionnement pour éviter les fuites de faisceaux d'électrons à haute énergie.

Les ultrasons dispersent le port d'un masque pour éviter l'inhalation de poussière.

Le treillis de cuivre est actionné avec une pince à épiler pour éviter la contamination.

5. Lignes directrices opérationnelles pour la spectroscopie ultraviolet-visible (UV-Vis)

Objectif Déterminer

l'énergie de bande interdite et les caractéristiques d'absorption de la lumière de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Équipement et matériaux

Instrument : Spectrophotomètre UV-Vis (par exemple, Shimadzu UV-2600 avec fixation de sphère d'intégration).

Accessoires : Cuvettes en quartz (longueur de trajet de 1 cm), plaques standard BaSO₄, nettoyeurs à ultrasons.

Échantillon : poudre WO₃ (10-20 mg) ou film.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Procédure expérimentale

Préparation des échantillons

Poudre (réflectance diffuse) : prélever 10 à 20 mg d' WO_3 , broyer uniformément, déposer à plat dans la cellule d'échantillon (1 à 2 mm d'épaisseur) et aplatir à l'aide d'une lame.

Film mince (transmissif) : le film WO_3 (par exemple, substrat FTO) est nettoyé (soniqué dans de l'éthanol pendant 10 minutes), séché et placé dans un support de cuvette.

Suspension (facultative) : 10 mg d' WO_3 soniqués dispersés dans 10 mL d'eau ou d'éthanol (concentration 1 mg/mL) et chargés dans des cuvettes en quartz.

Préparation de l'instrument

Réchauffez-vous (30 minutes) et vérifiez la source lumineuse (200-400 nm pour une lampe au deutérium, 400-800 nm pour une lampe au tungstène).

Réglages des paramètres :

Gamme de longueurs d'onde : 200-800 nm.

Vitesse de balayage : moyenne (200 nm/min).

Résolution : 1 nm.

Modes : Diffuse (poudre), Transmission (film mince/suspension).

Étalonnage : Soustrayez l'arrière-plan avec une plaque BaSO_4 (diffuse) ou une cuvette vierge (transmission).

Acquisition de données

Réflexion diffuse : Placez la cellule d'échantillonnage sur la sphère d'intégration et collectez le spectre de réflectance (environ 2-3 minutes).

Transmission : Une cuvette est placée dans le chemin optique et le spectre de transmission est enregistré.

Vérifiez la courbe : le bord d'absorption est dégagé et il n'y a pas de pics anormaux (par exemple, pic de solvant de 280 nm).

Analyse des données

Calcul de la bande interdite : À l'aide de l'équation de Tauc $(\alpha h\nu)^{1/n} = A(h\nu - E_g)$, $n = 2$ (bande interdite indirecte), tracé $(F(R)h\nu)^2$ vs. $h\nu$, $F(R) = (1-R)^2/2R$ (fonction de Kubelka-Munk).

Bords d'absorption : 450-470 nm au niveau micron, 420-450 nm au niveau nanométrique.
Résultat : $E_g = 2,6-2,8$ eV (niveau micronique), $2,4-2,6$ eV (niveau nanométrique).

Exemple de résultats

WO_3 hydrothermale : bord d'absorption 430 nm, $E_g = 2,7$ eV.

Calcination WO_3 : bord d'absorption 460 nm, $E_g = 2,6$ eV.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Précautions de sécurité

Fermez le couvercle de l'instrument lors de l'utilisation pour éviter d'endommager les yeux par les rayons UV.

Préparez la suspension en portant des gants pour éviter tout contact avec la peau.

6. Guide pratique de l'analyse de la surface et de la porosité spécifiques à BET

Objectif Déterminer

la surface spécifique et la distribution des pores de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

Équipement et matériaux

Instrument : Analyseur de surface (par exemple Micromeritics ASAP 2020 ou Quantachrome Autosorb-iQ).

Accessoires : tube d'échantillonnage (verre, 10-20 mL), station de dégazage sous vide, balance (précision 0,0001 g).

Échantillon : poudre WO_3 (0,1-0,5 g).

Procédure expérimentale

Préparation des échantillons

Prélever 0,1 à 0,5 g d'O.O., le placer dans un tube d'échantillon, le peser et l'enregistrer (précision à 0,0001 g).

Dégazage sous vide à 200°C sur une station de dégazage pendant 4 à 6 heures (vide $<10^{-2}$ mbar) pour éliminer l'humidité et les substances volatiles.

Après refroidissement, pesez à nouveau et calculez le taux de perte de poids ($<5\%$ est approprié).

Préparation de l'instrument

Réchauffez la machine au démarrage (30 minutes) et vérifiez le bain d'azote liquide (77 K) et la pompe à vide.

Réglages des paramètres :

Gaz adsorbé : N_2 (pureté $>99,999\%$).

Plage de pression : $P/P_0 = 0,01-0,995$.

Temps d'équilibrage : 10-20 sec/point.

Étalonnage : Vérifiez la précision de l'instrument à l'aide d'un échantillon standard (par exemple, Al_2O_3 , BET 155 m^2/g).

Acquisition de données

Placez le tube d'échantillon sur l'orifice d'analyse, refroidissez-le à 77 K (immersion dans l'azote liquide) et lancez le test d'adsorption-désorption (environ 4 à 6 heures).

Vérifiez l'isotherme d'adsorption : Type IV (caractéristique mésoporeux) ou Type II (non poreux).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Analyse des données

Surface spécifique : modèle BET, ajustement linéaire dans la plage $P/P_0 = 0,05-0,3$.

Distribution des pores : modèle BJH (courbe de désorption) pour calculer la taille et le volume des pores.

Résultats : $5-10 \text{ m}^2/\text{g}$ dans la gamme du micron, $20-50 \text{ m}^2/\text{g}$ dans la gamme nanométrique et une taille de pores de 5-20 nm.

Exemple de résultats

WO_3 hydrothermale : BET $45 \text{ m}^2/\text{g}$, taille des pores 8-12 nm.

WO_3 torréfié : BET $7 \text{ m}^2/\text{g}$ sans pores visibles.

Précautions de sécurité

Portez des gants et des lunettes cryogéniques lorsque vous manipulez de l'azote liquide pour prévenir les engelures.

La station de dégazage est à haute température (200°C) et des échantillons ont été prélevés après refroidissement.

Annexe C : Liste des brevets relatifs à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

CN102019429A、US10262770B2 etc.

Liste des brevets liés à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) (version étendue)

Brevets relatifs aux méthodes de préparation

US7591984B2 - Préparation de l'oxyde de tungstène

Date de diffusion : 2009-10-06

Inventeurs : Norman R. Brese, Michael T. McLaughlin

Brevet é : Air Products and Chemicals, Inc.

Résumé : Préparation d'ODO à l'échelle nanométrique H_2O , paratungstate d'ammonium (APT) dissous dans du HCl concentré, rapidement ajouté à l'eau pour former des nanofeuillets $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, recuit ($200-400^\circ\text{C}$) pour donner du jaune WO_3 .

Applications : Photocatalyse, capteurs.

Caractéristiques : Le processus est simple et la forme est unique.

CN106006743A - Méthode de préparation de l'orthorhombic noir WO_3

Date de diffusion : 2016-10-12

发明人 : 李文龙 (Wenlong Li) 等

Titulaire du brevet : Institut d'ingénierie des procédés, Académie chinoise des sciences

Résumé : La phase orthogonale du noir WO_3 ($400-600^\circ\text{C}$) a été préparée par réduction de la poudre WO_3 et de la poudre d'Al dans un four sous vide à double température pour améliorer l'absorption de la lumière visible.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Application : Photocatalyseur.

Caractéristiques : Le WO_3 noir améliore la réactivité de la lumière.

CN102502821A - Méthode de préparation du trioxyde de tungstène monoclinique

Date de sortie : 2012-06-20

发明人 : 王德宝 (Debao Wang) 等

Titulaire du brevet : Institut Shanxi de chimie du charbon, Académie chinoise des sciences

Résumé : L'APT a été utilisée comme matière première pour préparer des OOF monocliniques jaunes par acidification, hydrothermale et grillage ($400-600^\circ\text{C}$).

Application : Matériaux photocatalytiques, sensibles aux gaz.

Caractéristiques : Haute pureté monophasée.

JP2006169092A - Procédé de production de particules fines de trioxyde de tungstène

Date de diffusion : 2006-06-29

发明人 : 山本健治 (Kenji Yamamoto) 等

专利权人 : Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.

Résumé : Une solution d'acide tungstique est mélangée à de l'acide et chauffée ($100-200^\circ\text{C}$) pour produire de l' $\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, torréfié ($300-500^\circ\text{C}$) pour obtenir des particules jaunes de 10-100 nm WO_3 .

Applications : Pigments, photocatalyse.

Caractéristiques : Contrôle précis de la taille des particules.

CN103803641A - Méthode de préparation de la poudre de nano-trioxyde de tungstène

Date de diffusion : 2014-05-21

Inventeurs : Xiaobing Li, et al

Titulaire du brevet : Université Central South

Résumé : Le nano- WO_3 jaune de 20 à 50 nm a été préparé par précipitation acide et hydrothermale ($180-220^\circ\text{C}$, 12-24 h) en utilisant du tungstate de sodium comme matière première.

Applications : Photocatalyse, matériaux de batterie.

Caractéristiques : Haute uniformité du produit.

US4855161A - Procédé de production de trioxyde de tungstène

Date de diffusion : 1989-08-08

发明人 : Donald H. Moser

专利权人 : GTE Products Corporation

Résumé : Le WO_3 jaune a été préparé par décomposition thermique ($500-700^\circ\text{C}$) d'une solution de tungstate d'ammonium pour contrôler la taille et la pureté des particules.

Applications : Pigments industriels, catalyseurs.

Caractéristiques : Début du processus industriel.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CN109052476A - Méthode de préparation de l'oxyde de tungstène jaune

Date de diffusion : 2018-12-21

发明人 : 张启龙 (Qilong Zhang) 等

Breveté : Institut de recherche sur les métaux non ferreux de Ganzhou

Résumé : Le WO_3 jaune a été préparé par lixiviation alcaline, échange d'ions, précipitation acide et grillage ($450\text{-}550^\circ\text{C}$) avec une pureté de $>99,9\%$ en utilisant du concentré de tungstène comme matière première.

Application : Produits en tungstène de haute pureté.

Caractéristiques : Convient pour la production directe à partir de minerai.

WO2014053606A1 - Procédé de préparation de l'oxyde de tungstène

Date de sortie : 2014-04-10

Hôte : Wolfgang Rohde 等

Cessionnaire : BASF SE

Résumé : Préparation de films ou de poudres de WO_3 à partir de précurseurs de WF_6 par dépôt en phase vapeur (CVD) pour des applications à l'échelle nanométrique.

Applications : Dispositifs à couche mince, photocatalyse.

Caractéristiques : Procédé de phase vapeur de haute précision.

Brevets liés à la photocatalyse

EP2380687A1 - Matériau photocatalytique à base d'oxyde de tungstène

Date de diffusion : 2011-10-26

发明人 : Leila Benameur 等

专利权人 : Saint-Gobain Glass France

Résumé : Les revêtements WO_3 sont préparés par dépôt sol-gel ou en phase vapeur pour le verre autonettoyant, la décomposition des matières organiques sous la lumière UV/Vis.

Application : Surface autonettoyante.

Caractéristiques : Forte durabilité.

US20170266648A1 - Photocatalyseur à noyau de coquille WO_3/TiO_2 et procédé de préparation de celui-ci

Date de sortie : 2017-09-21

Inventeurs : Wei Zhang, et al

Breveté : Il n'y a pas de breveté clair

Résumé : Les noyaux WO_3 recouvrent les coquilles de TiO_2 pour améliorer la réponse à la lumière visible et l'efficacité de la séparation des trous d'électrons.

Applications : Traitement de l'eau, purification de l'air.

Caractéristiques : La structure core-shell optimise les performances.

CN105688972A - Photocatalyseur à base d'OF et procédé de préparation

Date de diffusion : 2016-06-22

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Inventeurs : Qiang Liu, et al

Titulaire du brevet : Université de technologie de Pékin

Résumé : Le WO_3 a été composé avec du $\text{g-C}_3\text{N}_4$ et préparé par méthode hydrothermale pour améliorer la dégradation photocatalytique des polluants organiques.

Application : Purification de l'environnement.

Caractéristiques : Activité de renforcement des matériaux composites.

US9975110B2 - Film photocatalytique d'oxyde de tungstène

Date de sortie : 2018-05-22

发明人 : Nitin Sharma 等

专利权人 : Panasonic Intellectual Property Management Co., Ltd.

Résumé : Des couches minces de WO_3 ont été préparées par dépôt par pulvérisation cathodique et dopées avec du N ou du S pour améliorer l'efficacité photocatalytique de la lumière visible.

Application : Purification de l'air intérieur.

Caractéristiques : Modification du dopage.

Brevets liés à l'électrochrome

US2011011209A1 - Dispositifs électrochromes hautement durables, y compris les films d'oxyde de tungstène

Date de diffusion : 2011-05-12

发明人 : Mark Samuel Burdis 等

专利权人 : Sage Electrochromics, Inc.

Résumé : Des films poreux d' O_3 ont été préparés par dépôt par pulvérisation cathodique à haute polarisation (>500 V) pour améliorer la durabilité électrochrome.

Application : Fenêtres intelligentes.

Caractéristiques : Excellentes performances de diffusion d'ions.

CN104445989A - Dispositif électrochrome basé sur WO_3

Date de diffusion : 2015-03-25

Inventeurs : Mei Li et al

Titulaire du brevet : Institut de céramique de Shanghai, Académie chinoise des sciences

Résumé : La couche mince WO_3 et la contre-électrode NiO forment un dispositif électrochrome entièrement solide avec un temps de réponse de <10 s.

Application : Verre intelligent.

Caractéristiques : Conception entièrement à semi-conducteurs.

US8294974B2 - Dispositif électrochrome avec couche WO_3

Date de diffusion : 2012-10-23

发明人 : Zhongchun Wang 等

专利权人 : Applied Materials, Inc.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Résumé : La couche WO_3 est préparée par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD) pour augmenter la plage de modulation optique.

Applications : moniteurs, fenêtres.

Caractéristiques : Taux de dépôt élevé.

Brevets liés aux capteurs de gaz

US10266947B2 - Capteurs de gaz d'oxyde de tungstène nanostructurés

Date de diffusion : 2019-04-23

Inventeurs : Andrei Kolmakov et al

专利权人 : Université du Maryland

Résumé : Les nanofils ou nanofeuilles WO_3 , dopés au Pt/, augmentent la sensibilité à H_2 , CO.

Application : Détection de gaz.

Caractéristiques : Haute sélectivité.

CN107132265A - Capteur de gaz à base d'OF et procédé de préparation

Date de sortie : 2017-09-05

Inventeurs : Li Zhang, et al

Titulaire du brevet : Université de Jilin

Résumé : Des nanobâtonnets de WO_3 ont été préparés par méthode hydrothermale et dopés à l'Au pour améliorer la réactivité au NO_2 .

Application : Surveillance de l'environnement.

Caractéristiques : Haute sensibilité à basse température.

EP2787528A1 - Capteur de gaz avec couche d'oxyde de tungstène

Date de sortie : 2014-10-08

发明人 : Ralf Moos 等

专利权人 : Siemens AG

Résumé : Capteur à couche mince WO_3 pour la détection du NH_3 avec une température de fonctionnement de 200-400°C.

Application : Surveillance des émissions industrielles.

Caractéristiques : Stabilité à haute température.

Brevets liés aux matériaux de batterie

US20150364755A1 - Matériau d'anode à base d'oxyde de tungstène pour batteries lithium-ion

Date de diffusion : 2015-12-17

发明人 : Xiangyang Zhou 等

专利权人 : Compagnie General Electric

Résumé : Les nanoparticules WO_3 sont combinées avec du carbone comme anode des batteries lithium-ion pour améliorer la stabilité du cycle.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Application : Batterie de stockage d'énergie.

Caractéristiques : Conception de grande capacité.

CN108172803A - Méthode de préparation du matériau de l'électrode WO₃

Date de diffusion : 2018-06-15

Inventeurs : Fang Wang, et al

Titulaire du brevet : Université de technologie de Wuhan

Résumé : Des nanofeuilles de WO₃ sont préparées par méthode solvothermique pour des électrodes de supercondensateur d'une capacité de >500 F/g.

Application : Supercondensateurs.

Caractéristiques : Capacité spécifique élevée.

Autres brevets liés à des applications

US20020002879A1 - Procédé de fabrication d'un alliage lourd de tungstène renforcé par dispersion d'oxyde

Date de diffusion : 2002-01-10

发明人 : 朴钟진 (Jong-Jin Park) 等

专利权人 : Institut supérieur coréen des sciences et de la technologie (KAIST)

Résumé : Le WO₃ a été utilisé comme précurseur pour préparer des alliages lourds de tungstène par alliage mécanique, et le Y₂O₃ a été ajouté pour améliorer les performances à haute température.

Application : Matériaux militaires.

Caractéristiques : Haute résistance.

CN109943888A - Film thermochromique à base de WO₃

Date de sortie : 2019-06-28

Inventeurs : Gang Li et al

Titulaire du brevet : Université des sciences et de la technologie de Pékin

Résumé : WO₃ dopé avec du V ou du Mo pour préparer des films thermochromiques destinés à être utilisés dans des fenêtres de température intelligentes.

Application : Efficacité énergétique des bâtiments.

Caractéristiques : Réactivité à la température.

US20190276326A1 - Pigment d'oxyde de tungstène

Date de diffusion : 2019-09-12

发明人 : Robert W. Jones 等

专利权人 : La Compagnie de Couleur du Berger

Résumé : Le WO₃ est composé avec d'autres oxydes pour préparer des pigments jaunes à haute résistance aux intempéries.

Applications : Revêtements, plastiques.

Caractéristiques : Stabilité des couleurs.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CN112723431A - Préparation des points quantiques WO₃

Date de sortie : 2021-04-30

Inventeurs : Ming Chen, et al

Titulaire du brevet : Université de Xiamen

Résumé : Préparation de points quantiques WO₃ (<10 nm) par méthode assistée par micro-ondes pour la bio-imagerie et la photocatalyse.

Applications : Biomédical, photocatalytique.

Caractéristiques : Effets quantiques significatifs.

WO2020157650A1 - Revêtement antimicrobien à base de WO₃

Date de sortie : 2020-08-06

发明人 : Maria Strømme 等

专利权人 : Université d'Uppsala

Résumé : Les revêtements WO₃ produisent des espèces réactives de l'oxygène par photocatalyse et ont des propriétés antimicrobiennes.

Application : Revêtement de dispositif médical.

Caractéristiques : Technologie antibactérienne verte.

Annexe D :

**Chine, Japon, Allemagne, Russie, Corée du Sud et normes
internationales relatives à l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).**

Normes chinoises relatives à l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

YS/T 535-2006 《M é tatungstate d'ammonium》

Date de sortie : 2006

Champ d'application : Les exigences techniques, les méthodes d'essai, les règles de contrôle et l'emballage du métatungstate d'ammonium (AMT, (NH₄)₂WO₄) sont spécifiés, et le métatungstate d'ammonium est un précurseur important pour la préparation de WO₃.

Contenu principal :

Composition chimique : teneur en WO₃ ≥88,5 % (première classe), limites d'impuretés (par exemple Mo ≤0,02 %), Fe ≤0,001 %).

Propriétés physiques : taille des particules (taux de tamisage), aspect (poudre cristalline blanche ou jaunâtre).

Méthode d'essai : La teneur en WO₃ est déterminée par la méthode du poids, et l'impureté est déterminée par ICP-OES ou AAS.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Associé à WO_3 : L'AMT est décomposé en WO_3 par torréfaction ($500-600^{\circ}C$), et la norme affecte directement la pureté et la qualité de WO_3 .

GB/T 26034-2010 Acide tungstique

Date de sortie : 2010

Champ d'application : Acide tungstique (H_2WO_4) à usage industriel, en tant que précurseur ou source directe de WO_3 .

Contenu principal :

Composition chimique : teneur en $WO_3 \geq 98,0 \%$, limites d'impuretés (par exemple $Na \leq 0,02 \%$, $S \leq 0,01 \%$).

Apparence : Poudre jaune.

Méthode d'essai : Réduction-titrage pour la teneur en WO_3 , spectroscopie pour les impuretés.

Associé à WO_3 : L'acide tungstique est calciné en WO_3 , et la norme garantit la qualité de la matière première.

YS/T 572-2007 Oxyde de tungstène

Date de sortie : 2007

Champ d'application : Les exigences techniques, les méthodes d'essai et l'emballage de l'oxyde de tungstène jaune (WO_3) sont spécifiés.

Contenu principal :

Note : $WO_3 \geq 99,95 \%$ pour la 1ère année, $99,9 \% \geq 99,9 \%$ pour la 2e année.

Limite d'impuretés : $Mo \leq 0,01 \%$, $Fe \leq 0,001 \%$, $Si \leq 0,002 \%$.

Propriétés physiques : taille des particules ($< 20 \mu m$), masse volumique apparente ($1,5-3,0 g/cm^3$).

Méthode de test : La teneur en WO_3 est titrée par titrage XRF ou chimique, la taille des particules est mesurée avec un analyseur de taille de particules laser.

Associé au WO_3 : Directement ciblé sur la norme industrielle pour le WO_3 jaune, largement utilisé dans la production de produits en tungstène.

GB/T 3457-2013 Poudre de tungstène

Date de sortie : 2013

Champ d'application : Poudre de tungstène préparée par réduction WO_3 .

Contenu principal :

Composition chimique : $W \geq 99,9 \%$, $O \leq 0,05 \%$.

Taille des particules : $0,5-50 \mu m$.

Méthode d'essai : La teneur en O est par méthode de chauffage par impulsion.

Associé à WO_3 : WO_3 est la principale matière première de la poudre de tungstène, et la norme reflète indirectement les exigences de pureté de WO_3 .

Norme japonaise relative à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

JIS 1462:2015 《Méthodes d'analyse des composés de tungstène》

Date de sortie : 2015

Champ d'application : Convient pour l'analyse chimique des composés de tungstène (par ex. WO_3 , tungstate).

Contenu principal :

WO_3 Détermination de la teneur : méthode gravimétrique (pesée après réduction) ou méthode photométrique (développement de la couleur du thiocyanate).

Analyse des impuretés : Mo, Fe, Si, etc. utiliser AAS ou ICP.

Préparation de l'humidité : Méthode de séchage (105°C).

Associé à WO_3 : Des méthodes analytiques standard pour WO_3 sont disponibles pour garantir la pureté chimique pour les applications industrielles.

JIS H 1403:2001 Méthodes d'analyse chimique des matériaux en tungstène et en molybdène

Date de sortie : 2001

Champ d'application : Convient aux matériaux en tungstène et en molybdène, aux oxydes, y compris le WO_3 .

Contenu principal :

WO_3 Quantitatif : Titration chimique (méthode de réduction).

Impuretés : Na et K sont déterminés par photométrie de flamme, et P est déterminé par spectrophotométrie.

Associé à WO_3 : Utilisé indirectement pour le contrôle qualité de WO_3 , en particulier dans la préparation d'alliages de tungstène.

Norme allemande relative à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

DIN 51078:2002 Test des matières premières pour les céramiques oxydes

Date de sortie : 2002

Champ d'application : Convient pour tester les propriétés physiques et chimiques des matières premières céramiques oxydes (par ex. WO_3 , Al_2O_3).

Contenu principal :

Composition chimique : Teneur en WO_3 par XRF ou chimie humide.

Distribution granulométrique : Diffraction laser.

Surface spécifique : méthode BET (adsorption N_2).

Associé à WO_3 : WO_3 est utilisé comme additif ou précurseur céramique pour la caractérisation de ses propriétés physiques.

DIN EN ISO 21068-2:2008 Analyse chimique des matières premières et des articles en céramique - Partie 2

Date de sortie : 2008

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Applications : Analyse des silicates et des oxydes dans les matériaux céramiques, y compris le WO_3 .

Contenu principal :

Contenu WO_3 : ICP-OES ou XRF.

Impuretés : Limites de métaux lourds (par exemple Pb, Cd).

Associé à WO_3 : Utilisé pour le contrôle qualité des WO_3 dans les céramiques ou les composites.

Norme russe relative à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

GOST 25702-83

Date de sortie : 1983

Champ d'application : Convient pour l'analyse du tungstate (par exemple Na_2WO_4) et du WO_3 dérivé.

Contenu principal :

WO_3 Contenu : Méthode gravimétrique (calcination après précipitation).

Impuretés : Fe et Mn sont mesurés par colorimétrie, Mo par photométrie.

Humidité et volatils : Méthode de séchage (120°C).

Associé à WO_3 : Fournit des méthodes d'analyse pour les précurseurs de WO_3 pour l'industrie du tungstène à l'époque soviétique.

GOST 14316-91 Concentré de tungstène

Date de sortie : 1991

Champ d'application : Exigences de qualité pour le concentré de tungstène (teneur en WO_3 50 %-70 %).

Contenu principal :

WO_3 Teneur : Titrage chimique.

Impuretés : Limites de S, P, As, etc.

Associé à WO_3 : WO_3 est extrait du concentré de tungstène, et la norme affecte la qualité de la matière première.

Norme coréenne relative à l'oxyde de tungstène jaune (WO_3).

KS D 9502:2018 Méthodes d'analyse chimique du tungstène et des alliages de tungstène

Date de sortie : 2018

Champ d'application : Convient pour l'analyse des matériaux et des oxydes de tungstène (par ex. WO_3).

Contenu principal :

Contenu WO_3 : ICP-MS ou méthode gravimétrique.

Impuretés : Fe et Mo utilisent l'AAS, le C utilise la méthode de combustion.

Associé à WO_3 : Pour les tests de pureté WO_3 , en particulier dans le domaine des

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

matériaux électroniques.

KS M ISO 11885:2008 Qualité de l'eau - Détermination des éléments métalliques - Méthode ICP-OES

Date de sortie : 2008

Champ d'application : Analyse d'éléments métalliques dans des solutions aqueuses, qui peuvent être utilisés pour la détection d'impuretés après dissolution d'OF.

Contenu principal :

Contenu W : longueur d'onde 207,911 nm.

Limite de détection : 0,01 mg/L.

Associé à WO₃ : Utilisé indirectement pour le contrôle de la qualité des eaux usées de production de WO₃.

Normes internationales relatives à l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Méthode d'essai standard ASTM B922-20 pour la surface spécifique des poudres métalliques

Date de sortie : 2020

Champ d'application : Détermination de la surface spécifique des poudres et oxydes métalliques (par ex. WO₃).

Contenu principal :

Méthode : BET (adsorption N₂, 77 K).

Besoin en échantillon : 0,1-1 g, dégazage à 200° C, 4 h.

Plage de mesure : 0,1-1000 m²/g.

Associé à WO₃ : Utilisé pour caractériser les poudres de WO₃ (5-10 m²/g en micromètres et 20-50 m²/g en nanomètres).

ISO 16962:2017 « Analyse chimique des surfaces - Analyse des revêtements métalliques à base de zinc et/ou d'aluminium »

Date de sortie : 2017

Applications : Analyse chimique de surface impliquant la caractérisation de couches minces ou de revêtements WO₃.

Contenu principal :

Méthode : XPS, AES, SIMS.

Paramètres : W 4f crête (35,5 eV et 37,6 eV).

Associé à WO₃ : Convient pour l'analyse de surface des films WO₃ tels que les couches électrochromes.

ISO 9277:2010 Détermination de la surface spécifique des solides - Méthode BET

Date de sortie : 2010

Champ d'application : Détermination de la surface spécifique des matériaux solides, y

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

compris les WO₃.

Contenu principal :

Méthode : adsorption N₂, P/P₀ = 0,05-0,3.

Précision : ±5 %.

Corréler avec WO₃ : Test de surface spécifique pour WO₃ standardisé.

Méthode d'essai standard ASTM E291-18 pour l'analyse chimique du tungstène

Date de sortie : 2018

Applications : Analyse chimique du tungstène et des oxydes (par exemple WO₃).

Contenu principal :

Contenu WO₃ : Gravimétrie ou photométrie.

Impureté : Mo et Fe sont déterminés par ICP, et S est déterminé par la méthode de combustion.

Associé à WO₃ : Fournit une méthode d'analyse internationalement acceptée pour WO₃.

ISO 11885:2007 《Éléments d'eau - ICP-OES Éléments métalliques définis》

Date de sortie : 2007

Champ d'application : Analyse d'éléments métalliques en solution aqueuse, adaptée aux eaux usées de production d'OF₃.

Contenu principal :

Détection W : longueur d'onde 207,911 nm, limite de détection 0,01 mg/L.

Associé à WO₃ : Normes de surveillance environnementale.

Annexe F : Glossaire des termes relatifs à l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Oxyde de tungstène jaune (WO₃) Glossaire (chinois, anglais, japonais, coréen)

Le nom de base et la formule chimique de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Oxyde de tungstène jaune	Trioxyde de tungstène jaune	黄色三酸化タングステン (Kiiro Sansanka Tangusuten)	황색 삼산화텅스텐 (Hwangsaek Samsanhwa Teongseuten)	Mettre l'accent sur l'aspect jaune, forme industrielle courante
Trioxyde de tungstène	Trioxyde de tungstène	三酸化タングステン (Sansanka Tangusuten)	삼산화텅스텐 (Samsanhwa Teongseuten)	Un terme général qui ne fait pas spécifiquement référence à la couleur
WO ₃	WO ₃	WO ₃	WO ₃	Formule chimique, applicable au niveau international
Anhydride de tungcre	Anhydride de tungstique	タングステン酸無水物 (Tangusuten-san)	텅스텐산 무수물 (Teongseuten-san)	Nomenclature chimique, mettant

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

		Musuimotsu)	Musumul)	l'accent sur l'état anhydre
Oxyde de tungstène bleu	Oxyde de tungstène bleu	Oxyde de tungstène bleu (Aoiro Sanka Tanguuten)	청색 산화텅스텐 (Cheongsae Sanhwa Teongseuten)	WO _{2.9} , WO ₃ impur, produit partiellement réduit
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

Propriétés chimiques de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
État d'oxydation	État d'oxydation	酸化状態 (fear Jôtai)	산화 상태 (Sanhwa Sangtae)	W dans WO ₃ est de +6 valence
stabilité	Stabilité	安定性 (Antei-sei)	안정성 (Anjeongseong)	Stable < 600°C, changement de phase à haute température
solubilité	Solubilité	溶解度 (Yōkaido)	용해도 (Yonghaedo)	L'eau est légèrement soluble et les conditions acido-basiques changent
Hydrolysabilité	Hydrolyse	加水分解性 (Kasui Bunkai-sei)	가수분해성 (Gasubunhaeseong)	génération d'humidité élevée WO ₃ · H ₂ O
Oxydation	Propriété oxydante	酸化性 (Sanka-sei)	산화성 (Sanhwaseong)	Oxydation faible, photocatalyse améliorée
Liaisons chimiques	Liaison chimique	化学結合 (Kagaku Ketsugō)	화학 결합 (Hwahak Gyeolhap)	W-O, W=O 键, FTIR 可检测
volatilité	Volatilité	揮発性 (Kihatsu-sei)	휘발성 (Hwibalseong)	Volatiliser > 1100°C pour former WO _{2.9}
Acidité et alcalinité	Acidité/Alcalinité	酸塩基性 (San Enki-sei)	산염기성 (San Yeomgiseong)	Les oxydes amphotères, qui peuvent réagir avec les acides et les bases
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DE L' OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
apparence	Apparence	Extérieur (Gaikan)	외관 (Oegwan)	Poudre ou film jaune
densité	Densité	Densité (Mitsudo)	밀도 (Mildo)	7,16 g/cm ³ (phase monoclinique)
point de fusion	Point de fusion	Point de fusion (Yūten)	융점 (Yungjeom)	1473°C

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

point d'ébullition	Point d'ébullition	Point d'ébullition (Futen)	비점 (Bijeom)	>1700°C 分解
Métamorphose	Structure cristalline	結晶構造 (Kesshō Kōzō)	결정 구조 (Gyeoljeong Gojo)	Monoclinique, orthogonale, tétragonale
Taille des particules	Taille des particules	Taille des particules (Ryūkei)	입자 크기 (ipja keugi)	微米级 1-20 μm, 纳米级 10-100 nm
Surface spécifique	Surface spécifique	比表面積 (Hi Hyōmen Seki)	비표면적 (Bipyomyeonjeok)	Le dosage du BET, de l'ordre du nanomètre
Écart de bande	Écart de bande	Band Gap (Bando Gappu)	밴드 갭 (Bains Gaep)	2,6 à 2,8 eV
dureté	Dureté	Dureté (Kōdo)	경도 (Gyeongdo)	Dureté de Mohs 4-5
Conductivité thermique	Conductivité thermique	Conductivité thermique (Netsu Dendōritsu)	열전도율 (Yeoljeondoyul)	1,5 à 2,0 W/(m K)
Coefficient de dilatation thermique	Coefficient de dilatation thermique	熱膨張係数 (Netsu Bōchō Keisū)	열팽창 계수 (Yeolpaengchang Gyesu)	$8,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Méthode de préparation de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Méthode hydrothermale	Méthode hydrothermale	水熱法 (Suinetu-hō)	수열 방법 (Suryeol Bangbeop)	Autoclave, Nano WO ₃
Décomposition thermique	Décomposition thermique	熱分解法 (Netsu Bunkai-hō)	열분해 방법 (Yeolbunhae Bangbeop)	Système AMT WO ₃
torréfaction	Calcination	焼成 (Shōsei)	소성 (Soseong)	高温炉, 500-600°C
Méthode solvothermique	Méthode solvothermique	溶媒熱法 (Yōbai Netsu-hō)	용매열 방법 (Yongmaeyeol Bangbeop)	Solvants organiques, haute pression
Dépôt en phase vapeur	Dépôt en phase vapeur	気相蒸着 (Kisō Jōchaku)	기상 증착 (Gisang Jeungchak)	CVD 或 PVD, 薄膜制备
Méthode de précipitation acide	Précipitations acides	酸沈殿法 (San Chinden-hō)	산 침전법 (San Chimjeonbeop)	Tungstate de sodium plus précipitation acide
Échange d'ions	Échange d'ions	イオン交換 (Ion Kōkan)	이온 교환 (Ion Gyohwan)	Purification d'une solution de tungstate
Alliage mécanique	Alliage mécanique	機械合金化 (kaikai gōkin-k)	기계 합금화 (Gigye Hapeumhwa)	Préparation des matériaux composites

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

RÉALISÉ PAR :GROUPE CTIA

Réaction chimique de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Réaction de réduction	Réaction de réduction	還元反応 (Kangen Hannō)	Réaction de réduction (Hwanwon Baneung)	WO ₃ + 3H ₂ → W + 3H ₂ O
Réactions alcalines	Réaction alcaline	アルカリ反応 (Arukari Hannō)	알칼리 반응 (Alkali Baneung)	WO ₃ + 2NaOH → Na ₂ WO ₄ + H ₂ O
Réaction acide	Réaction acide	酸反応 (San Hannō)	산 반응 (San Baneung)	WO ₃ + 6HCl → WCl ₆ + 3H ₂ O
Réaction d'hydratation	Réaction d'hydratation	水和反応 (Suiwa Hannō)	수화 반응 (Suwha Baneung)	WO ₃ + H ₂ O → WO ₃ · H ₂ O

RÉALISÉ PAR :GROUPE CTIA

Domaines d'application de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Photocatalyseurs	Photocatalyse	光触媒 (Hikari Chakurai)	광촉매 (Gwangchokmae)	Dégradation de la matière organique
Électrochrome	Électrochromisme	電気変色 (Denki Henshoku)	전기 변색 (Jeongi Byeonsaek)	Fenêtres intelligentes
Capteurs de gaz	Capteur de gaz	Capteur de gaz (Gasu Sensa)	가스 센서 (Gaseu Senseo)	Détection de NO ₂ , H ₂
Matériaux de la batterie	Matériau de la batterie	電池材料 (Denchi Zairyo)	배터리 재료 (Baeteori Jaeryo)	Anode de batterie au lithium
pigment	Pigment	顔料 (Ganryō)	안료 (Anryo)	Peinture jaune
Thermochromique	Thermochromisme	熱変色 (Netsu Henshoku)	열 변색 (Yeol Byeonsaek)	Matériaux sensibles à la température
Revêtement antimicrobien	Revêtement antibactérien	抗菌コーティング (Kōkin Kōtingu)	항균 코팅 (Hanggyun Koting)	Photocatalytique antibactérien
Supports de catalyseurs	Assistance Catalyst	触媒担体 (Shokubai Tantai)	13 (Chowkmaa Damche)	Catalyse chimique

RÉALISÉ PAR :GROUPE CTIA

Méthode d'analyse de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Diffraction des rayons X	Diffraction des rayons X (XRD)	X線回折 (Ekkususen Kaissetsu)	Sa-Cheon Hojeol)	Analyse polymorphe
Spectroscopie	Spectroscopie infrarouge à	フーリエ変換赤外分	푸리에 변환 적외선	Détection de

infrarouge à transformée de Fourier	transformée de Fourier (FTIR)	光法 (Fürie Henskan Sekigai Bunkō-hō)	분광법 (Purie Byeonhwan Jeokoesun Bungwangbeop)	liaisons chimiques
Microscopie électronique à balayage	Microscopie électronique à balayage (MEB)	走査電子顕微鏡 (Sōsa Denshi Kenbikyō)	주사 전자 현미경 (Jusa Jeonja Hyeonmigyeong)	Observation morphologique
Microscopie électronique à transmission	Microscopie électronique à transmission (MET)	透過電子顕微鏡 (Tōka Denshi Kenbikyō)	투과 전자 현미경 (Tugwa Jeonja Hyeonmigyeong)	Nanostructures
Spectroscopie ultraviolet-visible	Spectroscopie UV-Visible (UV-Vis)	紫外可視分光法 (Shigai Kashin Bunkō-hō)	자외선-가시광선 분광법 (Jawoeseon-Gasigwangseon Bungwangbeop)	Détermination de l'écart entre les bandes
Analyse de surface spécifique BET	Analyse de surface BET	BET 比表面積分析 (BET Hi Hyōmen Seki Bunseki)	Bet 비표면적 분석 (Bet Bisymogengeok Bansak)	Surface spécifique
Spectroscopie photoélectronique à rayons X	Spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS)	X 線光電子分光法 (Ekkusu-sen Kōdenshi Bunkō-hō)	X 선 광전자 분광법 (X-seon Gwangjeonja Bungwangbeop)	Chimie de surface
Analyse thermogravimétrique	Analyse thermogravimétrique (TGA)	熱重量分析 (Netsu Jūryō Bunseki)	열중량 분석 (Yeoljungnyang Bunseok)	Stabilité thermique
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

Paramètres de processus de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Température de réaction	Température de réaction	反応温度 (Hannō Ondo)	반응 온도 (Baneung Ondo)	水热法 180-200°C
Temps de torréfaction	Temps de calcination	焼成時間 (Shōsei Jikan)	소성 시간 (Soseong Sigan)	2-3 heures
pression	Pression	圧力 (Atsuryoku)	압력 (Amnyeok)	Bouilloire 1-2 MPa
PH	Valeur du pH	pH (pH Chi)	pH 값 (écarts de pH)	Précipité acide pH 1-2
Rapport solide-liquide	Rapport solide-liquide	固液比 (Koei-hi)	고액비 (Goaekbi)	Lixiviation alcaline 1:3
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

Le nom de l'appareil de l' oxyde de tungst è ne jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Réacteur à	Autoclave	高压反応釜 (Kōatsu)	고압 반응로 (Goap)	Équipement

haute pression		Hannôgama)	Baneungno)	hydrothermal
four rotatif	Four rotatif	回転窯 (Kaiten-yô)	회전 가마 (Hoejeon Gama)	Torréfaction WO ₃
Moufle	Four à moufle	マッフル炉 (Maffuru-ro)	머플로 (Meopeullo)	Décomposition thermique en laboratoire
Colonnes d'échange d'ions	Colonne d'échange d'ions	イオン交換カラム (Ion Kōkan Karamu)	이온 교환 컬럼 (Ion Gyohwan Keolleom)	Purifier la solution
Filtre-presse	Filtre-presse	圧濾機 (Atsuryoku-roki)	압착 여과기 (Apchak Yeogwagi)	Déshydratation des résidus de déchets
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

Précurseur de l'oxyde de tungstène jaune (WO₃) et des composés apparentés

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Métatungstate d'ammonium	Métatungstate d'ammonium (AMT)	メタタングステン酸アンモニウム (Meta Tanguuten-san Anmoniumu)	메타텅스텐산 암모늄 (Metateongseuten-san Ammonyum)	WO ₃ Précurseur majeur
Acide tungstique	Acide tungstique	タングステン酸 (Tanguuten-san)	텅스텐산 (Teongseuten-san)	H ₂ WO ₄ , précipité jaune
Tungstate de sodium	Sodium Tungstate	タングステン酸ナトリウム (Tanguuten-san Natoriumu)	텅스텐산 나트륨 (Teongseuten-san Nateuryum)	Na ₂ WO ₄ , 碱浸产物
Poudre de tungstène	Poudre de tungstène	Poudre de tungstène (Tanguuten Funmatsu)	텅스텐 분말 (Teongseuten Bunmal)	Produit de réduction WO ₃
Concentré de tungstène	Concentré de tungstène	タングステン精鉱 (Tanguuten Seikō)	텅스텐 정광 (Teongseuten Jeonggwang)	Contenu WO ₃ 50 %-70 %
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

SÉCURITÉ ET ENVIRONNEMENT DE L' OXYDE DE TUNGSTÈNE JAUNE (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
toxicité	Toxicité	Toxicité (Dokusei)	독성 (Dokseong)	DL ₅₀ >2000 mg/kg
Limites d'exposition professionnelle	Limite d'exposition professionnelle	職業暴露限界 (Shokugyō Bakuro Genkai)	직업 노출 한계 (Jigeop Nochul Hangye)	3 mg/m ³ (norme chinoise)
Écotoxicité	Écotoxicité	生態毒性 (Seitai Dokusei)	생태 독성 (Saengtae Dokseong)	鱼类 LC ₅₀ >100 mg/L

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Traitement des gaz d'échappement	Traitement des gaz d'échappement	排ガス処理 (Hai Gasu Shorey)	배기가스 처리 (Begigaseu Chiori)	Absorption de NH ₃
Élimination des déchets liquides	Traitement des eaux usées	廃液処理 (corps à haute unité)	폐액 처리 (Pyeaek Cheori)	Récupération des précipitations avec W
Gants de protection	Gants de protection	保護手袋 (Hogo Tegbukuro)	보호 장갑 (Boho Janggap)	Matériau nitrile
Hotte	Hotte	Capot de tirage (Dorafuto Chanbā)	흡 후드 (Hyum Hudeu)	Opération de dépoussiérage
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

Terme utilisé dans l'industrie pour désigner l'oxyde de tungstène jaune (WO₃).

Chinois	Anglais	Japonais	Coréen	exégèse
Chaîne industrielle du tungstène	Chaîne industrielle du tungstène	Chaîne industrielle du tungstène (Tangusuten Sangyō Chên)	텅스텐 산업 체인 (Teongseuten Saneop Chein)	Minerai au travail
Haute pureté	Haute pureté	高純度 (Kōjundo)	고순도 (Gosundo)	WO ₃ >99,9 %
Nanomatériaux	Nanomatériau	ナノ材料 (Nano Zairyo)	나노 재료 (petits jerrys)	<100 milles marins
Fabrication verte	Fabrication verte	グリーン製造 (Gurīn Seizō)	녹색 제조 (Noksaek Jejo)	Procédé respectueux de l'environnement
RÉALISÉ PAR : GROUPE CTIA				

GROUPE CTIA

Trioxyde de tungstène (tungstène jaune, WO₃, trioxyde de tungstène jaune, YTO)

Introduction

1. Vue d'ensemble du trioxyde de tungstène

Le trioxyde de tungstène de CTIA GROUP (appelé tungstène jaune, WO₃) est produit par un processus de calcination à haute température au paratungstate d'ammonium, qui répond aux exigences du produit de première classe GB/T 3457-2013 « Tungsten Oxide ». Le tungstène jaune est largement utilisé dans la préparation de poudre de tungstène, de carbure cémenté, de fil de tungstène et de colorants céramiques en raison de sa forme de poudre de cristal jaune clair, de sa grande pureté et de sa stabilité chimique. CTIA GROUP s'engage à fournir des produits de tungstène jaune de haute qualité pour répondre aux besoins de la métallurgie des poudres et de la fabrication industrielle.

2. Caractéristiques du trioxyde de tungstène

Composition chimique : WO₃.

Pureté : ≥99,95 % avec une très faible teneur en impuretés.

Apparence : Poudre de cristal jaune clair, couleur uniforme.

Polymorphe : monoclinique (le plus fréquent à température ambiante), groupe d'espace P21/n.

Haute stabilité : stable à l'air, insoluble dans l'eau et les acides inorganiques à l'exception de l'acide fluorhydrique.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Réactivité : Il peut être réduit en poudre de tungstène par l'hydrogène (>650°C) ou le carbone (1000-1100°C).

Uniformité : Distribution uniforme des particules, adaptée au traitement en aval.

3. Spécifications du trioxyde de tungstène

index	CTIA GROUP Tungstène jaune première qualité standard
Teneur en WO ₃ (% en poids)	99,95 ≥
Impureté (% en poids, max.)	Fe≤0.0010, Mo≤0.0020, Si≤0.0010, Al≤0.0005, Ca≤0.0010, Mg≤0.0005, K≤0.0010, Na≤0.0010, S≤0.0005, P≤0.0005
Humidité (% en poids)	0,05 ≤
Taille des particules	1-10(μm,FSSS)
Densité lâche	2,0 à 2,5 (g/cm ³)
Personnalisation	Les limites de taille des particules ou d'impuretés peuvent être personnalisées en fonction des exigences du client

4. Emballage et garantie en trioxyde de tungstène

Emballage : Sac en plastique scellé à l'intérieur, tambour en fer extérieur ou sac tissé, poids net 50 kg ou 100 kg, conception étanche à l'humidité.

Garantie : Chaque lot est accompagné d'un certificat de qualité, comprenant la teneur en WO₃, l'analyse des impuretés, la taille des particules (méthode FSSS), la masse volumique et les données d'humidité.

5. Informations sur l'approvisionnement en trioxyde de tungstène

E-mail : sales@chinatungsten.com T é l. : +86 592 5129696

Pour plus d'informations sur le tungstène jaune, veuillez consulter le site China Tungsten Online www.tungsten-powder.com



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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